



HAL
open science

**Fusion Laser Selective de poudres de TA6V :
microstructure et mécanismes de formation des
porosités en lien avec les paramètres du procédé SLM et
les propriétés structurales**

Jonathan Stef

► **To cite this version:**

Jonathan Stef. Fusion Laser Selective de poudres de TA6V : microstructure et mécanismes de formation des porosités en lien avec les paramètres du procédé SLM et les propriétés structurales. Matériaux. Université de Bordeaux, 2018. Français. NNT : 2018BORD0433 . tel-02063477

HAL Id: tel-02063477

<https://theses.hal.science/tel-02063477v1>

Submitted on 11 Mar 2019

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE PRÉSENTÉE
POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

DE L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES CHIMIQUES
SPÉCIALITÉ PHYSICO-CHIMIE DE LA MATIÈRE CONDENSÉE

Par Jonathan STEF

FUSION LASER SÉLECTIVE DE POUDRE DE TI-6AL-4V :
MICROSTRUCTURE ET MÉCANISME DE FORMATION DES POROSITÉS EN LIEN
AVEC LES PARAMÈTRES DU PROCÉDÉ SLM ET LES PROPRIÉTÉS STRUCTURALES

Sous la direction de : Mohamed GOUNÉ et Angéline POULON-QUINTIN

Soutenue le 17 décembre 2018

Membres du jury :

Mme ALLAIN-BONASSO Nathalie, Professeur, Université de Lorraine, Metz	Présidente
M. GODET Stéphane, Professeur, Université libre de Bruxelles, Bruxelles	Rapporteur
M. REZAI-ARIA Farhad, Professeur, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, Albi	Rapporteur
M. DE SOUSA Matthias, Docteur-Ingénieur, WeAre-3DMaterials, Limoges	Examineur
M. MAGLIONE MARIO, Directeur de recherche, ICMCB, Pessac	Examineur
M. GOUNÉ Mohamed, Professeur, Université de Bordeaux, Talence	Examineur
Mme POULON-QUINTIN Angéline, Maître de conférences, Université de Bordeaux, Talence	Examinatrice

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mes deux directeurs de thèse, M. Mohamed GOUNE et Mme Angéline POULON-QUINTIN, pour leur confiance, leur disponibilité, leur implication et leur engagement dans ce rôle d'encadrement. J'ai beaucoup appris avec eux, scientifiquement et humainement. Sans leur haut niveau d'exigence et leur franchise, leurs encouragements, leur soutien dans les moments difficiles, et les nombreuses heures passées en réunion, ce travail n'aurait pas pu aller aussi loin.

Ce travail de thèse a été réalisé au sein de l'Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux (UMR 5026) et a été financé par l'entreprise WeAre-3DMaterials que je remercie. Je remercie M. Mario MAGLIONE, Directeur de l'ICMCB, pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire et avoir accepté de prendre part à mon jury de thèse.

Je tiens à exprimer mes remerciements à M. Philippe RIVIERE et M. Pascal FARELLA qui ont pris la décision de financer ce projet de thèse afin que je puisse me consacrer sereinement à son élaboration. Je tiens aussi beaucoup à remercier mon tuteur d'entreprise M. Matthias DE SOUSA, pour son soutien, ses nombreux conseils, son aide et sa compréhension face aux nombreuses difficultés auxquelles j'ai été confronté, ainsi que pour sa participation à mon jury de thèse. Je remercie M. Tarek SULTAN pour son aide et ses conseils autour du procédé SLM, ainsi que pour son soutien. Je tiens également à remercier M. Florian FERREIRA et M. Florian FAURE qui m'ont fait découvrir l'aspect industriel de la fabrication additive par SLM et qui ont veillé à ce que mes séjours à Grenoble se passent dans les dans les meilleures conditions. Je remercie les autres collaborateurs du groupe, rencontrés lors de mes déplacements ou lors de séminaires, avec qui j'ai pu partager de bons moments.

Je remercie les professeurs Farhad REZAI-ARIA et Stéphane GODET pour avoir accepté de juger et de rapporter mes travaux, ainsi que la professeure Nathalie ALLAIN pour avoir présidé la soutenance orale de mes travaux.

J'adresse mes remerciements à Abdekrim REDJAÏMLA, Jaafar GHANBAJA et Olivier FERRY, de l'Institut Jean Lamour de Nancy, pour leur collaboration et leur aide précieuse en MET et en micro tomographie X. Je tiens à leur exprimer toute ma gratitude pour le travail de qualité qu'ils ont fourni, ainsi que pour leur disponibilité et leur grande réactivité.

Je tiens maintenant à remercier l'ensemble des personnes de l'ICMCB qui ont contribué de près ou de loin à ces travaux :

Les membres du service collectif : Sonia BUFFIERE pour son aide en microscopie électronique, Laëtizia ETIENNE pour les caractérisations chimiques, Nicolas PENIN et Oudomsack VIRAPHONG pour leur aide dans la réalisation de traitements thermiques sous ampoules de quartz et leur grande réactivité pour la résolution des petits problèmes du quotidien, Dominique DENUX pour les analyses thermiques, Eric LEBRAUD pour les analyses par DRX, Rodolphe DECOURT pour le prêt de matériel électrique, Lionel TEULE-GAY pour la profilométrie optique et U-Chan CHUNG pour les discussions échangées et sa bonne humeur.

Les membres du groupe Oxydes et Electro-Céramiques Architecturées pour l'Énergie et l'Électronique : Dominique BERNARD pour son aide et pour m'avoir permis d'utiliser son équipement informatique pour analyser les données obtenues par Tomographie X, Cathy ELISSALDE et Sébastien FOURCADE pour l'aide apportée et les discussions échangées.

Les membre de la plateforme PLACAMAT : Michel LAHAYE pour les analyses en microsonde de CASTAING et en électrons Auger, Pascale GARRETA et Marion GAYOT pour la finition des échantillons destinés au MET, Ronan LEDEVIN pour son aide avec le logiciel de tomographie X.

Les membres du groupe Chimie et Photonique des Matériaux Oxydes et Fluorures et plus particulièrement Etienne DURAND pour son aide concernant les attaques chimiques avec du HF.

Les membres du service informatique : Bernard CLAVEL, Fabien PALENCIA et Cyril DUFOUR pour leur aide face à mes soucis informatiques.

Les membres de l'administration, de la documentation, de l'infrastructure et du service financier : Sandrine QUILLATEAU et Edgar BORG pour leur bonne humeur et leur accueil chaleureux, Frédérique BONNET, Carole MALBURET et Matthieu RENAUDIN pour leur aide dans les aspects administratifs et financiers, Stéphane TOULIN pour son aide à la recherche bibliographique et sa disponibilité.

Les membres permanents du groupe Métallurgie et Matériaux Fonctionnels pour m'avoir accueilli, formé aux différents outils, et pour les discussions échangées pendant les pauses café ou au détour d'un couloir : Jean-François SILVAIN, Sylvie BORDERE, Stéphane GORSSE, Jean-Louis BOBET, Jean-Marc HEINTZ, Amélie VEILLERE, Christophe CONA, Guillaume AUBERT, Sophie TENCE, Mythili PRAKASAM.

Les compagnons permanents du midi et de sorties quotidiennes : Adrien, Zhengyan, Waldemir et Emilien.

Tous les thésards, post-doctorants et stagiaires et autres passés et présents avec qui j'ai passé de bons moments : Benji, Nabil, Samy, Maël, Clio, Guillaume, Lucas, Emilie, Felix, Arnaud, Loïc, Diaa, Eliane, Tadhg, Volatiana, Arthur, Paul, Olaïa, Rudy, Iñaki, Gui-Marie, Mathilde, Alberto, Marine, Ana, et tout ceux que je n'ai pas mentionné.

Je remercie également tous les autres membres de l'ICMCB, que je n'aurais pas cité ici et qui m'ont aidé dans ce projet de thèse. Merci à tous pour les bons moments partagés au cours de ces quelques années, que ce soit au laboratoire ou en dehors autour d'un verre.

Enfin, je tiens à remercier ma famille et belle famille, qui m'ont toujours soutenu dans les choix que j'ai fait et de toutes les manières possibles, et ce depuis mon plus jeune âge, et qui pour certains ont dû traverser la France pour venir voir ma soutenance.

LEXIQUE	1
INTRODUCTION GENERALE	3
CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	5
1. Fusion laser sélective de l'alliage TA6V	8
1.1. Quelques généralités sur la fabrication additive	8
1.1.1. Principe	8
1.1.2. Classification des procédés les plus courants	9
1.1.3. Domaines d'application, avantages et défis à relever	9
1.2. Principe du procédé par fusion laser sélective (SLM) sur lit de poudre	10
1.3. Paramètres métallurgiques des poudres entrantes	11
1.4. Paramètres du procédé	12
2. Formation des microstructures dans l'alliage TA6V	14
2.1. Principales transformations de phases solide/solide	14
2.1.1. Structure cristallographique des phases α et β	14
2.1.2. Effet des éléments d'addition	15
2.1.3. Cas de l'alliage TA6V	15
2.1.4. Microstructures typiques des alliages TA6V obtenues à partir de la phase β	17
2.2. Particularités microstructurales des alliages de TA6V élaborés par SLM	18
2.2.1. Structures de solidification	18
2.2.2. Martensite α' et défauts cristallins	20
2.2.3. Texture et orientations cristallographiques	22
2.2.4. Formation des phases α et β par décomposition de la phase martensitique α' in-situ	24
2.2.5. Formation de microstructures à gradient	24
3. Formation de porosités	26
3.1. Principaux mécanismes mis en jeu	26
3.1.1. Effet « keyhole »	26
3.1.2. Manque de fusion	27
3.1.3. Effet « balling »	28
3.1.4. Phénomène de dénudation	28
3.2. Influence de la poudre entrante	29
3.3. Influence des paramètres du procédé SLM	30
3.3.1. Influence de la puissance laser et de la vitesse de balayage	30
3.3.2. Influence de l'espacement de lasage	33
3.3.3. Influence de l'épaisseur du lit de poudre	34
3.3.4. Influence de la densité d'énergie	34
4. Propriétés mécaniques	36
4.1. Influence de l'état microstructural sur les propriétés mécaniques	37
4.1.1. Propriétés en traction	37
4.1.2. Vitesse de propagation des fissures de fatigue	40
4.2. Influence de la porosité sur les propriétés en traction	42
5. Faits marquants	44
CHAPITRE II : MATERIAU, METHODES ET DEMARCHE DE RECHERCHE.	47
1. Poudre entrante	49
1.1. Composition chimique	49
1.2. Morphologie des poudres	49

2.	Elaboration des échantillons par le procédé SLM	50
2.1.	Caractéristiques des machines SLM ProX100 et ProX300	50
2.2.	Paramètres du procédé et stratégie de lasage utilisés	51
3.	Essais mécaniques et techniques de caractérisation	52
3.1.	Essais de traction	52
3.2.	Détermination du tenseur d'élasticité : méthode des ultrasons	53
3.2.1.	Principes théoriques	54
3.2.1.1.	Propagation des ondes ultrasonores	54
3.2.1.2.	Chronométrie	55
3.2.2.	Mesure ultrasonore au contact de l'échantillon	55
3.2.3.	La méthode ultrasonore en immersion dans l'eau	56
3.3.	Caractérisations microstructurales	57
3.3.1.	Analyse de phases	57
3.3.2.	Analyse 2D des porosités et de la dernière couche lasée	58
3.4.	Caractérisation 3D des porosités par tomographie X	58
4.	Matériau de référence	60
4.1.	Microstructure initiale	60
4.2.	Traitements thermiques	60
4.3.	Microstructure après traitement thermique	61
5.	Faits marquants	63
CHAPITRE III : FORMATION DE POROSITES PAR MANQUE DE FUSION ET PAR DENUDATION : CRITERES CONSTITUTIFS		65
1.	Analyse microstructurale fine	67
1.1.	Microstructure à l'échelle des phases	67
1.2.	Analyse des macles par microscopie électronique en transmission	74
1.2.1.	Vue d'ensemble des échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 »	74
1.2.2.	Analyse fine par microdiffraction des électrons	74
1.2.3.	Discussion	84
2.	Analyse des porosités par tomographie X	85
2.1.	Paramètres caractéristiques des porosités	85
2.2.	Répartition des porosités dans le plan (XY)	87
2.3.	Répartition des porosités dans le plan (YZ) et (YZ) + 45°	87
3.	Mécanisme de formation des porosités : cas de l'échantillon « ech.0_P100 »	90
3.1.	Caractérisation de la dernière couche lasée	90
3.2.	Etude des porosités à partir des faciès de rupture	91
3.2.1.	Identification des porosités et des lignes de lasage	91
3.2.2.	Position des porosités	92
3.2.3.	Morphologie et orientation des porosités en fonction de leur position	94
3.3.	Formation de porosités par manque de fusion	96
4.	Analyses 2D de l'échantillon « ech.0_P300 »	97
4.1.	Taille du bain de fusion	98
4.2.	Surface des porosités à partir d'un faciès de rupture	99
4.3.	Formation des porosités par dénudation	100
5.	Analyse des propriétés mécaniques	101

5.1. Propriétés élastiques	101
5.2. Anisotropie des propriétés élastiques	102
5.3. Propriétés en rupture	105
5.4. Influence des porosités	108
6. Faits marquants	111
CHAPITRE IV : EFFETS DES PARAMETRES DU PROCEDE SUR LES MECANISMES DE FORMATION DES POROSITES ET SUR LES PROPRIETES MECANIQUES	113
1. Démarche	115
2. Analyse des mécanismes impliqués	116
2.1. Classification par facteurs de forme moyens	116
2.2. Mécanisme de formation des porosités par éjection de matière fondue	119
2.3. Mécanismes de formation des porosités sphériques	120
2.4. Distorsion introduite par le volume analysé par tomographie X	125
3. Liens entre les paramètres du procédé SLM et la formation des porosités	127
3.1. Cartographie de la porosité à P, V et h variables	127
3.2. Rationalisation des résultats par une approche théorique	131
3.2.1. Modèle	131
3.2.2. Application et discussion	133
4. Influence des porosités sur les propriétés mécaniques	136
4.1. Influence du mécanisme de formation des porosités	137
4.2. Influence des grandeurs caractéristiques de l'état de porosité	142
5. Faits marquants	146
CONCLUSION GENERALE	147
BIBLIOGRAPHIE	151

Lexique

A% : Allongement à la rupture
CSL : Coïncidence Site Lattice (Réseau de coïncidence)
DED / DMD : Directed Energy Deposition (Dépôt d'énergie dirigée / Dépôt direct de métal)
DCL : Dernière Couche Lasée
DSC : Displacement Shift Complete (Réseau réciproque du CSL)
EBSD : Electron Backscatter Diffraction (Diffraction d'électrons rétrodiffusés)
HDR : Hv Difference Ratio (Taux de différence de dureté Vickers)
HIP : Hot Isostatic Pressing (Pression isostatique à chaud)
HT : Heat-Treatment (Traitement thermique)
MA : Mill-Annealed (Laminé-Recuit)
MET : Microscopie en transmission
MS : Martensite Start (température de début de transformation martensitique)
PBF : Powder Bed Fusion (procédés de fusion de lits de poudre)
Re : Limite d'élasticité [MPa]
Rp_{0,2} : Limite d'élasticité conventionnelle avec à un allongement permanent de 0,2%
Rm : Résistance maximale ou résistance mécanique [MPa]
SAED : Selected Area Electron Diffraction (Zone de diffraction électronique sélectionnée)
SLM : Selective Laser Melting (Procédé de fabrication additive par Fusion laser sélective de poudres)
STA : Solution Treated an Aged (Mis en solution, trempe suivie d'un traitement de vieillissement)
TA6V : Alliage base titane Ti-6Al-4V
TRC : Diagramme Temps-Refroidissement-Continu
Twins : Macles
ZAT : Zone Affectée Thermiquement

Introduction Générale

L'alliage de titane Ti6Al4V (TA6V) est utilisé dans des applications de pointe de l'industrie aéronautique et spatiale. Il présente des compromis dureté/ductilité exceptionnellement élevés, une bonne résistance en fatigue, au fluage et à la corrosion. Les pièces structurelles critiques exposées aux basses et/ou hautes températures (aubes de compresseurs, attaches, entretoise, moyeux...) constituent des applications typiques de ces alliages. Bien qu'ils soient utilisés depuis plus de 50 ans, leur élaboration par des voies classiques (fonderie, forgeage...) est rendue difficile par leurs propriétés mécaniques élevées et leur manque de souplesse pour la conception de pièces complexes. Egalement, leurs opérations de soudage sont périlleuses et coûteuses.

La fabrication additive et plus particulièrement le procédé de fusion laser sélective (SLM), est devenu une alternative crédible à l'élaboration de pièces à partir d'alliages de titane TA6V destinées au secteur de l'aéronautique. Le procédé SLM de matériaux métalliques s'inscrit dans le concept de « l'usine du futur » et s'oppose aux procédés d'élaboration conventionnels où la matière est soit soustraite, déformée ou moulée. A partir d'un modèle numérique, les pièces sont élaborées par ajout de matière couche par couche. Ce procédé, objet d'un engouement important, introduit un nouveau paradigme dans les modes de conception et de fabrication de matériaux de structure. Il permet d'élaborer des pièces 3D complexes sans outil et sans moule, de réaliser des économies de matières premières et de réduire les coûts de transport. Par ailleurs, il ouvre la voie à de nouveaux modèles économiques car il s'inscrit dans la personnalisation de masse et dans la relocalisation des usines près des lieux de consommation.

Cependant, des barrières doivent être franchies afin que la fabrication additive se développe à une plus grande échelle. Notamment, une meilleure connaissance de la physique et de la physico-chimie de ces procédés est nécessaire. Il s'agit, dans le cas qui nous intéresse, des transformations de phases se produisant à des vitesses considérables (10^6 °C/s), de la formation de défauts tels que les porosités, et de la dispersion des propriétés mécaniques. Une compréhension plus aboutie de ces phénomènes permettrait, de mieux contrôler ces procédés et à terme, d'optimiser les compositions des alliages pour une propriété donnée. Ce dernier point, souvent négligé, est d'une importance cruciale car rien ne prouve que les compositions existantes et utilisées dans les procédés conventionnels soient celles qui conviennent aux conditions physiques et thermomécaniques bien particulières de la fabrication additive.

C'est dans ce contexte général que s'inscrit cette thèse et plus particulièrement, dans les liens qui existent entre les paramètres d'élaboration de pièces d'alliage de titane TA6V, la formation de porosités, leurs microstructures et leurs propriétés structurales. On s'intéressera à des pièces brutes de fabrication. L'idée sous-jacente étant de définir les conditions d'élaboration conduisant à un matériau le plus « sain » possible sans avoir recours à aucun post traitement thermomécanique. Ce travail s'articulera autour de 4 chapitres principaux :

- un premier chapitre bibliographique qui a pour vocation à donner les informations et les outils nécessaires à la compréhension de ces travaux de thèse, à mettre en lumière les principaux résultats établis et à dégager les manques dans le domaine d'étude qui nous intéresse. Le quadryptique poudre/procédé SLM/microstructure/propriétés mécaniques, constituera le fil conducteur de ce premier chapitre,

- un second chapitre dédié au matériau entrant étudié, aux méthodes employées ainsi qu'à notre démarche de recherche. Le choix des paramètres d'élaboration, la caractérisation des porosités et d'un échantillon dit de référence constituent un temps fort de ce chapitre,

- un troisième chapitre qui a pour principal objectif de mieux appréhender, à iso-densité d'énergie de $50\text{J}/\text{mm}^3$, l'influence des paramètres d'élaboration « puissance du laser », « vitesse de balayage », « épaisseur de couche » et « espacement de lasage » sur l'état microstructural, la formation

des porosités et les propriétés mécaniques résultantes. Une attention toute particulière sera portée à une approche originale développée, combinant des analyses 2D de faciès de rupture et des analyses 3D des porosités par tomographie X. Son application permettra d'identifier sans ambiguïté les mécanismes de formation des porosités et leurs critères constitutifs,

- un quatrième chapitre, qui peut être vu comme une suite logique du chapitre 3, portera sur la détermination de paramètres procédés conduisant à des matériaux denses et possédant des propriétés mécaniques proches de l'échantillon de référence. Pour ce faire, différents jeux de paramètres d'élaboration ont été considérés pour 3 densités différentes d'énergie (50 J/mm^3 , 75 J/mm^3 , 100 J/mm^3). Les résultats obtenus permettront également de mieux cerner les interactions complexes qui existent entre les paramètres du procédé, la formation des porosités et les propriétés mécaniques.

Enfin, une conclusion générale reprendra les faits marquants de ces travaux et ouvrira sur des perspectives nouvelles.

Chapitre I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Sommaire

1. Fusion laser sélective de l'alliage TA6V	8
1.1. Quelques généralités sur la fabrication additive	8
1.2. Principe du procédé par fusion laser sélective (SLM) sur lit de poudre	10
1.3. Paramètres métallurgiques des poudres entrantes	11
1.4. Paramètres du procédé	12
2. Formation des microstructures dans l'alliage TA6V	14
2.1. Principales transformations de phases solide/solide	14
2.2. Particularités microstructurales des alliages de TA6V élaborés par SLM	18
3. Formation de porosités	26
3.1. Principaux mécanismes mis en jeu	26
3.2. Influence de la poudre entrante	29
3.3. Influence des paramètres du procédé SLM	30
4. Propriétés mécaniques	36
4.1. Influence de l'état microstructural sur les propriétés mécaniques	37
4.2. Influence de la porosité sur les propriétés en traction	42
5. Faits Marquants	44

Chapitre I

La fabrication additive de matériaux métalliques connaît actuellement un engouement important. Le nombre de travaux publiés dans ce domaine est pléthorique, en constante progression et les résultats obtenus sont souvent contradictoires. Dans ce domaine, l'étude bibliographique nécessite donc une mise à jour constante et un travail important pour en extraire les informations pertinentes. Par ailleurs, bien que très largement étudié, le procédé de fusion laser sélective (SLM) demeure peu mature car le contrôle des propriétés mécaniques et d'endommagement des produits élaborés, n'est pas encore suffisamment maîtrisé. L'une des raisons possibles est qu'elles dépendent d'interactions complexes, résumées sur la [Figure 1](#), que sont :

- les paramètres métallurgiques des poudres entrantes, variables en fonction de la nature des poudres utilisées ou de leur moyen d'obtention [1,2],
- les paramètres du procédé SLM, pouvant aller de l'atmosphère protectrice utilisée, à la conception même de la machine utilisée (rouleau, racleur, nature du laser CO₂ ou Nd-YAG...), en passant par les paramètres laser utilisés pour la fusion des poudres (puissance, vitesse, stratégie de lasage...) [3,4],
- les paramètres microstructuraux des pièces obtenues tels que la nature des phases, leurs caractéristiques métallurgiques (taille, composition, morphologie, distribution...) ou la présence de porosités [5],
- les propriétés finales des pièces obtenues telles que les propriétés structurales (traction, rupture, endommagement...), les propriétés électriques ou thermiques, et leurs anisotropies [6].

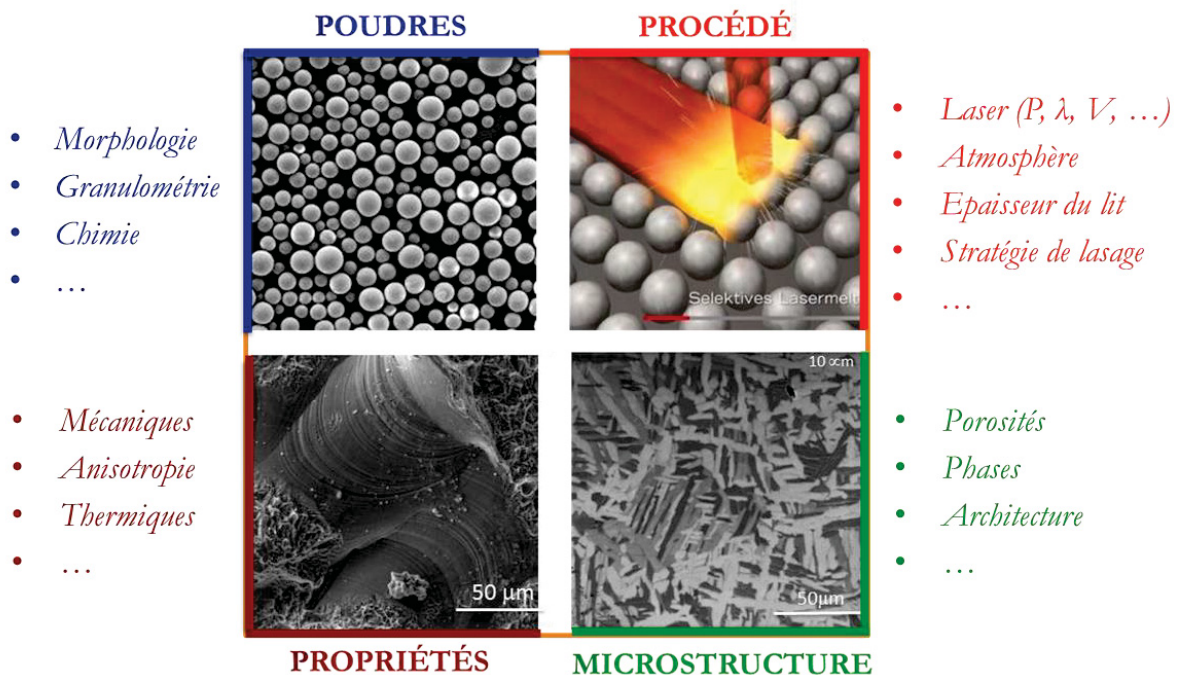


Figure 1 : *Quadryptique illustrant les interactions complexes entre les caractéristiques des poudres (en bleu), les paramètres du procédé (en orange), les paramètres microstructuraux (en vert) et les propriétés finales des pièces élaborées par SLM (en rouge foncé).*

Une meilleure compréhension de ces interactions est nécessaire pour un meilleur contrôle des propriétés résultantes des produits élaborés à partir des alliages de TA6V par le procédé SLM. Il a donc été décidé que le quadryptique poudre/procédé SLM/microstructure/propriétés constituerait le fil conducteur de ce premier chapitre. Cette étude donnera les outils nécessaires à la compréhension de ces travaux de thèse, justifiera les choix effectués et mettra en lumière les principaux résultats obtenus.

1. Fusion laser sélective de l'alliage TA6V

Les matériaux étudiés dans ces travaux de thèse ont été élaborés par fusion laser sélective sur lit de poudre, qui sera désignée par l'acronyme « SLM ». Il s'agit d'un procédé de fabrication additive (ou d'impression 3D) dont les éléments constitutifs sont discutés dans cette partie.

1.1. Quelques généralités sur la fabrication additive

La fabrication additive est un groupe de procédés consistant à assembler des matériaux pour fabriquer des pièces à partir de données de modèles en 3D selon la norme ISO/ASTM 52900:2015 [7].

Ce procédé, né en 1984, était principalement utilisé pour le prototypage rapide d'objets polymères [8]. Depuis, les différentes techniques développées s'orientent de plus en plus vers une utilisation dite « d'outillage rapide » pour les procédés de moulage, formage, d'usinage etc., ou « de fabrication directe » pour la production directe de pièces fonctionnelles plastiques, métalliques et/ou céramiques. A l'inverse des procédés de production conventionnels où la matière est soit soustraite (usinage, découpage), soit déformée (forge, laminage) ou moulée (fonderie), la fabrication additive permet de produire des pièces en petites séries, par ajout de matière directe couche par couche.

1.1.1. Principe

Le principe général des procédés de fabrication additive se divise en 5 étapes (Figure 2) :

- la conception d'un objet numérique par l'intermédiaire d'un logiciel de Conception Assistée par Ordinateur (CAO) qui définit les contraintes morphologiques de la pièce à réaliser ;
- l'exportation de l'objet sous forme d'un fichier informatique, généralement au format « .stl » ou « .amf » ;
- l'importation du fichier dans un logiciel permettant de définir la stratégie d'élaboration de l'objet, ainsi que les paramètres du procédé ;
- la transmission des instructions à la machine de fabrication additive ;
- la production de l'objet sous forme physique par impression 3D.

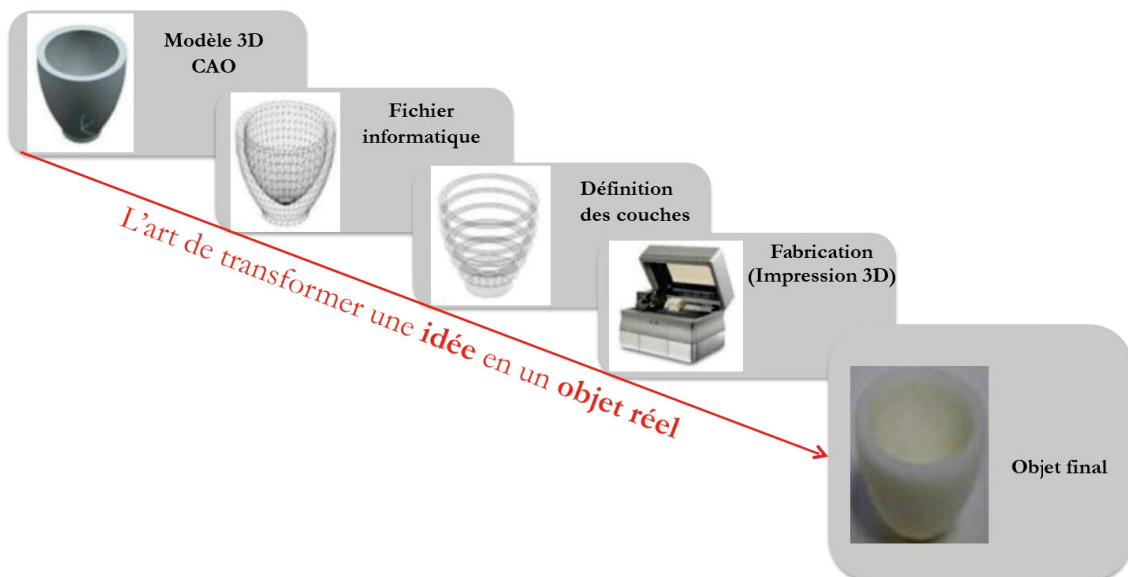


Figure 2 : Principe de la fabrication additive en 5 étapes [9].

1.1.2. Classification des procédés les plus courants

Les trois principaux groupes de procédés les plus courants en fabrication additive sont résumés sur la Figure 3. Il s'agit des procédés :

- par dépôt direct de matière : la matière est directement déposée à l'endroit souhaité et assemblée soit par fusion d'un fil (FDM) ou de poudre (DED), soit par pulvérisation de poudres à grande vitesse (pulvérisation à froid),
- par lit de poudre : des couches de poudre sont déposées successivement et la poudre est assemblée sélectivement aux endroits souhaités par fusion (laser, faisceau d'électrons), par frittage (laser) ou par un liant (binder jetting),
- par lit liquide : principalement la stéréolithographie qui repose sur le dépôt de couches liquides densifiées sélectivement par photopolymérisation.

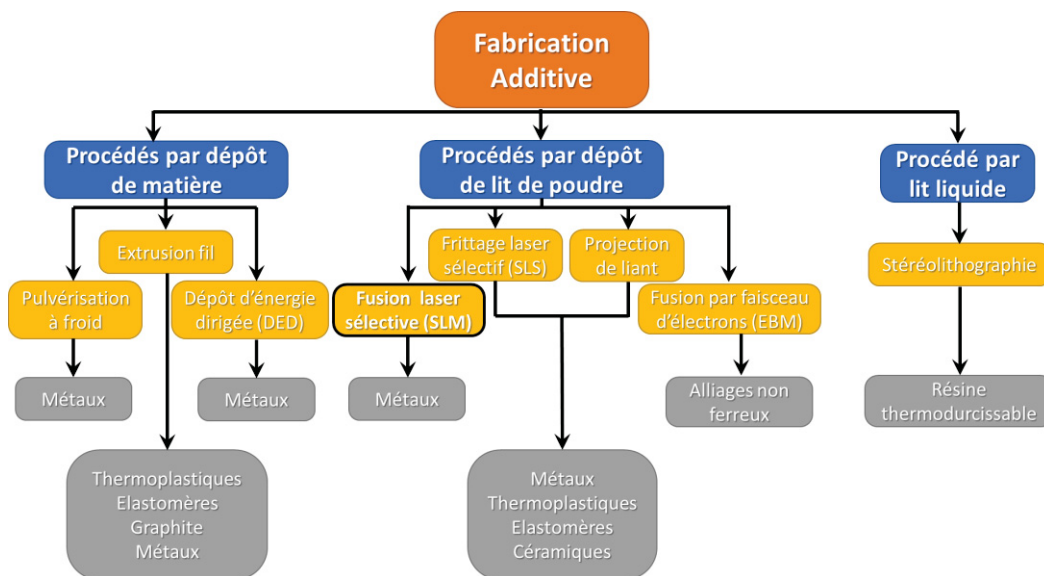


Figure 3 : Classification des 3 principaux groupes de procédés les plus courants en fabrication additive.

1.1.3. Domaines d'application, avantages et défis à relever

La fabrication additive (FA) s'inscrit dans l'industrie 4.0 (ou l'usine du futur). Elle entre aussi dans le champ notionnel de la personnalisation de masse où chaque individu peut concevoir, personnaliser et fabriquer des pièces sur mesure. Ce domaine connaît un engouement important comme en témoigne l'évolution du nombre de publications et de brevets (Figure 4).

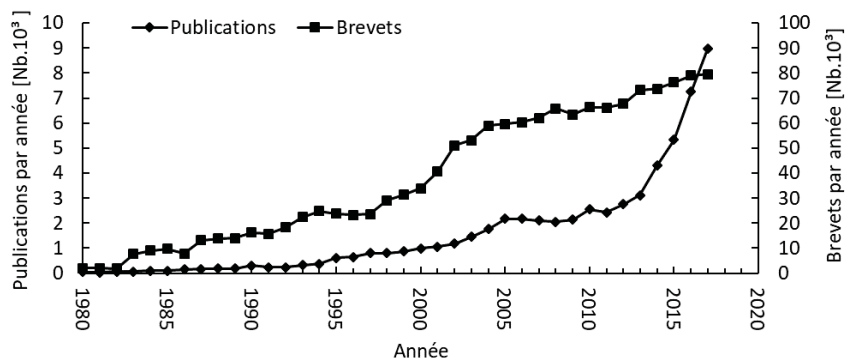


Figure 4 : Nombre de publications et de brevets déposés depuis 1980 dans le domaine de la fabrication additive [10].

Cet état de fait peut s'expliquer par ses nombreux avantages par rapport aux procédés classiques. En effet, la FA permet d'élaborer des produits de petites tailles et de formes complexes difficilement

réalisables par les procédés plus conventionnels [11–15]. Elle permet également d’optimiser les propriétés (d’allègement par exemple) [16,17] et de réduire les pertes de matière, en agissant sur la topologie résultante et en mettant la matière uniquement là où elle est nécessaire [18–20]. Par ailleurs, elle ne nécessite aucun outillage spécifique ni aucune étape de pré-industrialisation, tous deux généralement onéreux [21,22]. Enfin, la FA redynamise les bassins d’emploi dans les pays industrialisés et réduit potentiellement l’empreinte écologique car les lieux de production peuvent être localisés près des lieux de consommation et le nombre d’éléments qui compose un objet peut être diminué [23]. A l’échelle industrielle, la FA de matériaux métalliques se développe dans une grande variété de secteurs tels que l’automobile [24], l’aéronautique [25,26] et le domaine du médical [27].

Cet enthousiasme ne doit cependant pas masquer les nombreux défis auxquels, elle est confrontée et qui entravent son évolution à une plus grande échelle. Ce sont effectivement des procédés peu matures, de faible productivité, destinés généralement à un seul type d’alliage et qui ne permettent pas de fabriquer des pièces de grandes dimensions ($> 0,5$ m) [28]. Enfin, les matériaux élaborés présentent souvent des propriétés anisotropes dont il est difficile de s’affranchir [29–31].

1.2. Principe du procédé par fusion laser sélective (SLM) sur lit de poudre

Le procédé SLM, qui fait l’objet de cette thèse, est issu du procédé de frittage laser sélectif (SLS) développé et breveté par Deckard à l’Université du Texas dans les années 80 [32]. Son principe repose sur la fusion sélective d’un lit de poudre par couches successives et comprend trois étapes qui se répètent jusqu’à l’obtention de la pièce finale (Figure 5a). La première étape consiste à déposer une première couche de poudre. Pour cela, le piston de distribution monte d’un peu plus d’une épaisseur de couche puis, un rouleau (ou racleur) entraine la poudre depuis le système de distribution et la dépose uniformément sur un plateau de fabrication, directement fixé au piston de fabrication (Figure 5b). La deuxième étape nécessite de faire fondre la poudre de manière sélective à l’aide d’un laser (Figure 5b et Figure 5c). La troisième étape requiert de faire descendre le piston de fabrication d’une épaisseur de couche afin qu’une nouvelle couche de poudre puisse y être déposée (Figure 5b).

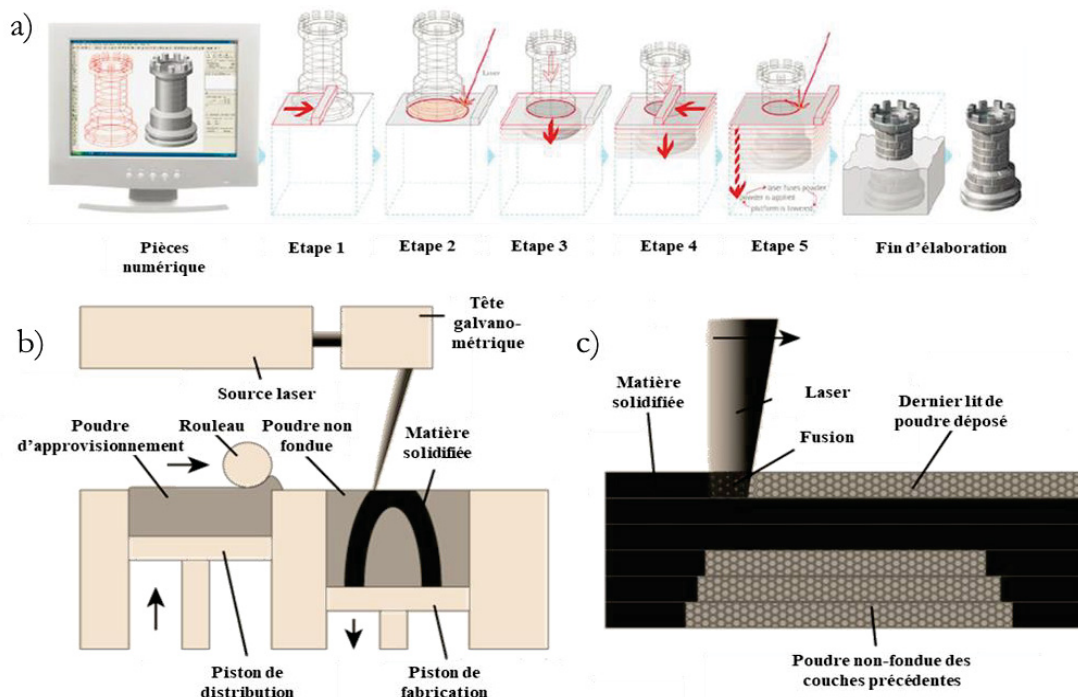


Figure 5 : a) Exemple des étapes nécessaires à l’élaboration d’une pièce par SLM. b) Principe de fonctionnement et présentation des parties qui composent une machine dédiée au procédé SLM. c) Schématisation du principe de la fusion laser couche par couche de la matière [33,34].

Lorsque les cycles d'élaboration arrivent à leur terme, la pièce ainsi élaborée et son plateau de fabrication sont récupérés et dépoutrés. La pièce élaborée est finalement retirée de son plateau.

Ce procédé permet d'élaborer des matériaux polymères, métalliques et/ou céramiques. La nature du matériau à élaborer conditionne le choix du type de laser. A titre d'exemple, un laser CO₂ aura une meilleure absorbance et sera donc plus adapté aux plastiques et aux oxydes alors qu'un laser Nd-YAG, sera plus performant pour les carbures et les métaux [35]. De nombreux matériaux métalliques peuvent être élaborés comme les alliages de titane [6,36–40], les aciers inoxydables [41–46], les aciers pour l'outillage [47–51], les alliages d'aluminium [52–55], les superalliages base Nickel [56–61], les alliages cobalt/chrome [62,63], les métaux réfractaires [64,65], l'or et le cuivre [66–68].

1.3. Paramètres métallurgiques des poudres entrantes

Les propriétés métallurgiques des poudres d'alliage Ti-6Al-4V (TA6V) sont directement liées au procédé utilisé pour les élaborer. Pour produire une poudre de TA6V, l'utilisation d'un creuset est rendue difficile compte tenu de la grande réactivité du titane lorsqu'il est à l'état liquide. Les trois principaux moyens d'obtention des poudres sont par conséquent, les procédés n'utilisant pas de creuset, à savoir, l'atomisation gazeuse par fusion inductive d'une électrode (Figure 6a), l'atomisation de fil par plasma (Figure 6b) et l'atomisation d'une électrode tournante (Figure 6c) [69–71].

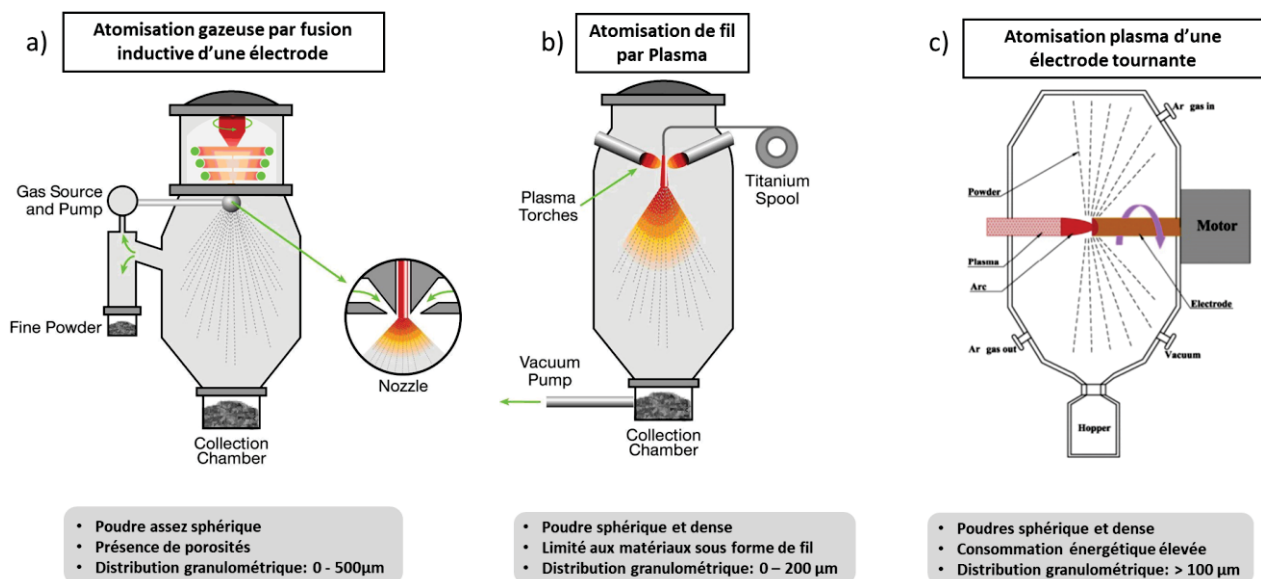


Figure 6 : Présentation des 3 principaux moyens d'obtention de poudres de TA6V : a) atomisation gazeuse par fusion inductive d'une électrode, b) atomisation de fil par plasma et c) atomisation plasma d'une électrode tournante [69–71].

Dans le procédé SLM, les propriétés métallurgiques des poudres impactent directement les propriétés finales des pièces [3,72–74]. Elles doivent donc être définies et maîtrisées. Dans la pratique, cet aspect est très peu pris en compte. Ces propriétés se définissent à partir des caractères :

- *morphologiques et de taille* : La morphologie des poudres et la distribution de tailles agissent directement sur leur coulabilité et donc sur l'homogénéité du lit de poudre déposé [74]. Le procédé HDH (mécano synthèse de poudres hydrogénées, puis déshydrogénées) produit des poudres anguleuses (Figure 7a) [75] alors que l'atomisation gazeuse produit des poudres plus sphériques (Figure 7b) [74,76]. L'atomisation de fil par plasma et l'atomisation d'une électrode tournante produisent des poudres très sphériques (Figure 7c) mais avec une granulométrie très large et une taille moyenne de poudre généralement trop importante. Cela contraint les fournisseurs à tamiser leurs poudres afin de satisfaire aux exigences imposées par le procédé (< 50 µm dans le cas du procédé SLM) [77];

- *chimiques* : Les poudres doivent respecter des normes de composition chimique définies dans des intervalles de compositions. Dans le cas de l'alliage de titane TA6V, la composition d'une poudre ne doit pas dépasser des teneurs en éléments légers fixées par les normes en vigueur (2000 ppm d'oxygène, 150 ppm d'hydrogène...). Une éventuelle humidité des poudres peut dans certains cas, mettre en péril la production d'une pièce en termes de composition chimique ou de densité [78] ;
- *physiques* : L'interaction laser/poudre dépend de la conductivité thermique, de la réflectivité, de l'absorbance et de la densité tassée d'une poudre. Plus l'absorbance d'une poudre est faible, plus la puissance du laser doit être importante pour l'amener à l'état liquide. Egalement, la conductivité thermique a une influence sur la taille du bain de fusion et sur la vitesse de solidification du matériau [3,79,80] ;
- *microstructuraux* : Les porosités contenues dans les poudres (souvent rencontrées lors de l'atomisation gazeuse ou à l'eau), peuvent engendrer des instabilités et des éjections au niveau du bain de fusion créant des défauts dans les pièces élaborées [81].

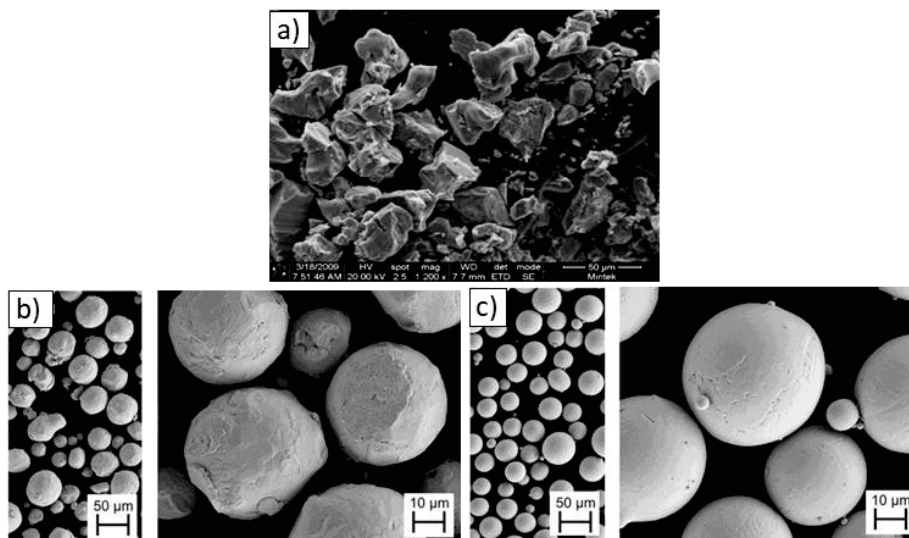


Figure 7 : Morphologies des poudres en fonction de leur procédé d'élaboration : a) anguleuses, après une étape d'hydratation suivie d'une étape de mécano-synthèse puis de déshydratation (HDH) [75] ; sphériques obtenues b) par atomisation gazeuse et c) par atomisation plasma [74].

1.4. Paramètres du procédé

Dans le procédé SLM, un certain nombre de paramètres doivent être pris en compte. Les principaux paramètres cités dans la littérature [82–85] et rappelés sur la [Figure 8](#) et la [Figure 9](#) sont :

- la puissance du laser [W],
- la vitesse de balayage du laser [$\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$],
- le diamètre du spot laser [μm], réglable en ajustant la distance entre la surface de la couche de poudre et le point focal du laser,
- l'épaisseur de la couche de poudre [μm] allant généralement de 10 μm à 100 μm ,
- l'espacement de lasage [μm] qui correspond à l'espacement entre deux lignes de passage du laser, adjacentes et parallèles. Il est généralement inférieur au diamètre du spot laser afin d'obtenir une zone recouvrement,
- la stratégie de lasage qui correspond au motif formé par le passage du laser. Il n'y a pas de limite au nombre de stratégies de lasage qui peuvent être utilisées. Cependant, pour des raisons pratiques (création sur le logiciel, facilité des analyses...), certaines sont privilégiées telles que celles en îlots ([Figure 9a](#)), en lignes orientées dans le même sens ([Figure 9b-c](#)), en lignes ayant une direction avec un angle différent par rapport à celles de la couche précédente ([Figure 9d-f](#)) et en motifs carrés convergents ou divergents ([Figure 9g-h](#)) [85].

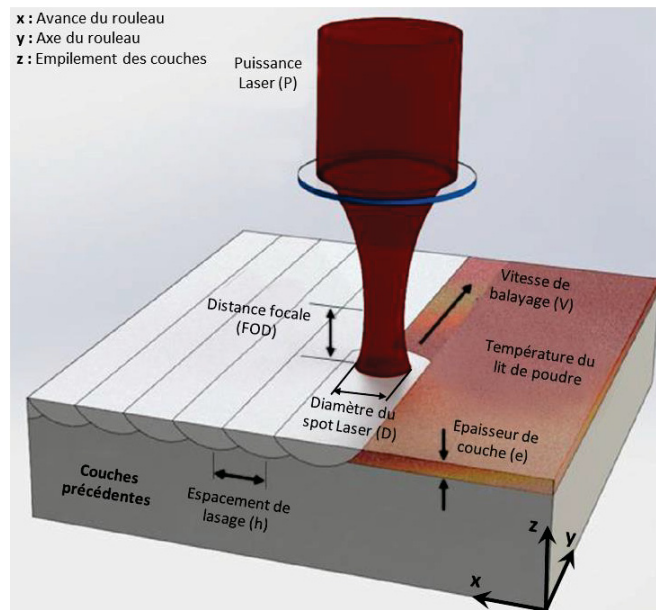


Figure 8 : Schéma présentant les principaux paramètres clés du procédé SLM (adapté de [3]).

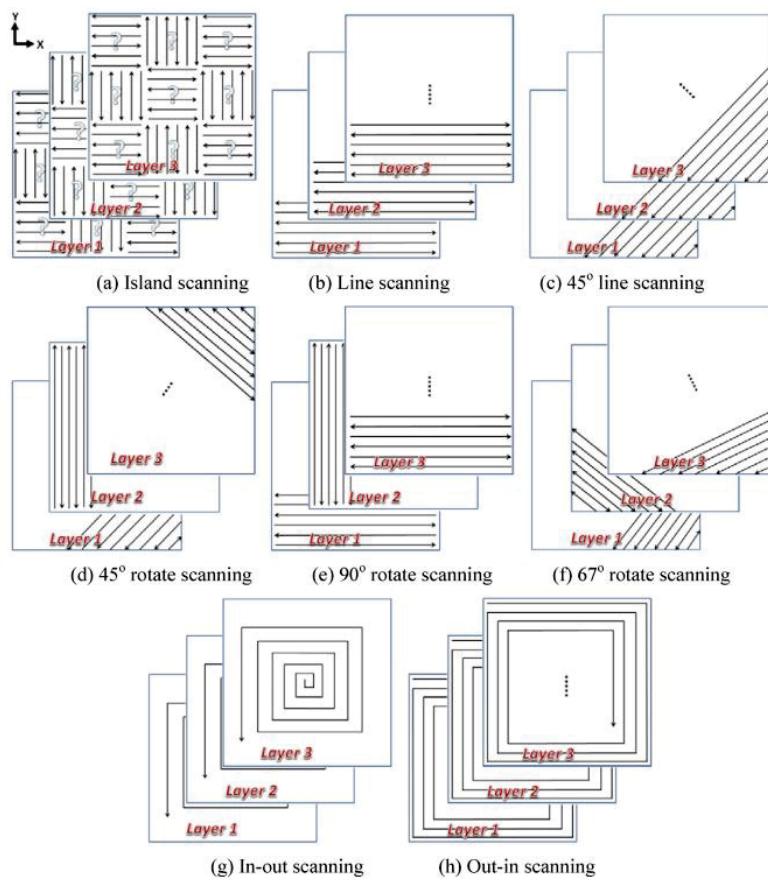


Figure 9 : Exemples des stratégies de lasage les plus couramment utilisées dans la littérature [85].

La « densité d'énergie » est souvent utilisée pour rationaliser les effets des paramètres du procédé sur la microstructure et les propriétés des pièces [86–90]. Elle correspond à l'énergie transmise par le laser et peut s'exprimer sous les formes suivantes :

- la densité d'énergie linéique [86]:
$$\varphi = \frac{P}{v} \quad [J \cdot mm^{-1}] \quad (1)$$

- la densité d'énergie surfacique [87] :
$$\varphi = \frac{P}{v.e} [J.mm^{-2}] \quad (2)$$

- la densité d'énergie volumique [88–90] :
$$\varphi = \frac{P}{v.h.e} [J.mm^{-3}] \quad (3)$$

avec P la puissance du laser [W], V la vitesse de balayage [mm.s⁻¹], e l'épaisseur du lit de poudre [mm], h l'espacement de lasage [mm]. La densité d'énergie volumique est la plus couramment utilisée.

2. Formation des microstructures dans l'alliage TA6V

Le titane a été découvert en 1791 par le minéralogiste Anglais William Gregor. Il faut attendre 1939 pour que Wilhelm Justin Kroll mette au point un procédé qui permit sa production à l'échelle industrielle. Le titane possède une relativement faible densité pour une résistance mécanique élevée et une bonne tenue à la corrosion. Il est également biocompatible et amagnétique. Ses propriétés en font un matériau très intéressant pour certains secteurs de la fabrication additive comme l'aéronautique, le biomédical et l'énergie.

L'alliage TA6V (Ti-6Al-4V, Ti64) est l'alliage de titane le plus répandu dans les secteurs de l'aéronautique et du médical. Sa composition massique est d'environ 90 % de titane, 6% d'aluminium et 4% de vanadium (Tableau 1).

Tableau 1 : Composition massique de l'alliage TA6V grade 5 selon la norme ASTM B265 [91].

Alliage	Ti	Al	V	Fe	H	N	O
TA6V grade 5	bal.	5,5-6,5	3,5-4,5	< 0,3	< 0,015	< 0,03	< 0,25

2.1. Principales transformations de phases solide/solide

2.1.1. Structure cristallographique des phases α et β

Dans le titane pur (Figure 10), il existe deux phases stables allotropiques [92]. L'une de structure hexagonale compacte (phase α) et l'autre de structure cubique centrée (phase β). A température ambiante, la phase α de paramètres $a_\alpha = 2,95 \text{ \AA}$ et $c_\alpha = 4,68 \text{ \AA}$, est thermodynamiquement stable. La valeur du rapport $\frac{c}{a}$ est égale à 1,587. Elle est donc inférieure à la valeur théorique de 1,633 relative à la structure hexagonale compacte classique. En comparaison à d'autres métaux hexagonaux tels que le magnésium ($\frac{c}{a} = 1,624$) ou le zinc ($\frac{c}{a} = 1,86$), les plans prismatiques ou pyramidaux deviennent les plans atomiques de plus grande densité, au dépend du plan basal, favorisant ainsi le glissement [93]. La multiplicité des plans de glissement qui en résulte, expliquerait la ductilité importante du titane.

La phase α reste thermodynamiquement stable jusqu'à la température de 882°C à partir de laquelle, elle se transforme en phase β de structure cubique centrée et de paramètre de maille $a_\beta = 3,32 \text{ \AA}$. Dans le titane pur, la phase β est stable jusqu'à la température de fusion de 1670°C.

Au refroidissement, la phase mère β se transforme alors en la phase fille α en adoptant des relations d'orientation de type Burgers (Figure 10) caractérisées par les :

- plans : $\{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha$
- directions : $\langle 1\bar{1}1 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$

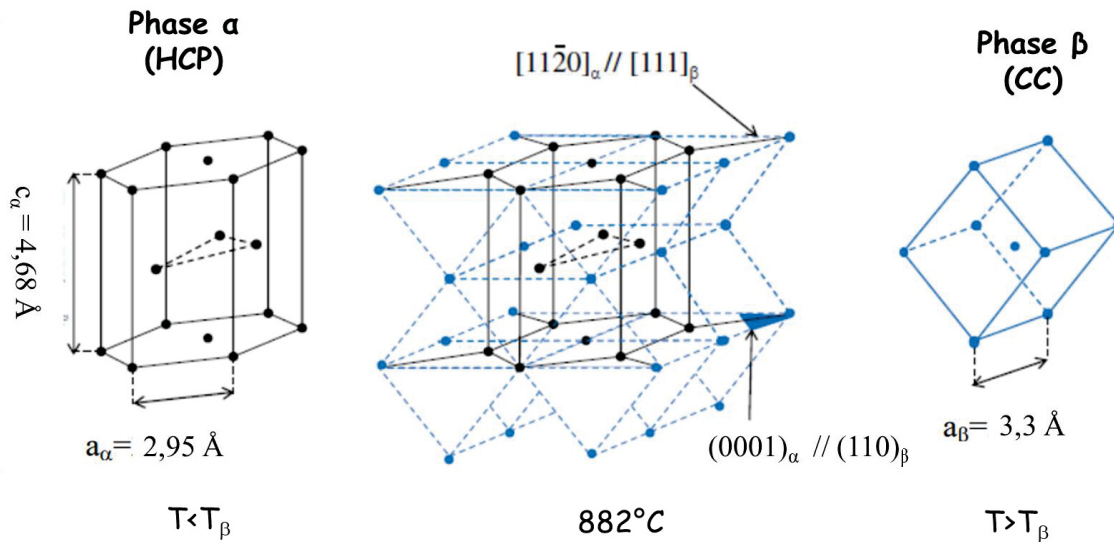


Figure 10 : Description de la structure hexagonale compacte de la phase α_{hcp} à $T < T_\beta$, de la structure cubique centrée de la phase β_{cc} à $T > T_\beta$ et de leurs relations d'orientation. La transformation allotropique $\alpha_{hcp} \leftrightarrow \beta_{cc}$ dans le titane pur se produit à $T_\beta = 882^\circ\text{C}$ [92].

2.1.2. Effet des éléments d'addition

Le titane est souvent utilisé sous forme d'alliages. Les éléments d'addition jouent un rôle sur le domaine de stabilité des phases α et β en diminuant ou en augmentant la température de transformation α/β . On distingue deux catégories d'éléments suivant leur tendance à augmenter la stabilité de l'une des deux phases : les éléments α -gènes et β -gènes qui augmentent respectivement la taille du domaine de stabilité de la phase α et de la phase β .

Les éléments α -gènes sont les éléments légers d'insertion (O, N, B, C) et de substitution (Al). Parmi les éléments β -gènes, on distingue les éléments isomorphes, miscibles en toutes proportions dans la phase β , et les éléments β -gènes eutectoïdes pouvant conduire à la formation de précipités possédant un point eutectoïde dans leur diagramme de phase. Les éléments β -gènes isomorphes sont les éléments de substitution Mo, V, Nb et Ta. Les éléments β -gènes eutectoïdes sont les éléments d'insertion tel que H et de substitution tels que Mn, Fe, Cr, Ni, Cu, W, Co, Ag, Au et Si. Bien qu'ayant une influence sur la stabilisation des phases α et β , les éléments de substitution Sn, Zr, Hf et Ga sont considérés comme neutres. Les alliages de titane sont alors généralement classés en 5 catégories [92,94–96] :

- les alliages α , caractérisés par une teneur élevée en éléments α -gènes et composés exclusivement de la phase α ,
- les alliages quasi- α , majoritairement constitués de la phase α mais qui acceptent une certaine proportion de phase β ,
- les alliages biphasés $\alpha + \beta$, constitués d'un mélange des phases α et β ,
- les alliages quasi- β ou β -métastables, susceptibles de retenir une certaine quantité de phase β métastable à la température ambiante,
- les alliages β , composés exclusivement de phase β .

2.1.3. Cas de l'alliage TA6V

L'aluminium est un élément d'addition α -gène ajouté pour son effet durcissant. Il a tendance à augmenter le rapport c/a de la phase α . Il améliore la résistance mécanique du titane mais abaisse sa ductilité. Le diagramme de phases TiAl (Figure 11) montre bien une augmentation de la taille du domaine de stabilité thermodynamique de la phase α lorsque la teneur en Al augmente. L'alliage de titane TA6V contient 6% massique d'aluminium.

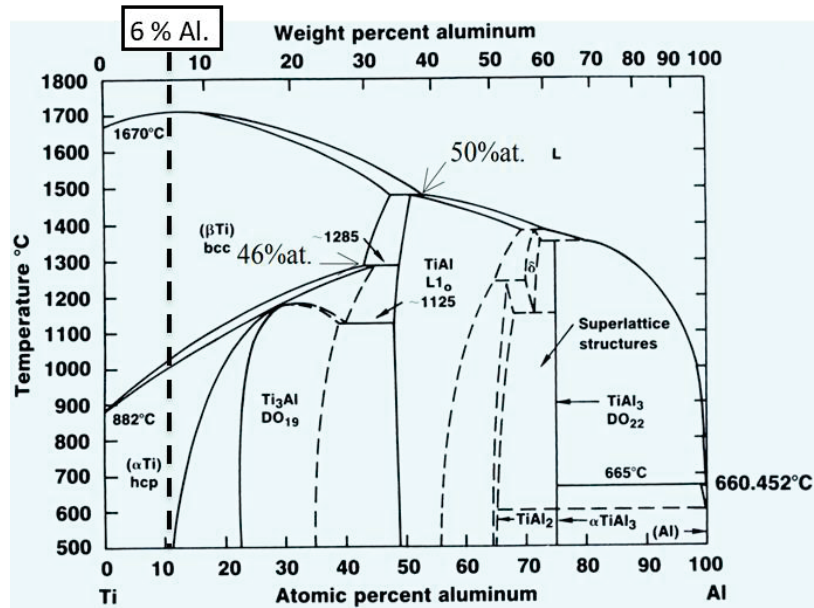


Figure 11 : Diagramme de phases binaire Ti-Al [97].

Cette teneur est inférieure à la limite pour laquelle, des composés intermétalliques sont stables à basse température (Ti_3Al , $TiAl$...). L'alliage TA6V contient également 4% massique de vanadium, élément β -gène. Il est utilisé pour réduire la tendance à la fragilisation des alliages riches en Al. Le diagramme de phases pseudo-binaire Ti_6Al-V (Figure 12) montre que l'ajout de V stabilise la phase β et augmente la taille du domaine biphasé $\alpha + \beta$. Pour une teneur à 4% massique de V correspondant à l'alliage TA6V, le domaine d'équilibre du domaine biphasé $\alpha + \beta$ s'étend sur une large gamme de températures allant jusqu'à un transus β de $980^\circ C$ [96,98]. A température ambiante, les phases α et β sont thermodynamiquement stables, l'alliage TA6V est alors qualifié d'alliage biphasé $\alpha + \beta$.

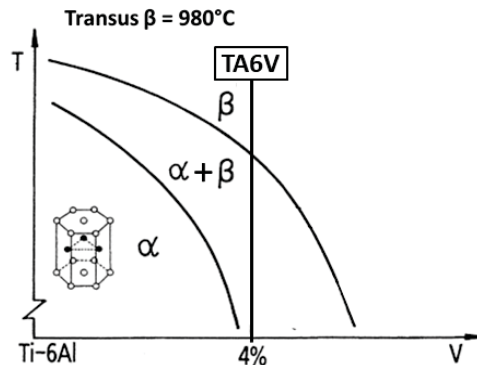


Figure 12 : Diagramme de phases pseudo-binaire Ti_6Al-V [96,98].

Ce fait est également confirmé sur le diagramme de la Figure 13. Ce dernier permet de déterminer la classe d'un alliage de titane considéré en fonction de la contribution des éléments d'addition α -gènes et β -gènes, définie à partir des formules empiriques d'aluminium équivalent (relatif aux éléments α -gènes) et de molybdène équivalent (relatif aux éléments β -gènes) suivantes avec les concentrations en titre massique (%):

- $Al_{eq} = [Al] + 0,33.[Sn] + 0,17.[Zr] + 10.([O] + [C] + 2[N])$ (4)

- $Mo_{eq} = [Mo] + 0,67.[V] + 0,44.[W] + 0,28.[Nb] + 0,22.[Ta] + 2,9.[Fe] + 1,6.[Cr] + 1,25.[Ni] + 1,7.[Mn] + 1,7.[Co]$ (5)

L'alliage TA6V se caractérise par $Al_{eq} = 6$ et $Mo_{eq} = 2,68$, et se situe donc dans la catégorie des alliages biphasés $\alpha + \beta$ comme en atteste la Figure 13.

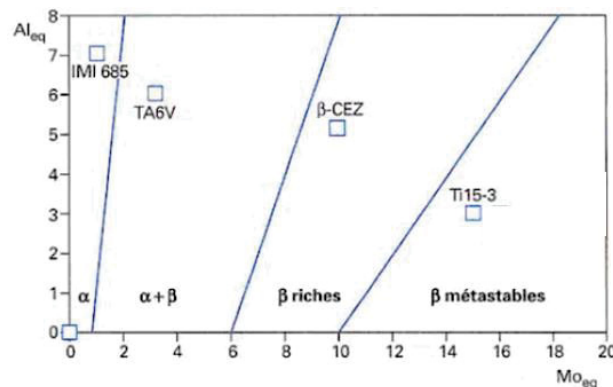


Figure 13 : Diagramme $Al_{eq} - Mo_{eq}$ (% massique) permettant de déterminer la classe d'un alliage de titane en fonction de sa composition nominale [99] : IMI 985 (6%Al + 4,5%Zr + 0,25%Mo + 0,015%Si) ; TA6V (6%Al + 4%V) ; β -CEZ (5%Al + 4%Zr + 4%Mo + 2%Sn + 2%Cr + 1%Fe) et Ti15-3 (3%Al + 15%V + 3%Sn + 3%Cr). On constate que l'alliage TA6V est un alliage biphasé $\alpha + \beta$.

2.1.4. Microstructures typiques des alliages TA6V obtenues à partir de la phase β

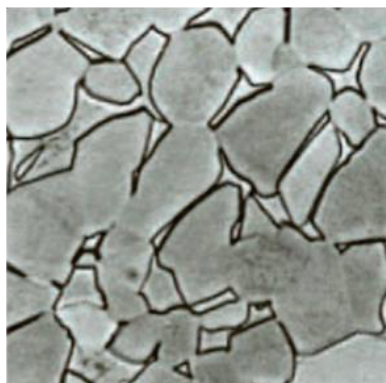
Les processus de transformation de phases à partir de la phase mère β dépendent de la vitesse de refroidissement (Figure 14) [92]. Lorsque l'alliage est mis en solution dans le domaine β ($T > 980^\circ C$), puis refroidi lentement, la structure obtenue est lamellaire α (dite de Widmanstätten ou « en vannerie »). La phase β apparaît en noir et entoure les lamelles α grises (Figure 14a). La taille des lamelles α est fonction de la vitesse de refroidissement. Plus la vitesse de refroidissement est rapide, plus la taille des lamelles α est petite.

Si un traitement thermomécanique est appliqué (déformation à chaud dans le domaine biphasé $\alpha + \beta$ ou traitement thermique dans le domaine biphasé $\alpha + \beta$ après une déformation à froid), l'énergie de déformation accumulée dans la microstructure, peut conduire à un processus de recristallisation des phases conduisant à une microstructure équiaxe, composée de grains équiaxes gris et entourés de phase β en noir (Figure 14b) [100]. Si cette dernière est portée dans le domaine biphasé $\alpha + \beta$, un refroidissement rapide va limiter la croissance de la phase α préexistante et activer la germination des phases α lamellaires. Ce type de microstructure est qualifiée de duplex ou bimodale [101] (Figure 14c).

a) Lamellaire $\alpha + \beta$



b) Equiaxe $\alpha + \beta$



c) Duplex $\alpha + \beta$



Figure 14 : Dans l'alliage TA6V, la phase α est très majoritaire (en gris). La phase β (en noir) entoure les grains de la phase α . Exemples de morphologies de grains rencontrées dans l'alliage TA6V biphasé $\alpha + \beta$: a) structure lamellaire, b) structure équiaxe et c) structure duplex [92].

2.2. Particularités microstructurales des alliages de TA6V élaborés par SLM

Dans le procédé SLM, les pièces sont généralement fabriquées sous atmosphère protectrice, majoritairement de l'argon. Sauf problème de contamination, la composition chimique des pièces élaborées reste sensiblement la même que celle des poudres dont elles sont issues. Les microstructures des pièces obtenues par le procédé SLM présentent toutefois, quelques différences notables avec celles obtenues par les voies classiques pour les trois raisons principales suivantes :

- les vitesses de chauffage et de refroidissement sont extrêmement élevées et vont favoriser la formation des phases métastables,
- il n'y a pas de déformation mécanique (à froid et/ou à chaud) ou d'énergie stockée généralement suffisante qui conduisent au processus de recristallisation de la phase mère β ,
- la température maximale atteinte lors de la montée en température est le plus souvent supérieure à la température du liquidus. A température ambiante, on obtient donc des structures de solidification.

De ce fait, le procédé SLM se rapproche des procédés de soudage laser et/ou de solidification ultra-rapide.

2.2.1. Structures de solidification

A faible grossissement et après attaque chimique, la microstructure des pièces d'alliage TA6V élaborées par SLM, présente une morphologie marquée par les anciens joints de grains de la phase mère β (Figure 15a) [36]. La phase mère β a dans la majorité des cas, une morphologie colonnaire caractéristique d'une croissance épitaxiale selon l'axe d'élaboration des pièces Z, visible sur les coupes métallographiques selon les plans (XZ) (Figure 15c) ou (YZ) [102,103]. Selon le plan de lasage (XY), elle a une morphologie moins orientée et forme dans certains cas, un motif très semblable à celui de la stratégie de lasage utilisée (Figure 15b) [36]. Une épaisseur de couche déposée plus fine aurait tendance à diminuer la largeur moyenne des colonnes de la phase mère β [104]. Par ailleurs, la largeur moyenne à mi-longueur des colonnes β correspondrait à l'espacement de lasage [103].

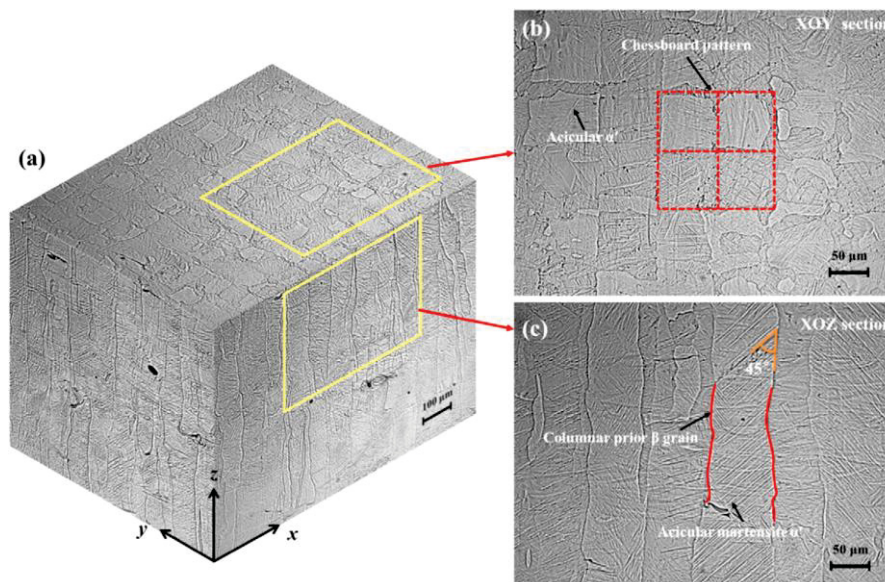


Figure 15 : Microstructure d'une pièce en alliage TA6V élaborée par SLM [36]. a) Micrographies optiques en 3D ; agrandissement des zones encadrées selon les plans b) (XY) et c) (XZ).

Deux types de structure de solidification de la phase mère β ont cependant été mis en évidence [105]. Lorsque des gradients thermiques faibles sont associés à une vitesse d'avancée du front de solidification relativement importante (Figure 16), une morphologie équiaxe peut être obtenue [106].

Chapitre I

Au contraire, des gradients thermiques importants associés à une plus faible vitesse de solidification conduisent à une morphologie colonnaire [106].

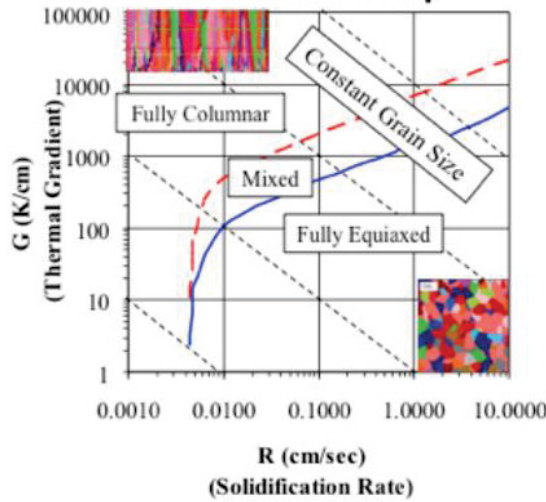


Figure 16 : Cartographie de la structure de solidification de la phase β en fonction du gradient thermique G et de la vitesse d'avancée du front de solidification R [106].

Il est également possible, d'un point de vue théorique, d'établir les domaines d'existence des structures colonnaires et équiaxes (Figure 17) en fonction des paramètres puissance et vitesse adimensionnelles [107]. La puissance et la vitesse adimensionnelles sont directement proportionnelles à la puissance laser et la vitesse de balayage du procédé d'élaboration employé [107]. Cette approche montre que les structures équiaxes sont obtenues pour des puissances et des vitesses de balayage importantes ; et inversement pour la structure colonnaire.

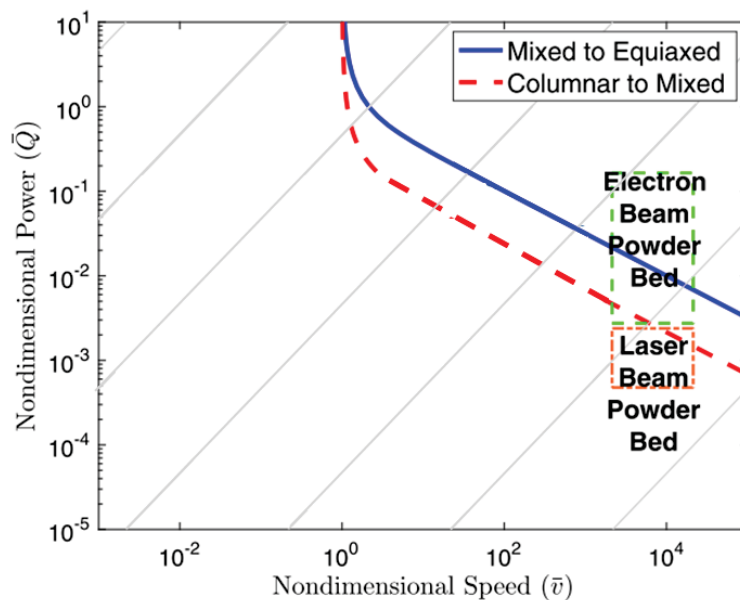


Figure 17 : Cartographie des morphologies équiaxe/colonnaire/mixte de la phase mère β en fonction de la puissance adimensionnelle et de la vitesse adimensionnelle (adapté de [107]). La « fenêtre » de paramètres classiquement utilisés pour le procédé SLM est définie par l'encadré orange et pour le procédé EBM par l'encadré vert.

Ces résultats méritent d'être nuancés car l'étude conduite ne prend pas en compte le phénomène de refusion des lits de poudre. Par ailleurs, ils sont contradictoires avec une autre étude où deux mécanismes compétitifs de solidification ont été mis en évidence dans le procédé dit de Dépôt Dirigé

d'Énergie (DED), dans lequel la poudre est directement déposée et en même temps fondue par un laser [108]. Le premier est un mécanisme de germination hétérogène et endogène qui prend place au niveau des particules de poudre partiellement fondues et qui a tendance à former des grains β fins et équiaxes. Le second est un mécanisme de croissance épitaxiale qui prend place au fond du bain de fusion où de larges colonnes β sont formées par continuité cristallographique des grains β préexistants. Ces deux mécanismes sont décrits sur la [Figure 18a](#). La micrographie de la [Figure 18b](#) montre une morphologie mixte équiaxe et colonnaire de la phase mère β , obtenue par DED.

Le mécanisme de croissance épitaxiale serait favorisé par un choix de paramètres qui augmente la puissance transférée par le laser au bain de fusion. Dans ce cas, une bonne fusion des poudres ainsi qu'une surfusion du bain liquide favorise la formation d'une morphologie colonnaire de la phase mère β . Quant au mécanisme de germination hétérogène, il serait favorisé par un manque de fusion. En d'autres termes, le mécanisme de croissance épitaxiale est favorisé par des puissances laser élevées couplées à des vitesses de balayages faibles, et inversement pour le mécanisme de germination hétérogène.

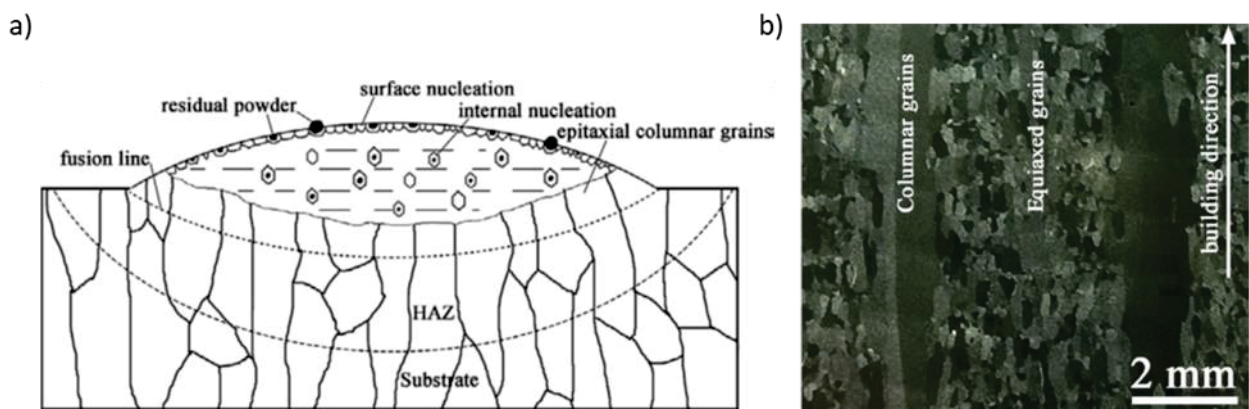


Figure 18 : a) Représentation schématique résumant les mécanismes de croissance de la phase β par germination hétérogène et par croissance épitaxiale. La zone HAZ, similaire au soudage laser, correspond à la Zone Affectée Thermiquement (ZAT). b) Micrographie d'une pièce d'alliage TA6V obtenue par le procédé DED [108], mettant en évidence la formation d'une microstructure mixte de la phase mère β combinant des grains colonnaires et des grains équiaxes.

2.2.2. Martensite α' et défauts cristallins

Les pièces en alliage TA6V élaborées par SLM et brutes de fabrication c'est-à-dire sans traitement thermique postérieur, présentent généralement une microstructure hors équilibre thermodynamique de type martensitique α' [109–112]. Cette phase résulte d'une transformation de type displacive de la phase mère β s'effectuant par un mécanisme de cisaillement et sans changement de composition [113,114]. La phase α' possède une structure hexagonale de paramètres de maille proches de ceux de la phase α [115]. Il existe une vitesse critique pour laquelle la phase α' se forme à partir de la phase β , de l'ordre de 410 °C/s d'après le diagramme Temps-Refroidissement-Continu (TRC) de la [Figure 19](#) [116]. Quant à la température de début de transformation martensitique (M_s), elle est de 575 °C [116]. Dans le cas du procédé SLM, la vitesse de refroidissement du bain de fusion est d'environ 10^5 à 10^6 °C.s⁻¹ c'est-à-dire, deux à trois ordres de grandeur supérieurs à la vitesse critique de trempe de l'alliage TA6V [117,118]. C'est la raison principale qui explique que le procédé SLM favorise la formation de la martensite α' .

D'un point de vue architectural, l'analyse microstructurale met en évidence une organisation hiérarchique de la phase α' ([Figure 20](#)) [36]. Les aiguilles martensitiques peuvent être classées en quatre groupes selon leur taille. A faible agrandissement, les aiguilles α' primaires sont les plus grandes et s'étendent sur toute la longueur de la phase mère β ([Figure 20a](#)). Les aiguilles α' secondaires, plus

nombreuses (Figure 20b), sont moins longues et moins larges. Les aiguilles tertiaires et les quaternaires (Figure 20c) suivent la même tendance.

Les aiguilles de martensite peuvent germer à partir de la surface d'un grain β ou à partir de défauts comme des dislocations. Selon le mécanisme de formation des aiguilles martensitiques α' proposé par Yang et al. [36], cette hiérarchie de tailles des aiguilles α' aurait pour origine, les dislocations générées par les vitesses de refroidissement importantes associées aux nombreux cycles thermiques vus par une même couche de matière.

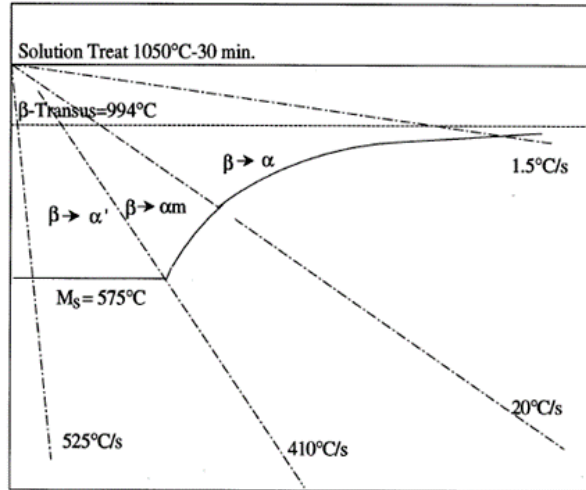


Figure 19 : Diagramme TRC (Temps-Refroidissement-Continu) de l'alliage TA6V pour un refroidissement à partir du domaine de la phase β après une mise en solution à 1050 °C de 30 min [116].

L'espacement de lasage h correspondrait à la largeur des colonnes β qui elle-même contrôle la taille des aiguilles martensitiques α' primaires [36,103,119]. Toutefois, une augmentation de la vitesse de balayage de 600 à 1100 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$, conduit à une évolution croissante suivie d'une décroissance de la taille des aiguilles martensitiques [36]. Et au même titre que la vitesse, la puissance joue un rôle prépondérant sur la fusion du lit de poudre, sur la taille du bain de fusion et sur la morphologie des colonnes de la phase mère β [107,120]. L'espacement de lasage, la vitesse de balayage et par conséquent, la puissance du laser, contrôleraient donc la taille des aiguilles martensitiques.

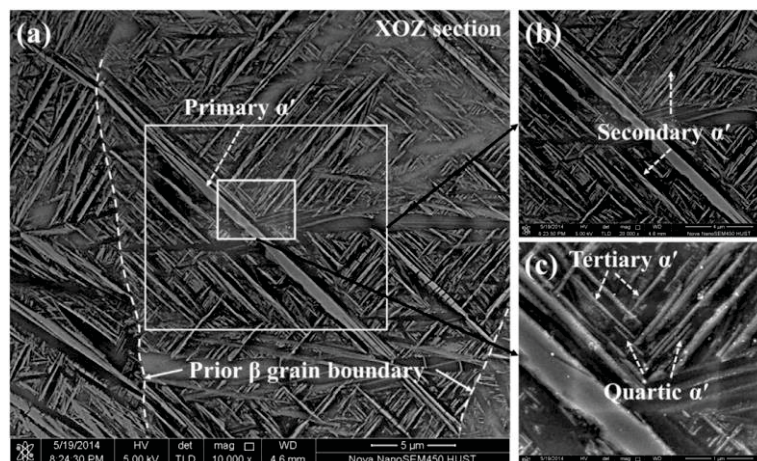


Figure 20 : Micrographie MEB en électrons secondaires, d'une section après attaque métallographique révélant la microstructure selon le plan (XZ) d'un échantillon d'alliage TA6V élaboré par SLM [36]. (a) Mise en évidence de la microstructure martensitique et de l'organisation hiérarchique de la phase α' . (b) et (c) correspondent aux zones encadrées sur la micrographie (a).

A une échelle plus fine, parmi le peu d'études qui ont été réalisées par microscopie en transmission [36,109,111], certaines montrent la présence d'une quantité importante de défauts cristallins (dislocations et macles) au niveau des aiguilles martensitiques α' (Figure 21a-b) [36]. Le cliché de diffraction réalisé selon l'axe de zone $[4\bar{2}\bar{2}3]_{\alpha'}$, ainsi que le cliché simulé et indexé sont donnés respectivement Figure 21b et Figure 21c-d. Deux réseaux de phases α' de structure hexagonale sont mis en évidence et sont représentés en rouge et en bleu sur la Figure 21d. Ils sont symétriques par rapport à une ligne discontinue correspondant à l'axe de maillage. Le plan de maillage, déterminé à partir de ce seul cliché de diffraction correspondrait au plan $[\bar{1}102]_{\alpha'}$. La présence de ces défauts contribue en partie à relaxer les contraintes internes générées par la formation de la martensite α' . Rarement observée dans la littérature, l'étude de Yang et al. [36] révèle la présence (Figure 21e-g) de phase β résiduelle en bordure des aiguilles α' . Ces deux phases adoptent les relations d'orientation classiques de Burgers [36]: $\langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha'}$.

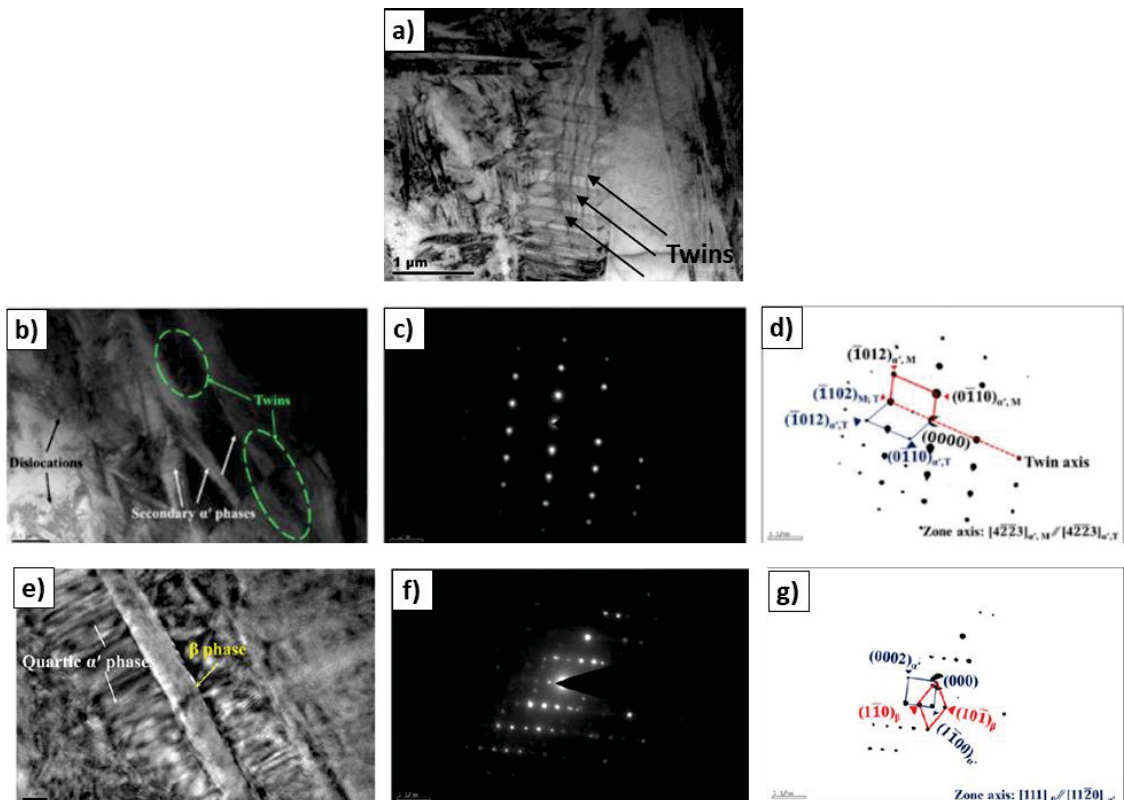


Figure 21 : a) et b) Images MET obtenues en champ clair mettant en évidence la présence de macles (twins ou zones entourées en vert), de dislocations (flèches noires) et de la phase α' secondaire (flèches blanches). c) le cliché de diffraction de la zone observée sur l'image b), obtenu selon l'axe de zone $[4\bar{2}\bar{2}3]_{\alpha'}$ expérimental et d) le cliché simulé et indexé montrant deux réseaux de la phase α' (en rouge et en bleu) et leur plan de maillage $[\bar{1}102]_{\alpha'}$. e) Image MET obtenue en champ clair mettant en évidence la présence simultanée de la phase α' quaternaire et de la phase β , f) le cliché de diffraction expérimental correspondant et réalisé selon l'axe de zone $[111]_{\beta} // [11\bar{2}0]_{\alpha'}$ et g) le cliché simulé montrant le réseau de la phase α' (en bleu) et de la phase β (en rouge) [36,109].

2.2.3. Texture et orientations cristallographiques

A partir de la cartographie EBSD de la microstructure brute de fabrication (Figure 22a), il est possible, à partir des relations d'orientation entre les phases α' et β ainsi que des mesures locales de désorientations de la phase α' , de reconstruire la cartographie EBSD d'orientations la phase mère β (Figure 22c) [103,121].

En comparant la Figure 22a à la Figure 22c, on remarque qu'aucun paquets de lattes α' partageant les mêmes orientations cristallographiques (aussi connus sous le nom de colonies α'), ne semble se former

contrairement à ce qui est observé dans le procédé EBM [122]. Par ailleurs, les figures de pôles correspondantes aux cartographies des Figure 22 a et c, données Figure 22 b et d, montrent que la microstructure brute de fabrication apparaît globalement peu texturée (Figure 22b). Ceci est à mettre en relation avec le nombre important de variants développés par la phase α' et la quantité importante d'aiguilles α' qui précipitent à l'intérieur des grains β [103]. Au total, 12 variants de la phase α' sont théoriquement possibles [103]. Parmi ces 12 variants, deux ne sont pas observés par Simonelli et al. [19]. L'interface entre deux aiguilles α' est formée par la combinaison de deux de ces 12 variants. 5 types d'angles sont alors possibles. Les relations de désorientations entre paires de variants issus d'un même grain β ainsi que leur probabilité d'apparition en fonction de leur type, peuvent être déterminées théoriquement [123] comme il suit:

Type 2 : 60° (18,2%), Type 3 : $60,83^\circ$ (36,4%), Type 4 : $63,26^\circ$ (18,2%), Type 5 : 90° (18,2%)
 Type 6 : $10,53^\circ$ (9,1%).

La somme des probabilités pour des angles allant de 60° à $63,26^\circ$ est de 72,8%. Dans le procédé SLM, la fréquence d'apparition de ces interfaces a été déterminée expérimentalement à 41,3% [124]. On peut émettre l'hypothèse qu'une partie de la transformation $\beta \rightarrow \alpha'$ ne se suit pas les relations de Burgers et/ou qu'un processus de sélection de variants induit par les vitesses de refroidissement sévères opère comme suggéré par Yang et al. [124].

Concernant la phase mère β reconstruite, après une rotation de 20° des figures de pôles de la Figure 22d autour de l'axe y, les figures de pôles Figure 22e montrent une texturation dominante selon la direction \vec{g} de croissance épitaxiale des grains mères β . La direction $\{100\}$, parallèle à la direction de croissance \vec{g} , est la direction de croissance préférentielle de solidification dans les systèmes cubiques centrés [103].

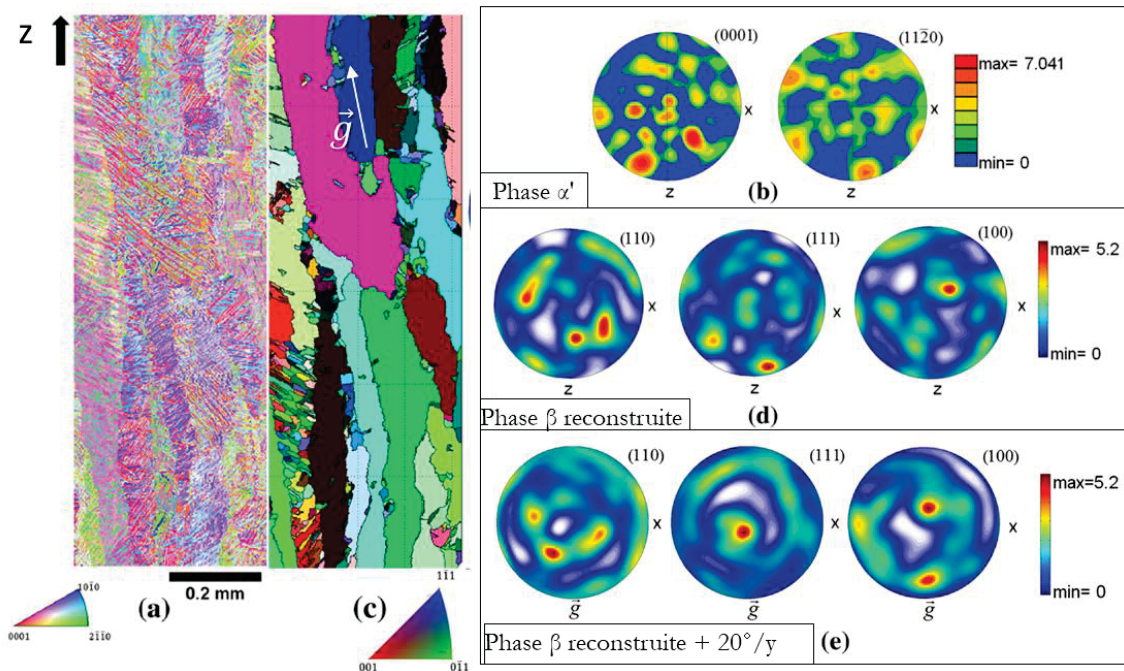


Figure 22 : a) Cartographie d'orientation de la phase α' obtenue par EBSD selon le plan (XZ) d'une pièce brute de fabrication élaborée par SLM, b) figures de pôles correspondant à la zone de la figure (a) selon les axes de zone $\{0001\}_{\alpha'}$ et $\{11\bar{2}0\}_{\alpha'}$, c) cartographie d'orientation reconstruite de la phase mère β à partir des données de la cartographie (a), et d) figures de pôles correspondant à la zone de la figure (c) selon les axes de zone $\{110\}_{\beta}$, $\{111\}_{\beta}$ et $\{100\}_{\beta}$, e) Figures de pôles correspondant à la zone de la figure (c) selon les axes de zone $\{110\}_{\beta}$, $\{111\}_{\beta}$ et $\{100\}_{\beta}$ après une rotation numérique de 20° autour de l'axe y. Le vecteur \vec{g} correspond à la direction de croissance de la phase β . La direction Z correspond à la direction d'empilement des couches. Figure adaptée de [103].

2.2.4. Formation des phases α et β par décomposition de la phase martensitique α' in-situ

L'utilisation de paramètres d'élaboration favorisant un temps d'interaction laser-matière plus important et une vitesse de refroidissement plus faible (épaisseur de couche, distance focale, densité d'énergie, chauffage du plateau de fabrication), permettent d'activer un mécanisme de décomposition in-situ de la martensite α' en un matériau biphasé composé de la phase α et de la phase β dites « ultra fines » (nommée ci-après phase $\alpha + \beta$) [125,126]. Diminuer la distance focale permet de diminuer la taille du spot laser, ce qui concentre l'énergie transmise sur une zone plus faible et modifie le profil de température [3]. La température est alors localement plus importante, la ZAT est plus profonde et les couches précédemment déposées sont exposées à une température plus importante pendant un laps de temps plus important [104]. Cette histoire thermique favorise la décomposition de la martensite α' (Figure 23a) en phase $\alpha + \beta$ (Figure 23b) [104].

Il est important de noter qu'une augmentation de l'épaisseur de couche a pour effet de resserrer la plage de distances focales utilisables pour provoquer cette décomposition, si tous les autres paramètres du procédé sont gardés identiques. Au contraire, une réduction de la densité d'énergie serait un frein à cette transformation [104].

Selon Xu et al. [104], cette décomposition ultrafine de la martensite s'effectue à une température comprise entre 350°C et 550°C et après le dépôt d'un nombre suffisant de couches de matière. Cela signifie également que les dernières couches déposées seront toujours composées de martensite α' .

Cette microstructure est particulièrement intéressante car elle permet d'obtenir des propriétés mécaniques remarquables. Ces pièces ont un allongement à la rupture équivalent à une microstructure biphasée $\alpha + \beta$ obtenue par traitement thermique, tout en conservant une limite d'élasticité proche de celle d'une microstructure martensitique α' [125].

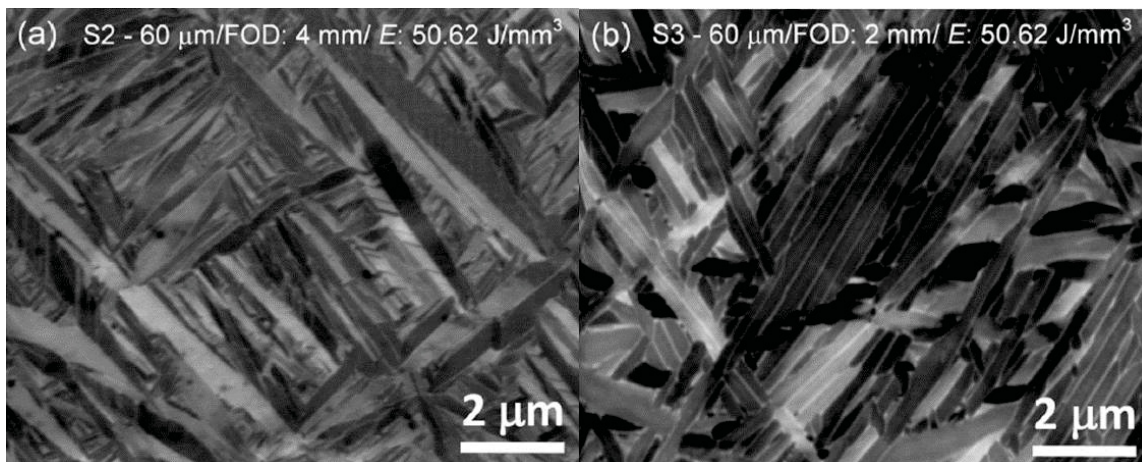


Figure 23 : Micrographies MEB en électrons rétrodiffusés des microstructures obtenues par Xu et al. [104] sur 2 zones différentes et montrant une microstructure a) martensitique α' et b) biphasée lamellaire fine $\alpha + \beta$ (la phase β est blanche et localisée aux joints de grains).

2.2.5. Formation de microstructures à gradient

Dans certaines conditions d'élaboration, il est possible d'obtenir un gradient de microstructure en fonction de la distance z au plateau de fabrication [5]. Pour cela, il faut utiliser des paramètres qui permettent d'augmenter le temps d'interaction laser-matière : une faible vitesse de balayage et une stratégie de lasage à multiples balayages par couche. Un maintien de la température du plateau à 200°C permet également de favoriser la formation de matériaux à gradient de microstructure, en diminuant la vitesse de refroidissement vue par le matériau (Figure 24).

Sur la [Figure 24a](#), différentes zones d'observation sur une même pièce ont été sélectionnées. Pendant l'élaboration de la pièce, les couches successivement déposées ont initialement une microstructure composée de phase α' [5]. Cependant la fusion d'une couche affecte thermiquement les couches sous-jacentes [127]. Lors de l'élaboration de la zone b, le couplage de paramètres qui favorisent des temps d'interaction laser-matière importants aux cycles thermiques successifs vus par la matière, permet à la martensite de se décomposer selon la transformation $\alpha' \rightarrow \alpha_{\text{lamellaire}} + \beta$ [104]. Au fur et à mesure que le nombre de cycles croît, les lamelles $\alpha + \beta$ grossissent ([Figure 24b](#)). A une distance plus éloignée du plateau de fabrication (zone c), les contraintes thermiques issues du refroidissement rapide du matériau sont alors plus importantes. Ces contraintes sont suffisamment grandes pour induire une recristallisation des lamelles α issues de la décomposition martensitique précédente. La transformation vue par cette microstructure est donc $\alpha' \rightarrow \alpha_{\text{lamellaire}} + \beta \rightarrow \alpha_{\text{équiaxe}} + \beta$ ([Figure 24c](#)).

Plus on s'éloigne du plateau de fabrication, plus la température locale est faible avant fusion. Comme le gradient de température est plus important, la vitesse de refroidissement est alors augmentée et la microstructure a moins de temps pour se transformer. Toutes choses étant égales par ailleurs, plus le temps disponible est réduit, moins la proportion de grains recristallisés sera importante [5]. La microstructure équiaxe est de moins en moins marquée, laissant place à une microstructure bimodale (au sens où deux morphologies de grains sont présentes) ([Figure 24d-e](#)). Plus proche de la surface (zone f), la microstructure est proche d'une structure lamellaire fine, obtenue par décomposition directe de la martensite selon la transformation $\alpha' \rightarrow \alpha_{\text{lamellaire}} + \beta$ ([Figure 24f](#)).

La dernière couche déposée (zone g) qui n'a pas subi de cycles thermiques additionnels a une microstructure martensitique α' ([Figure 24g](#)).

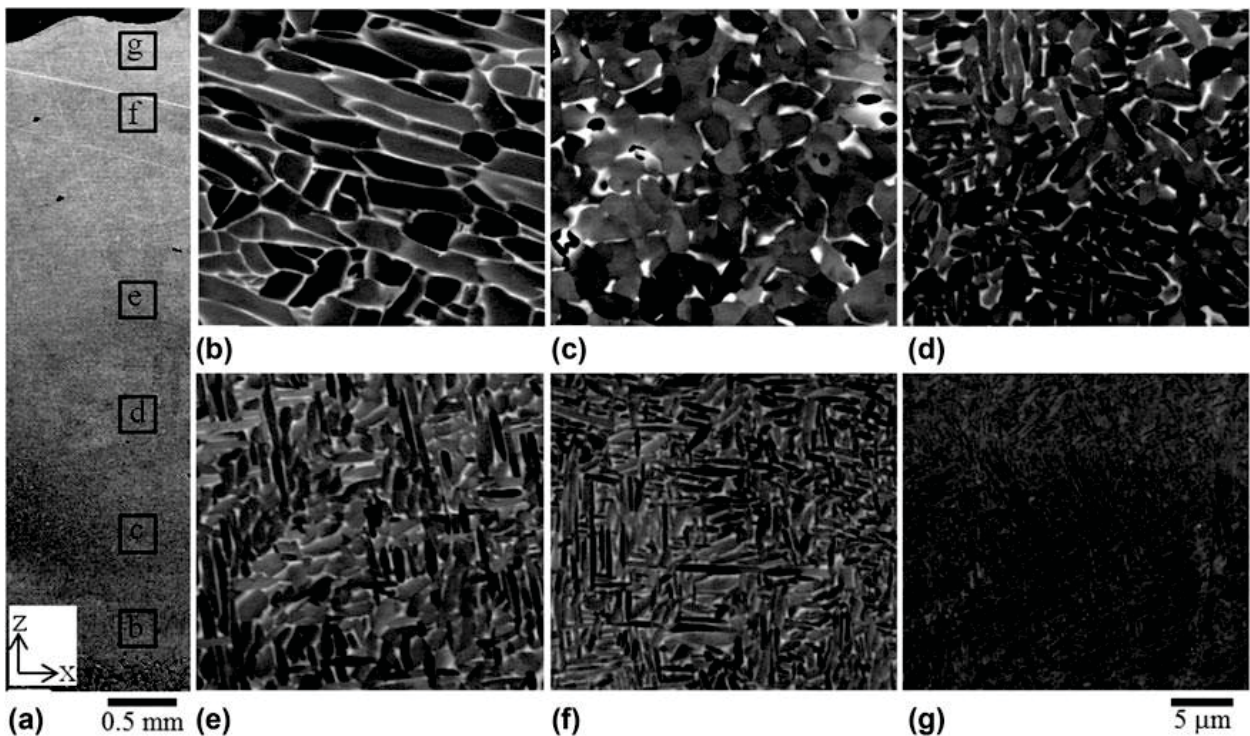


Figure 24 : Micrographies MEB en électrons rétrodiffusés a) d'un échantillon d'alliage TA6V élaboré par SLM [5], localisant les zones imagées à plus fort grossissement (b à g) afin d'en observer la microstructure en fonction de la position par rapport au plateau de fabrication. Microstructures composées de la phase $\alpha + \beta$, de structure b) complètement lamellaire, c) équiaxe, d) et e) bimodale, f) lamellaire fine. La phase β apparaît en blanc et aux joints de grains. f) Micrographie de la dernière couche lasée, qui présente une microstructure entièrement α' .

3. Formation de porosités

La formation de porosités est inhérente au procédé SLM sur lit de poudre. C'est un sujet d'intérêt car il a été démontré qu'un faible taux de porosité (<1%) peut significativement affecter les propriétés mécaniques et d'endommagement [3,128,129].

3.1. Principaux mécanismes mis en jeu

Les mécanismes mis en jeu dans la formation des porosités sont relativement complexes, d'autant plus qu'une porosité peut être induite par la matière première [130] ou résulter de l'interaction matière-laser [131]. Les principaux mécanismes identifiés dans la littérature sont discutés dans cette partie.

3.1.1. Effet « keyhole »

L'effet « keyhole » (Figure 25a) est un phénomène souvent associé à de la surfusion lors de l'interaction laser-matière [132].

Très étudié dans le cadre du soudage laser [133,134], il se produit par des mécanismes complexes de transferts de chaleur, d'écoulements de liquide et de transformations de phases dus aux énergies de fusion laser et aux vitesses de refroidissement importantes [135,136]. L'évaporation de la matière qui en découle, couplée à une instabilité dans le bain de fusion, viennent rompre la continuité du bain de fusion générant une cavité. Une partie de la matière en cours de solidification (matière « pâteuse » car de viscosité importante) s'effondre en surface jusqu'à refermer cette cavité sans entièrement la combler, donnant naissance à une porosité [132]. Cet effet a été observé directement en cours d'élaboration par imagerie X à haute vitesse (Figure 25b) [117]. Sur la coupe micrographique Figure 26, on voit que ce mécanisme génère majoritairement des porosités quasi-sphériques [89].

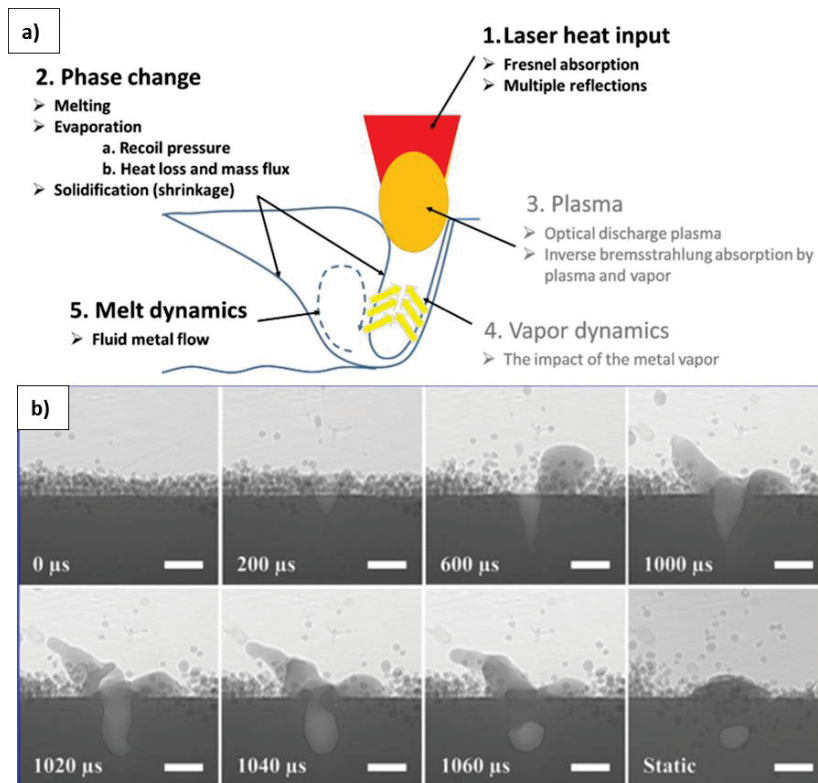


Figure 25 : a) Schéma de principe de l'effet "keyhole" [132] conduisant à la formation d'une porosité. b) Observation par suivi in-situ grâce à l'acquisition d'images haute vitesse par rayons X, de la formation d'une porosité induite par un effet "keyhole" [117]. Le temps de prise de chaque cliché est indiqué en bas à gauche des images. Chaque barre d'échelle équivaut à 200 μm.

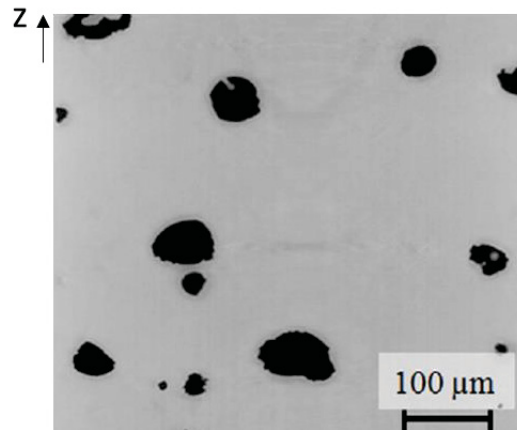


Figure 26 : Micrographie MEB de porosités quasi-sphériques associées à un phénomène de surfusion, ou d'évaporation [89]. Z correspond à la direction de dépôt des lits de poudres (ou direction d'élaboration des pièces). Mise en évidence de l'aspect quasi-sphérique de ces pores.

3.1.2. Manque de fusion

Les porosités induites par manque de fusion se forment lorsque la surface du bain de fusion entre deux lignes de lasage adjacentes, ne recouvre pas totalement la surface à fondre d'une couche de poudre déposée [137]. Cela peut se produire par un recouvrement (overlapping) insuffisant entre deux lignes de lasage successives (Figure 27b) et/ou à cause d'une pénétration insuffisante du bain de fusion (Figure 27c).

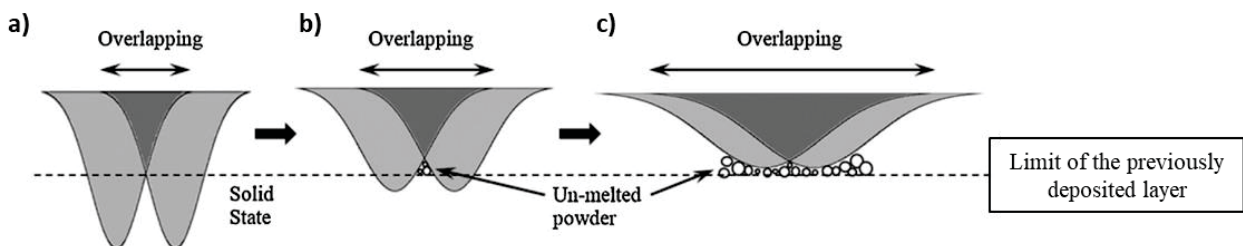


Figure 27 : Mécanisme de formation d'une porosité par manque de fusion dans le procédé EBM : a) pas de porosité formée, b) porosité induite par un manque de recouvrement (overlapping) entre deux lignes de matière fondue, c) porosité induite par un choix de paramètres du laser ne permettant pas une pénétration suffisante du bain de fusion (adapté de [137]).

Ces types de porosités sont reconnaissables par leurs morphologies allongées dans un plan (XZ) ou (YZ) perpendiculaire au lit de poudre. Elles peuvent faire penser à tort, à des amorces de fissures (Figure 28) [89,137].

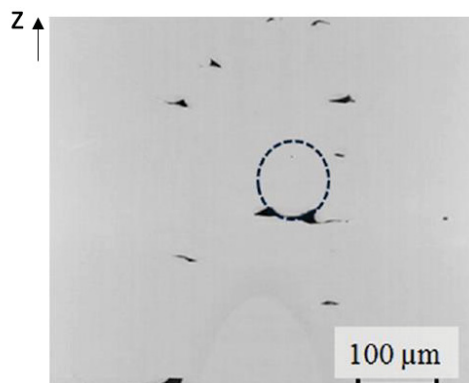


Figure 28 : Micrographie MEB de porosités de morphologie allongée associée à un manque de fusion [89]. Z correspond à la direction d'empilement des lits de poudres. Le cercle en pointillés montre une porosité dont la morphologie est issue d'une particule de poudre ayant subi une fusion incomplète.

3.1.3. Effet « balling »

Les porosités induites par un effet « balling », se forment par un tout autre mécanisme [138]. Après le dépôt d'une couche de poudre (Figure 29a) et lors de la fusion du lit de poudre par le laser, si le bain de fusion manque de mouillabilité avec la couche précédemment solidifiée, les tensions de surface au niveau de la zone liquide entraînent la sphéroïdisation d'une partie du bain de fusion générant des boules de matière fondue (Figure 29b). Le bain de fusion ayant pénétré la couche précédente N, ces boules de matière restent fixées à la couche précédente après solidification. Des vides de matières se forment entre les boules solidifiées. Lors du dépôt de la couche suivante N+1, le racleur (ou rouleau) risque d'être gêné empêchant la bonne répartition du lit de poudre et créant des inhomogénéités d'épaisseurs (Figure 29c). Lorsque le laser fond cette couche N+1, la pénétration du bain de fusion est alors insuffisante pour pouvoir fondre la poudre située au niveau la première couche déposée. Lorsque le mouillage est très insuffisant, un effet « balling » aggravé peut se produire, empêchant le racleur ou le rouleau d'étaler le lit de poudre et stoppant ainsi, l'élaboration de la pièce (Figure 29d).

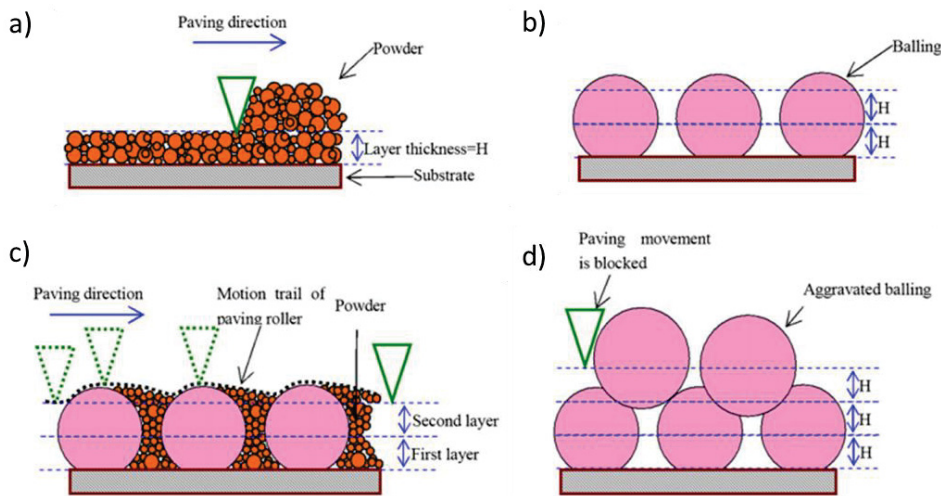


Figure 29 : Mécanisme de formation de porosités par effet "balling", adapté de Li et al. [138] : a) principe de dépôt d'un lit de poudre avec un racleur, b) sphéroïdisation d'une partie du bain de fusion, générant des boules de matière fondue (en rose). Mise en évidence d'espaces vides après passage du laser sur la couche N et solidification de ces boules. c) Mauvaise répartition du lit de poudre et création d'inhomogénéités d'épaisseurs de par la présence des boules précédemment formées lors de la solidification de la couche N. d) Exemple d'un effet « balling » aggravé empêchant le racleur d'étaler le lit de poudre et stoppant ainsi l'élaboration de la pièce.

3.1.4. Phénomène de dénudation

En fonction des paramètres du procédé, un mécanisme d'entraînement de la poudre environnante dans le bain de fusion ou au contraire, de soufflage de la poudre loin du bain de fusion peut se produire [139,140]. Dans les deux cas, ces mécanismes ont pour effet de modifier localement l'épaisseur du lit de poudre aux environs du cordon de lasage [139]. Le lit de poudre n'est alors plus réparti de manière homogène. Ce phénomène est suspecté de contribuer à la formation de porosités par manque de matière (Figure 30).

Le sens de dénudation (entraînement ou soufflage) dépend du nombre de Knudsen (Kn) [139]. Ce nombre permet de déterminer le régime d'écoulement d'un fluide. Dans le cas des poudres contenues dans un gaz, il est défini par le ratio du diamètre d'une particule de poudre avec le libre parcours moyen λ défini par :

$$\lambda = \frac{\mu}{P_0} \sqrt{\frac{\pi k_B T}{2m}} \quad (6),$$

avec μ la viscosité dynamique du gaz protecteur (ici, l'argon), P_0 la pression environnante, m la masse moléculaire du gaz, k_B la constante de Boltzmann et T la température du gaz.

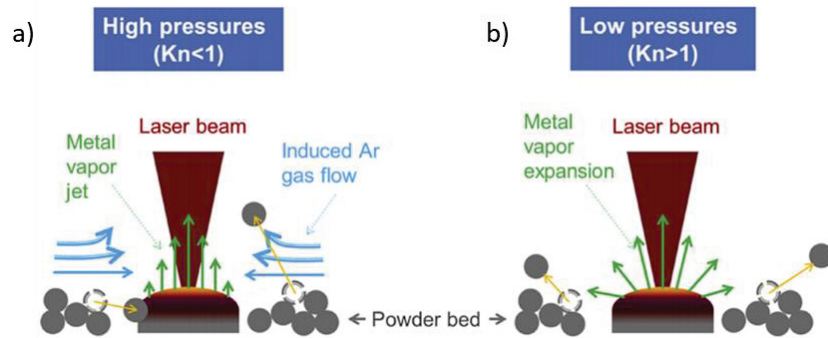


Figure 30 : a) Mécanismes d'aspiration avec entrainement de la poudre vers le bain de fusion et b) de soufflage de la poudre. Ces phénomènes contribuent à la formation de porosités par manque de matière et sont appelés "dénudation" [139].

Pour $Kn < 1$, un mécanisme d'entraînement de la poudre dans le bain de fusion se produit (Figure 30a) alors que pour $Kn > 1$, la poudre est plutôt soufflée hors des environs du bain de fusion (Figure 30b).

Pour une pression de la chambre et un diamètre de poudre supposés constants, la seule variable modifiant Kn est la température du gaz qui entoure le faisceau laser. La puissance P agit sur la température du faisceau laser alors que la vitesse de balayage V agit localement sur le temps d'exposition du gaz aux environs du laser. Le couple (P, V) devrait donc avoir logiquement un impact sur les phénomènes de dénudation.

3.2. Influence de la poudre entrante

Les paramètres métallurgiques de la poudre sont des paramètres importants qui influencent la formation de porosités dans les pièces finales. Dans le procédé d'atomisation gazeuse, il est fréquent que du gaz inerte soit piégé à l'intérieur des poudres [141] (représenté par les sphères violettes sur la Figure 31, [72]), formant ainsi une porosité interne. A cause des vitesses de solidification rapides, le gaz contenu a tendance à être transféré dans les pièces élaborées [142]. Les particules de gaz, qui ont le temps de s'échapper du bain de fusion, créent des éjections de matière fondue [72]. Ceci est à la base d'inhomogénéités au niveau du lit de poudre qui contribuent à la formation de porosités. La création de porosités peut aussi être liée à la morphologie irrégulière des poudres élaborées par le procédé de mécano-synthèse HDH (Hydruration/Déshydruration) ou par atomisation à l'eau [142,143]. L'utilisation de poudres plus sphériques et denses (obtenues par exemple par atomisation plasma de fils métalliques) permet de réduire la porosité induite par la poudre [60,144–146].

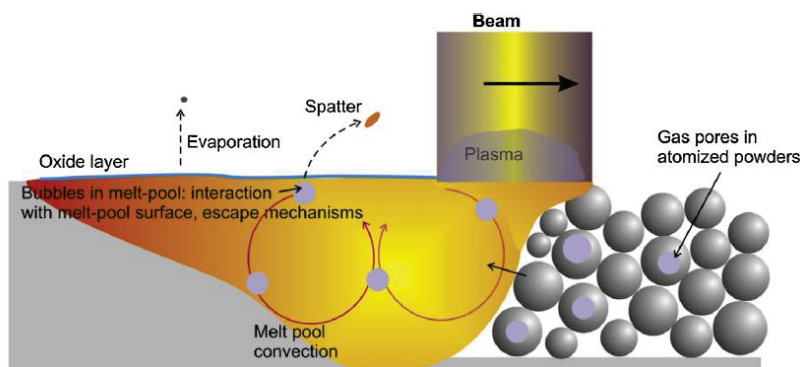


Figure 31 : Schéma du mécanisme de formation de porosités sphériques résiduelles présentes dans les pièces élaborées par SLM [72] et induites par la présence de gaz contenu initialement dans les poudres. Les pores dans les poudres et les bulles de gaz dans le bain de fusion sont représentés par des sphères violettes.

De plus, une meilleure coulabilité permet une meilleure répartition du lit de poudre. L'utilisation de poudres sphériques fines réduit en général le taux de porosités, mais diminue également la coulabilité de la poudre. Une distribution de tailles plus large des poudres, permet aux poudres plus fines de remplir les interstices entre les poudres de diamètres plus importants, augmentant ainsi la densité du lit de poudre et donc des pièces [147,148]. Bien que des standards soient actuellement en cours d'élaboration pour définir ce qu'est une "bonne poudre" pour la FA, l'influence des propriétés des poudres sur la formation de porosités est encore assez peu étudiée [149,150].

3.3. Influence des paramètres du procédé SLM

L'influence des paramètres du procédé SLM sur la formation des porosités est encore mal comprise. Souvent, les moyens de mesure employés ne sont pas suffisamment précis et rendent difficile l'interprétation des résultats [151]. Par ailleurs, les effets de certains paramètres sont peu étudiés.

La stratégie de lasage est un bon exemple. Son effet sur les contraintes résiduelles des pièces a été largement étudié [152–156] mais très peu de travaux ont été consacrés à son effet sur la formation des porosités. Les nombreuses stratégies de lasage qui peuvent être employées, complexifient d'autant plus l'analyse et mènent parfois à des conclusions contradictoires entre les différentes études. Certaines mettent en évidence un rôle important de la stratégie de lasage sur la densité des pièces alors que d'autres ne montrent pas d'influences significatives de ce paramètre [88,151,157]

Le but de cette partie est de faire un travail de synthèse nous permettant de mieux cerner le lien qui existe entre les principaux paramètres du procédé et la formation des porosités.

3.3.1. Influence de la puissance laser et de la vitesse de balayage

La puissance du laser (P) et la vitesse de balayage (V) sont le couple de paramètres le plus largement étudié dans la littérature [3,6,89,137,158]. L'influence du couple (P, V) sur la formation de porosités peut être résumée sous forme d'un graphique donnant des tendances en fonction des paramètres du procédé (Figure 32a).

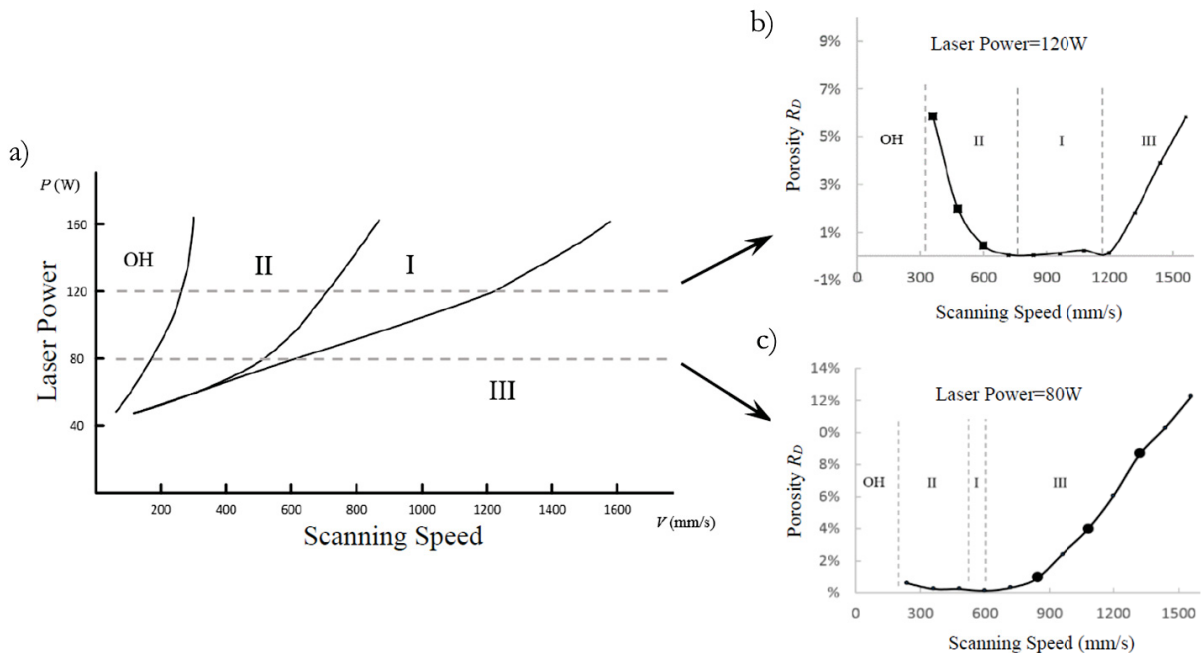


Figure 32 : Influence du couple (puissance P /vitesse V) sur la formation de porosités présentée sous forme d'un graphique : a) gammes des paramètres procédé (P, V) définissant les 4 zones de fusion : (OH) ou zone de surchauffe, (II) ou zone de surfusion, (I) ou zone dense et (III) ou zone de fusion partielle. Evolution de la fraction de porosités en fonction de V pour b) $P = 120W$ et c) $P = 80W$ [159].

Suivant les valeurs de P et de V, le graphique peut être décomposé en 4 zones distinctes [159] :

- la zone I ou zone dense, correspond aux valeurs de P et de V pour lesquelles les pièces élaborées sont les plus denses (>99.9%),
- la zone II ou zone de surfusion, est une zone où les pièces élaborées comportent des défauts plutôt sphériques, comme des porosités de type "keyhole",
- la zone III ou zone de fusion partielle, est une zone où l'énergie de fusion est insuffisante pour produire des pièces denses. Les défauts générés sont généralement allongés, semblables à des amorces de fissure,
- la zone OH ou zone de surchauffe, est une zone où les pièces ne peuvent pas être élaborées car les fortes déformations thermiques qui y sont associées, bloquent le passage du rouleau ou du racleur.

Selon les études, l'influence du couple (P, V) peut être également représentée en trois zones (Figure 33) que sont la zone de fusion continue où l'énergie fournie à la matière est suffisante pour former des cordons de lasage continu (zone I), la zone de fusion incomplète (zone III), et la zone de fusion avec fissuration (Zone II) [160]. Bien que ces deux approches soient différentes, elles montrent qu'il faut trouver les bons compromis entre les valeurs de P et de V, si l'on veut s'affranchir de la formation de porosités.

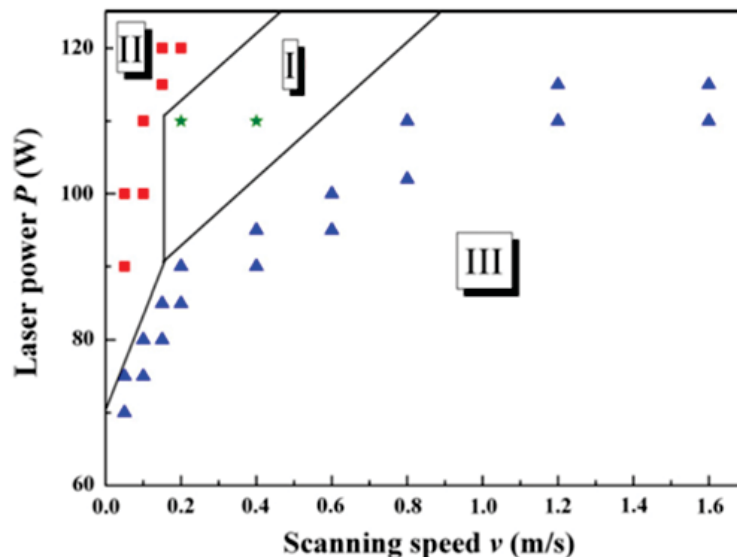


Figure 33 : Mise en évidence pour des pièces d'alliage TA6V élaborées par SLM (adapté de [160]), de la corrélation entre le choix du couple des paramètres procédé P (de 70 à 120 W) et V (de 500 à 1600 mm/s) avec pour paramètres constants : h (40 μm), e (50 μm) et D (34 μm). Définition de 3 zones correspondant aux différents types de fusion : zones I, II et III, respectivement, de fusion continue, de fusion avec fissuration et de fusion incomplète. Les marqueurs étoiles, carrés et triangles représentent les pièces dont les mécanismes de fusion correspondent respectivement aux zones I, II et III.

La comparaison des données issues de la littérature avec les domaines précédemment établis est représentée sur la Figure 34. De manière globale, cette étude comparative montre que les pièces de relativement faible densité (<99%) ont été élaborées avec des jeux de paramètres qui se situent dans les zones les plus défavorables [3]. Les pièces qui ont une densité relativement importante (supérieure à 99,9%) ont été élaborées avec des paramètres compris dans des gammes assez larges de puissance (100W à 300W) et de vitesse (400 mm/s à 1200 mm/s). Les pièces avec une densité supérieure à 99% et inférieure à 99,9%, sont réparties de façon dispersée dans les zones de bonne fusion (Zone I) et de surfusion (Zone II) définies Figure 32a, ou dans les zones de fusion continue (Zone I) et de fusion incomplète (Zone III) définies Figure 33.

Chapitre I

Ces observations montrent que la porosité ne peut être définie par une seule fenêtre de paramètres procédé (P, V) car d'autres paramètres entrent en jeu.

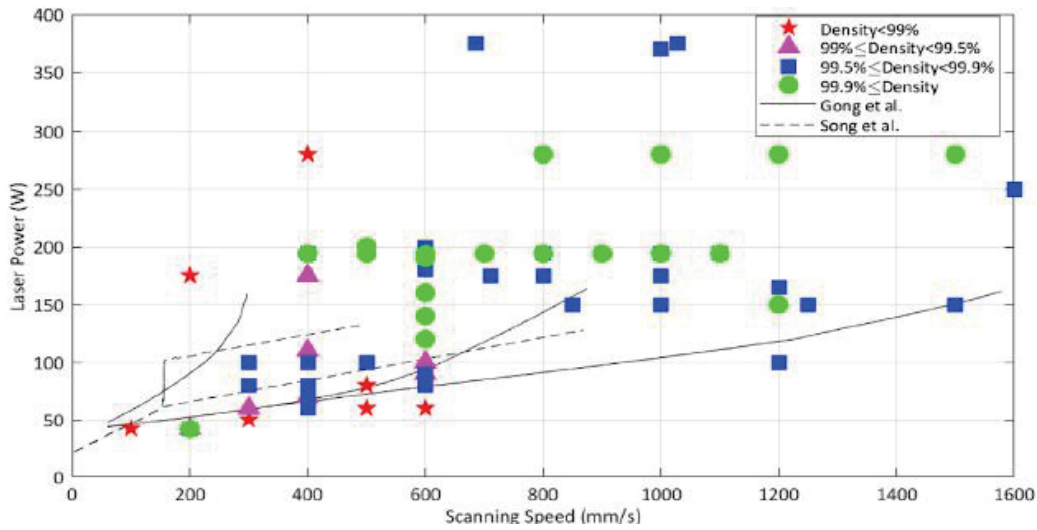


Figure 34 : Etude comparative des résultats établis par Gong et al. et Song et al. [159,160] aux autres données issues de la littérature pour des pièces d'alliages TA6V élaborées pas SLM [3,88,89,104,110,112,161–164] lorsqu'on considère le couple (P, V). Mise en évidence que la porosité ne peut être définie par une seule fenêtre de paramètres procédé (P, V).

D'un point de vue physique, pour mieux appréhender les effets de P et de V, il est intéressant de se rapporter aux travaux de Lun et al. [165]. Une cartographie de la morphologie du bain de fusion en fonction du couple (P, V) et en fonction du temps de lasage (en couleur) a été réalisée par imagerie X pour l'alliage Invar36 (64% Fe + 36% Ni, Figure 35) [165].

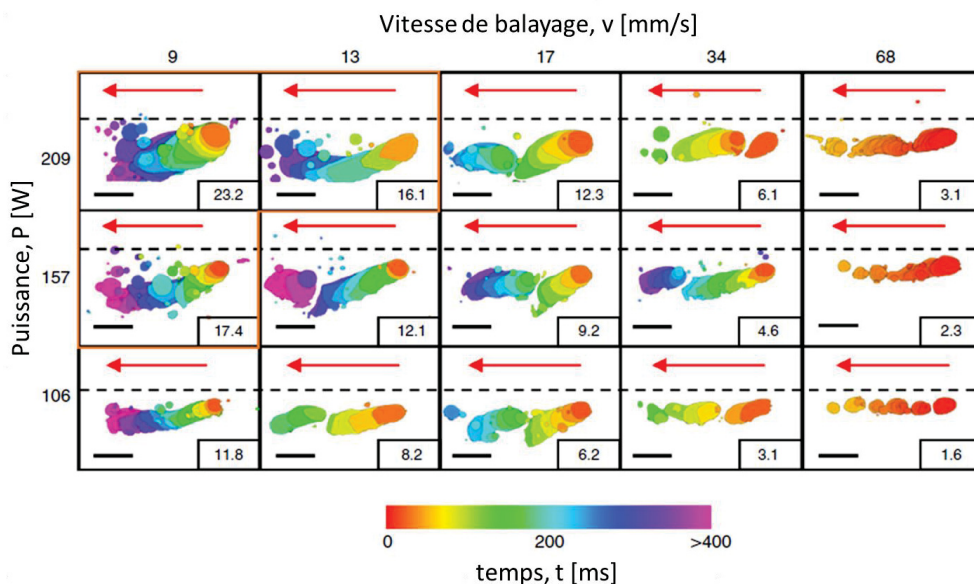


Figure 35 : Cartographies des mécanismes combinant 15 valeurs de couples de paramètres procédé (P, V), montrant le changement de dynamique du comportement du bain de fusion et de sa morphologie en fonction du temps (en couleurs) pour l'alliage Invar36 (64% Fe + 36% Ni). Les lignes en pointillés représentent la surface du lit de poudre et les flèches rouges, la direction de balayage du laser [165]. Chaque barre d'échelle vaut 2 mm.

Qualitativement, ces résultats peuvent être transposés à l'alliage TA6V. Cette étude montre qu'à P constant, augmenter V réduit l'énergie transmise localement à la poudre avec pour conséquence, la

réduction de la taille du bain de fusion et de son pic de température. Lorsque la température du bain de fusion est réduite, les tensions de surface qui s’y appliquent augmentent, diminuant sa mouillabilité et empêchant la coalescence du métal en fusion. En augmentant d’avantage V jusqu’à ce que le laser ait une vitesse supérieure à la vitesse d’avancée du front liquide, le métal liquide prend immédiatement la forme d’une sphère afin de minimiser les énergies de surface, responsables de l’effet « balling ». Au contraire, augmenter la puissance permet au laser de délivrer plus d’énergie pour fondre la poudre augmentant ainsi la mouillabilité du bain de fusion et donc prévenant l’effet « balling ».

3.3.2. Influence de l’espacement de lasage

En préambule, il est important de rappeler que lorsque l’espacement de lasage est supérieur à la taille du bain de fusion, l’élaboration d’une pièce dense n’est pas possible car le recouvrement des zones de poudres fondues entre deux lignes de lasage successives n’est pas total. Egalement, l’influence de l’espacement de lasage est très dépendante des paramètres de lasage utilisés.

L’influence du couple ("espacement de lasage" h , "vitesse de balayage" V) sur la formation de porosités est montrée sur la Figure 36a et la Figure 36b [163,166]. Il apparaît que V a une influence plus marquée que h . Par ailleurs, deux modes de fusion sont mis en évidence sur la Figure 36a. D’une part, le mode « conduction » pour lequel le rapport entre la profondeur et la largeur du bain de fusion est proche de 1 et d’autre part, le mode « keyhole » pour lequel la profondeur de pénétration du bain de fusion est bien plus importante, générant de ce fait des porosités par effet "keyhole" [163] (cf. chapitre I, §3.1.1.). Les résultats de la Figure 36a peuvent s’interpréter à partir du paramètre densité d’énergie comme en atteste la Figure 36b.

Suivant les valeurs de h et de V , trois zones de densités d’énergie peuvent alors être définies [166] : une zone à faible densité d’énergie (Zone I), une zone de bonne fusion (zone II) et une zone à forte densité d’énergie (zone III). A faible densité d’énergie, les porosités sont induites par le manque de fusion. Pour h trop grand, les bains de fusion pour deux lignes de lasage successives, ne se recouvrent plus suffisamment pour fondre la poudre sur toute l’épaisseur de la couche déposée. Lorsque h et V diminuent, la densité d’énergie augmente, ce qui réduit la quantité de porosités induites par manque de fusion. Une diminution supplémentaire de V et h favorise une surfusion du matériau et génère des porosités induites par évaporation de la matière.

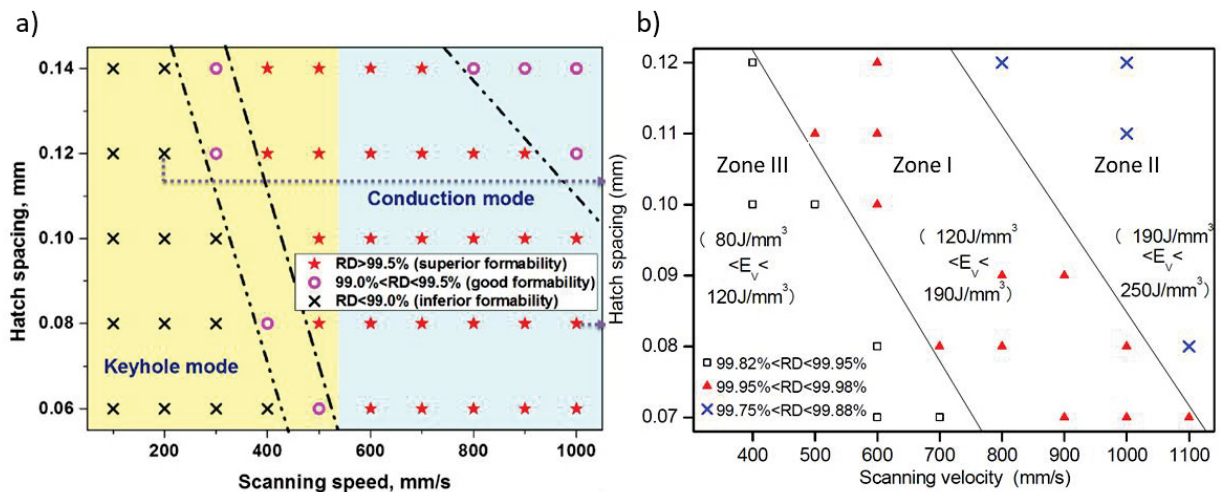


Figure 36 : Evolution de la densité des pièces d’alliage TA6V obtenues par SLM en fonction du couple de paramètres procédé (h , V). a) Mise en évidence des zones dont les modes de formation du bain de fusion sont de type conduction ou keyhole pour des valeurs de P de 200W et d’épaisseur de poudre de $20 \mu\text{m}$ [163]. Les auteurs associent directement la densité relative des pièces (RD, Relative Density) à leur formabilité (capacité d’une pièce à se déformer plastiquement avant rupture). b) Mise en évidence de trois zones correspondant à 3 gammes de densités d’énergie différentes en fonction de V et de h pour des valeurs de P de 194 W et d’épaisseur du lit de poudre de $20 \mu\text{m}$ [166]. Les trois zones notées I, II et III sur la figure (b) représentent respectivement, les zones dites de bonne fusion, les zones aux densités d’énergie importantes et celles aux densités d’énergie faibles.

3.3.3. Influence de l'épaisseur du lit de poudre

L'épaisseur du lit de poudre a une influence conséquente sur la densité des pièces élaborées pour la simple raison qu'une augmentation de l'épaisseur du lit de poudre nécessite de faire fondre une quantité plus importante de poudre [167]. Dans ce cas, les porosités induites par manque de fusion sont généralement favorisées. En effet, il y a des risques que la couche précédente soit moins affectée par le bain de fusion et que la couche nouvellement fusionnée, ait une moins bonne cohésion avec la couche précédente. La [Figure 37](#) illustre parfaitement l'effet de l'épaisseur du lit de poudre sur la formation des porosités pour $V = 2400 \text{ mm/s}$ et $P = 400 \text{ W}$.

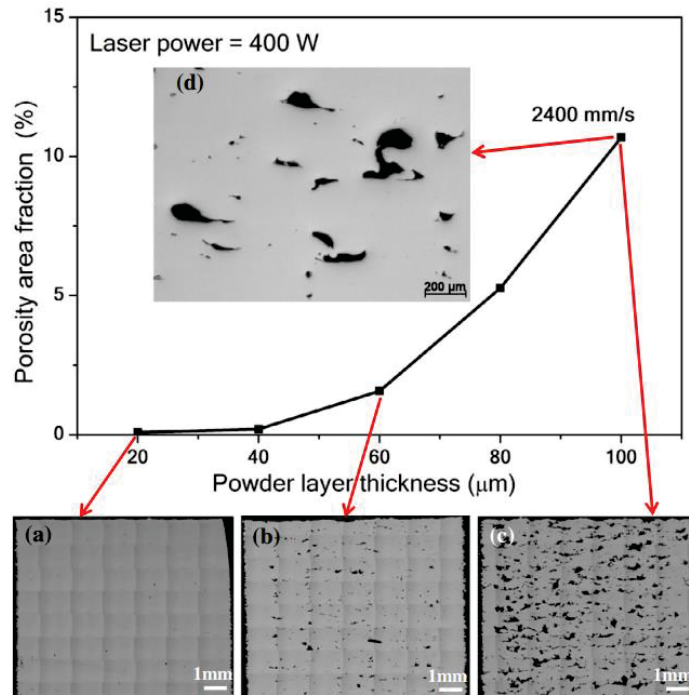


Figure 37 : Augmentation de la fraction surfacique de porosités avec l'épaisseur du lit de poudre e , pour des pièces d'alliage TA6V élaborées par SLM avec pour paramètres procédé : $P = 400$, $V = 2400 \text{ mm/s}$, $b = 75 \mu\text{m}$, $e = 20 \mu\text{m}$ à $100 \mu\text{m}$, $D = 150 \mu\text{m}$. Micrographies MEB montrant l'évolution de la porosité en fonction de l'épaisseur du lit de poudre (images (a) à (d)) [167].

Il apparaît clairement que la fraction de porosités est d'autant plus importante que l'épaisseur du lit de poudre est importante. Ces résultats ont été obtenus avec une vitesse de balayage V très importante, ce qui exacerbe l'effet de l'épaisseur du lit de poudre e . Pour une vitesse plus faible, on pourrait s'attendre à une meilleure pénétration du bain de fusion et donc, un effet amoindri de e sur la fraction de porosités.

3.3.4. Influence de la densité d'énergie

Comme discuté précédemment, la formation des porosités dépend de nombreux paramètres procédés interdépendants. Pour rationaliser les évolutions observées, de nombreuses études ont été consacrées à l'effet de la densité d'énergie volumique [6,89,166].

La [Figure 38](#) montre que la densité relative des pièces évolue de manière parabolique avec la densité volumique d'énergie [166]. Sur le graphe [Figure 38a](#), trois zones peuvent être définies en fonction de la densité d'énergie du laser : la zone I dite de bonne fusion où relativement peu de porosités sont présentes, la zone II à faible énergie et la zone III à forte énergie. Les zones II et III correspondent à des zones où les porosités ont été formées respectivement par manque de fusion et par surfusion.

Chapitre I

Pour une densité d'énergie allant de $60 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$ à $150 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$, la densité relative des pièces augmente jusqu'à atteindre un extremum de densité ($>99,95\%$), puis diminue.

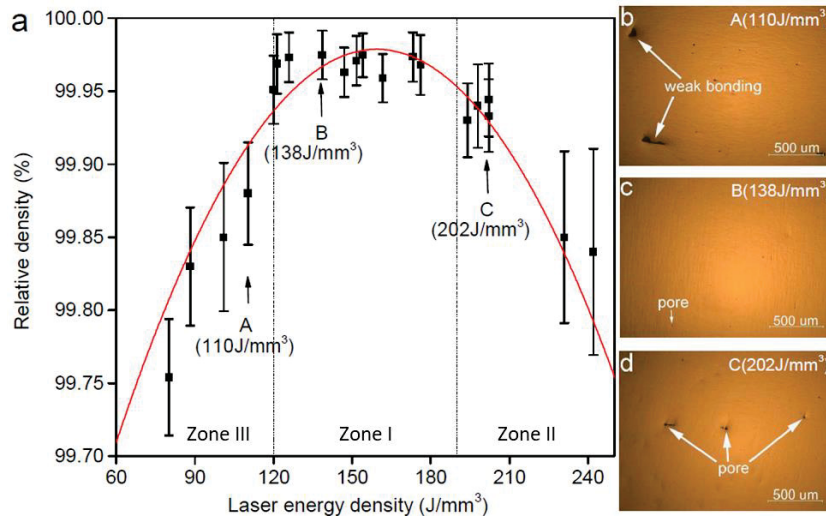


Figure 38 : a) Influence de la densité d'énergie volumique sur la densité relative des pièces d'alliage TA6V élaborées par SLM ($P = 194 \text{ W}$, $V = 400$ à 1100 mm/s , $h = 70$ à $120 \mu\text{m}$ et $e = 20 \mu\text{m}$) [166]. La densité relative des pièces évolue de manière parabolique avec la densité d'énergie volumique. Morphologie des porosités associées aux 3 zones définies : b) zone III (zone à faible énergie), c) zone I (zone de bonne fusion) et d) zone III (zone à forte énergie).

Cette tendance est également visible sur le graphe 3D de la Figure 39a où le troisième axe prend en compte la morphologie des pores étudiés par tomographie X synchrotron [89]. A forte densité d'énergie, la circularité des pores formés est proche de 1, ce qui signifie que les porosités sont plutôt sphériques (Figure 39b). Pour des densités d'énergie faibles, la circularité moyenne est décalée vers 0,6, ce qui est caractéristique de porosités plutôt allongées (Figure 39d). Le paramètre densité d'énergie volumique est toutefois à utiliser avec précaution. Selon les études, ce paramètre ne décrit par toujours une tendance très claire sur la formation de porosités [6].

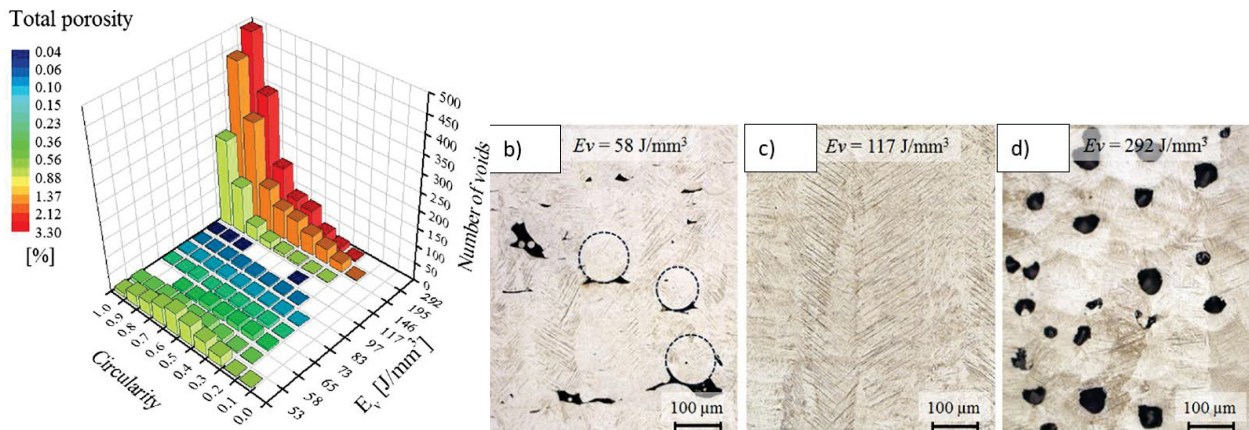


Figure 39 : a) Evolution du nombre de porosités en fonction de leur morphologie (estimée par microtomographie X synchrotron) et de la densité d'énergie utilisée, pour des pièces d'alliage TA6V élaborées par SLM ($P = 100$ à 200 W , $V = 200$ à 1100 mm/s , $h = 40$ à $180 \mu\text{m}$ et $e = 30 \mu\text{m}$, température du plateau de fabrication = 200°C) [89]. Micrographies optiques montrant les types de porosités obtenues b) en zone I (58 J/mm^3), c) en zone II (117 J/mm^3) et d) en zone III (292 J/mm^3).

4. Propriétés mécaniques

Les pièces d'alliage TA6V peuvent avoir des propriétés mécaniques très variables selon leur histoire thermomécanique, leur microstructure et les procédés d'élaboration utilisés. La Figure 40 compare les plages de limites d'élasticité d'un alliage TA6V en fonction du moyen d'élaboration utilisé, avec ou sans post-traitement. En fonction des conditions d'élaboration, il est possible de produire des pièces par le procédé SLM avec des limites d'élasticité supérieures (>1100 MPa) et/ou avec des allongements à la rupture équivalents, à ceux obtenus par des voies plus conventionnelles telles que le moulage, le forgeage et le laminage [168].

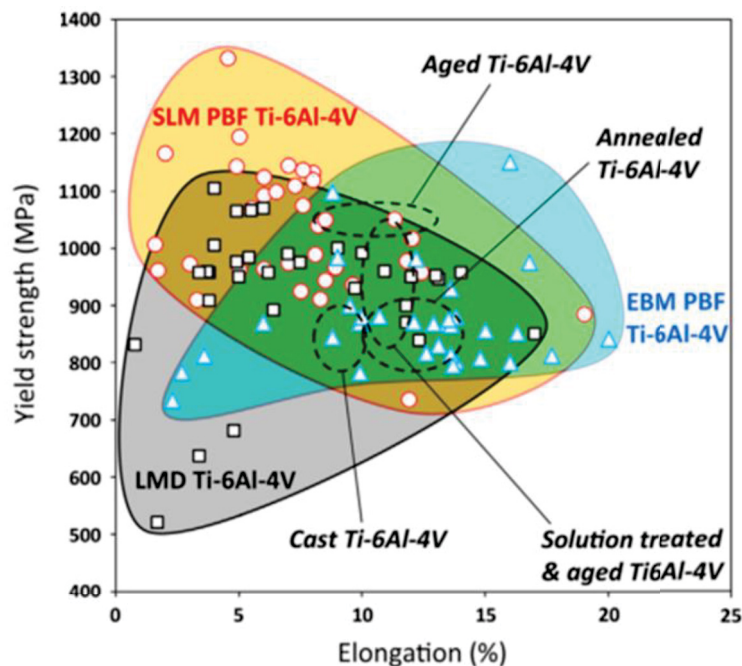


Figure 40 : Evolution de la limite d'élasticité d'une pièce d'alliage TA6V en fonction de l'allongement à la rupture et de son procédé d'élaboration [58,168]. PBF représente les procédés de fabrication additive par lits de poudre (Powder Bed Fusion), EBM est le procédé de fusion d'un lit de poudre par un faisceau d'électrons (Electron Beam Melting), LMD est un terme générique du procédé DED (Direct Energy Deposition) où la poudre est déposée et fondue en même temps par un laser.

Toutefois, bien que certains auteurs aient obtenu des allongements à la rupture exceptionnels tout en conservant des niveaux de résistance mécanique élevés [104,169], les pièces brutes de fabrication élaborées par SLM présentent le plus souvent des allongements inférieurs à 10% pouvant être rédhibitoires pour certaines applications dans le domaine aéronautique [58]. Ces niveaux d'allongements sont parmi les plus faibles obtenus en comparaison avec les autres procédés de FA et/ou plus conventionnels (Figure 41) [170]. L'origine d'un tel comportement, bien qu'encore non complètement élucidé, pourrait s'expliquer par la présence inhérente au procédé SLM d'une microstructure martensitique α' très résistante mais peu ductile, de contraintes résiduelles importantes et de défauts [128,171]. Pour pallier ces difficultés, des post-traitements sont généralement nécessaires afin de transformer la microstructure α' en une microstructure biphasée $\alpha + \beta$ présentant de meilleurs compromis entre résistance mécanique et allongement à la rupture [169]. Parmi ces post-traitements, deux sont majoritairement employés :

- ceux de relaxation qui ont pour but de réduire les contraintes internes des pièces, liées aux cycles de chauffage et de refroidissement rapides imposés par les passages du laser, et d'éviter d'éventuelles fissurations en sortie d'élaboration [172,173],

- ceux par compression isostatique à chaud ou HIP (Hot Isostatic Pressing) qui ont pour objectif de réduire la porosité [130,174]. Ces derniers sont coûteux et pas nécessairement efficaces [130,162].

Une meilleure compréhension de l'influence de l'état microstructural et des porosités sur les propriétés mécaniques est nécessaire pour mieux contrôler ces propriétés via le procédé SLM.

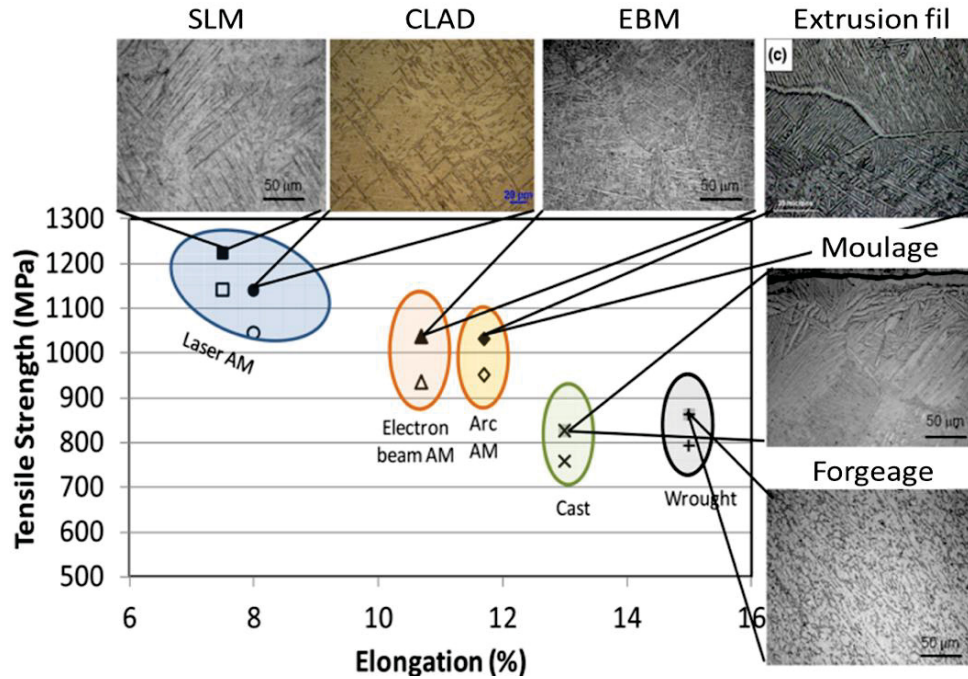


Figure 41 : Evolution de la résistance mécanique (marqueurs pleins) et de la limite d'élasticité (marqueurs vides) en fonction de l'allongement à la rupture et du type de procédé utilisé pour fabriquer les pièces d'alliage TA6V, sans post-traitement [170]. Les métallographies présentées permettent de visualiser les microstructures associées.

4.1. Influence de l'état microstructural sur les propriétés mécaniques

4.1.1. Propriétés en traction

Les propriétés mécaniques sont intimement liées à l'état microstructural (Figure 42) [125]. Les pièces d'alliage de titane TA6V élaborées par SLM présentent une microstructure généralement de type martensitique α' qui leur confèrent une résistance mécanique (R_m) élevée mais un allongement à la rupture (A%) relativement faible (courbe 2, Figure 42). La décomposition in-situ du matériau monophasé α' en un matériau biphasé $\alpha + \beta$ permet d'augmenter A% tout en maintenant des niveaux élevés de R_m (courbe 3, Figure 42).

Il est intéressant de remarquer que la morphologie des phases et la finesse de la microstructure biphasée $\alpha + \beta$ affecte de manière importante les propriétés en traction. Une structure lamellaire et fine (courbe 3, Figure 42) permet d'obtenir un meilleur compromis entre les valeurs de R_m et de A% qu'une microstructure lamellaire plus grossière (courbe 4, Figure 42).

Ceci est également mis en exergue sur la Figure 43 qui montre que les microstructures ultrafines biphasées $\alpha + \beta$ conduisent à des compromis entre la limite d'élasticité (R_e) et l'allongement à la rupture plus intéressants [104].

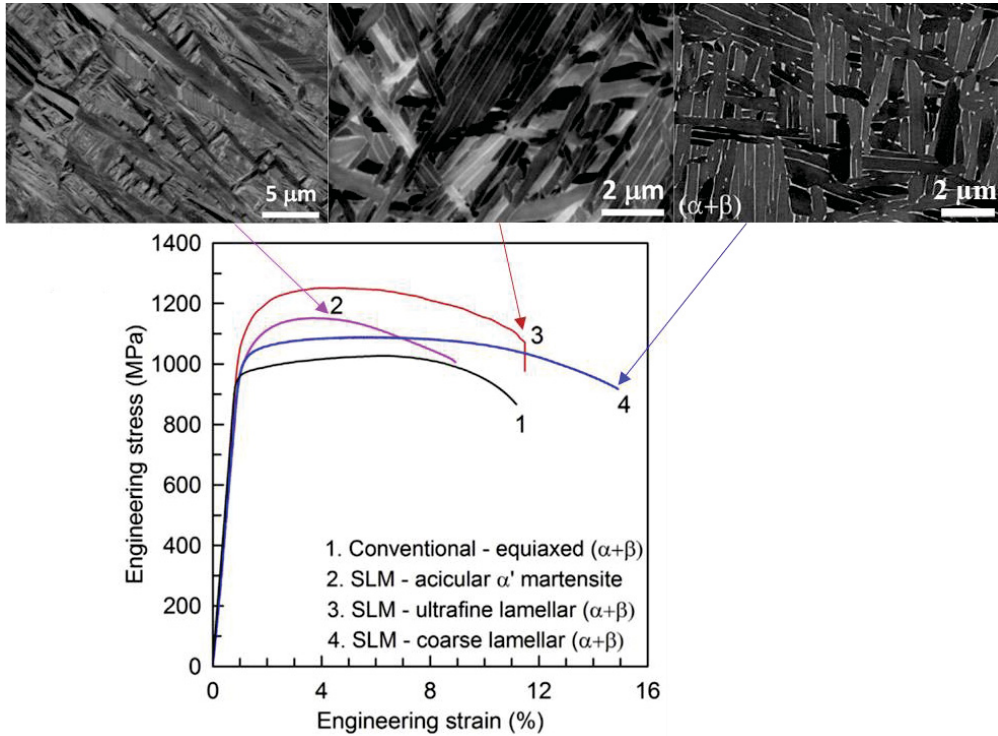


Figure 42 : Courbes contrainte - déformation en fonction de la microstructure brute d'élaboration de pièces d'alliage TA6V, élaborées de manière conventionnelle ou par SLM, conduisant à la formation de microstructures martensitiques α' ou biphasés $\alpha + \beta$ de morphologie lamellaire ou équiaxe (adaptée de [125]).

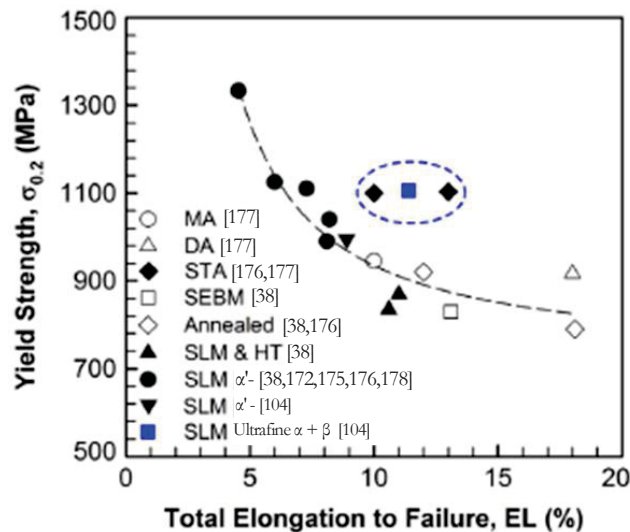


Figure 43 : Evolution de la limite d'élasticité en fonction de l'allongement à la rupture et du procédé d'élaboration et/ou des traitements thermiques appliqués. Ce graphe compare les valeurs de $\sigma_{0.2}$ et de $A\%$ classiquement obtenues dans la littérature (ligne discontinue), avec celles obtenues avec une microstructure ultrafine biphasée $\alpha + \beta$ (cercle en pointillés) [38,104,125,172,175–178].

La taille des lattes de phase α est un paramètre métallurgique qui contrôle la limite d'élasticité du matériau. La Figure 44 montre qu'elle est corrélée de manière analogue à la loi classique de Hall-Petch c'est-à-dire, à l'inverse de la racine carrée de la largeur des lattes [104].

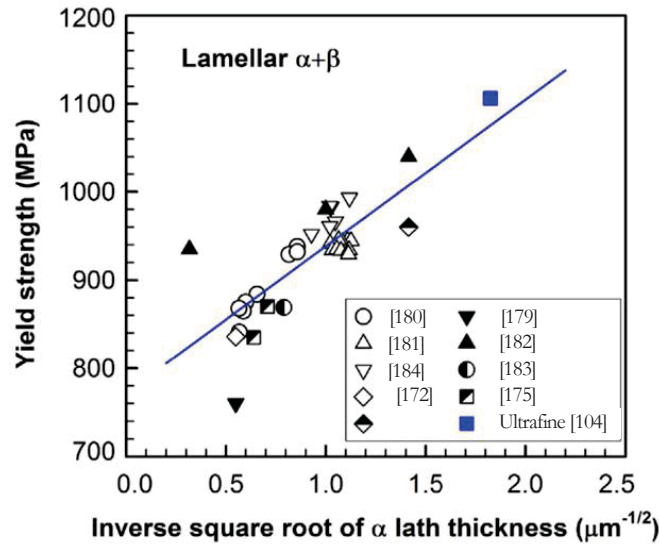


Figure 44 : Evolution linéaire de la limite d'élasticité en fonction de l'inverse de la racine carrée de la largeur des lattes α (pièces en alliage TA6V élaborées par SLM) mettant en évidence une corrélation avec la loi de Hall-Petch [104,172,175,179–184].

En ce qui concerne les structures α' , la largeur des aiguilles et l'espacement inter-aiguilles seraient les paramètres affectant la dureté et donc la valeur de R_e [185]. Une diminution de ces grandeurs conduit à une augmentation de la dureté résultante [166].

Le faciès de rupture d'une éprouvette d'alliage TA6V (monophasée α') élaborée par SLM (Figure 45a) présente un comportement mixte ductile-fragile, visible par la présence de marches d'escalier à moyen grossissement et de cupules à plus fort grossissement [104]. Comme les aiguilles α' ne forment pas de colonie de même orientation, la longueur effective de glissement est confinée à un grain unique ce qui est responsable du faible allongement à la rupture de ce type de microstructure [186].

Le faciès de rupture d'une éprouvette biphasée $\alpha + \beta$ ne présente quant à lui que des cupules typiques d'un comportement ductile (Figure 45b), pouvant être attribuées à la plasticité de la phase $\alpha + \beta$ [187]. La présence de la phase β contribuerait à augmenter la ductilité en augmentant la mobilité des dislocations grâce à un transfert de glissement se produisant à l'interface entre les phases α et β [186,188,189].

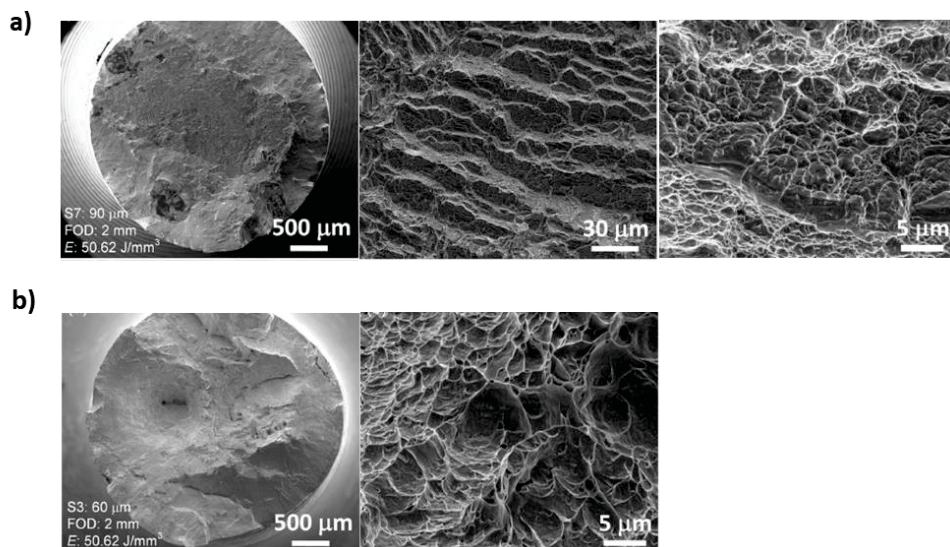


Figure 45 : Observation des faciès de rupture à différents grossissements, d'échantillons d'alliages TA6V élaborés par SLM et rompus par traction uniaxiale, présentant une microstructure a) monophasée martensitique α' et b) biphasée ultrafine $\alpha + \beta$ [104].

La morphologie colonnaire de la phase mère β semblerait avoir une influence sur l'anisotropie des propriétés mécaniques et notamment, sur l'anisotropie d'allongement à la rupture « t/l » (avec l'allongement à la rupture d'échantillons élaborés avec une orientation parallèle au plan de lasage (t) et élaborés avec une orientation parallèle à la direction d'empilement des couches (l), [Figure 46](#)). A partir des données de la littérature [46,111,190–194], Wilson-Heid [195] montre que ce ratio est quasi-isotrope jusqu'à un ratio "Hauteur/Largeur" (h/w) des colonnes de phase mère β inférieur à 6. Pour un ratio supérieur, il devient anisotrope. Ce comportement peut être approximé par une fonction exponentielle (courbe en pointillés) représentée sur la [Figure 46](#). Pour diminuer cette anisotropie, il faudrait donc privilégier une morphologie équiaxe de la phase mère β (Cf. chapitre § 2.2).

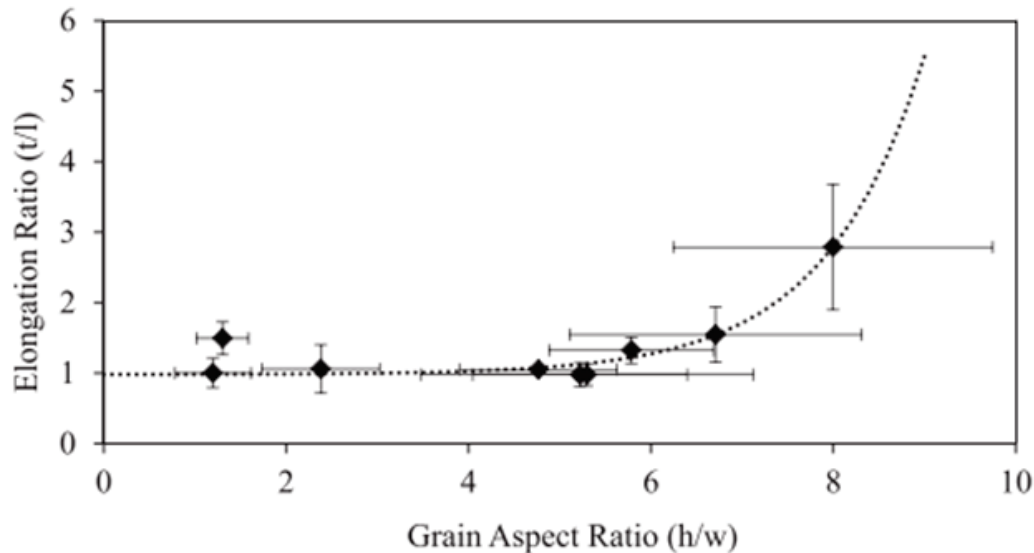


Figure 46 : Influence du ratio hauteur/largeur (h/w) des colonnes mères β sur l'anisotropie d'allongement à la rupture décrit par le ratio (t/l), pour des pièces d'alliage TA6V élaborées par SLM ou par Dépôt d'Énergie Dirigée (DED). t et l correspondent respectivement à l'allongement à la rupture d'échantillons élaborés avec une orientation parallèle au plan de lasage et d'échantillons élaborés avec une orientation parallèle à l'axe Z d'élaboration. La courbe de tendance exponentielle (en pointillés) est donnée par l'équation : $y = 0,00125 \cdot e^{0,91x} + 0,98$ [195].

4.1.2. Vitesse de propagation des fissures de fatigue

La fatigue correspond au comportement mécanique d'un matériau sous l'effet d'efforts répétés (contrainte ou déformation). Alors que les pièces sont conçues pour résister à des efforts donnés, l'application d'efforts plus faibles récurrents peut provoquer leur rupture.

Les paramètres microstructuraux, comme la taille des grains et leur morphologie, influencent la propagation des fissures ([Figure 47](#)) [196]. En l'absence de porosité, les bandes de glissement régissent l'amorçage des fissures dans les pièces métalliques [197]. En général, une microstructure plus fine apporte une meilleure résistance à la fissuration car la densité des bandes de glissement est plus importante.

Dans le procédé SLM, il est montré que la vitesse de propagation des fissures dans les structures α' présente un caractère anisotrope. Elle est plus faible dans le plan d'empilement des couches que dans la direction perpendiculaire [198]. Les relations cristallographiques d'orientations entre des grains adjacents ont un effet sur leur propagation [199]. Une fissure peut être stoppée ou retardée à l'approche d'un nouveau grain mère β , lorsqu'aucun des systèmes de glissement de ce dernier n'est disponible avec un angle proche de celui activé par le grain précédent [190,198,200]. Lorsque l'alliage TA6V présente une microstructure fine α' et peu de colonies au sein d'un même grain mère β , le mode de rupture préférentiel est intergranulaire β à cause des angles de désorientation généralement importants entre les aiguilles filles α' issues de deux anciens grains β adjacents. Autrement dit, les fissures ont dans ce cas, tendance à suivre les anciens joints de grains β [186,201,202]. Au contraire, la

présence de colonies permet aux fissures de pénétrer plus facilement les anciens grains β , par contournement des joints des nouveaux paquets d'aiguilles α' . Dans le procédé SLM, une croissance colonnaire des grains de phase mère β est généralement observée et peu de colonies sont présentes. Par conséquent, le mode de propagation retrouvé est le plus souvent intergranulaire β [186]. Lorsque la sollicitation est effectuée dans le sens perpendiculaire au sens d'élaboration des pièces, la fissure suit un chemin parallèle à leur direction Z d'élaboration, elle-même très proche de la direction de croissance des colonnes β . La fissure suit alors un chemin presque linéaire, avec un nombre limité de déflexions (Figure 47a), ce qui facilite sa propagation [196]. Lorsque la sollicitation s'effectue dans une direction parallèle à la direction d'élaboration des pièces, une déflexion plus importante du chemin de fissuration est produite (Figure 47b). Une quantité d'énergie plus importante est alors nécessaire pour que la fissure se propage ce qui a pour effet, de ralentir sa propagation [196]. Pour des raisons similaires, la taille des anciens grains β peut jouer un rôle dans la propagation des fissures. Plus la taille des grains mères β est importante, plus la longueur de leur joint de grain l'est également. Les fissures sont alors déviées sur des distances plus grandes, ce qui entrave et ralentit leur propagation [196].

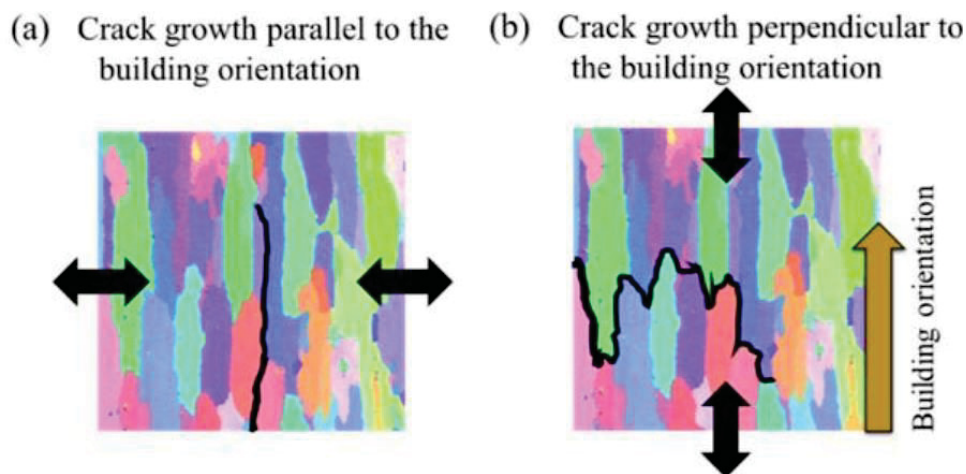


Figure 47 : Schéma montrant l'influence de la direction de sollicitation (doubles flèches noires) par rapport à la direction de croissance des grains de la phase mère β sur la propagation d'une fissure (lignes noires) dans une pièce d'alliage TA6V élaborée par SLM [196] : a) direction de propagation parallèle et b) direction de propagation perpendiculaire.

Pour aller plus loin, la Figure 48 donne des exemples de courbes de propagation des fissures de fatigue d'éprouvettes d'alliages TA6V de structure martensitique, élaborées par SLM selon différentes directions [187]. Ces données issues de plusieurs études [112,128,200,203], représentent la vitesse de propagation d'une fissure dans la région de Paris da/dN (où a est la longueur de la fissure et N le nombre de cycles de chargement) en fonction du facteur d'intensité de contrainte pour un cycle dK . Les éprouvettes élaborées avec l'orientation XZ ont une propagation des fissures qui se fait dans un plan perpendiculaire au plan de lasage mais avec une direction parallèle aux anciennes colonnes mères β . La propagation dans les éprouvettes ZX se fait dans un plan parallèle au plan de lasage et dans une direction perpendiculaire aux anciennes colonnes mères β . La propagation des fissures dans les éprouvettes élaborées avec l'orientation XY se fait dans un plan et dans une direction perpendiculaire aux colonnes β et au plan de lasage. L'analyse des résultats conduit à des conclusions contradictoires. En effet, Cain [203] obtient des courbes de propagation similaires pour les orientations XZ et ZX alors que Leuders [128] observe une résistance de propagation plus importante pour l'orientation XZ comparativement à l'orientation ZX. La résistance de propagation la plus élevée est observée pour l'orientation XY par Cain et al. [203] et Van Hooreweder et al. [112]. La différence de comportement qu'observent Leuders et al.[128] et Cain et al.[203], pourrait être attribuée potentiellement à une répartition anisotrope des contraintes résiduelles. Sans prendre en compte les contraintes résiduelles, l'orientation ZX devrait avoir une meilleure tenue à la fatigue car la fissure se propage

perpendiculairement aux anciennes colonnes de phase mère β . Or, les contraintes résiduelles sont réparties de manière presque uniaxiale, avec des contraintes supérieures dans la direction Z d'empilement des couches [204]. A cela s'ajoute une répartition hétérogène des contraintes agissant selon la direction Z en fonction de la distance aux surfaces libres de l'échantillon : les contraintes sont maximales et compressives en zone centrale, mais en tension lorsqu'elles sont proches des surfaces libres, donc proches de la surface de rupture. Ces contraintes en tension s'ajoutent aux contraintes de traction appliquées pour l'orientation ZX et diminuent donc la résistance à la fatigue de ces échantillons. Les résultats de Edwards et al. ne montrent que peu d'influence de l'orientation d'élaboration sur les propriétés en fatigue [200]. Ils suspectent également que les contraintes résiduelles sont la cause de ces résultats.

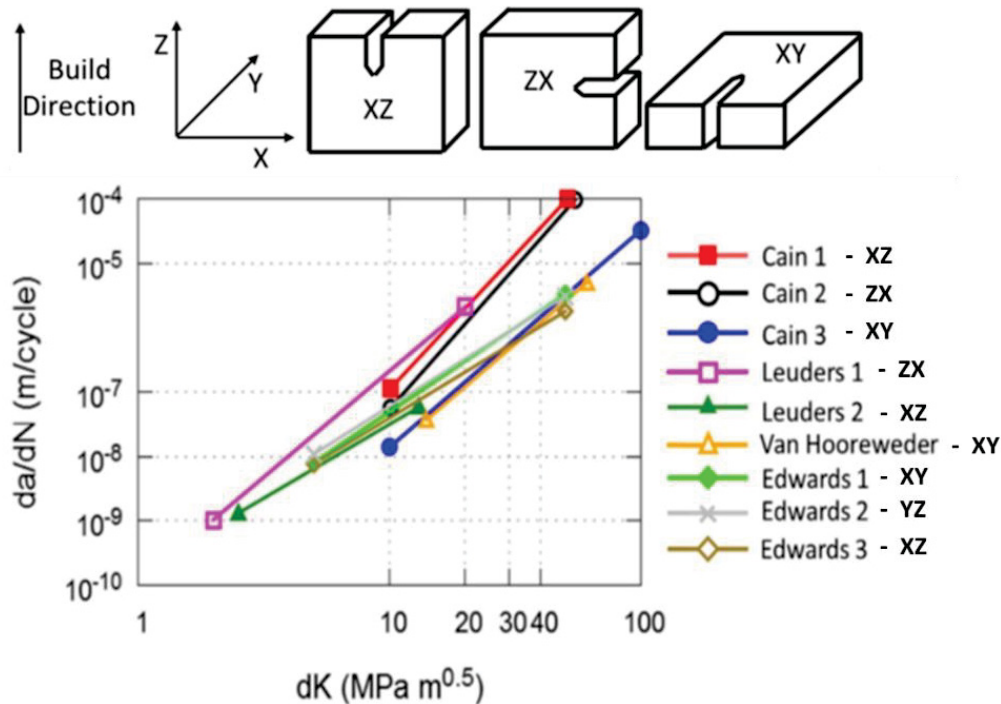


Figure 48 : Exemples de courbes montrant l'évolution de la vitesse propagation des fissures de fatigue da/dN (avec a la longueur de la fissure et N le nombre de cycles effectués) dans la région de Paris en fonction de la variation du facteur d'intensité de contrainte sur un cycle dK , pour des éprouvettes d'alliage TA6V élaborées par SLM selon les directions XZ, ZX ou XY définies au-dessus du graphique. La microstructure de tous les échantillons est complètement martensitique α' [112,128,200,203]. Graphe adapté de [187]. Pour une valeur de dK fixée, on peut voir que plus la vitesse de propagation de la fissure est faible, plus la ténacité est importante.

Enfin, on peut s'attendre à ce que la vitesse de fissuration soit plus rapide pour une microstructure martensitique α' que pour une microstructure biphasée $\alpha + \beta$, bimodale ou lamellaire puisque sa ductilité est plus importante [205]. Ceci est cohérent avec les résultats Xu et al. [126] qui montrent que les microstructures ultrafines biphasées $\alpha + \beta$, ont une meilleure tenue à la fatigue que les microstructures martensitiques α' .

4.2. Influence de la porosité sur les propriétés en traction

De manière générale, la porosité a un impact moins significatif sur la contrainte maximale (R_m) que sur l'allongement à la rupture ($A\%$). Les porosités formées dans un régime de surfusion ont un impact relativement faible sur R_m et $A\%$ lorsqu'elles ne représentent pas plus de 1% du volume de la pièce [131]. Lorsque les défauts sont la conséquence d'un manque de fusion, ils ont un impact plus significatif sur les propriétés de traction, même pour des teneurs en porosités aussi faibles que 1% [131]. Voisin et al. quant à eux, suspectent une influence de la porosité en deçà de ce seuil [129]. La

limite à partir de laquelle ce type de porosité a une influence sur les propriétés mécaniques n'est pas clairement définie dans la littérature.

L'analyse des faciès de rupture (Figure 49) montre que la fissuration peut s'initier à partir d'une porosité proche de la surface de l'éprouvette, peu importe qu'elle provienne d'un régime de surfusion ou d'un manque de fusion [131].

Les propriétés en traction présentent un caractère anisotrope en présence de porosités issues d'un manque de fusion. En effet, les pièces élaborées dans la direction longitudinale (LD) c'est-à-dire avec leur plus grande dimension parallèle au plan de lasage (XY), ont un R_m et un $A\%$ plus importants que celles élaborées dans la direction transversale (TD) [172]. Ce phénomène peut être expliqué par l'orientation des porosités par rapport au chargement. Les pièces longitudinales ont des porosités avec une orientation parallèle à la direction du chargement Z (Figure 50b), alors que les pièces transversales ont des porosités avec une orientation perpendiculaire à Z (Figure 50c). Ces porosités ont un faible rayon de courbure au niveau de leurs pointes et se comportent comme des amorces de fissure lorsqu'une sollicitation suivant Z est appliquée [206].

Il est par ailleurs important de noter que la rupture s'effectue par un processus de croissance et de coalescence de porosités préexistantes. Ce phénomène serait facilité par un nombre et une taille importante des porosités [207]. En effet, dans le procédé SLM, plus le nombre et la taille des porosités sont importants, plus la distance inter-porosités est réduite. Les fissures se forment alors plus rapidement et la rupture se produit pour des niveaux de déformation plus faibles.

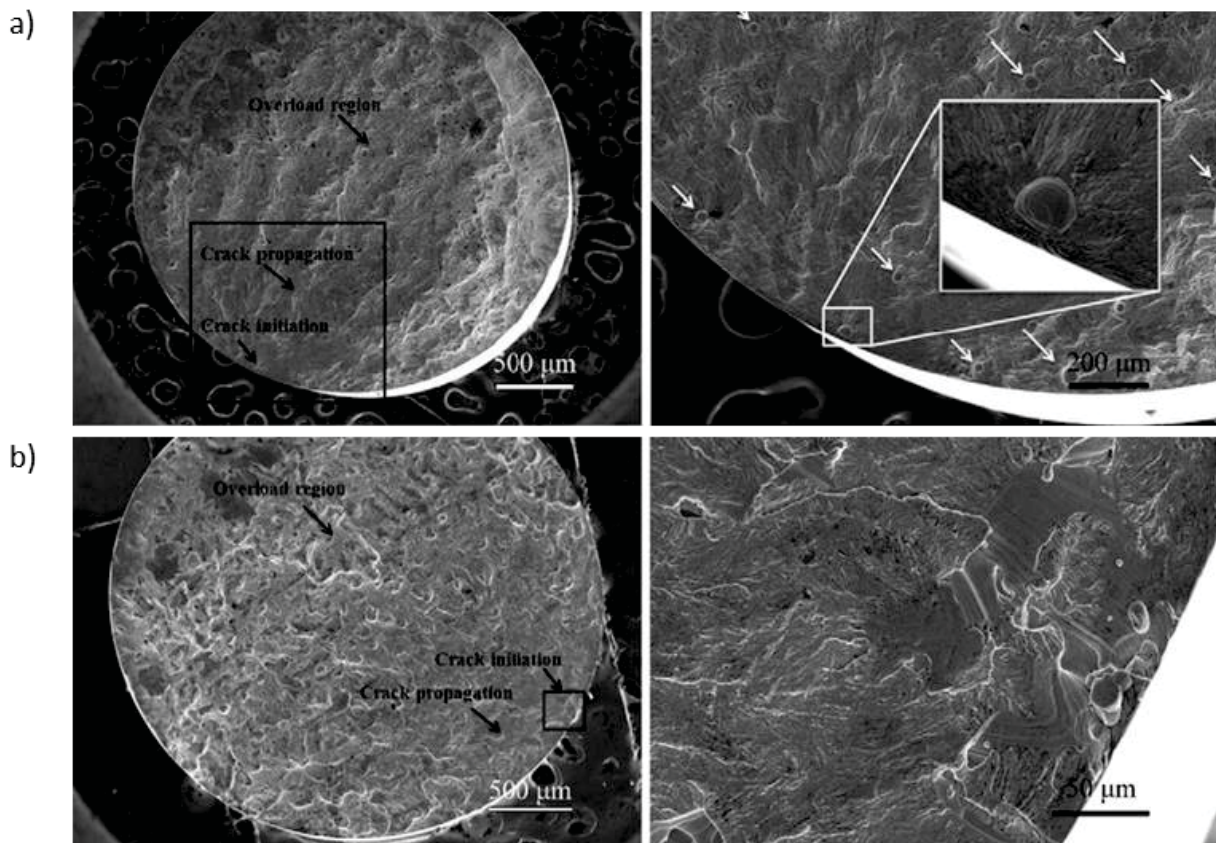


Figure 49 : Micrographie MEB des faciès de rupture d'échantillons d'alliage TA6V élaborés par SLM et pour lesquels les porosités proviennent a) d'un régime de surfusion ou b) d'un manque de fusion [131].

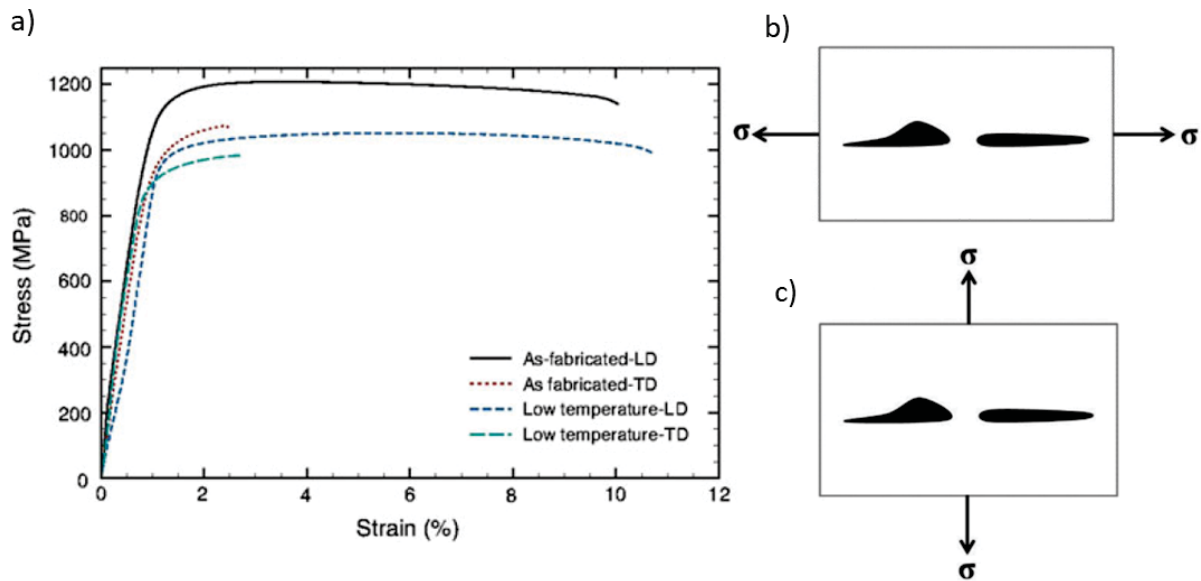


Figure 50 : a) Courbes de traction d'éprouvettes d'alliage TA6V élaborées par SLM ($P = 160 \text{ W}$, $V = 600 \text{ mm/s}$, $h = 200 \mu\text{m}$, $e = 40 \mu\text{m}$, $D = 220 \mu\text{m}$, préchauffé du plateau à 500°C) en fonction de leur direction de sollicitation (LD ou TD) par rapport à leur sens d'élaboration Z, avant (as fabricated) et après traitement thermique de relaxation à 730°C pendant 2h (Low temperature). Visualisation de l'orientation des porosités par rapport à la direction du chargement pour des éprouvettes élaborées avec b) une orientation longitudinale (LD) ou c) une orientation transversale (TD) [172,206].

5. Faits marquants

→ Le principe d'élaboration de pièces par le procédé SLM et ses principaux paramètres ont été définis. Une interaction complexe existe entre les composantes d'un quadriptyque que sont les paramètres métallurgiques de la poudre entrante, les paramètres du procédé SLM, la microstructure et les propriétés structurales des pièces. Celle-ci rend difficile le contrôle des propriétés mécaniques et d'endommagement des produits élaborés.

→ Les microstructures de l'alliage TA6V rencontrées dans le procédé SLM ont été exposées. Des structures de solidification colonnaires de la phase mère β sont typiquement retrouvées. La largeur à mi-hauteur des colonnes β est équivalente à l'espacement de lasage h . Des paramètres de procédé spécifiques conduisant à une énergie faible transférée au matériau peuvent conduire à la formation d'une structure de solidification équiaxe de la phase mère β , par germination hétérogène à partir des particules de poudre ayant une fusion incomplète.

→ La microstructure finale des pièces est majoritairement composée de la phase fille martensitique α' , résultant d'une transformation displacive de la phase mère β sous l'effet des vitesses de refroidissement élevées rencontrées dans ce procédé ($10^{5-6} \text{ }^\circ\text{C/s}$). La taille de ces dernières est influencée par la taille des grains de la phase mère β . Dans des conditions d'élaboration particulières, il est possible de décomposer la martensitique α' in-situ, en une microstructure biphasée $\alpha + \beta$.

→ Peu d'études ont été effectuées par microscopie en transmission. Une quantité importante de défauts cristallins (dislocations et macles) a toutefois été observée au niveau des aiguilles martensitiques α' . Les études de la littérature menées sur les macles sont incomplètes et ne permettent pas de définir avec précision le type de macle rencontré dans les pièces d'alliage TA6V élaborées par SLM.

→ Les principaux mécanismes contribuant à la formation de porosités ont été définis. Il s'agit du manque de fusion et de l'effet « balling » lorsque l'énergie transmise par le laser au matériau est insuffisante, de l'effet « keyhole » lorsqu'elle est trop importante et de la dénudation lorsque des puissances élevées du laser sont couplées à des vitesses de balayage faibles. Des porosités peuvent également être formées par transfert de gaz dans les pièces, présent initialement dans les poudres ou au niveau de leurs interstices lorsqu'elles sont déposées sous forme de lits.

→ A cause du nombre important de paramètres dans le procédé SLM, de leur interdépendance, et du fait que les propriétés des poudres entrantes ne sont pas systématiquement caractérisées, les paramètres conduisant à la formation des porosités sont complexes à transposer d'une étude à l'autre. Pour rationaliser les résultats, le paramètre densité d'énergie est fréquemment utilisé dans la littérature, cependant, il ne décrit pas toujours une tendance très claire sur la formation de porosités.

→ Les propriétés des pièces élaborées par SLM souffrent d'un manque de répétabilité et sont encore mal maîtrisées. Pour pallier ces problèmes, des traitements thermiques ou thermomécaniques coûteux sont effectués afin d'augmenter les propriétés mécaniques et notamment la ductilité des pièces élaborées. Toutefois, leur efficacité est parfois remise en cause.

→ Les propriétés mécaniques dépendent de la microstructure des pièces à l'échelle des phases. La martensite α' est une phase fragile, ce qui explique en partie la faible ductilité retrouvée des pièces brutes de fabrication élaborées par SLM. Leur rupture se fait généralement par contournement des anciens grains de la phase mère β .

→ La présence de porosités a également un impact majeur sur les propriétés mécaniques des pièces élaborées par SLM, mais leur rôle, notamment sur la ductilité des pièces est un sujet controversé dans la littérature. Certains auteurs estiment que l'influence de la porosité est négligeable lorsqu'elle ne représente pas plus de 1% du volume total de la pièce, alors que d'autres études suspectent que sa contribution est significative en deçà de ce seuil. Les moyens d'analyse utilisés dans la littérature sont généralement trop imprécis pour permettre d'estimer avec précision l'influence des porosités sur les propriétés mécaniques des pièces élaborées par SLM.

Chapitre II : MATERIAU, METHODES ET DEMARCHE DE RECHERCHE.

Sommaire

1. Poudre entrante	49
1.1. Composition chimique	49
1.2. Morphologie des poudres	49
2. Elaboration des échantillons par le procédé SLM.	50
2.1. Caractéristiques des machines SLM ProX100 et ProX300	50
2.2. Paramètres du procédé et stratégie de lasage utilisés	51
3. Essais mécaniques et techniques de caractérisation	52
3.1. Essais de traction	52
3.2. Détermination du tenseur d'élasticité : méthode des ultrasons	53
3.3. Caractérisations microstructurales	57
3.4. Caractérisation 3D des porosités par tomographie X	58
4. Matériau de référence	60
4.1. Microstructure initiale	60
4.2. Traitements thermiques	60
4.3. Microstructure après traitement thermique	61
5. Faits marquants	63

1. Poudre entrante

Les caractéristiques de la poudre utilisée par le procédé SLM sont des paramètres importants qui doivent être pris en compte dans la définition des paramètres d'élaboration des pièces. Une modification des paramètres métallurgiques des poudres entrantes a une influence sur la microstructure des pièces élaborées et donc, sur leurs propriétés finales [72,74,143,208]. Pour pouvoir comparer les résultats entre les différentes études, il est donc pertinent de caractériser en premier lieu les caractéristiques des poudres entrantes.

1.1. Composition chimique

La poudre utilisée a été fournie par la société Tekna. C'est une poudre d'alliage TA6V grade 5, dont la composition doit être comprise dans les tolérances définies par la norme ASTM B348 (Tableau 2).

La teneur des principaux éléments lourds (Ti, Al, V, Fe) a été caractérisée par spectrométrie d'émission optique à plasma à couplage inductif sur l'équipement Varian - ICP-OES 720ES. La masse de poudre à analyser a été choisie en fonction de la teneur estimée des éléments : 10 mg pour Al et V, et 100 mg pour Fe. Après dissolution dans une solution aqueuse acide constituée de 13 mL d'acide fluorhydrique et de 7 mL d'acide nitrique, le mélange est vaporisé dans le cœur d'un plasma d'argon induit par une décharge haute fréquence dont la température peut atteindre de 6000 à 10 000 °C. Les différentes espèces chimiques présentes sont alors ionisées et émettent des photons dont l'énergie est caractéristique du retour des électrons à l'état fondamental propre à chaque élément. Le rayonnement émis est analysé par un spectromètre et comparé à un rayonnement de référence obtenu à partir d'une solution étalon. La teneur en éléments légers (O et H) est également un point crucial car elle a une influence significative, même en petites proportions, sur les températures de transformation de phases (transus β) et sur la formation de phases fragiles (hydrures et oxydes) [209,210]. La composition chimique en éléments légers a été caractérisée par analyse instrumentale des gaz (IGA) par le laboratoire d'analyse EAGLabs. Une combustion flash des échantillons sous gaz inerte est réalisée à une température de 2500°C, permettant de rendre certains éléments volatiles pour les séparer et les mesurer. Les gaz obtenus (CO, CO₂ et H₂) sont analysés à l'aide d'un détecteur infrarouge pour mesurer l'oxygène, ou d'un catharomètre pour mesurer l'hydrogène par conductivité thermique.

Les résultats de ces analyses (Tableau 2) montrent que la composition chimique de la poudre entrante est conforme aux tolérances imposées par la norme ASTM B348.

Tableau 2 : Composition chimique en pourcentage massique de la poudre d'alliage TA6V grade 5 entrante.

	Composition massique [%]					
	Ti	Al	V	Fe	O	H
Poudre de TA6V	bal.	5,77 ± 0,09	3,91 ± 0,38	0,22 ± 0,07	0,116 ± 0,006	0,006 ± 0,0002
ASTM B348 [211]	bal.	5,5 - 6,75	3,5 - 4,5	< 0,4	< 0,2	< 0,0125

1.2. Morphologie des poudres

La morphologie des poudres (forme, distribution de tailles, taille moyenne...) a une influence sur leur coulabilité et donc sur leur capacité à être déposées sous forme de lits homogènes de poudres [212]. Il a été démontré que les caractéristiques morphologiques des poudres ont une influence sur la densité des pièces et sur leurs propriétés mécaniques [2]. La poudre utilisée dans cette étude a été élaborée par atomisation plasma inductive de fils d'alliage TA6V grade 5, puis tamisée entre 5 μ m et 25 μ m. Sa morphologie est sphérique comme en atteste l'image MEB (TESCAN VEGA 2) de la Figure 51a. La distribution de tailles des poudres a été caractérisée par granulométrie laser sur l'équipement Malvern instruments – MasterSizer 2000. Les diamètres de la poudre (Figure 51b) varient de 4 μ m à 40 μ m, pour une taille médiane (D_{50}) de 11 μ m. 10% des poudres ont une taille inférieure à 7 μ m (D_{10}) et 90% une taille inférieure à 18 μ m (D_{90}).

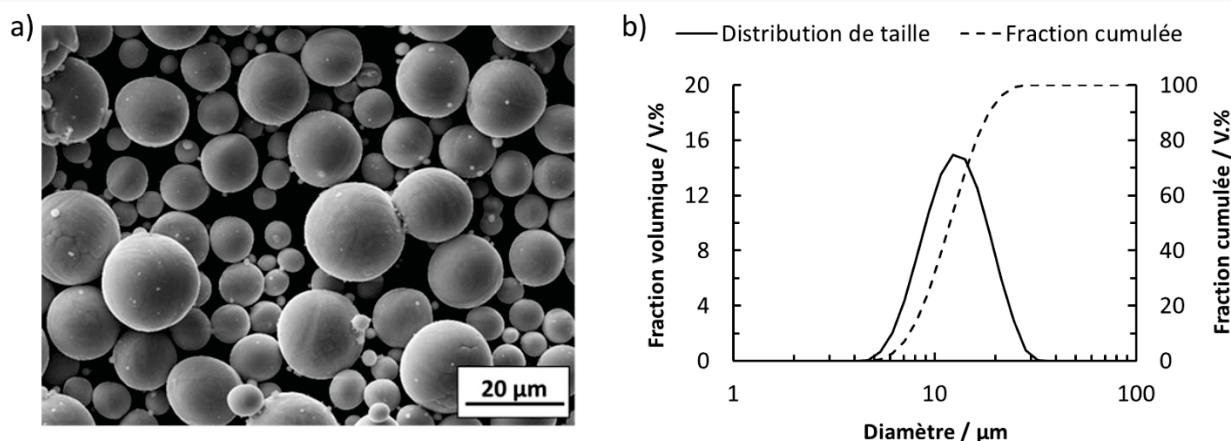


Figure 51 : Caractérisation morphologique et de distribution de tailles de la poudre entrante d'alliage TA6V grade 5 : a) image MEB en électrons secondaires mettant en évidence la sphéricité de la poudre entrante et b) distribution de tailles mesurée par granulométrie laser, permettant de visualiser un diamètre médian D_{50} de 11 µm.

2. Elaboration des échantillons par le procédé SLM

L'élaboration des pièces a été effectuée par la société Prismadd, filiale du groupe WeAre. Après élaboration, les pièces ont été numérotées puis retirées du plateau de fabrication par tronçonnage (tronçonneuse à ruban). Afin de mieux comprendre le lien existant entre les paramètres du procédé SLM et les paramètres métallurgiques des pièces, aucun post-traitement thermique n'a été effectué dans le cadre de ces travaux de thèse.

2.1. Caractéristiques des machines SLM ProX100 et ProX300

Les échantillons ont été élaborés sur les machines SLM 3Dsystems ProX100 et ProX300 (Figure 52). Leurs principales caractéristiques sont données dans le [Tableau 3](#).

Ces deux machines utilisent un laser Nd :YAG de longueur d'onde de 1070 nm. Lors du dépôt du lit de poudre, le rouleau de distribution applique une légère pression permettant d'accroître sa densité par tassage. L'élaboration est effectuée sous atmosphère protectrice d'argon, gaz inerte avec le titane contrairement au diazote [213]. Un analyseur d'oxygène permet de contrôler sa pression partielle afin de s'assurer que cette dernière ne dépasse pas 500 ppm au début de l'élaboration. Dans la pratique, le titane est un piège à oxygène lorsqu'il est chauffé [214]. Au bout de quelques couches de titane déposées puis fondues, la pression partielle en oxygène dans l'enceinte atteint une valeur qui tend vers 0 ppm.

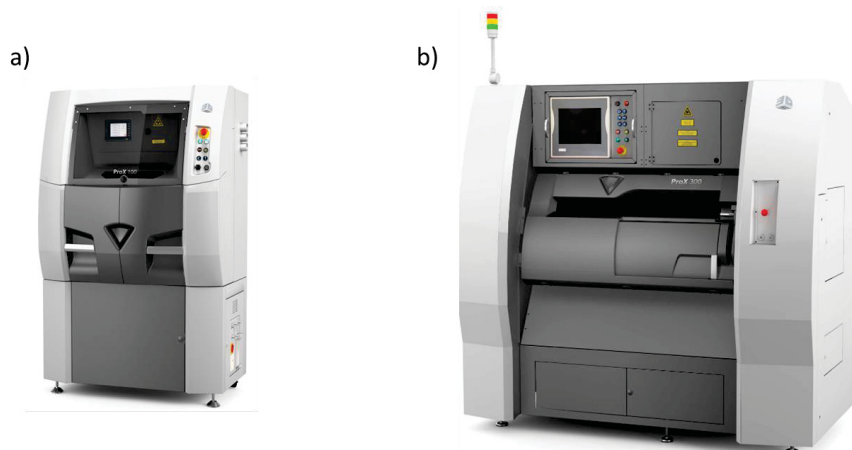


Figure 52 : Photographies des machines de fabrication additive SLM 3Dsystems utilisées pour élaborer les échantillons de cette étude : a) ProX100 et b) ProX300.

Chapitre II

Les principales différences entre les machines SLM ProX100 et ProX300 résident dans la puissance maximale que peut délivrer le laser (respectivement 50W et 500W) et la dimension maximale des pièces réalisables. La machine ProX300 a un plateau de fabrication avec une surface 6 fois plus importante que celui de la ProX100. Pour une configuration de pièces identiques, la quantité de poudre fondue est la même pour les deux machines. Cependant, la surface du plateau étant différente, la quantité de poudre devant alimenter la ProX300 est environ 6 fois supérieure à celle de la ProX100. La machine ProX100 est donc plus adaptée aux études nécessitant une petite quantité de poudre (<10 Kg). Cependant, la puissance moindre de son laser limite son utilisation pour l'élaboration de certains matériaux.

Tableau 3 : *Caractéristiques principales des machines de FA SLM 3Dsystems ProX100 et ProX300.*

ProX100	Description	ProX300
50	Puissance maximale du laser [W]	500
1070	Longueur d'onde du laser [nm]	1070
100 x 100 x 100	Volume maximal imprimable (x, y, z) [mm ³]	250 x 250 x 300
10	Épaisseur minimale de couche [µm]	10
Ar ou N ₂	Atmosphère protectrice	Ar ou N ₂
Rouleau	Type d'alimentation en poudre	Rouleau
20/20/20	Répétabilité (x/y/z) [µm]	20/20/20
100/100/20	Dimensions minimales d'un objet (x/y/z) [µm]	100/100/20
120 x 77 x 195	Dimensions de la machine (x, y, z) [cm ³]	240 x 220 x 240
1000	Masse à vide [Kg]	5000
Température ambiante	Température du plateau de fabrication	Température ambiante

2.2. Paramètres du procédé et stratégie de lasage utilisés

Les paramètres d'élaboration utilisés sont résumés dans le [Tableau 4](#). Une première série de 8 pièces a été élaborée sur la machine ProX100 avec une densité d'énergie de 50 J/mm³ (P = 42W, V = 400W, h = 70 µm, d = 85 µm et e = 30 µm). Sur la machine ProX300, une pièce nommée « ech.0_P300 » a été élaborée en considérant des paramètres de procédé très différents (P = 360W, V = 2118W, h = 65 µm, d = 70 µm et e = 60 µm) mais une densité d'énergie identique, aux erreurs d'expérience près (45 ± 5 J/mm³). Enfin, une dernière série de pièces a été élaborée sur la machine ProX300 en considérant des valeurs de puissance laser, de vitesse de balayage et d'espacement de lasage variables, valeurs respectivement comprises entre 150W et 320W, 385 mm/s et 2120 mm/s et, 30 µm et 65 µm. Les valeurs exactes utilisées pour P, V et h seront données ultérieurement dans la section « résultats ».

Tous les échantillons ont été élaborés avec une stratégie de lasage en lignes parallèles, avec une rotation de 90° des lignes entre chaque couche ([Figure 53](#)). L'axe Z de l'échantillon correspond à la direction d'élaboration des pièces. L'axe X des pièces fait un angle de 10° avec l'axe d'avance du rouleau d'alimentation (rotation autour de l'axe Z). De même, l'axe Y des pièces fait un angle de 10° avec l'axe y de référence de la machine. Dans la suite de l'étude, on se référera uniquement au référentiel lié à la pièce.

Tableau 4 : *Gamme de paramètres de fabrication utilisés dans ces travaux de thèse en fonction de la machine SLM 3Dsystems utilisée : ProX100 et ProX300. « ech.0 » correspond aux paramètres d'élaboration de la pièce nommée « ech.0_P300 ».*

Machine	Puissance laser [W]	Vitesse de balayage [mm/s]	Espacement de lasage [µm]	Taille de spot laser [µm]	Épaisseur de couche [µm]	Densité d'énergie [J/mm ³]	Atmosphère protectrice
ProX 100	42	400	70	85	30	50 ± 6	Ar
ProX 300 (ech.0)	360	2118	65	70	60	45 ± 5	Ar
ProX300	150-320	385 - 2120	30 -65	70	60	45 - 100 ± 5 à 11	Ar

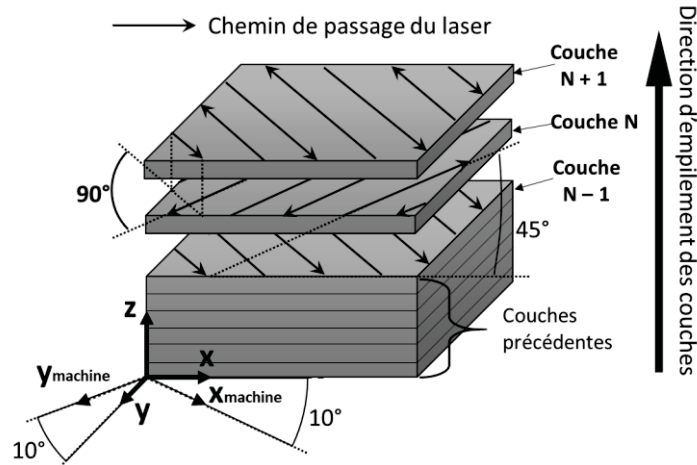


Figure 53 : Représentation schématique de la stratégie de lasage employée dans cette étude. L'axe Z de l'échantillon correspond à la direction d'empilement des couches de poudre, ou à la direction d'élaboration des pièces. L'axe X des pièces fait un angle de 10° avec l'axe d'avance du rouleau d'alimentation (rotation autour de Z), et l'axe Y des pièces fait un angle de 10° avec l'axe de référence $Y_{machine}$.

La position des pièces par rapport au plateau de fabrication et leurs dimensions sont montrées Figure 54. Il s'agit de plaques dont les dimensions sur X, Y et Z sont de $90 \times 6 \times 23 \text{ mm}^3$ pour les pièces élaborées sur la machine ProX100, de $90 \times 10 \times 90 \text{ mm}^3$ pour la pièce de référence nommée « ech.0_P300 » (élaborée sur un plateau de fabrication différent) et de $80 \times 12 \times 25 \text{ mm}^3$ pour les autres pièces élaborées sur machine ProX300.

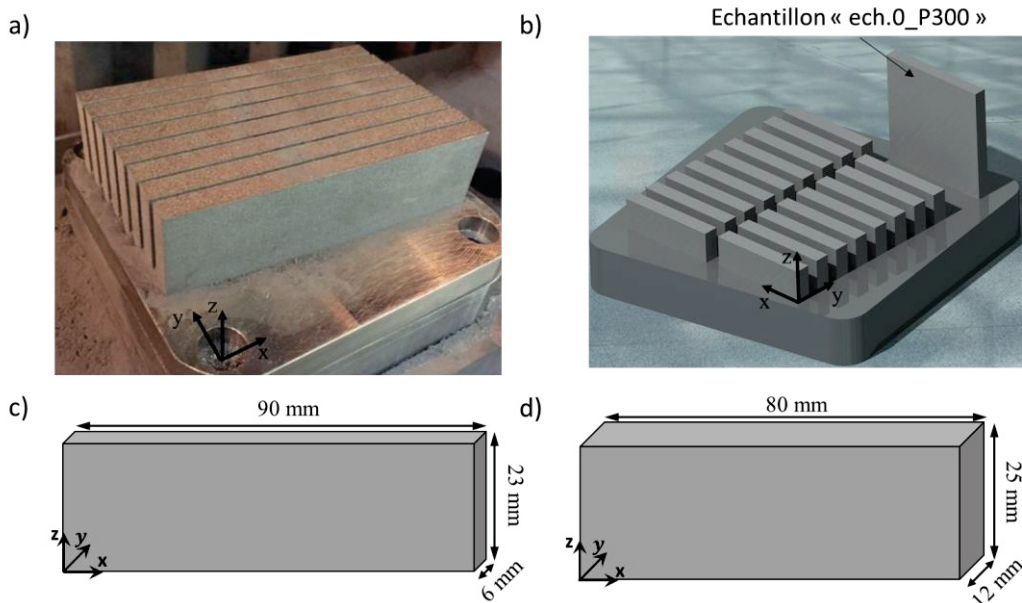


Figure 54 : a) Photographie du plateau de fabrication et des pièces élaborées sur la machine ProX100 avant qu'elles ne soient retirées du plateau ; b) Modélisation 3D du plateau de fabrication et des pièces élaborées sur la machine ProX300. Schéma 3D donnant les dimensions des pièces élaborées sur les machines c) ProX100 et d) ProX300. La pièce de référence nommée « ech.0_P300 » a été élaborée de façon isolée sur un plateau de fabrication différent de celui des autres pièces élaborées sur la machine ProX300

3. Essais mécaniques et techniques de caractérisation

3.1. Essais de traction

Les essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes plates normalisées de section $2 \times 5 \text{ mm}^2$ et une longueur de jauge de 20 mm. Leurs dimensions ainsi que la localisation des prélèvements effectués

Chapitre II

pour les différents types de conditions d'élaboration (ProX100, ProX300 et ech.0_P300) sont définies sur la [Figure 55](#). Ces essais ont été conduits sur une machine de traction Instron 3369 à double colonnes, équipée d'une cellule de chargement statique Instron 2530 Series de 50 kN. Les acquisitions ont été effectuées sur le logiciel BlueHill. Lors du chargement, une vitesse de 0,1 mm/s est appliquée jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Un extensomètre Instron « Static Strain Gauge Extensometer » avec une jauge de 25 mm de longueur est placé sur les éprouvettes afin de mesurer la déformation en temps réel.

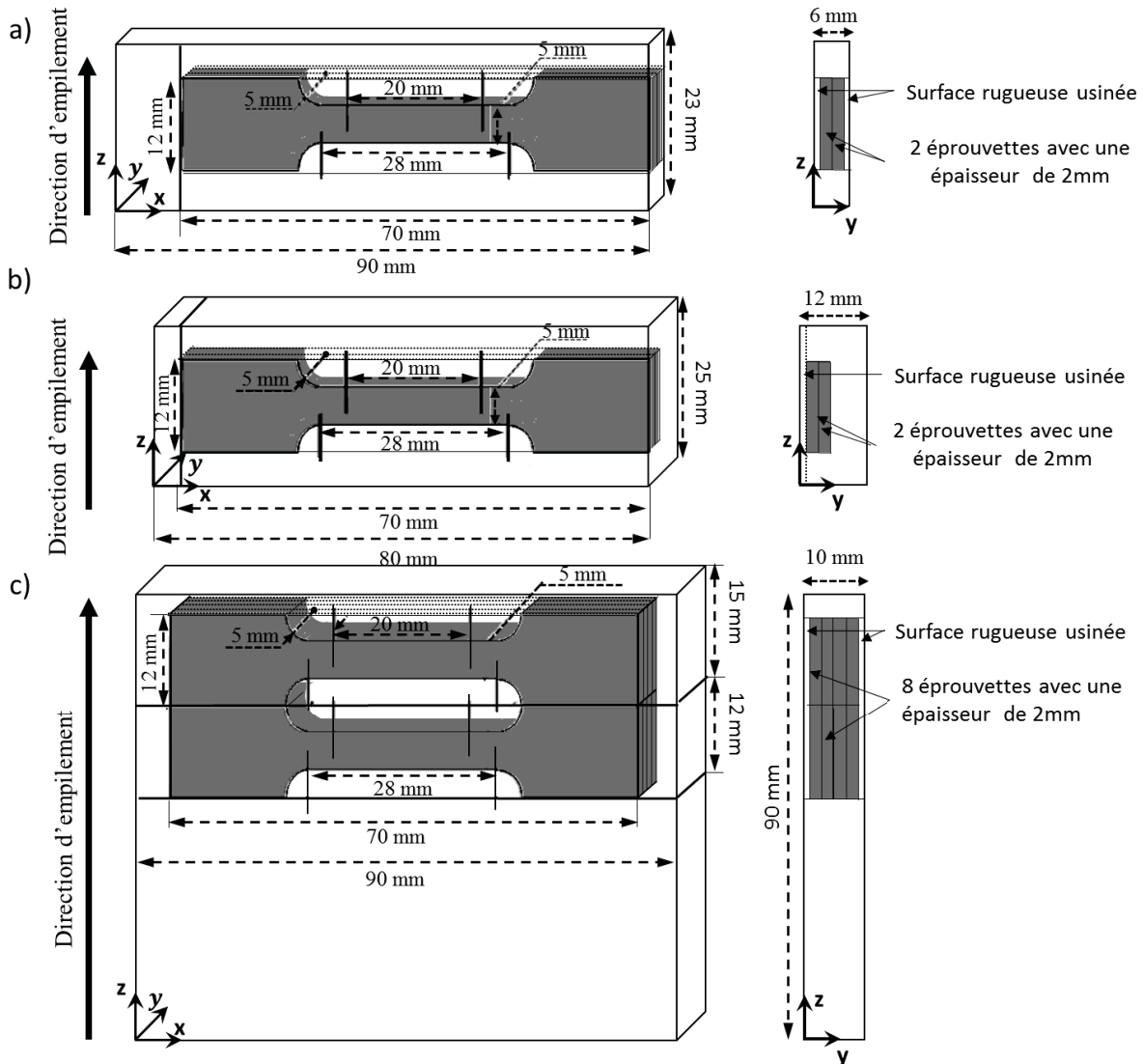


Figure 55 : Schéma 3D des éprouvettes de traction d'alliage TA6V grade 5, usinées par électroérosion après le retrait de la couche rugueuse à la surface des pièces. Leurs dimensions et leurs zones de prélèvement sur la pièce élaborée par SLM sont précisées en fonction de la machine utilisée : a) ProX 100, b) ProX300 et c) ProX300, « ech.0_P300 ».

Les propriétés telles que le module d'Young (E), la limite d'élasticité conventionnelle ($R_{p0,2}$), la résistance mécanique (R_m) et les allongements uniformes et à la rupture ($A\%$), ont systématiquement été mesurées à partir des courbes de traction.

3.2. Détermination du tenseur d'élasticité : méthode des ultrasons

En ce qui concerne les propriétés élastiques de l'alliage TA6V grade 5, nous nous sommes également intéressés à leur anisotropie. Pour ce faire, des mesures par la méthode des ultrasons [215] ont été effectuées sur des pièces brutes de fabrication.

3.2.1. Principes théoriques

La détermination des constantes d'élasticité d'un matériau consiste à calculer les coefficients de l'équation de propagation d'une onde plane élastique à partir d'un ensemble convenablement choisi de mesures de vitesses dans des directions connues.

3.2.1.1. Propagation des ondes ultrasonores

La caractérisation des matériaux anisotropes par une méthode ultrasonore donne accès à la partie purement élastique de leur comportement [216]. Les faibles déplacements mis en jeu par la propagation d'une onde ultrasonore, ne modifient pas de manière irréversible la structure interne des matériaux.

$$\rho U_{i,j,t} = f_i + \sigma_{i,j} \quad (8)$$

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2}(U_{i,j} + U_{j,i}) \quad (9)$$

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}\varepsilon_{kl} \quad (10)$$

$$\rho U_{i,j,t} = C_{ijkl}U_{l,k} \quad (11)$$

où ρ représente la masse volumique, U le déplacement, t le temps, f les forces extérieures, σ la contrainte, ε la déformation et C le tenseur d'élasticité d'ordre 4.

Le tenseur d'élasticité a un nombre de constantes indépendantes qui varie de 2 à 21 suivant le degré d'anisotropie [217]. Le cas de la symétrie orthotrope est suffisamment général pour décrire le comportement de la plupart des matériaux, naturels ou non. Le tenseur des rigidités comporte alors dans ce cas, 9 constantes indépendantes et se présente en notation contractée sur deux indices, sous la forme :

$$[C] = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{bmatrix} \quad (12)$$

Une solution à l'équation (11) est recherchée sous la forme d'une onde plane progressive monochromatique non amortie \vec{U} d'expression vectorielle :

$$\vec{U} = a\vec{P}e^{i\omega t - \vec{K}\cdot\vec{M}} \quad (13)$$

où a représente l'amplitude de l'onde, \vec{P} le vecteur polarisation, ω la pulsation, t le temps, \vec{K} le vecteur d'onde et \vec{M} le vecteur position.

Les équations de propagation de la perturbation acoustique prennent alors la forme [217]:

$$\Gamma_{il}P_l - \rho C^2 P_i = 0 \quad (14)$$

Chapitre II

Γ_{il} est appelé tenseur de propagation de Christoffel. Il a pour expression : $C_{ijkl}n_jn_k$ où n_i représente le cosinus directeur de la normale à la direction de propagation, ρ représente la masse volumique et C les vitesses de propagation.

En posant $\rho C^2 = \lambda$, avec λ la longueur d'onde, il est possible d'identifier C , comme étant les valeurs propres du tenseur Γ :

$$|\Gamma_{il} - \lambda\delta_{il}|P_i = 0 \tag{15}$$

où δ représente le symbole de Kronecker (fonction de deux variables qui est égale à 1 si celles-ci sont égales, et à 0 sinon).

La connaissance des vitesses de propagation d'une onde acoustique dans un matériau, permet donc de remonter au tenseur de Christoffel puis au tenseur de rigidité du matériau puisque les cosinus directeurs des directions de propagation sont connus, soit à priori, soit par l'intermédiaire des relations de Snell-Descartes [218].

3.2.1.2. Chronométrie

Les vitesses de propagation sont obtenues par la mesure du temps de transit de l'onde ultrasonore dans le matériau.

Le temps de transit est déterminé en mesurant le déphasage temporel entre le signal expérimental et un signal de référence correspondant généralement au signal acquis sans l'échantillon. Ce déphasage peut être mesuré par diverses méthodes. Une des méthodes les plus efficaces utilise la transformée de Hilbert [219]. Cette transformation possède la propriété de transformer un retard pur en une branche hyperbolique d'asymptote verticale. Le déphasage temporel est alors la mesure de l'écart entre les passages à la valeur 0 de la première branche hyperbolique de chaque signal.

3.2.2. Mesure ultrasonore au contact de l'échantillon

Les mesures au contact de l'échantillon permettent une identification des termes diagonaux du tenseur d'élasticité (C_{ii}). Pour cela, des transducteurs ultrasonores de fréquence centrale 2,25 MHz ont été utilisés. Utiliser des transducteurs générant des modes de propagation longitudinaux permet d'identifier les coefficients C_{11} , C_{22} et C_{33} . La propagation de modes transversaux permet quant à elle, la détermination des coefficients de cisaillement C_{44} , C_{55} et C_{66} . La Figure 56 illustre la technique de mesure ultrasonore au contact.

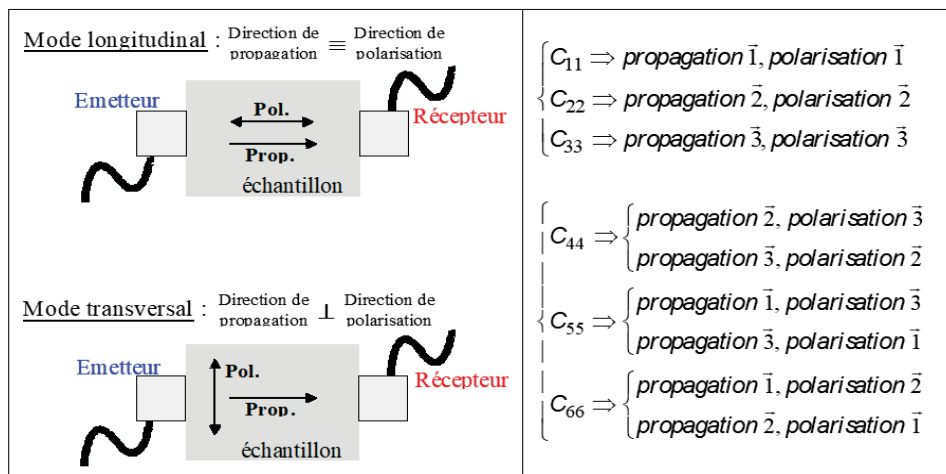


Figure 56 : Représentations schématiques des mesures au contact des coefficients d'élasticité suivant la nature du mode propagé : longitudinal (en haut) permettant d'identifier les coefficients C_{11} , C_{22} et C_{33} ou transversal (en bas) permettant d'identifier les coefficients C_{44} , C_{55} et C_{66} du tenseur d'élasticité C .

Chapitre II

Pour mesurer une constante d'élasticité par cette méthode, un signal de référence est tout d'abord acquis sans présence de l'échantillon afin de connaître le temps de parcours de l'onde à travers le couplant seul. Le signal représentatif de l'onde ayant traversé le matériau est ensuite enregistré. La mesure du déphasage temporel entre le signal obtenu et le signal de référence, est calculée grâce à la transformée de Hilbert. La constante d'élasticité est ensuite déterminée à partir de l'équation de Christoffel (14), qui se réduit lors d'une mesure au contact à :

$$C_{ii} = \rho V^2, \quad i = 1..6 \quad (16)$$

où $V = \frac{l}{t}$ est la vitesse de propagation de l'onde dans le matériau avec l la distance de parcours et t le temps de transit. L'indice i correspond à la notation contractée des éléments du tenseur d'élasticité. L'erreur sur la mesure de la constante d'élasticité considérée ΔC_{ij} est ensuite évaluée à l'aide d'un calcul d'erreur classique suivant la formule :

$$\Delta C_{ii} = C_{ii} \left[\frac{\Delta \rho}{\rho} + 2 \left(\frac{\Delta t}{t} + \frac{\Delta l}{l} \right) \right], \quad i = 1..6 \quad (17)$$

3.2.3. La méthode ultrasonore en immersion dans l'eau

L'échantillon est immergé dans l'eau (Figure 57), en incidence contrôlée entre deux transducteurs ultrasonores.

Il existe, dans le cas général, trois ondes planes susceptibles de se propager dans une même direction avec des célérités différentes, les polarisations étant orthogonales [220]. Dans un milieu anisotrope, il n'existe pas de mode pur (longitudinal ou transversal). L'onde dont le vecteur polarisation est le plus proche du vecteur d'onde, est appelée onde quasi-longitudinale (QL). Les deux autres sont appelées quasi-transversales (QT1 et QT2).

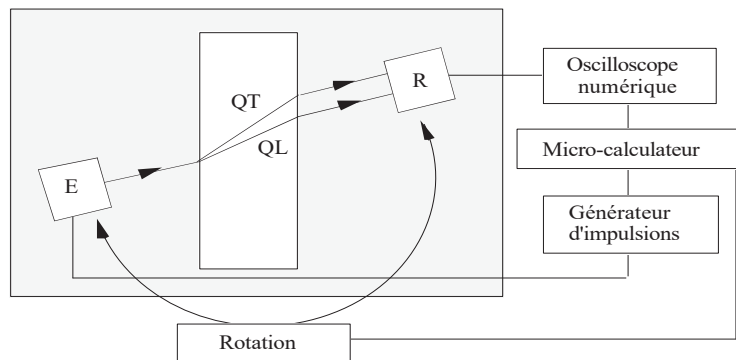


Figure 57 : Représentation schématique du banc ultrasonore à immersion utilisé pour identifier les coefficients C_{12} , C_{13} , C_{23} et C_{33} du tenseur d'élasticité C . L'onde dont le vecteur polarisation est le plus proche du vecteur d'onde est appelée onde quasi-longitudinale (QL), les deux autres sont appelées quasi-transversales (QT).

En faisant l'hypothèse que le tenseur des rigidités comporte neuf constantes indépendantes, l'auscultation des deux plans principaux accessibles conduit à l'identification de sept coefficients : C_{11} , C_{22} , C_{66} , C_{12} pour une propagation dans le plan (1, 2) et C_{11} , C_{33} , C_{55} , C_{13} dans le plan (1, 3) [221]. Les deux coefficients restants C_{23} et C_{44} sont identifiés par propagation dans le plan non principal (1, 45°) décrit par la bissectrice des deux plans principaux [222]. Il n'est pas possible de mesurer indépendamment ces constantes [223]. La seule donnée identifiable est l'invariant $C_{44} + 2C_{23}$ [224]. La valeur du C_{44} utilisée est celle qui a été déterminée par mesure au contact. La détermination de la valeur du C_{23} s'en trouve alors simplifiée.

Les signaux obtenus sont enfin comparés avec le signal de référence (acquis dans l'eau sans échantillon), ce qui permet de calculer la vitesse de propagation de chaque mode [216]. Le mélange de modes et les erreurs numériques perturbent le calcul des retards. Le calcul de l'intervalle de confiance pour chaque constante d'élasticité est faite par analyse statistique [219].

3.3. Caractérisations microstructurales

3.3.1. Analyse de phases

L'analyse de phases été effectuée par Diffraction des Rayons X (DRX), par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et par Microscopie en Transmission (MET).

Les analyses par DRX ont été effectuées sur un diffractomètre PANalytical X'Pert Pro MPD équipé d'un monochromateur secondaire et d'un détecteur multi-bandes X'Celerator. Les acquisitions ont été effectuées pour des angles 2θ compris entre 30° et 60° , avec un pas d'acquisition de $0,017^\circ$ et un temps de comptage de 700 s par degré θ .

Les observations microstructurales ont été effectuées soit sur un microscope optique LEICA DVM2500 équipé d'une caméra et d'un objectif Leica VZ80C ou VZ100C, soit sur un microscope électronique à balayage conventionnel Jeol JSM 6360 avec une tension d'accélération de 20 kV et une distance de travail de 10 mm. Les échantillons ont été polis mécaniquement jusqu'à l'obtention d'un poli miroir. La dernière étape de polissage a été réalisée avec une solution contenant en volume, 50% d'OPS, 47 % d' H_2O et 3 % d' H_2O_2 . Enfin, les échantillons ont été attaqués chimiquement pendant 2 min dans une solution contenant 9% de KOH, 5% d' H_2O_2 et 86% d' H_2O .

Les observations par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) ont été effectuées sur un microscope ZEISS EVO50 (émission thermoélectronique par cristal LaB₆) équipé d'une caméra EBSD EDAX Hikari. Pour réaliser les analyses, les échantillons ont tout d'abord été polis mécaniquement au papier SiC jusqu'au grade P2000 soit des grains de 10,3 μm . Les échantillons ont ensuite été polis électrolytiquement dans une solution composée de 150 ml de méthanol, 90 ml de 2-butoxy éthanol et 15 ml d'acide perchlorique (70%), pendant 30s avec une tension de 35 V. Les acquisitions des cartographies EBSD ont été effectuées avec un pas de 0,1 μm et un courant de sonde de 2750 nA.

Les analyses par microscopie électronique en transmission ont été conduites sur le microscope JEM – ARM 200F Cold FEG TEM-STEM à l'institut Jean Lamour de Nancy, avec une tension d'accélération de 200 kV. Ce MET est équipé d'une sonde d'aberration sphérique (Cs) et de correcteurs d'images. Des échantillons rectangulaires ont tout d'abord été polis à faces parallèles jusqu'à une épaisseur d'environ 80 μm , puis poinçonnés en disques de 3mm. Les lames minces ont ensuite été préparées grâce à l'amincisseur ionique Pips de GATAN afin d'atteindre la transparence électronique au centre du disque.

Pour plus de clarté, la [Figure 58](#) récapitule sur un schéma la localisation des prélèvements des échantillons.

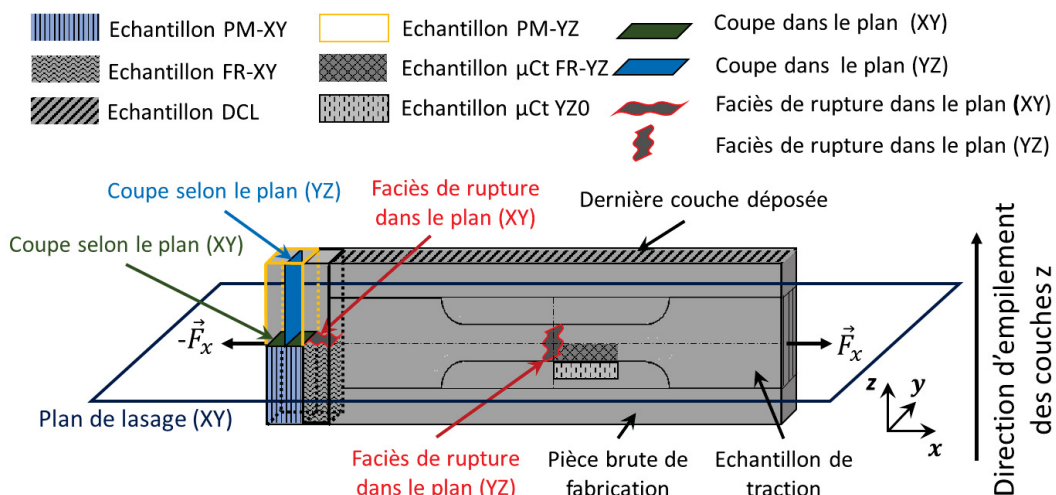


Figure 58 : Représentation schématique de la localisation des prélèvements des échantillons polis mécaniquement (PM), des échantillons utilisés pour la tomographie X (μCt) avant traction (YZ0) et de la dernière couche lasée (DCL) sur une pièce brute d'alliage de TA6V, élaborée par SLM. Les plans d'observation sont indiqués entre parenthèses ainsi que les faciès de ruptures obtenus en traction et observés par MEB (FR) et ceux après rupture, observés par tomographie X (μCt FR).

3.3.2. Analyse 2D des porosités et de la dernière couche lasée

L'analyse 2D des porosités a été effectuée par MEB sur le microscope TESCAN VEGA2 ©. La tension d'accélération et la distance de travail ont été choisies à 15 kV et 20 mm respectivement. Les analyses ont été réalisées sur des échantillons polis mécaniquement (échantillons PM) et sur des faciès de rupture (échantillons FR-XY). Les micrographies ont été acquises sur de larges zones (plusieurs mm²) avec une résolution de 32 Méga Pixels, permettant ainsi de réaliser des agrandissements importants à partir d'une seule et même micrographie.

Sur les sections polies, les porosités sont identifiées comme étant les zones sombre repérées par les flèches noires sur la [Figure 59a](#).

Les faciès de rupture ont été observés suite à un essai de traction uniaxiale dans la direction Z c'est-à-dire la direction d'élaboration. Seule la partie inférieure de l'échantillon permet l'observation de zones contenant des traces de lasage. A l'intérieur d'un échantillon, une trace de lasage correspond à une discontinuité dans la matière et par conséquent, à la présence de porosités ([Figure 59b](#)).

Les caractéristiques métallurgiques des porosités (morphologie, fraction volumique, tailles...) ont été mesurées par analyse d'images à l'aide du logiciel Image J.

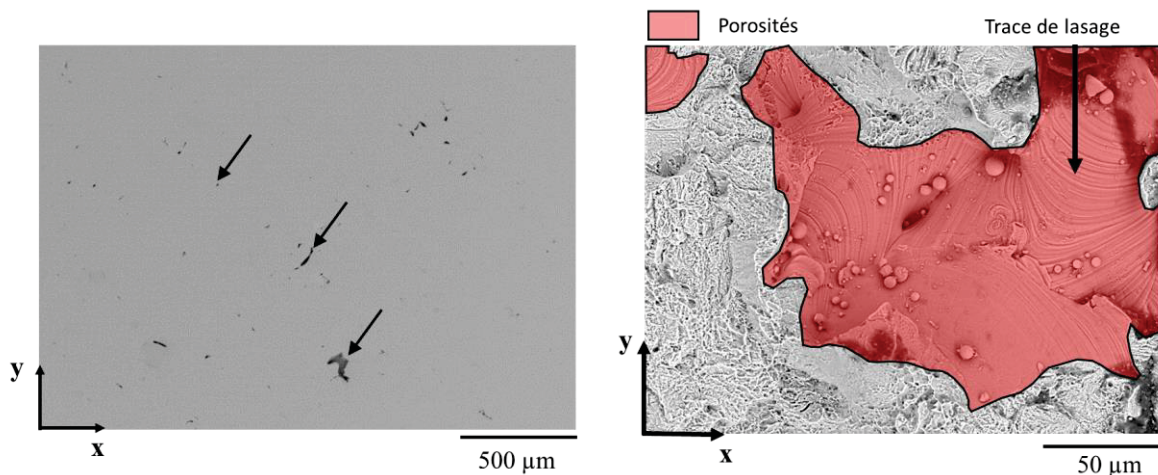


Figure 59 : a) Micrographie MEB en électrons rétrodiffusés d'une section transverse d'un échantillon PM-XY et b) micrographie MEB en électrons secondaires d'un faciès de rupture obtenu en traction uniaxiale dans le sens Z c'est-à-dire le sens de dépôts des lits de poudre.

3.4. Caractérisation 3D des porosités par tomographie X

La caractérisation 3D des porosités a été effectuée par Micro-tomographie X (μCT) sur le tomographe Phoenix Nanotom à faisceau conique, à l'institut Jean Lamour de Nancy. Le principe général de la tomographie X est donné [Figure 60a](#). Cette technique consiste à faire traverser des rayons X à travers un échantillon et à récupérer le signal transmis sur des capteurs permettant d'obtenir des radiographies 2D. Le contraste obtenu est dépendant de la loi de Beer-Lambert :

$$\frac{N_1(E)}{N_2(E)} = e^{-\int_S \mu(s) ds} \quad (18)$$

Avec N_1 le nombre de photons transmis par le faisceau d'énergie E , N_2 le nombre de photons incidents, et μ le coefficient d'absorption des matériaux le long du trajet S .

Par rotation de l'échantillon, de multiples clichés en 2D sont obtenus, à partir desquels une reconstruction 3D de l'échantillon est effectuée informatiquement.

L'utilisation d'un faisceau conique ([Figure 60b](#)) engendre une modification de la projection de l'objet qui est prise en compte au moment de la reconstruction 3D de l'objet.

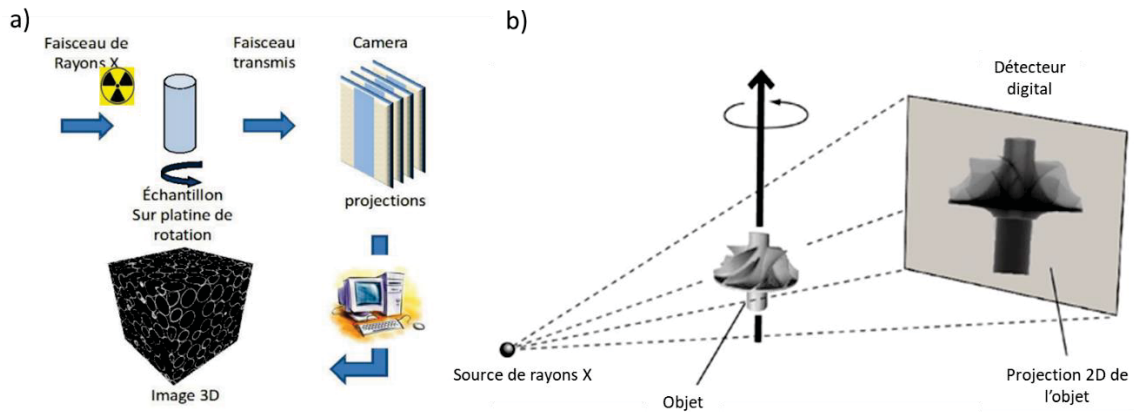


Figure 60 : a) Principe général de la tomographie X selon [225] et b) principe de la tomographie à rayons coniques engendrant une modification de la projection de l'objet (prise en compte au moment de la reconstruction 3D) [226].

L'équipement de tomographie utilisé est composé d'un tube à rayons X opérant sous une tension maximale de 180 kV et une puissance de 15 W. Un écran scintillateur à rayons X est couplé à un capteur CCD Hanamatsu à haute résolution (2300 x 2300 pixels²). La procédure d'analyse est basée sur l'acquisition de séries de radiographies d'un échantillon en rotation par pas de 0,25 ° autour d'un axe vertical, perpendiculaire au faisceau incident. Les images sont enregistrées sur une période de 6 s : 6 fois par pas (6 acquisitions de 750 ms) et 2 fois de plus avec le détecteur éteint (2 acquisitions de 750 ms). 1440 images sont enregistrées pour un temps total d'analyse de 144 min par échantillon. La tension et l'intensité du faisceau ont été fixés à 80 kV et 80 μA.

Pour la reconstruction 3D, un algorithme mathématique (algorithme à faisceau conique de Feldkamp) a été utilisé sur le logiciel « datos/x reconstruction » afin de reconstruire la distribution des coefficients d'absorption à l'intérieur du volume de l'échantillon. A partir de ces derniers, le volume 3D interne de l'échantillon en est déduit. La reconstruction 3D finale des images est composée de voxels de dimensions 2 x 2 x 2 μm³.

La représentation 3D des faciès de rupture a été obtenue directement par import de fichiers « .raw » dans les logiciels d'analyses 3D « VGStudio Max 2.2 » ou « Avizo 8.0 ».

L'observation des porosités a nécessité des étapes supplémentaires. L'échantillon 3D a tout d'abord été divisé en tranches dans le plan (XY). Pour distinguer les porosités des échantillons d'alliage TA6V avec plus de précision, des filtres ont été appliqués sur chaque tranche avec le logiciel « ImageJ ». Pour cela, les tranches sont tronquées pour ne conserver que le volume interne de l'échantillon. Un filtre de normalisation intégrale du contraste local est appliqué pour homogénéiser le contraste d'intensité sur l'ensemble des tranches 2D. Un filtre médian a ensuite été appliqué sur chaque tranche afin de réduire le bruit. Les images ont ensuite été seuillées pour ne conserver que les porosités.

Les tranches seuillées ont ensuite été importées dans le logiciel d'analyse 3D « Avizo 8.0 » afin de visualiser en 3D la morphologie et la répartition des porosités dans le volume.

La quantification de la morphologie des porosités a été effectuée à partir des tranches 2D seuillées sur le logiciel ImageJ. Pour cela, le module « 3D object counter » a été utilisé. Il permet de déterminer les coordonnées x, y et z de chaque porosité, leur volume et leurs dimensions maximales (largeur, hauteur et épaisseur). Le diamètre équivalent (D_{eq}) des porosités a été calculé par la formule classique :

$$D_{eq} = \sqrt[3]{\frac{6 \cdot V}{\pi}} \quad (19)$$

où V représente le volume d'une porosité. Le facteur de forme a été défini par la relation :

$$F = \frac{d_{max}}{d_{min}} \quad (20)$$

où d_{min} et d_{max} sont respectivement la plus petite et la plus grande des dimensions maximales d'une porosité.

Le calcul des distances minimales « centre à centre » ou « bord à bord » entre les porosités a été effectué sur le module « DiAna » de imageJ.

4. Matériau de référence

Afin d'analyser et de discuter les effets liés à la présence de porosités et ceux liés à l'état microstructural induit par le procédé SLM, il est nécessaire de disposer d'un matériau de référence de structure martensitique α' , exempt de porosités et élaboré par une voie classique d'élaboration.

4.1. Microstructure initiale

L'échantillon de référence a été élaboré par un traitement thermomécanique de laminage à chaud de l'alliage TA6V grade5. Sa microstructure est biphasée et composée des phases $\alpha + \beta$. Les grains α , dont la taille moyenne est inférieure à 10 μm , sont équiaxes (Figure 61). Afin d'obtenir une structure martensitique α' dont la taille des grains de la phase mère β est du même ordre de grandeur que la largeur des colonnes mères β des pièces SLM, un traitement thermique est nécessaire. La taille de grain β finale visée est de 100 μm car il est reconnu que la largeur moyenne des colonnes β a le même ordre de grandeur que l'espacement de lasage [103].

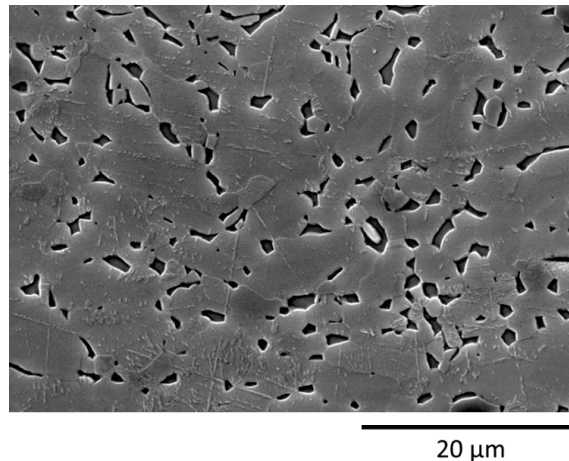


Figure 61 : Micrographie MEB en électrons secondaires de l'échantillon de référence avant traitement thermique. La morphologie de la phase α est équiaxe. La phase β est localisée aux joints de grains (en gris foncé).

4.2. Traitements thermiques

Les échantillons sont des parallélépipèdes de dimensions de 70 x 18 x 4,5 mm³. Ils ont été placés dans un tube de quartz relié à un réseau pneumatique composé d'une pompe à vide primaire et d'une bouteille d'hélium. Après plusieurs purges, les échantillons sont mis sous atmosphère protectrice d'hélium à une pression de 1 bar. Le montage est ensuite inséré au centre d'un four tubulaire vertical. Dans un premier temps, il est nécessaire de monter en température dans le domaine de stabilité de la phase mère β . La température de chauffe doit donc être supérieure à la température de transus β de l'alliage TA6V grade 5 qui est d'environ 980°C [92]. Lors du maintien en température, des grains équiaxes β germent et croissent. Leur vitesse de croissance est fonction de la température de chauffe et du temps de maintien [227,228]. Pour avoir un meilleur contrôle de la cinétique de croissance des grains β , une température proche de la température de transus β a été choisie, soit 988°C. La vitesse de chauffe a été fixée à 6 °C/min. Pour former de la martensite à partir de la phase mère β , nous avons réalisé une trempe à l'eau par immersion directe car une vitesse de trempe importante est requise [116]. Après plusieurs essais, nous avons déterminé le traitement idéal. Il correspond à un maintien de 988°C durant 5 minutes suivi d'une trempe rapide à l'eau.

4.3. Microstructure après traitement thermique

L'échantillon ayant subi un maintien de 988°C durant 5 minutes suivi d'une trempe rapide à l'eau a été caractérisé par DRX. Le diffractogramme (Figure 62) montre la présence de la phase α' et/ou α de structure hexagonale. Les paramètres de maille des phases α et α' étant très proches, il est difficile de les discerner. Toutefois, il est intéressant de remarquer qu'aucun pic de la phase β n'est observé. Soit cette phase est absente, soit elle est présente en très faible proportion dans la microstructure finale après un tel traitement thermique.

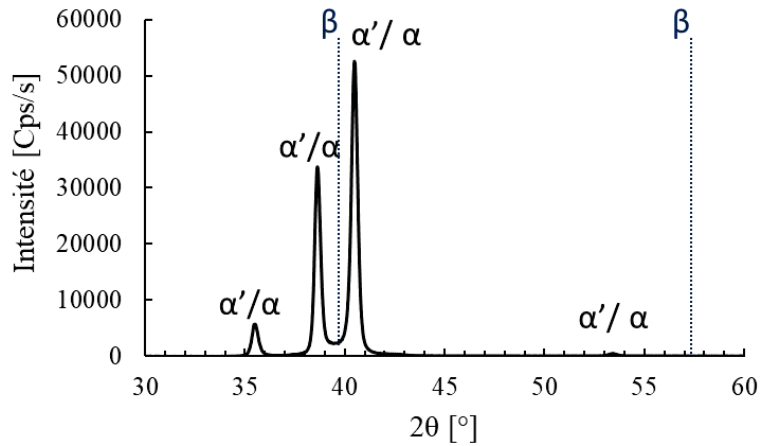


Figure 62 : Diffractogramme de l'échantillon d'alliage TA6V grade 5 de référence après un traitement thermique suivi d'une trempe à l'eau rapide. Mise en évidence la présence de phase α' et/ou α et de l'absence de phase β .

La micrographie MEB à faible grossissement (Figure 63a) montre des traces des anciens grains de la phase mère β , de morphologie équiaxe et avec une taille moyenne de l'ordre de 100 μm . Cette taille de grain correspond à la taille ciblée, du même ordre de grandeur que la largeur des colonnes mères β généralement obtenues par le procédé SLM. A plus fort grossissement (Figure 63b), des aiguilles de phase α' sont clairement observées et peuvent être regroupées en plusieurs catégories de population en fonction de leur taille [36]. Les plus grandes aiguilles (α' primaires) traversent de part en part les anciens grains de phase mère β et ont une longueur équivalente à ces derniers (environ 100 μm). Leur largeur est de l'ordre de 500 nm. Les aiguilles α' secondaires ont une longueur de plusieurs dizaines de microns et une largeur de l'ordre de 250 nm. Les aiguilles α' tertiaires et quaternaires ont une taille inférieure à 10 μm , et une largeur inférieure à 250nm.

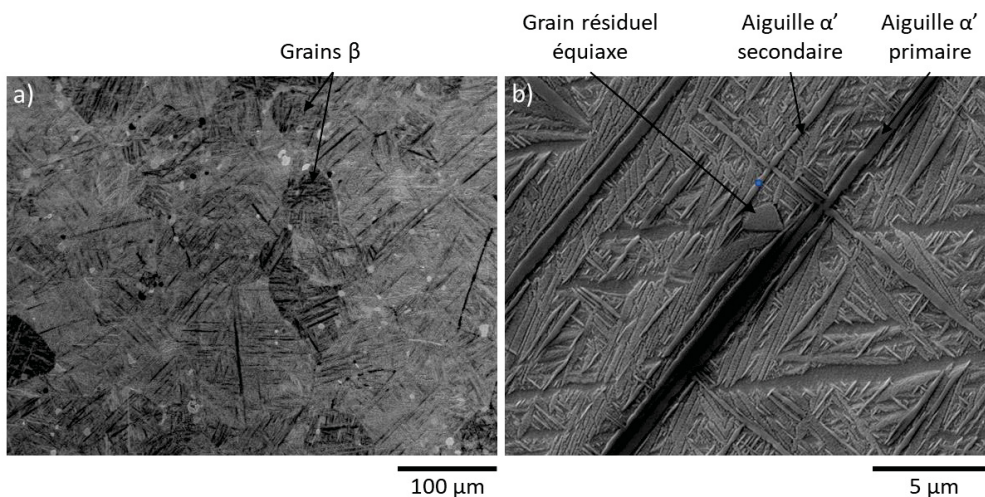


Figure 63 : Micrographies MEB en électrons secondaires de l'échantillon de référence de l'alliage TA6V grade 5, après traitement thermique et attaque métallographique. a) Micrographie à faible grossissement pour visualiser la trace des anciens grains de la phase mère β et b) micrographie à fort grossissement pour visualiser la structure en aiguilles martensitiques de la phase α' .

Chapitre II

Une lame mince de cet échantillon a été préparée par bombardement ionique dans un MEB à sonde ionique focalisée (préparation par FIB) afin d'être observée par microscopie électronique en transmission (Figure 64).

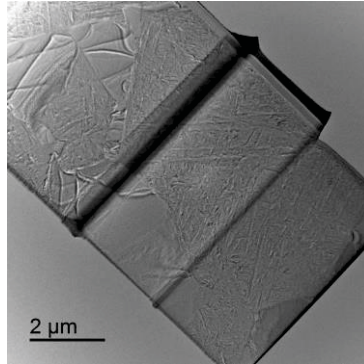


Figure 64 : Image MET en champ clair d'une lame mince préparée par la technologie FIB, permettant de visualiser la microstructure et de confirmer la présence de zones composées d'aiguilles martensitiques α' et de zones présentant des grains équiaxes résiduels.

L'image obtenue en champ clair (Figure 65a) montre des zones composées d'aiguilles martensitiques α' et de grains équiaxes résiduels. A plus fort grossissement, les aiguilles de martensite α' semblent avoir une disposition fractale (Figure 65b). L'épaisseur des aiguilles les plus fines est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres. Un agrandissement d'un grain équiaxe est présenté Figure 65c. Le cliché de microdiffraction de la zone délimitée par le cercle blanc et réalisé avec l'axe de zone $[122]_{\alpha}$ est présenté Figure 65d. Ce cliché de diffraction peut être indexé par superposition du cliché simulé de la phase α ayant un groupe d'espace hexagonale P_{63}^3m (Figure 65e). Les grains équiaxes correspondraient alors à la phase α résiduelle provenant de la microstructure initiale, et qui n'aurait pas eu un temps suffisant pour se transformer totalement en phase β avant trempe.

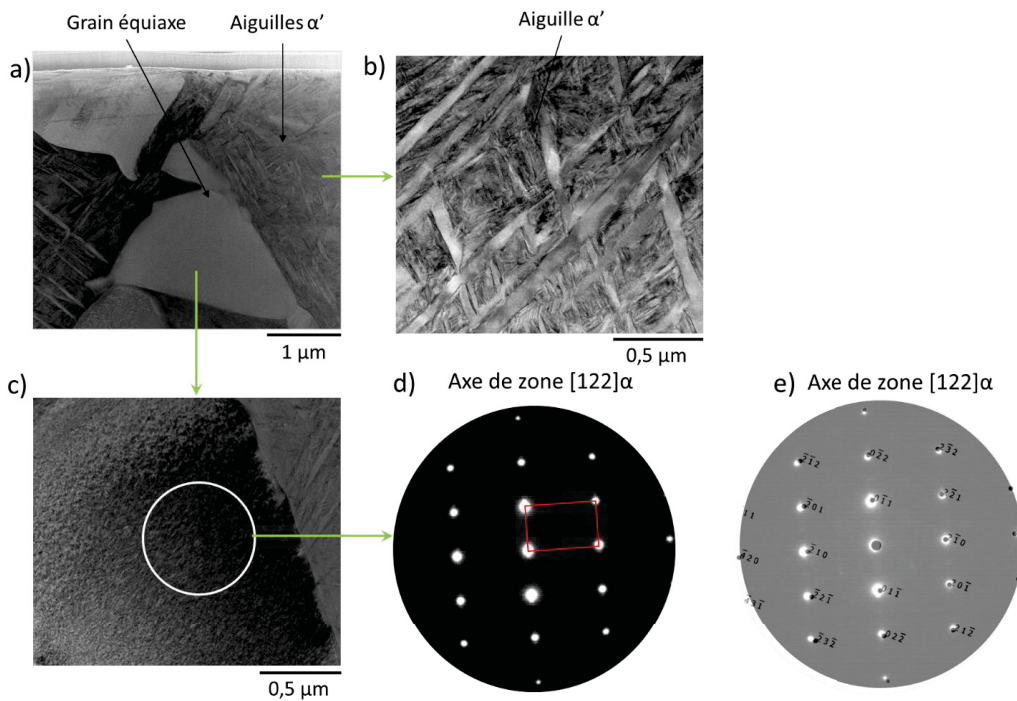


Figure 65 : Analyse par MET de l'échantillon de référence d'alliage TA6V grade 5, après traitement thermique. a) Image en champ clair mettant en évidence la présence de grains équiaxes et de zones avec des aiguilles α' , b) image en champ clair à plus fort grossissement montrant les aiguilles α' qui semblent avoir une disposition fractale, c) image en champ clair à plus fort grossissement d'un grain équiaxe, d) cliché de diffraction associé à la zone délimitée par le cercle

Chapitre II

blanc sur l'image (c) réalisée suivant l'axe de zone $[122]_a$ et e) superposition du cliché de diffraction expérimental et du cliché simulé pour le groupe d'espace hexagonal $P\frac{63}{m}$ mc correspondant à la phase α .

Les observations MEB, sur des surfaces plus grandes, montrent cependant que la phase résiduelle α n'est présente qu'en faible proportion (Figure 63b).

Malgré les nombreuses observations faites par MET, nous n'avons pas mis en évidence de nanomacles dans les aiguilles de la phase α' . Il est également important de préciser que l'échantillon de référence ne présente pas de porosité de taille supérieure à la taille d'un voxel ($2 \times 2 \times 2 \mu\text{m}^3$) comme en atteste la reconstruction 3D obtenue par tomographie X (Figure 66).

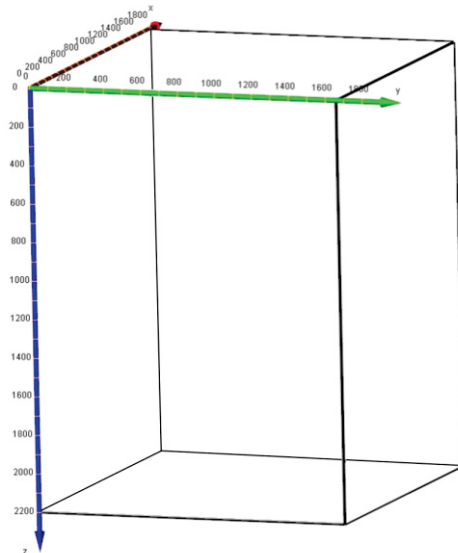


Figure 66 : Reconstruction 3D obtenue par tomographie X de l'échantillon d'alliage TA6V grade 5 de référence après traitement thermique mettant en évidence l'absence de porosité de taille supérieure à la taille d'un voxel ($2 \times 2 \times 2 \mu\text{m}^3$).

5. Faits marquants

→ Analyse des paramètres morphologiques, de la distribution de tailles et de la composition des poudres entrantes.

→ Description des principales caractéristiques des machines SLM utilisées pour élaborer nos pièces. La stratégie de lasage ainsi que les différents paramètres du procédé sont décrits de manière exhaustive.

→ Présentation des principales techniques mises en œuvre. Nous avons insisté sur la caractérisation 3D des porosités par tomographie X ainsi que sur la méthode des ultrasons qui permet de déterminer le tenseur d'élasticité. La première constitue une originalité de notre travail et la seconde permet d'accéder au tenseur d'élasticité qui donne une information précieuse quant à l'anisotropie des propriétés élastiques.

→ Elaboration et caractérisation d'un matériau de référence. Il présente une microstructure majoritairement composée d'une phase α' de structure cristallographique hexagonale. Malgré les nombreuses observations faites par MET, nous n'avons pas mis en évidence de nano-macles dans la phase α' de cet échantillon. Par ailleurs, les reconstructions 3D par tomographie X attestent que le matériau est exempt de porosité.

Chapitre III : FORMATION DE POROSITES PAR MANQUE DE FUSION ET PAR DENUDATION : CRITERES CONSTITUTIFS

Sommaire

1. Analyse microstructurale fine	67
1.1. Microstructure à l'échelle des phases	67
1.2. Analyse des défauts cristallins par microscopie électronique en transmission	74
2. Analyse des porosités par tomographie X	85
2.1. Paramètres caractéristiques des porosités	85
2.2. Répartition des porosités dans le plan (XY)	87
2.3. Répartition des porosités dans le plan (YZ) et (YZ) + 45°	87
3. Mécanisme de formation des porosités : cas de l'échantillon « ech.0_P100 »	90
3.1. Caractérisation de la dernière couche lasée	90
3.2. Etude des porosités à partir des faciès de rupture	91
3.3. Formation de porosités par manque de fusion	96
4. Analyses 2D de l'échantillon « ech.0_P300 »	97
4.1. Taille du bain de fusion	98
4.2. Surface des porosités à partir d'un faciès de rupture	99
4.3. Formation des porosités par dénudation	100
5. Analyse des propriétés mécaniques	101
5.1. Propriétés élastiques	101
5.2. Anisotropie des propriétés élastiques	102
5.3. Propriétés en rupture	105
5.4. Influence des porosités	108
6. Faits marquants	111

Chapitre III

Dans le cas de l'élaboration de pièces d'alliages TA6V grade 5 par le procédé SLM, l'enjeu est de déterminer la gamme des paramètres du procédé conduisant à la production de pièces conformes aux propriétés mécaniques requises. Ce n'est pas une sinécure car les propriétés finales dépendent d'interactions complexes entre les principaux paramètres d'élaboration (P , V , h , d et e) et la microstructure des pièces au sens large du terme. La revue bibliographique du chapitre I montre que la densité d'énergie volumique, mettant en relation les paramètres P , V , h et e , est souvent utilisée comme un paramètre qui contrôle la quantité de porosités et leur mécanisme de formation.

Dans ce chapitre III, des échantillons ont été élaborés par SLM avec des paramètres d'élaboration très différents mais conduisant à une même densité d'énergie (aux erreurs d'expérience près). L'échantillon « ech.0_P100 » a été élaboré sur la machine SLM ProX100 avec une faible puissance laser, une faible vitesse de balayage et une épaisseur de couche de poudre de 30 μm , alors que l'échantillon « ech.0_P300 » a été élaboré sur la machine SLM ProX300 avec puissance laser importante, une vitesse de balayage élevée et une épaisseur de couche de poudre de 60 μm . Les paramètres d'élaboration utilisés sont rappelés dans le [Tableau 5](#).

Tableau 5 : Paramètres d'élaboration sélectionnés pour les échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 » élaborés à iso-densité d'énergie respectivement sur la machine SLM ProX100 et ProX300. Ces échantillons seront utilisés pour l'étude de l'influence des paramètres d'élaboration sur l'état microstructural, la formation des porosités et les propriétés mécaniques résultantes.

Nom de l'échantillon	Machine	Puissance laser [W]	Vitesse de balayage [mm/s]	Espacement de lasage [μm]	Taille de spot laser [μm]	Epaisseur de couche [μm]	Densité d'énergie [J/mm^3]
ech.0_P100	ProX 100	42	400	70	85	30	50 ± 6
ech.0_P300	ProX 300	360	2118	65	70	60	45 ± 5

Ce chapitre III a pour principal objectif de mieux appréhender, à iso-densité d'énergie, l'influence des paramètres d'élaboration sur l'état microstructural, la formation des porosités et les propriétés mécaniques résultantes.

1. Analyse microstructurale fine

1.1. Microstructure à l'échelle des phases

Les spectres DRX des échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 » sont donnés [Figure 67](#).

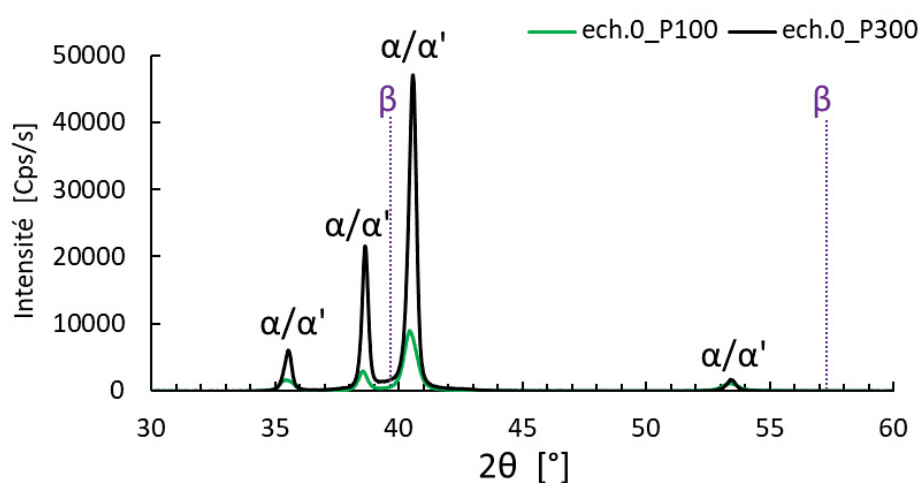


Figure 67 : Diffractogrammes des échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 ». Mise en évidence de la présence de la phase α' et/ou α et de l'absence de la phase β .

Chapitre III

Les pics obtenus montrent, dans les deux cas, la présence de la phase α et/ou α' (paramètres de maille très proches et difficiles à différencier par DRX) et l'absence de phase β ou sa présence en proportions non significatives dans ces microstructures. Les pics de diffraction relatifs à l'échantillon « ech.0_P100 » sont plus petits et leur largeur à mi-hauteur plus importante. Cette différence peut s'expliquer par une taille plus fine des grains de ce dernier [229].

Les Figure 68 à Figure 70 présentent les images MEB obtenues selon les plans (XZ). Les flèches bleues localisent les porosités, les jaunes pointent d'anciens grains de phase mère β à titre illustratif. A faible grossissement, l'échantillon « ech.0_P300 » (Figure 68a) a une microstructure avec la morphologie colonnaire des anciens grains de phase mère β . La longueur des anciennes colonnes β varie de 500 μm à quelques millimètres, et leur largeur de 30 à 150 μm . Un angle de 15° est observé entre la direction de croissance des colonnes (flèche \vec{g}) et l'axe Z d'élaboration. La stratégie de lasage rotative (rotation des lignes de lasage entre chaque couche) utilisée dans cette étude, expliquerait cette désorientation [88,186]. Dans le cas de l'échantillon « ech.0_P100 » (Figure 68b), la morphologie des anciens grains β est moins évidente. En augmentant le grossissement (encadré en lignes discontinues, Figure 68c), la morphologie des anciens grains de la phase mère β semble plutôt mixte colonnaire-équiaxe. Leur longueur varie de 50 à 150 μm , et leur largeur de 10 à 70 μm environ. Dans cet échantillon, il est intéressant de remarquer la présence d'une quantité plus importante de porosités allongées. A ce stade, on peut émettre l'hypothèse qu'il y a une moins bonne fusion de la matière dans le cas de l'échantillon « ech.0_P100 » [89]. La morphologie mixte colonnaire-équiaxe retrouvée pourrait alors être expliquée par l'hypothèse proposée par Wang et al. [108] qui repose sur le fait que la morphologie équiaxe des grains β résulte d'une germination hétérogène sur des particules de poudre non fondues, lorsqu'une énergie insuffisante est fournie à la matière par le laser.

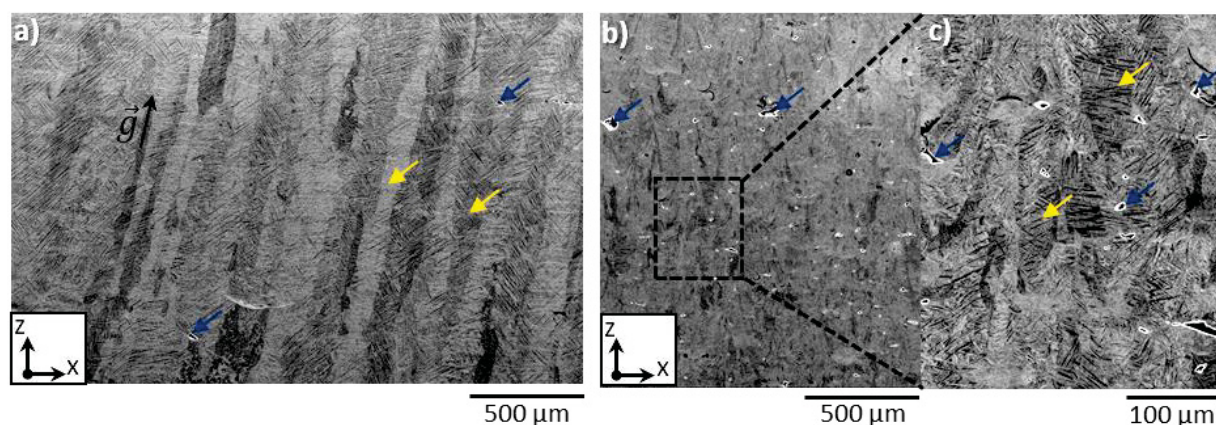


Figure 68 : Micrographies MEB en électrons secondaires à faible grossissement, de la microstructure dans le plan (XZ). a) « ech.0_P300. La flèche \vec{g} montre la direction de croissance des anciennes colonnes de grains de phase mère β . b) « ech.0_P100 » et c) agrandissement de la zone en lignes discontinues sur la micrographie (b). Les flèches bleues localisent les porosités, les jaunes pointent d'anciens grains de la phase mère β à titre illustratif.

A moyen grossissement (Figure 69), des anciens joints de grains de la phase mère β sont repérés par des lignes en pointillés blancs. Les aiguilles observées sont caractéristiques de la phase martensitique α' . Les aiguilles α' aux dimensions les plus importantes sont les aiguilles primaires α' . Elles débutent généralement d'un ancien joint de grain β et sont orientées vers l'intérieur du grain. Aucune aiguille ne se forme le long des joints de grains β , ce qui est souvent observé dans le cas d'une transformation martensitique [116]. En comparant les micrographies des deux échantillons, on s'aperçoit que la taille des aiguilles α' diffère. La longueur des aiguilles α' primaires de l'échantillon « ech.0_P100 » (Figure 69b) est plus petite que celle de l'échantillon « ech.0_P300 » (Figure 69a). Il est connu que la taille des grains β contrôle la taille des aiguilles martensitiques [36,103,119]. On peut donc raisonnablement en déduire, de manière indirecte, que la taille moyenne des grains de phase mère β est plus petite dans le cas de l'échantillon « ech.0_P100 ». On observe également que les aiguilles primaires sont orientées à $\pm 45^\circ$ et parfois à 90° par rapport à la direction de croissance des colonnes mères β (Figure 69a). Cette

Chapitre III

croissance préférentielle, déjà relevée dans la littérature [103,230], semble être moins marquée pour l'échantillon « ech.0_P100 » (Figure 69b).

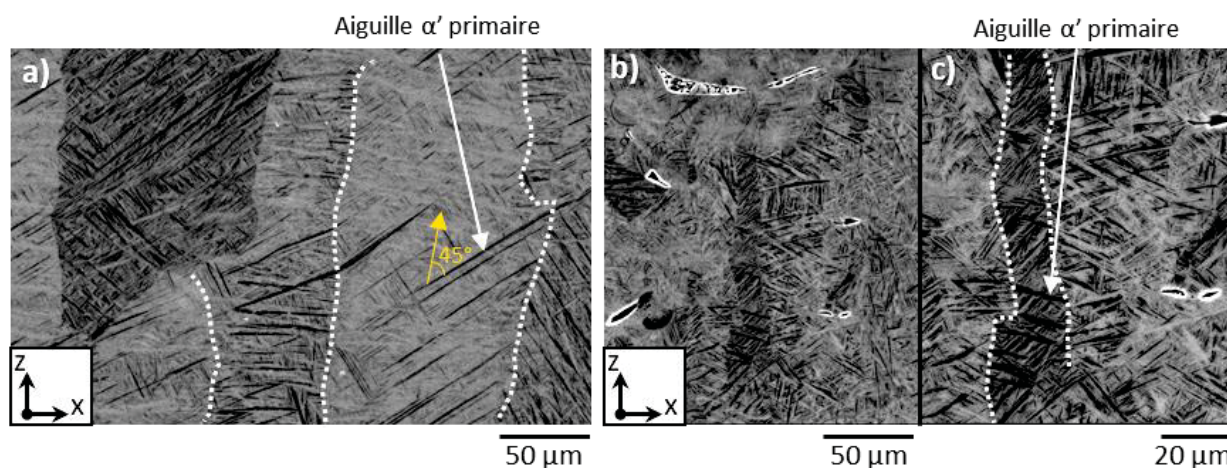


Figure 69 : Micrographies MEB en électrons secondaires et à grossissement intermédiaire, permettant l'observation de la microstructure dans le plan (XZ) des échantillons : a) « ech.0_P300 » et b) « ech.0_P100 » et c) agrandissement d'une zone colonnaire de la micrographie (b).

A plus fort grossissement (Figure 70), les deux échantillons présentent une hiérarchie des aiguilles α' en fonction de leur taille.

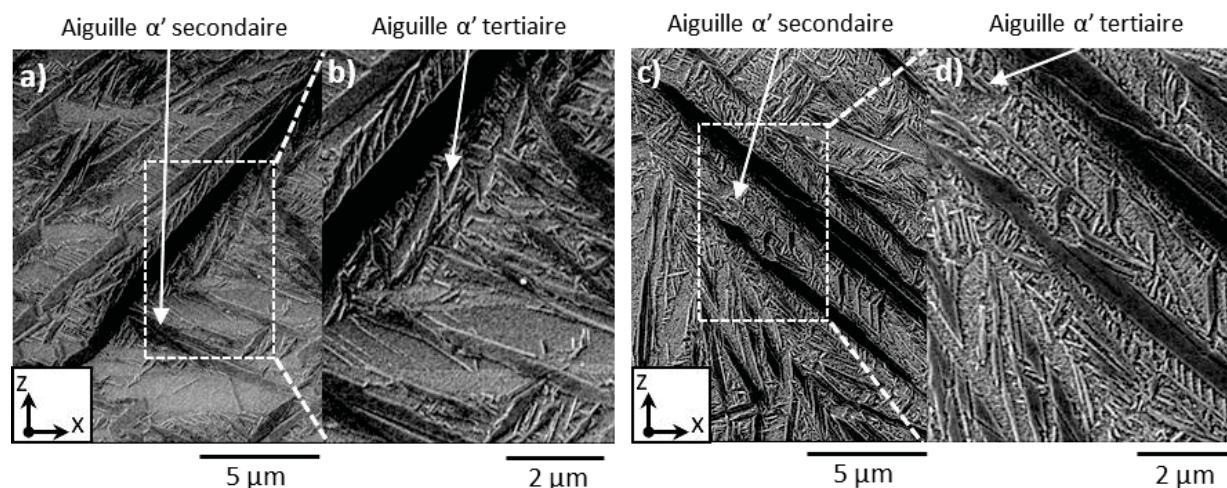


Figure 70 : Micrographies MEB en électrons secondaires et à fort grossissement, permettant l'observation dans le plan (XZ) de la microstructure des aiguilles α' présentes dans les échantillons : a) « ech.0_P100 », b) agrandissement de la zone repérée par des pointillés sur la micrographie (a), c) « ech.0_P300 » et d) agrandissement de la zone repérée par des pointillés sur la micrographie (c).

Sur les Figure 70a et c, on observe des aiguilles secondaires, plus petites et plus fines que les aiguilles α' primaires. Sur les Figure 70b et d, des aiguilles α' tertiaires sont visibles et de taille réduite par rapport aux aiguilles secondaires. Cette organisation hiérarchique des aiguilles est également observée dans la littérature. Elle s'explique par les cycles thermiques successifs que voit la matière, couplés aux défauts cristallographiques (macles, dislocations...) permettant d'accommoder les contraintes thermiques [36]. Cependant, les aiguilles α' ne sont pas très ordonnées contrairement à ce que Yang et al. ont observé dans leur étude [36]. Les aiguilles α' provenant d'un même grain de phase mère β et de la même famille, ne sont pas toujours parallèles. Egalement, un angle de 90° n'est pas systématiquement retrouvé entre les aiguilles α' d'une famille et celles d'une famille avec une hiérarchie proche. Cette remarque est surtout valable pour l'échantillon « ech.0_P100 » où cette organisation n'est pas ou peu présente. Dans le cas de l'échantillon « ech.0_P300 », en fonction de la colonne de phase mère β observée, ce type

Chapitre III

d'arrangement peut être retrouvé comme en témoigne la [Figure 71](#). Dans la littérature, il a été observé dans le plan (XY), une différence d'orientation des aiguilles α' en fonction de la zone de formation de α' par rapport au bain de fusion (zone de chevauchement ou zone centrale) [36]. Les aiguilles α' contenues dans les colonnes qui ont été formées dans une zone de recouvrement, sont attendues être moins bien ordonnées à cause d'une énergie plus faible fournie par le laser. Ceci, à mettre en relation avec la taille moyenne des grains originels de la phase mère β , viendrait corroborer que l'échantillon « ech.0_P100 » a reçu une énergie inférieure bien que la densité d'énergie volumique soit identique.

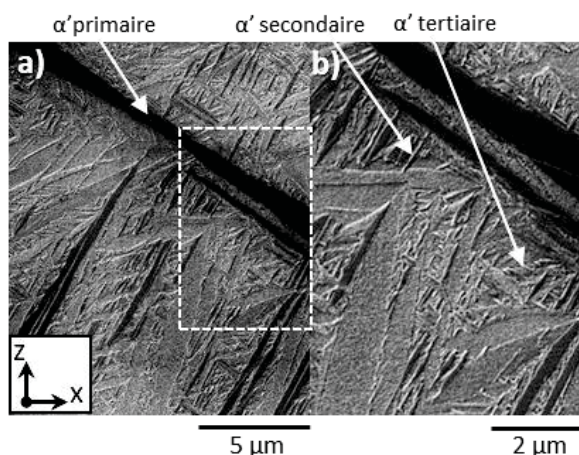


Figure 71 : Micrographies MEB en électrons secondaires et à fort grossissement, permettant a) l'observation de l'organisation hiérarchique dans le plan (XZ) de la microstructure des aiguilles α' présentes dans l'échantillon « ech.0_P300 » et b) l'agrandissement de la zone repérée par des pointillés dans la micrographie (a).

Les analyses par EBSD de ces deux échantillons sont montrées [Figure 72](#) à [Figure 75](#). La [Figure 72a](#) montre une cartographie des indices de confiance de la zone analysée par EBSD de l'échantillon « ech.0_P300 » dans le plan (XZ). La [Figure 72b](#) est la cartographie d'orientation des entités cristallographiques de la zone correspondante. Sa figure de pôles ([Figure 72d](#)) montre une faible texturation, que l'on peut imputer à un nombre important de variants que peut développer la phase α' (12 variants), comme observé par Simonelli et al. [186].

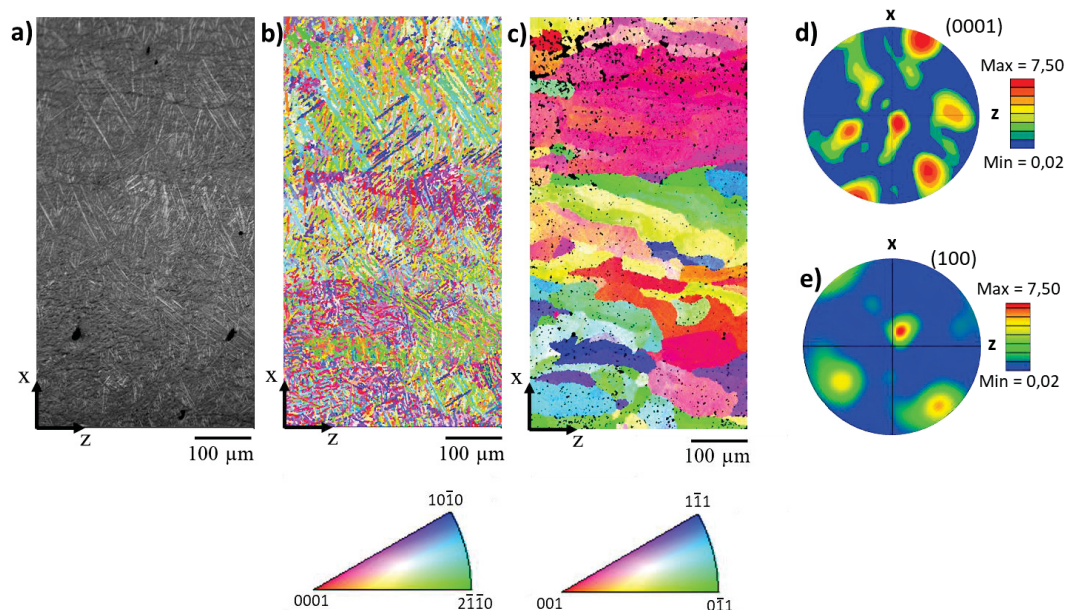


Figure 72 : a) Cartographie des indices de confiance de l'échantillon « ech.0_P300 » dans le plan (XZ) obtenue par EBSD, b) cartographie d'orientation correspondante et c) cartographie d'orientation reconstruite des grains de la phase mère β obtenue à partir des relations d'orientation existantes entre la phase mère β et la phase fille α' . Figures de pôles correspondantes : d) pour la phase α' de la cartographie (b) et e) pour la phase mère β reconstruite de la cartographie (c).

Chapitre III

A partir de cartographies d'orientation EBSD réalisées sur des échantillons après transformation de phases (c'est-à-dire après retour à la température ambiante de la pièce), il est possible de reconstruire les cartographies d'orientation de la phase parente. Différentes techniques existent, toutes reposant sur le principe de base énoncé par Humbert et al. en 1994 [231]. De manière pratique, on accède aux microtextures parentes en mesurant les désorientations locales dans la phase fille (α' dans notre cas) et en considérant les relations d'orientation entre la phase mère β et le nombre de variants développés par α' . Cette technique, très bien adaptée aux alliages de titane [232], est à la base du logiciel MERENGUE, utilisé dans le cadre de ce travail.

La cartographie d'orientation reconstruite des anciens grains de la phase mère β (Figure 72c) montre clairement une morphologie colonnaire de ces grains β (Figure 68a), orientés dans une direction proche de la direction Z d'élaboration des pièces. La figure de pôles correspondante est donnée Figure 72e.

La Figure 73a montre une cartographie des indices de confiance de la zone analysée par EBSD dans le plan (XZ), de l'échantillon « ech.0_P100 ». Les flèches noires indiquent la position des porosités. La Figure 73b est la cartographie d'orientation de la zone correspondante et la Figure 73d la figure de pôles correspondante. La texture obtenue est peu marquée. La cartographie d'orientation reconstruite des anciens grains de phase mère β (Figure 73c) montre une morphologie en zig-zag des colonnes β et avec une orientation qui alterne tous les 30 μm suivant Z. Cette alternance d'orientation semble suivre la stratégie de lasage utilisée : rotation de 90° des lignes de lasage entre chaque couche, et un angle de $\pm 45^\circ$ entre les lignes de lasage et les axes X et Y. Cette observation a également été relevée dans la littérature lorsqu'une stratégie de lasage rotative est utilisée [88]. Les colonnes conservent cependant une orientation globalement proche de la direction Z d'élaboration des pièces (Figure 73c). Dans le cas de l'échantillon « ech.0_P100 », l'épaisseur et la longueur des colonnes sont plus petites que pour l'échantillon « ech.0_P300 ». La figure de pôles (Figure 73e) met en évidence une texture bien moins marquée que dans le cas précédent. Dans ce cas, la plus faible densité d'énergie reçue par la matière engendrerait des bains de fusion de tailles moindres et donc des colonnes β de dimensions plus faibles.

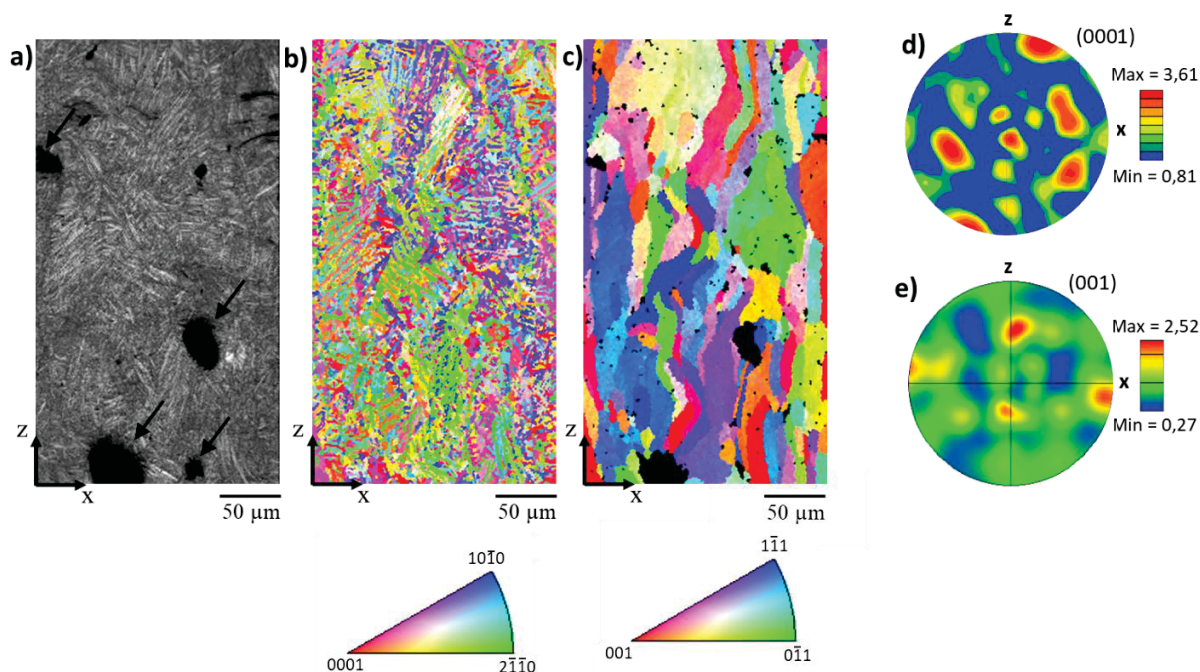


Figure 73 : a) Cartographie des indices de confiance de l'échantillon « ech.0_P100 » dans le plan (XZ) obtenue par EBSD, b) cartographie d'orientation correspondante et c) cartographie d'orientation reconstruite des grains de la phase mère β obtenue à partir des relations d'orientation existantes entre la phase mère β et la phase fille α' . Figures de pôles correspondantes : d) pour la phase α' de la cartographie (b) et e) pour la phase mère β reconstruite de la cartographie (c).

Chapitre III

La cartographie d'indices de confiance effectuée dans le plan (XY) de l'échantillon « ech.0_P300 » est présentée [Figure 74a](#). La cartographie d'orientation des entités α' de la zone correspondante est donnée [Figure 74b](#). La figure de pôles correspondante ([Figure 74d](#)) est faiblement texturée. La reconstruction des anciens grains de phase mère β ([Figure 74c](#)) montre une morphologie équiaxe des grains β dans le plan (XY), correspondant en réalité à la coupe transversale des colonnes de la phase mère β . La figure de pôles ([Figure 74e](#)) montre une texturation des colonnes β , où les plans de la famille (100) sont parallèles à l'axe Z et ont un angle de $\pm 45^\circ$ avec les axes X et Y, par rotation autour de l'axe Z. Cette texturation est à mettre en relation avec la morphologie colonnaire observée et la croissance préférentielle de la phase cubique β selon la direction $\langle 001 \rangle$ proche de la direction Z d'élaboration des pièces.

La cartographie d'indices de confiance effectuée dans le plan (XY) de l'échantillon « ech.0_P100 » est présentée [Figure 75a](#). Les porosités sont montrées par des flèches noires. La cartographie d'orientation de α' de la zone correspondante est donnée [Figure 75b](#). La figure de pôles correspondante ([Figure 75d](#)) montre une faible texture de cet échantillon. La reconstruction des anciens grains de phase mère β met en évidence une morphologie globalement équiaxe dans ce plan. La figure de pôles ([Figure 75e](#)) montre une texturation similaire à celle de l'échantillon précédent, où les plans de la famille (100) sont parallèles à l'axe Z, mais le phénomène est moins marqué.

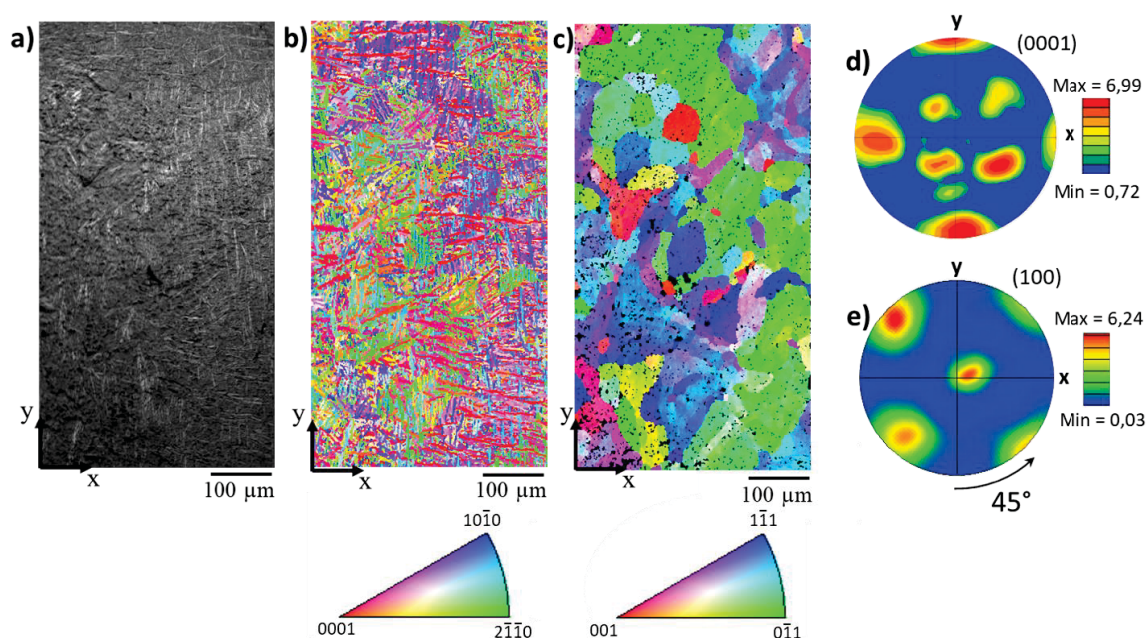


Figure 74 : a) Cartographie des indices de confiance de l'échantillon « ech.0_P300 » dans le plan (XY) obtenue par EBSD, b) cartographie d'orientation correspondante et c) cartographie d'orientation reconstruite des grains de la phase mère β obtenue à partir des relations d'orientation existantes entre la phase mère β et la phase fille α' . Figures de pôles correspondantes : d) pour la phase α' de la cartographie (b) et e) pour la phase mère β reconstruite de la cartographie (c).

Les [Figure 76a](#) et [Figure 76b](#) sont les graphes présentant l'évolution des désorientations des entités cristallographiques en fractions pour les échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 » dans le plan (XZ). Les faibles désorientations inférieures à 5° ne sont pas considérées. Dans les deux cas, quatre pics sont observés vers $10,5^\circ$, 60° , $63,5^\circ$ et 90° . La fraction des entités dont les angles sont compris entre 60° et $63,3^\circ$ est de 35,8 % et 33,7 % respectivement, pour les échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 ». Selon le modèle de Burgers, les relations de désorientation entre paires de variants ayant un angle compris entre 60° et $63,26^\circ$ représentent théoriquement 72,8 % de la population [123]. En considérant l'aire totale sous les pics, la fraction des entités désorientées d'un angle compris entre 56° et 66° est de 67,4 % et 72,9 % respectivement. La transformation $\beta \rightarrow \alpha'$ suit donc globalement le

Chapitre III

modèle de Burgers même s'il existe un nombre important d'entités qui sont déviées de quelques degrés par rapport au modèle théorique.

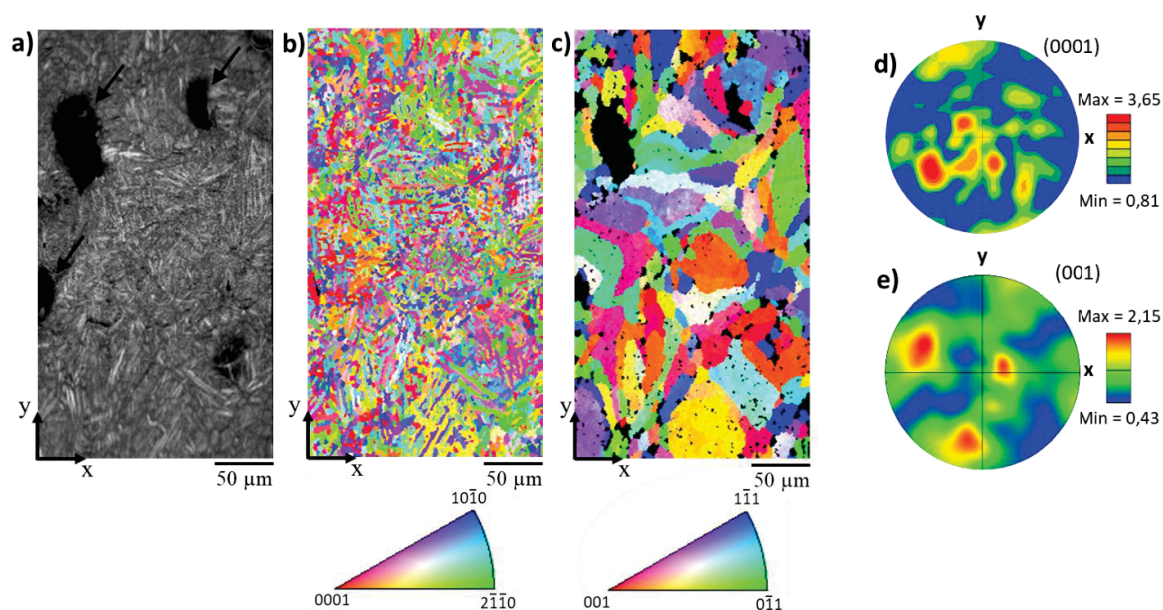


Figure 75 : a) Cartographie des indices de confiance de l'échantillon « ech.0_P100 » dans le plan (XY) obtenue par EBSD. Les flèches noires pointent les porosités. b) Cartographie d'orientation correspondante et c) cartographie d'orientation reconstruite des grains de la phase mère β obtenue à partir des relations d'orientation existantes entre la phase mère β et la phase fille α' . Figures de pôles correspondantes : d) pour la phase α' de la cartographie (b) et e) pour la phase mère β reconstruite de la cartographie (c).

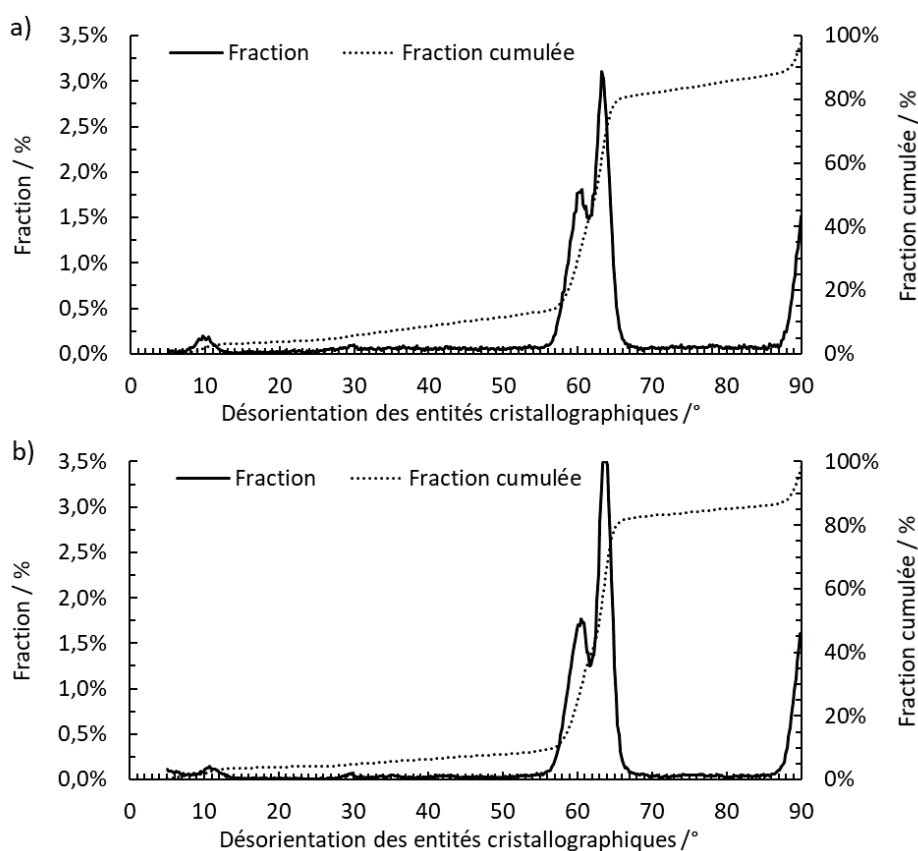


Figure 76 : Graphes représentant l'évolution des désorientations des entités cristallographiques dans le plan (XZ) des échantillons : a) ech.0_P100 et b) ech.0_P300.

1.2. Analyse des macles par microscopie électronique en transmission

Pour aller plus loin dans l'analyse microstructurale, des caractérisations par microscopie électronique en transmission ont été effectuées sur les échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 ».

1.2.1. Vue d'ensemble des échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 »

La [Figure 77a](#) et la [Figure 77b](#) mettent en évidence pour les échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 », la présence de lattes de martensite α' mais également d'une densité importante de défauts plans de type macle. On notera aussi la présence importante de dislocations dans ces échantillons qui n'ont subi aucun post-traitement ainsi que l'absence de grains résiduels α , contrairement à l'échantillon de référence.

1.2.2. Analyse fine par microdiffraction des électrons

Dans cette étude, nous avons voulu aller plus loin dans la caractérisation des macles formées par SLM pour une énergie de 45 J/mm^3 . Un exemple d'étude en champ sombre sur un échantillon « ech.0_P300 » ([Figure 78a](#)), permet de mettre en évidence la présence de macles fines en imagerie en champ clair (épaisseur variant de 20 à 200 nm).

Sur la [Figure 78b](#), deux réseaux de la phase α' sont représentés (en rouge et en bleu) et en axe de zone $[010]_{\alpha'}$. Le passage du réseau de la matrice (en bleu) à celui de la macle (en rouge) s'effectue par une rotation d'un angle de 57° autour de l'axe de zone $[010]_{\alpha'}$ commun aux deux réseaux. L'axe de désorientation est donc parallèle à la direction $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle_{\alpha'}$. Dans le rectangle jaune de la [Figure 78b](#), on observe la présence d'une ligne d'intensité diffuse (LID) perpendiculaire au plan de maclage. Elle passe par les réflexions $(101)_{\alpha'}$ et $(10\bar{1})_{macle}$. L'extrême finesse des macles observées explique le fait que cette LID soit continue. Il est possible d'identifier le plan de macle comme le plan commun aux deux réseaux : $\{10\bar{1}1\}_{\alpha'}$ c'est-à-dire $(101)_{\alpha'}$, indiqué par la ligne discontinue rouge dans le réseau réciproque (cliché de diffraction, [Figure 78c](#)) et par la ligne continue rouge dans le réseau direct (images en champ sombre, [Figure 78d](#) et [Figure 78e](#)).

La [Figure 78f](#) est une simulation de la structure de la matrice α' et de la macle en projection suivant la direction $[101]_{\alpha'}$. Une coïncidence parfaite des deux réseaux est obtenue au niveau du plan de maclage $(202)_{\alpha'}$ représenté par une ligne rouge continue. Les flèches rouges indiquent le passage de la matrice α' à la macle par cisaillement du réseau. La superposition des deux structures (matrice et macle, [Figure 78f](#)) permet de calculer le cisaillement dû au maclage par la relation :

$$s = 2d/h = 2\cot g(\phi/2) = 0,542, \text{ avec } \phi=61^\circ \quad (21)$$

D'autre part, l'interpénétration des 2 réseaux permet aussi l'identification d'un réseau de coïncidence ou CSL (Coïncidence Site Lattice) dont les vecteurs de base représentés sur la [Figure 79](#) sont :

$$\begin{aligned} \vec{V}_1 &= [\bar{6}06]_{\alpha'} // [60\bar{6}]_{macle} \\ \vec{V}_2 &= [11\ 00]_{\alpha'} // [605]_{macle} \\ \vec{V}_3 &= [010]_{\alpha'} // [010]_{macle} \end{aligned}$$

Les lignes rouges parallèles au plan de maclage, montrent que le mécanisme de cisaillement conduisant au maclage s'accompagne d'un réajustement des positions atomiques.

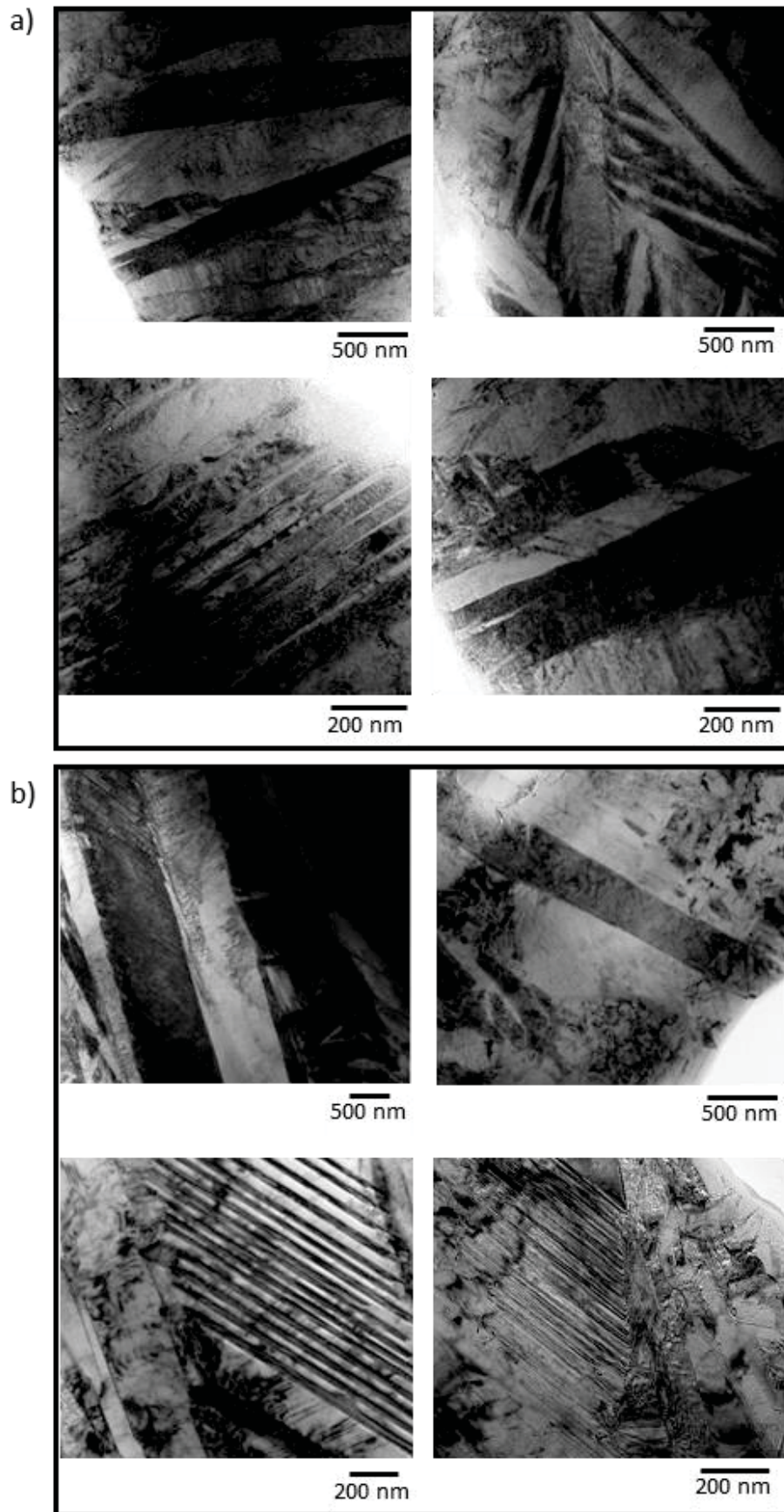


Figure 77 : Images MET en champ clair de la morphologie des grains α' des échantillons d'alliage TA6V étudiés : a) « ecb.0_P100 » et b) « ecb.0_P300 ».

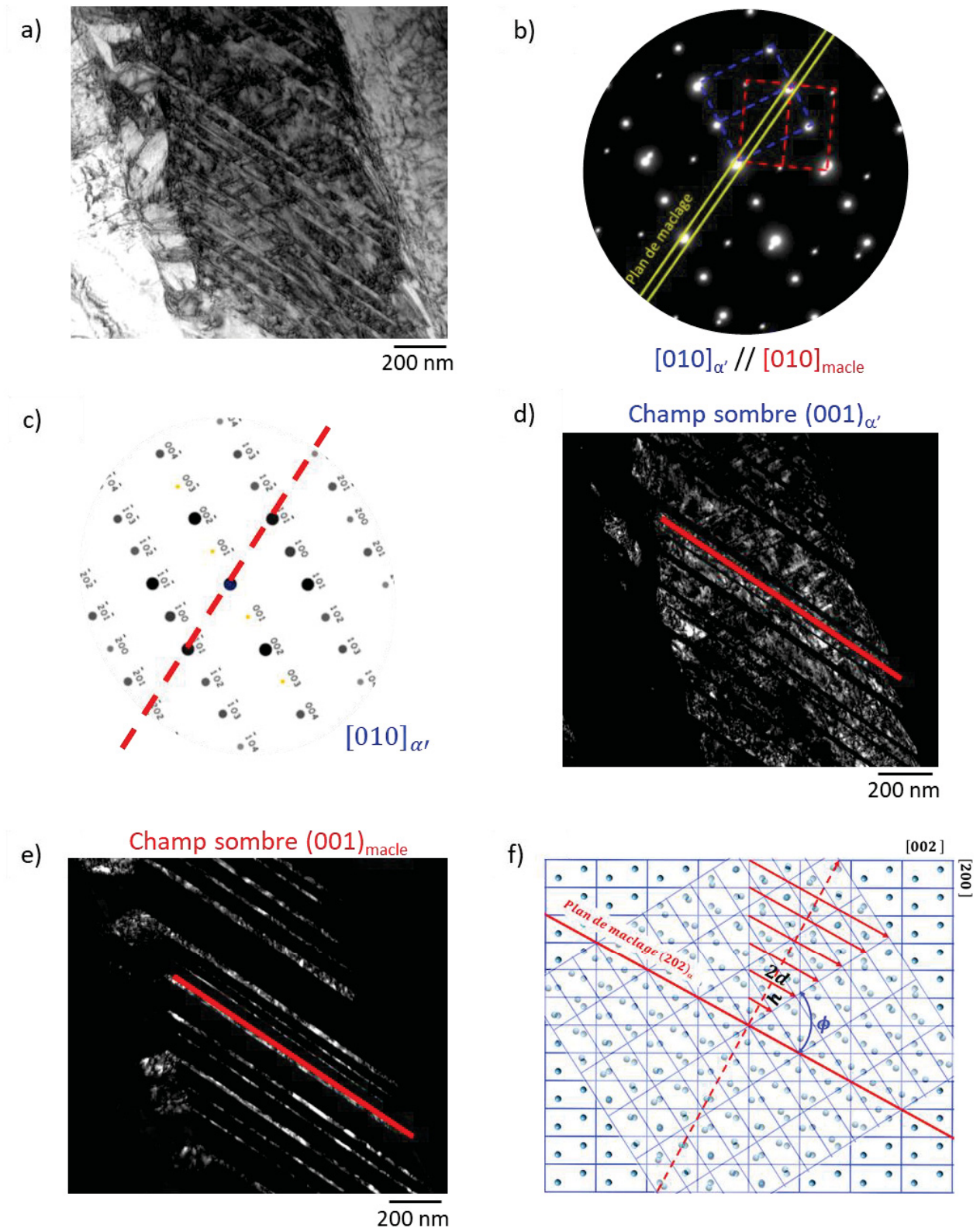


Figure 78 : Etude de l'échantillon « ecb.0_P300 » a) en champ clair, b) en diffraction des électrons, le cliché obtenu en sélection d'aire SAED sur cette latte et c) le cliché en axe de zone $[010]_{\alpha'}$ simulé avec le logiciel JEMS (les points jaunes sont les points de double diffraction sur ce cliché et la ligne en pointillés correspond au plan de maclé), d) et e) en champ sombre. La ligne rouge sur les images en champ sombre correspond au plan de maclage $(101)_{\alpha'}$. f) Simulation de la structure de la matrice α' et de la maclé en projection suivant la direction $[101]_{\alpha'}$.

Chapitre III

En considérant la matrice M_{CSL} suivante :

$$M_{CSL} = \begin{pmatrix} \bar{6} & 0 & 6 \\ 11 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}, \text{ on peut en calculer le déterminant : } \det(M_{CSL}) = 66.$$

Ce déterminant représente le nombre de mailles de la matrice ou de la macle contenues dans le CSL. C'est aussi le nombre de nœuds dans le CSL. Le volume de la maille du CSL vaut donc 66 fois celui de la matrice ou de la macle.

Le réseau réciproque de ce CSL, nommé DSC (Displacement Shift Complete), donne accès au réseau dont les vecteurs de base et/ou leurs combinaisons seraient les vecteurs de Burgers des dislocations, à l'interface entre la matrice et la macle. La matrice M_{DSC} est définie par :

$$M_{DSC} = \frac{1}{66} \begin{pmatrix} 0 & 6 & 0 \\ 0 & 0 & 66 \\ 11 & 6 & 0 \end{pmatrix}, \text{ et son déterminant par : } \det(M_{DSC}) = 1/66.$$

Les vecteurs de burgers des dislocations à cette interface matrice/macle sont alors :

$$\begin{aligned} \vec{b}_1 &= \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 11 & 11 & 0 \end{bmatrix}_{\alpha'} \\ \vec{b}_2 &= \begin{bmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}_{\alpha'} \\ \vec{b}_3 &= \begin{bmatrix} 1 & 1 & 0 \\ 6 & 11 & 0 \end{bmatrix}_{\alpha'} \end{aligned}$$

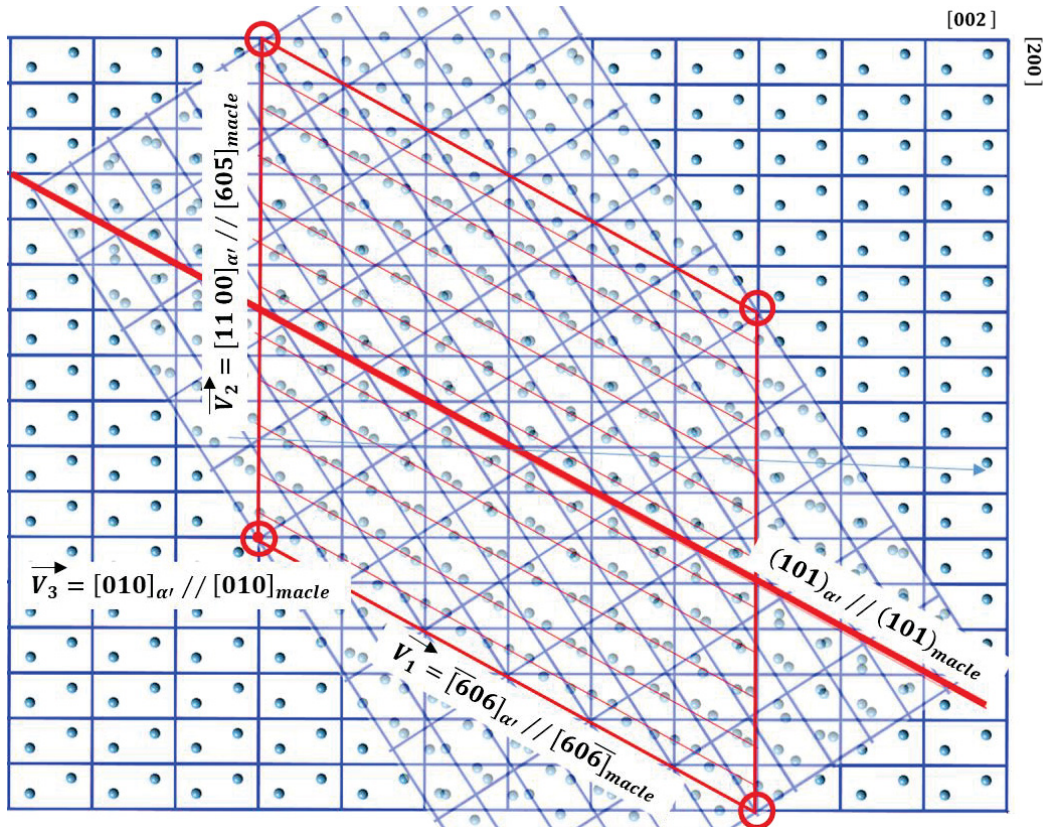


Figure 79 : Identification d'un réseau de coïncidence (CSL) dans l'échantillon « ech.0_P300 » dont les vecteurs de base sont $\vec{V}_1 = [\bar{6}06]_{\alpha'} // [60\bar{6}]_{macle}$, $\vec{V}_2 = [1100]_{\alpha'} // [605]_{macle}$ et $\vec{V}_3 = [010]_{\alpha'} // [010]_{macle}$.

Ce type de macle est donc $\{10\bar{1}1\} < \bar{2}\bar{1}\bar{1}1 >_{\alpha'}$ ou $\{10\bar{1}1\} < 2\bar{1}\bar{1}1 >_{\alpha'}$ avec une rotation de 57° autour de l'axe de zone $[\bar{1}2\bar{1}0]_{\alpha'}$ commun aux deux réseaux et un cisaillement dû au maillage de 0,542.

Chapitre III

De plus, l'unité de volume du réseau DSC étant égal à $1/\Sigma$ avec Σ le rapport entre le volume de la cellule unitaire CSL et celui de la maille élémentaire de α' , on peut calculer que :

$$\Sigma = \frac{\sqrt{36.a^2+36.c^2}.11a.a.\sin(120^\circ)}{2a.b.2c} = \frac{2754,31}{163,12} = 16,88 \approx 17,$$

avec $a = b = 2,95 \text{ \AA}$ et $c = 4,686 \text{ \AA}$. On a donc à faire à un joint spécial de type $\Sigma 17$.

On retrouve le même type de macles avec des caractéristiques similaires dans l'ensemble de l'échantillon « ech.0_P300 » (Figure 80). La désorientation autour de l'axe de zone $[010]$ est de 57° .

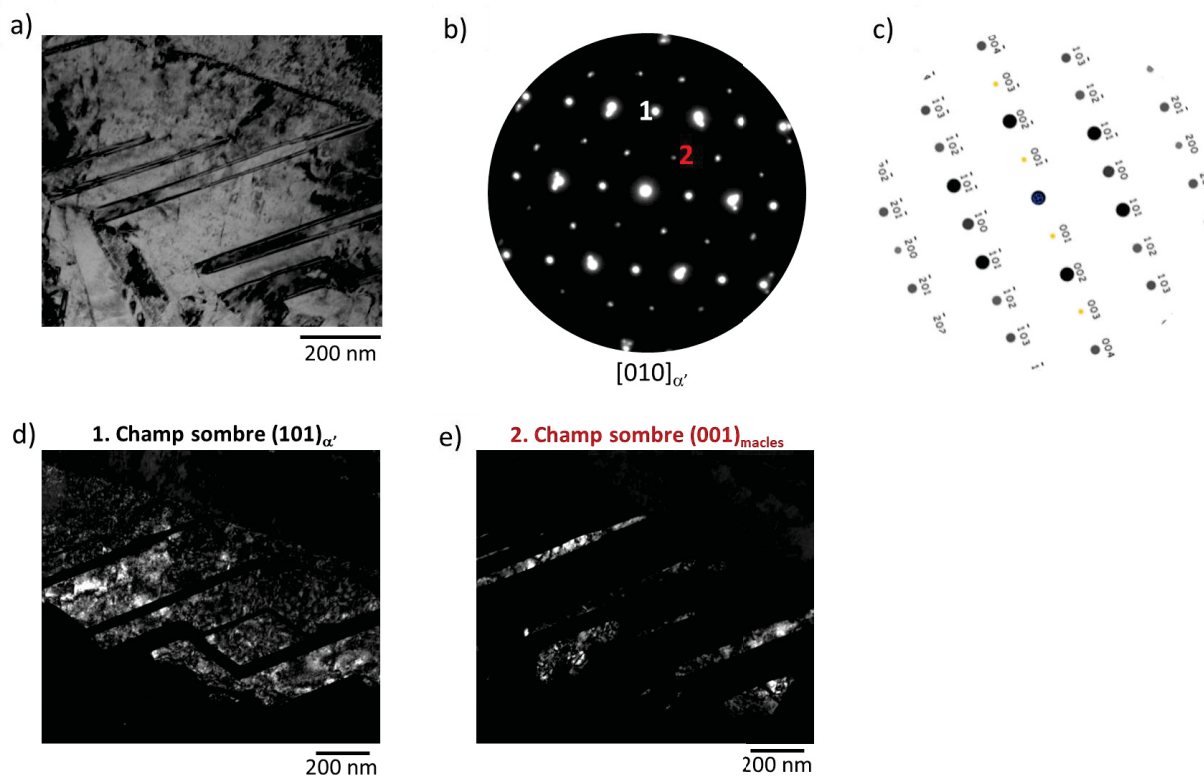


Figure 80 : Etude de l'échantillon « ech.0_P300 » a) en champ clair, b) en diffraction des électrons en sélection d'aire SAED, c) le cliché simulé en axe de zone $[010]_{\alpha'}$; d) et e) les images en champ sombre de la latte et des macles correspondant aux tâches 1 et 2 respectivement.

Pour l'échantillon « ech.0_P100 », élaboré avec la même densité d'énergie que l'échantillon « ech.0_P300 » mais des paramètres du procédé différents (Tableau 5), la même approche a été utilisée pour étudier le type de macle qu'il présente. Le passage du réseau de la matrice à celui de la macle se fait par une rotation d'un angle d'environ 57° autour de l'axe de zone $[100]_{\alpha'}$ c'est à dire $[2\bar{1}\bar{1}0]_{\alpha'}$ commun aux deux réseaux et similaire à l'axe de zone $[010]_{\alpha'}$ (Figure 81). Dans le rectangle jaune du cliché de diffraction (Figure 81b), une LID perpendiculaire au plan de maclage est également retrouvée. Elle passe par les réflexions $(0\bar{1}1)_{\alpha'}$ i.e. $(0\bar{1}11)_{\alpha'}$ et $(0\bar{1}\bar{1})_{\text{macle}}$ i.e. $(0\bar{1}1\bar{1})_{\text{macle}}$ (indiqué par la ligne rouge discontinue dans le réseau réciproque (Figure 81c) et par la ligne rouge continue dans le réseau direct (Figure 81a). Le plan de maclage commun aux deux réseaux est alors le plan $\{0\bar{1}11\}_{\alpha'}$ c'est-à-dire $(0\bar{1}1)_{\alpha'}$. La Figure 81d est une image en champ sombre permettant d'apprécier, la finesse des macles étudiées. Comme précédemment pour l'échantillon « ech.0_P300 », le même type de macle est retrouvé, c'est-à-dire : $\{0\bar{1}11\}\langle\bar{2}11\bar{1}\rangle_{\alpha'}$ ou $\{0\bar{1}11\}\langle 2\bar{1}\bar{1}\rangle_{\alpha'}$ avec une rotation de 57° autour de l'axe de zone $[2\bar{1}\bar{1}0]_{\alpha'}$ commun aux 2 réseaux et un cisaillement dû au maclage de 0,542 et un type de joint spécial $\Sigma 17$.

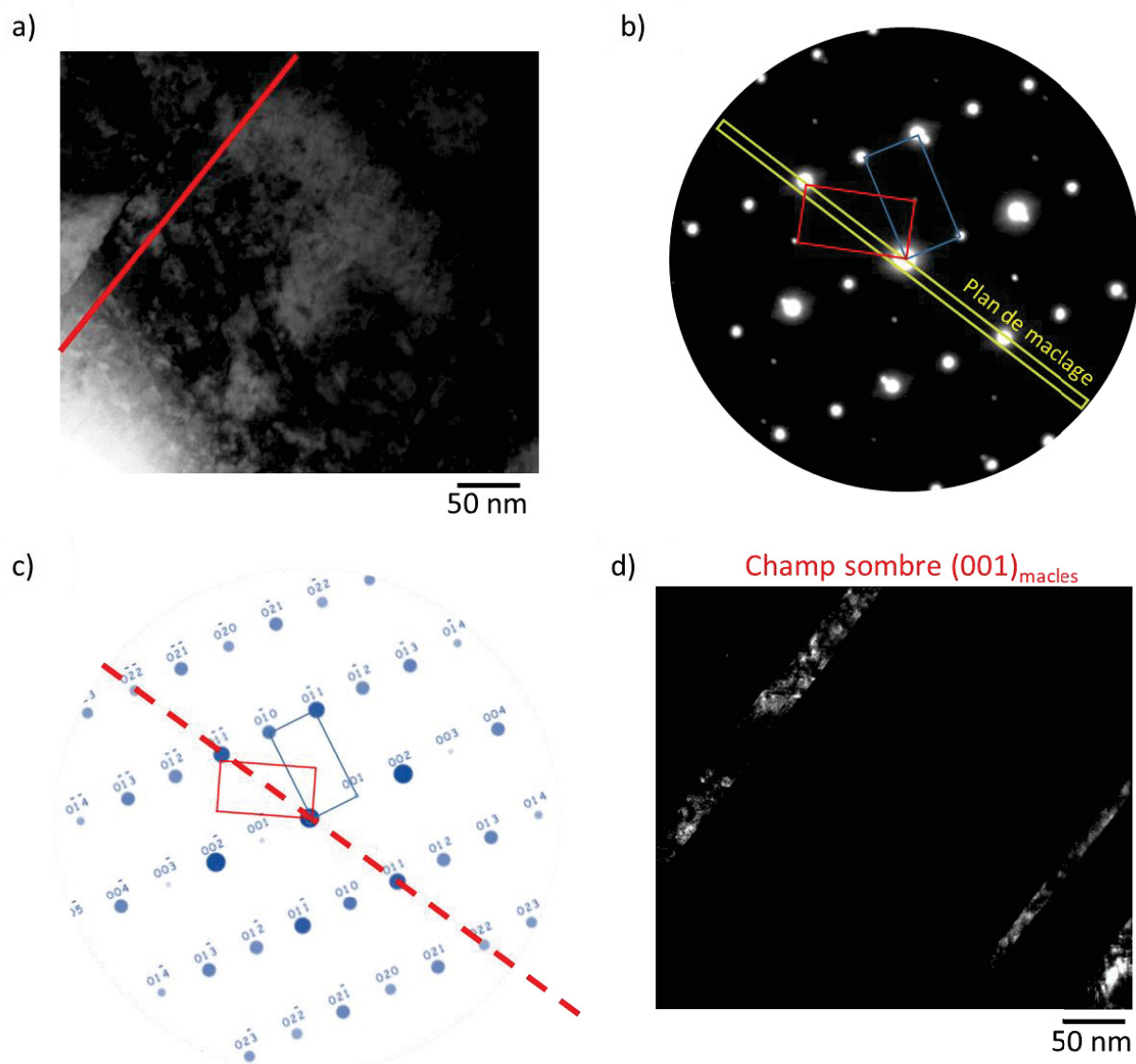


Figure 81 : a) Image MET de l'échantillon « ech.0_P100 » en champ clair mettant en évidence la présence de l'interface de la maclé étudiée, b) cliché de diffraction SAED autour de l'interface $[100]_{\alpha_1} // [100]_{\alpha_2}$ et c) simulation avec le logiciel JEMS, des clichés de diffraction en axe de zone. Les cercles en pointillés mettent en évidence les relations d'orientation et la flèche jaune, le plan parallèle à l'interface. d) La figure est une image MET en champ sombre selon (001).

Le même résultat est retrouvé dans d'autres zones telles que celle présentée sur la [Figure 82](#) avec comme information complémentaire qu'il existe une relation entre 4 des réseaux présents sur l'image. On obtient donc :

$$[100]_{\alpha_1} // [100]_{\alpha_2} // [111]_{\alpha_3} // [111]_{\alpha_4}$$

Ces réseaux se déduisent les uns des autres par des rotations autour de leurs axes de zones respectifs : 2 réseaux sont maclés autour de l'axe $[111]_{\alpha}$ (rotation de 53° avec $(20\bar{2})_{\alpha_3}$ parallèle à $(02\bar{2})_{\alpha_4}$ et 2 autres autour de l'axe $[100]_{\alpha}$ (rotation d'environ 60° avec $(02\bar{2})_{\alpha_1}$ parallèle à $(022)_{\alpha_2}$. On a donc :

$$(02\bar{2})_{\alpha_1} // (022)_{\alpha_2} // (20\bar{2})_{\alpha_3} // (02\bar{2})_{\alpha_4}$$

La rotation entre ces 2 réseaux de réseaux maclés est de 55° . L'interface (ligne continue en jaune sur les images en champ sombre de la [Figure 82](#)) est parallèle au plan $(010)_{\alpha_1}$ et $(\bar{1}\bar{1}2)_{\alpha_3}$ et donc $(01\bar{1}0)_{\alpha_1}$ et

Chapitre III

$(\bar{1}\bar{1}22)_{\alpha_3}$, (lignes en pointillés sur les clichés de diffraction). Elle est en fait un joint de grains entre 2 lattes qu'on appellera par la suite joint de latte.

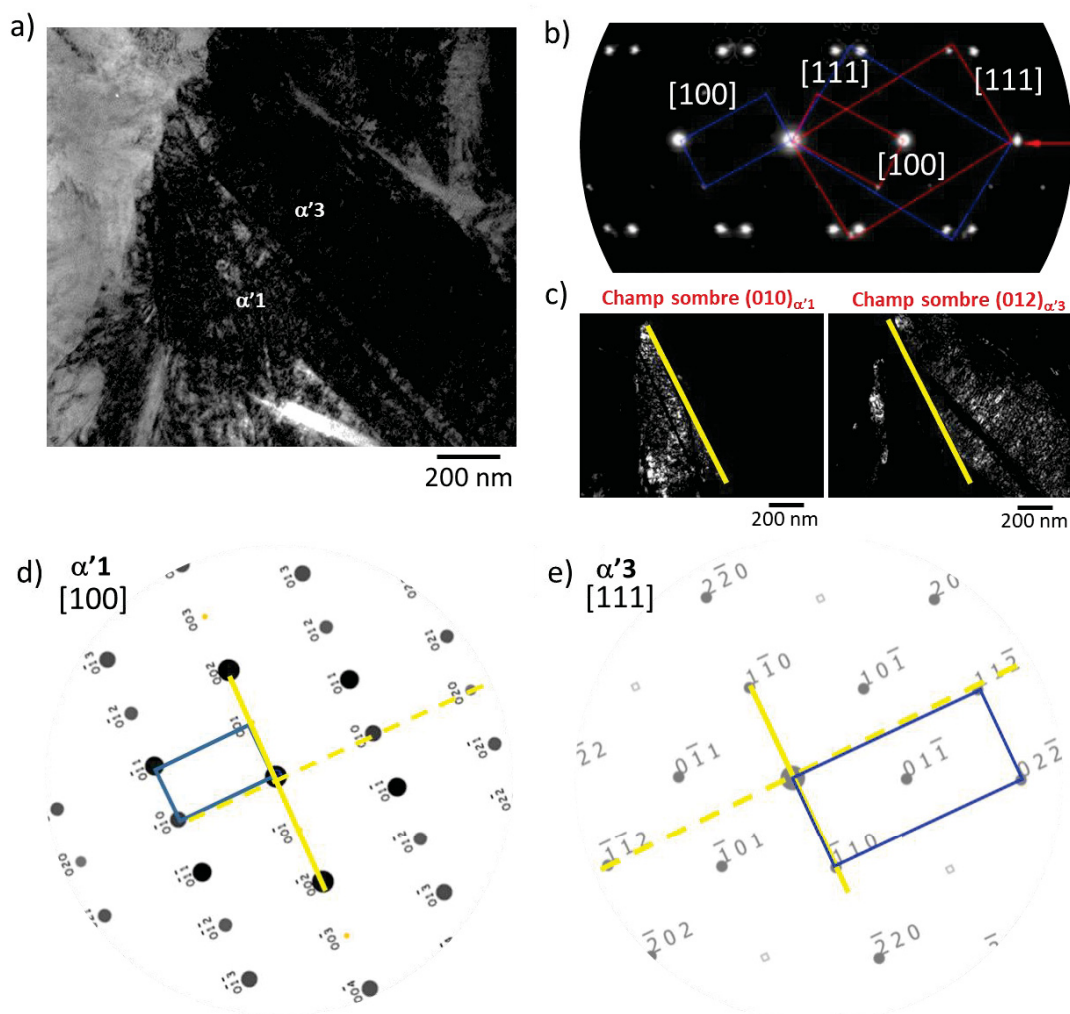


Figure 82 : a) Image MET de l'échantillon « ech.0_P100 » en champ clair d'une autre zone plus complexe contenant à la fois des macles et une interface entre 2 lattes (ligne jaune continue sur les images). b) Cliché de diffraction des électrons en SAED correspondant avec mise en évidence de 2 réseaux en position de maillage (rectangles rouges et bleus de différentes tailles). c) Images en champs sombre avec mise en évidence de l'interface entre les 2 réseaux maclés. d) et e) simulation avec le logiciel JEMS, des clichés de diffraction en axe de zone.

En se focalisant maintenant sur le type de macles rencontrées dans chacune des lattes α'_1 et α'_3 :

- Pour la latte contenant la macle α'_1 et α'_2 , l'interface est parallèle au plan $(010)_{\alpha_1}$. Elle correspond à une rotation de 57° autour de $[100]_{\alpha_1}$ ou $[10\bar{1}0]_{\alpha_1}$. On retrouve donc ici aussi des macles de type $\{0\bar{1}11\} <\bar{2}11\bar{1}>_{\alpha'}$ ou $\{0\bar{1}11\} <2\bar{1}\bar{1}1>_{\alpha'}$ avec une rotation de 57° autour de l'axe de zone $[2\bar{1}\bar{1}0]_{\alpha'}$, un cisaillement dû au maillage de 0,542 et un type de joint spécial $\Sigma 17$.
- Pour la latte contenant la macle α'_3 et α'_4 (Figure 83a), la macle consiste en une rotation de 63° autour de $[111]$ ou $[11\bar{2}1]_{\alpha_3}$. On a aussi noté, la présence d'une LID perpendiculaire à ce plan de maillage. Elle passe par les réflexions plan $(0\bar{1}1)_{\alpha_3}$ i.e. $(0\bar{1}1)_{\alpha_3}$ (indiqué par la ligne verte en tirets dans le réseau réciproque de la Figure 83b et par la ligne verte en trait continu dans le réseau direct de la Figure 83a) et $(\bar{1}01)_{\alpha_4}$ i.e. $(\bar{1}01)_{\alpha_4}$. On peut donc identifier le plan de macle comme le plan commun aux deux réseaux : $\{0\bar{1}11\}_{\alpha'}$ c'est-à-dire $(0\bar{1}1)_{\alpha'}$. En partant de la matrice M_{CSL} suivante :

Chapitre III

$$M_{CSL} = \begin{pmatrix} \bar{7} & \bar{7} & 11 \\ 7 & 1 & 0 \\ 1 & 1 & 1 \end{pmatrix}, \text{ on peut en calculer le déterminant : } \det(M_{CSL}) = 108.$$

Le volume de la maille du CSL vaut donc 108 fois celui de la matrice ou de la macle.

On a alors la matrice M_{DSC} suivante :

$$M_{DSC} = \frac{1}{108} \begin{pmatrix} 1 & 18 & \bar{11} \\ \bar{7} & 18 & 77 \\ 6 & 0 & 42 \end{pmatrix}, \text{ on peut en calculer le déterminant : } \det(M_{DSC}) = 1/108.$$

Ce type de macle est donc $\{01\bar{1}1\} \langle \bar{7} 21 14 11 \rangle_{\alpha'}$ ou $\{\bar{1}011\} \langle 11 14 \bar{1} 0 \rangle_{\alpha'}$ avec une rotation de 63° autour de l'axe de zone $[\bar{1}2\bar{2}1]_{\alpha'}$ commun aux deux réseaux et un cisaillement dû au maillage de 0,963.

De plus, l'unité de volume du réseau DSC étant égal à $1/\Sigma$ avec Σ le rapport entre le volume de la cellule unitaire CSL et celui de la maille élémentaire du α' , on peut calculer que :

$$\Sigma = \frac{\sqrt{49.a^2+49.b^2+121.c^2} \cdot \sqrt{49.a^2+b^2} \cdot \sin(63^\circ) \sqrt{a^2+b^2+c^2}}{2a.b.2c} = \frac{825.31}{163,12} = 5.06 \approx 5$$

Avec $a=b=2,95 \text{ \AA}$ et $c= 4,686 \text{ \AA}$. On a donc à faire à un joint spécial de type $\Sigma 5$.

On aurait alors comme vecteurs de burgers des dislocations à cette interface matrice / macle :

$$\begin{aligned} \vec{b}_1 &= \left[\frac{1}{108} \frac{1}{6} \frac{\bar{11}}{108} \right]_{\alpha'} \\ \vec{b}_2 &= \left[\frac{\bar{7}}{108} \frac{1}{6} \frac{77}{108} \right]_{\alpha'} \\ \vec{b}_3 &= \left[\frac{1}{18} 0 \frac{7}{18} \right]_{\alpha'} \end{aligned}$$

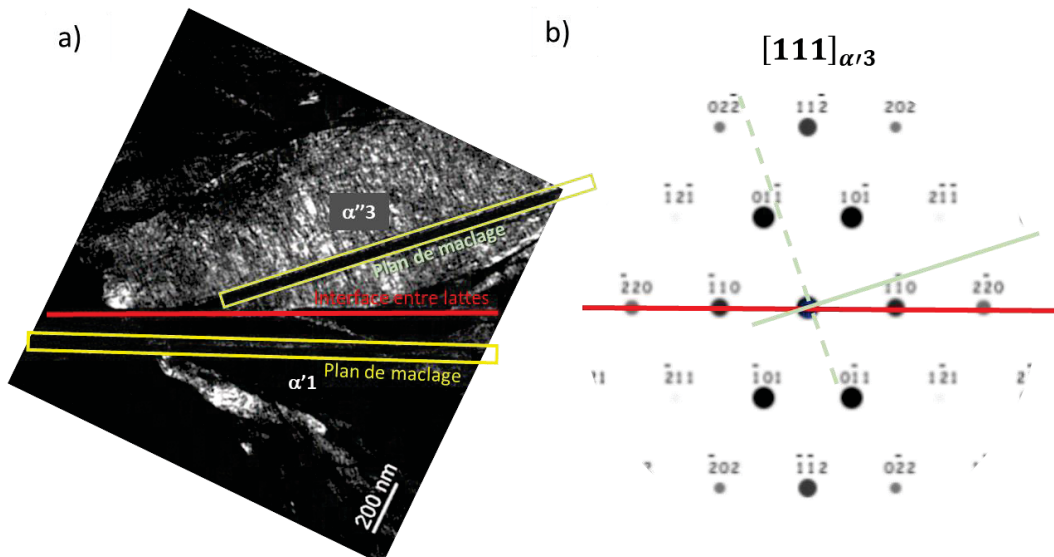


Figure 83 : a) Image MET de l'échantillon « ech.0_P100 » en champ sombre de la macle présente dans la latte $\alpha'1$. La ligne continue rouge est l'interface entre les 2 lattes étudiées sur les images en champs sombre et les rectangles jaunes et verts les plans de maillage dans chaque latte. b) Cliché de diffraction simulé avec le logiciel JEMS. Le grain $\alpha'1$ est représenté par une ligne en pointillés verts.

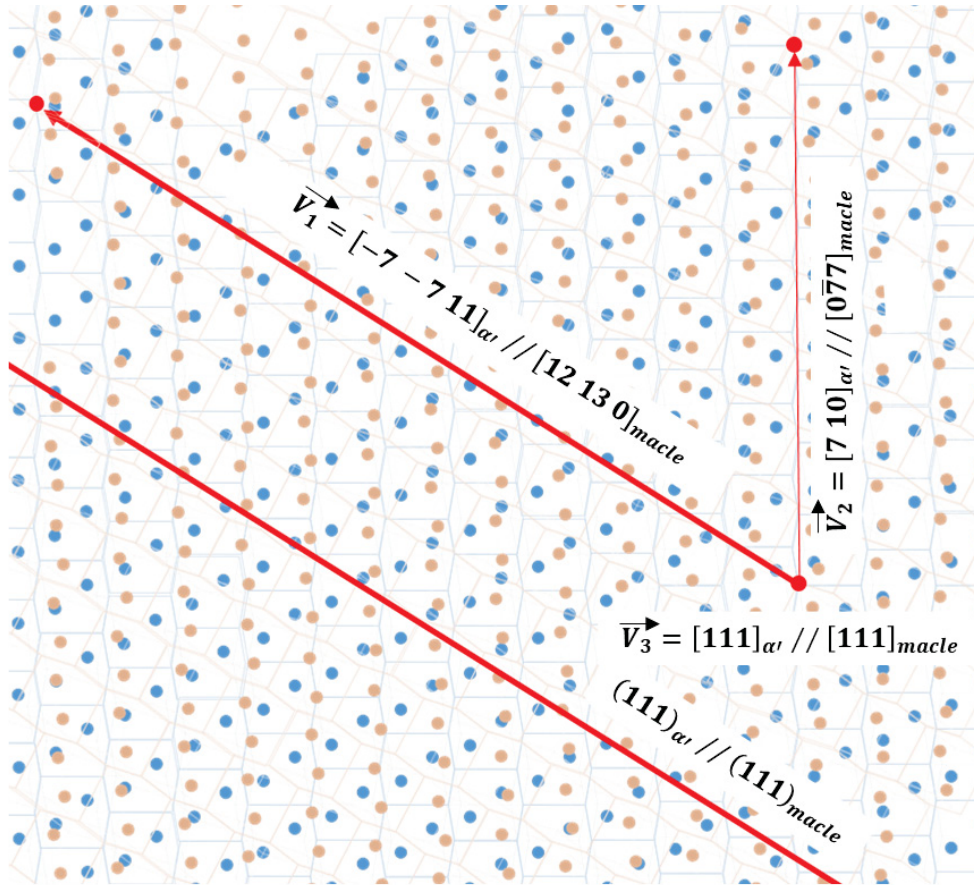


Figure 84 : Identification d'un réseau de coïncidence (CSL) dans un échantillon « ecb.0_P100 » (macle α'_3 et α'_4) dont les vecteurs de base sont $\vec{v}_1 = [\bar{7}\bar{7} 11]_{\alpha'} // [12 13 0]_{macle}$, $\vec{v}_2 = [7 10]_{\alpha'} // [077]_{macle}$ et $\vec{v}_3 = [111]_{\alpha'} // [111]_{macle}$.

Si maintenant, on se concentre de nouveau sur les lattes, on peut voir sur la [Figure 85a](#), l'image MET en champ clair de la matrice α' suivant l'axe de zone $[001]_{\alpha'}$ et le cliché de diffraction en sélection d'aire SAED associé ([Figure 85b](#)). La [Figure 85c](#) est la simulation du cliché de diffraction mettant en évidence le fait que l'axe de zone $[001]_{\alpha'_1}$ est parallèle à l'axe de zone $[321]_{\alpha'_2}$. L'analyse de la [Figure 85c](#) montre aussi qu'il existe des relations d'orientation entre les lattes (cercles en pointillés). On a donc :

$$\begin{aligned} & [001]_{\alpha'_1} // [321]_{\alpha'_2} \\ & (\bar{1}30)_{\alpha'_1} // (\bar{2}30)_{\alpha'_2} \\ & (300)_{\alpha'_1} // (11\bar{5})_{\alpha'_2} \end{aligned}$$

Comme précédemment, l'interface entre les deux lattes ($|\Delta\vec{g}|_{\alpha'_2}^{\alpha'_1} = |\Delta\vec{g}|_{01\bar{2}}^{110}$) est donnée dans l'espace direct par la normale au vecteur différence du réseau réciproque (flèche jaune sur la [Figure 85c](#)) qui est donc :

$$\vec{g}_{110} - \vec{g}_{01\bar{2}} \approx \vec{g}_{020}$$

L'interface entre les 2 lattes est alors parallèle au plan (020) ou $(02\bar{2}0)_{\alpha'}$.

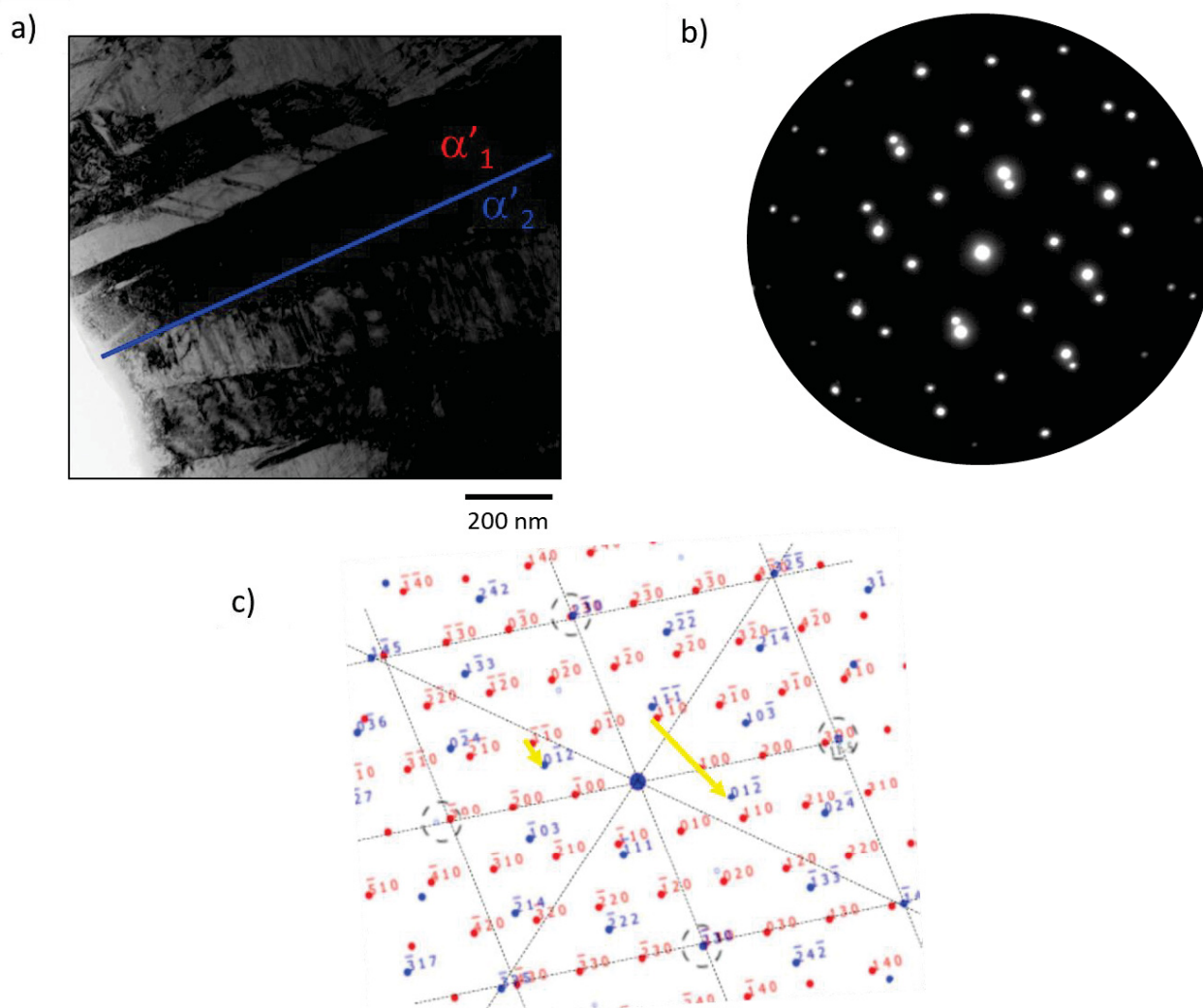


Figure 85 : a) Image MET de l'échantillon « ech.0_P100 » en champ clair mettant en évidence la présence des 2 lattes étudiées, b) cliché de diffraction SAED autour de l'interface entre les 2 lattes $[001]_{\alpha_1} // [321]_{\alpha_2}$ et c) simulation avec le logiciel JEMS, des clichés de diffraction en axe de zone de chacune des lattes ($[001]_{\alpha_1}$ et $[321]_{\alpha_2}$). Les cercles en pointillés mettent en évidence les relations d'orientation et la flèche jaune, le plan parallèle à l'interface.

Certaines zones de l'échantillon « ech.0_P100 » non post-traité sont bien plus complexes. Sur celle présentée [Figure 86a](#), on note la présence de lattes plus fines et enchevêtrées. Un autre type de relation d'orientation entre les lattes a été mis en évidence, comme on peut le voir sur la [Figure 86d](#). En effet, le cliché expérimental de la [Figure 86b](#), s'indexe en faisant des rotations autour d'un même axe de zone pour les 3 réseaux identifiés, à savoir l'axe de zone $[100]_{\alpha}$. Sur le cliché de diffraction simulé selon l'axe de zone $[100]_{\alpha}$, les 3 réseaux sont représentés par 3 rectangles de couleurs différentes (α_1 noir, α_2 bleu et α_3 rouge). Les réseaux se déduisent l'un de l'autre par une rotation de 60° par rapport à l'axe de zone $[100]_{\alpha}$. La relation qui relie ces 3 réseaux se traduit par les relations d'orientation suivantes :

$$\begin{aligned}
 & [100]_{\alpha_1} // [100]_{\alpha_2} // [100]_{\alpha_3} \\
 & (0\bar{2}1)_{\alpha_1} // (0\bar{1}7)_{\alpha_2} \\
 & (0\bar{2}\bar{1})_{\alpha_1} // (017)_{\alpha_3} \\
 & (0\bar{2}1)_{\alpha_2} // (0\bar{1}7)_{\alpha_3}
 \end{aligned}$$

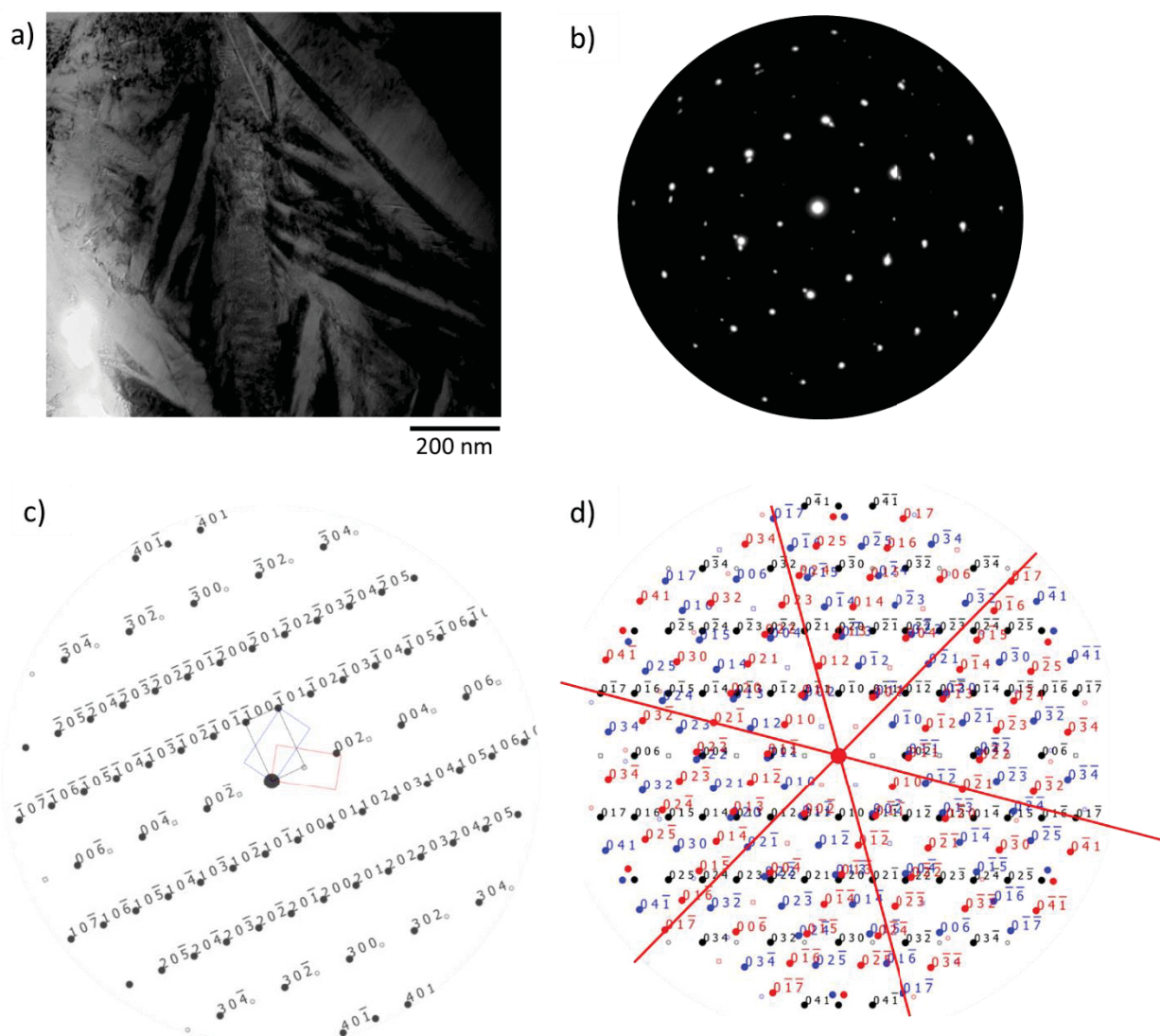


Figure 86 : a) Image MET en champ clair de l'échantillon « ech.0_P100 » et b) cliché de diffraction expérimental en SAED. c) Simulation avec le logiciel JEMS, du cliché de diffraction en axe de zone $[100]_{\alpha}$. Les 3 rectangles de couleurs différentes (α_1 noir, α_2 bleu et α_3 rouge) représentent 3 réseaux différents. d) Superposition de ces 3 réseaux suivant le même axe de zone, permettant d'identifier des relations d'orientation pour ces lattes.

1.2.3. Discussion

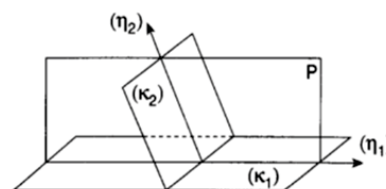
L'étude menée a permis d'identifier et de caractériser les macles présentes dans les échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 ». Dans les deux échantillons, on retrouve des macles de type $\{0\bar{1}11\} \langle \bar{2}11\bar{1} \rangle_{\alpha}$ ou $\{0\bar{1}11\} \langle 2\bar{1}\bar{1}1 \rangle_{\alpha}$ avec une rotation de 57° autour de l'axe de zone $[2\bar{1}\bar{1}0]_{\alpha}$, un cisaillement dû au maillage de 0,542 et un type de joint spécial $\Sigma 17$. Des macles de type $\{01\bar{1}1\} \langle \bar{7}211411 \rangle_{\alpha}$ ou $\{\bar{1}011\} \langle 1114\bar{1}0 \rangle_{\alpha}$ avec une rotation de 63° autour de l'axe de zone $[1\bar{2}\bar{2}1]_{\alpha}$ commun aux 2 réseaux, un cisaillement dû au maillage de 0,963 et un type de joint de type $\Sigma 5$, sont uniquement présentes dans l'échantillon « ech.0_P100 ». On ne peut pas en conclure avec certitude que les conditions d'élaboration relatives aux échantillons « ech.0_P100 » sont à l'origine d'un tel comportement. Des analyses complémentaires sur d'autres lames minces sont nécessaires pour s'assurer que l'on ne trouve pas de macles de type $\{01\bar{1}1\} \langle \bar{7}211411 \rangle_{\alpha}$ ou $\{\bar{1}011\} \langle 1114\bar{1}0 \rangle_{\alpha}$ dans l'échantillon « ech.0_P300 ». Il est intéressant de se demander si les systèmes de maillage retrouvés dans les échantillons élaborés par SLM sont ceux classiquement observés dans les phases hexagonales α et/ou α' du titane et/ou de l'alliage TA6V élaborés par des voies plus conventionnelles. Le maillage correspond à une réorientation cristallographique et conduit, selon le plan de macle, la direction et le sens du cisaillement, à une elongation ou à une compression dans la direction correspondant initialement à

Chapitre III

l'axe c. Certains systèmes de maclage apparaissent lorsque l'on sollicite l'axe c en tension, d'autres lors d'une compression de l'axe c. Ils sont nommés respectivement les systèmes de macles de traction (ou tension) et les systèmes de macles de compression. La cristallographie du maclage dans les systèmes hexagonaux a été très largement étudiée dans la littérature [233–241]. Le [Tableau 6](#) répertorie les principaux systèmes et leurs caractéristiques pour la phase hexagonale α -Ti.

Tableau 6 : *Systèmes de maclage principaux pour le α -titane [237,242]. K_1 et K_2 sont le plan de maclage et son plan réciproque. η_1 et η_2 sont la direction de maclage et sa direction réciproque. Les directions η_1 et η_2 ainsi que les normales des plans K_1 et K_2 sont toutes contenues dans le plan de cisaillement P.*

Type	K_1	η_1	K_2	η_2	Shear strain	Misorientation axis	Misorientation angle	Notation (i=1...6)
Compression twinning	$\{11\bar{2}2\}$	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	$\{\bar{1}\bar{1}24\}$	$\langle \bar{2}24\bar{3} \rangle$	0.22	$\langle \bar{1}100 \rangle$	$\sim 64^\circ$	C_1^I
	$\{11\bar{2}4\}$	$\langle \bar{2}24\bar{3} \rangle$	$\{\bar{1}\bar{1}22\}$	$\langle \bar{1}\bar{1}2\bar{3} \rangle$	0.22	$\langle \bar{1}100 \rangle$	$\sim 77^\circ$	C_1^{II}
Extension twinning	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle 10\bar{1}2 \rangle$	$\{\bar{1}013\}$	$\langle \bar{3}03\bar{2} \rangle$	0.09	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	$\sim 57^\circ$	C_1^{III}
	$\{10\bar{1}2\}$	$\langle \bar{1}011 \rangle$	$\{\bar{1}012\}$	$\langle 10\bar{1}1 \rangle$	0.18	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	$\sim 85^\circ$	T_1^I
	$\{11\bar{2}1\}$	$\langle \bar{1}\bar{1}26 \rangle$	$\{0001\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	0.63	$\langle \bar{1}100 \rangle$	$\sim 35^\circ$	T_1^{II}



La majorité des macles observées sont de type $\{11\bar{2}2\}$ lorsqu'elles se forment à basse température et plutôt de type $\{10\bar{1}1\}$ lorsqu'elles se forment à haute température. Pour l'alliage TA6V, on peut trouver des macles mécaniques mais principalement à température ambiante et dans des conditions très spécifiques. Quoi qu'il en soit, la communauté s'accorde à dire que cela est la conséquence de fortes déformations ou de forts taux de déformation [243–246]. Dans les 2 cas, les macles de tension de type $\{10\bar{1}2\}$ et de compression de type $\{10\bar{1}1\}$ ont été identifiées. Quant aux études relatives à la caractérisation des macles dans des alliages TA6V élaborés par SLM, elles sont peu nombreuses et peu documentées [173]. Les auteurs observent des macles dont les caractéristiques morphologiques et de tailles sont identiques aux nôtres. Ils concluent, sans analyse approfondie, qu'il s'agit principalement de macles de traction de type $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{1}012 \rangle$, caractérisées, comme en atteste le [Tableau 6](#), par un axe de désorientation $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$, un angle de désorientation de 57° et un cisaillement dû au maclage de 0,09.

Nos résultats montrent que les macles que nous avons caractérisées ne correspondent pas à celles observées classiquement dans le titane et ses alliages. Même si l'on retrouve un plan de maclage de type $\{10\bar{1}1\}$, les directions de glissement ainsi que les cisaillements importants déterminés (0,542 et 0,963) restent non conventionnels et, à notre connaissance, jamais observés antérieurement. Dans le cas particulier du procédé SLM, on peut supposer qu'ils sont le résultat de facteurs thermiques et mécaniques compte tenu des fortes vitesses de refroidissement impliquées et des incompatibilités de déformation induites par la transformation martensitique.

2. Analyse des porosités par tomographie X

Les échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 » ont été analysés par tomographie X afin de comparer la distribution et la morphologie des porosités, et d'identifier des marqueurs qui permettraient de discriminer leur mécanisme de formation.

2.1. Paramètres caractéristiques des porosités

Les porosités des deux échantillons sont représentées en vert par une vue isométrique ([Figure 87](#)), pour un volume analysé d'environ $2 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$. La fraction volumique et la densité de porosités sont respectivement de 0,48 % volumique et 1866 porosités par mm^3 pour l'échantillon « ech.0_P100 », et de 0,057 % volumique et 100 porosités par mm^3 pour l'échantillon « ech.0_P300 ». Dans cette représentation, aucun arrangement spécifique des porosités ne peut être clairement distingué.

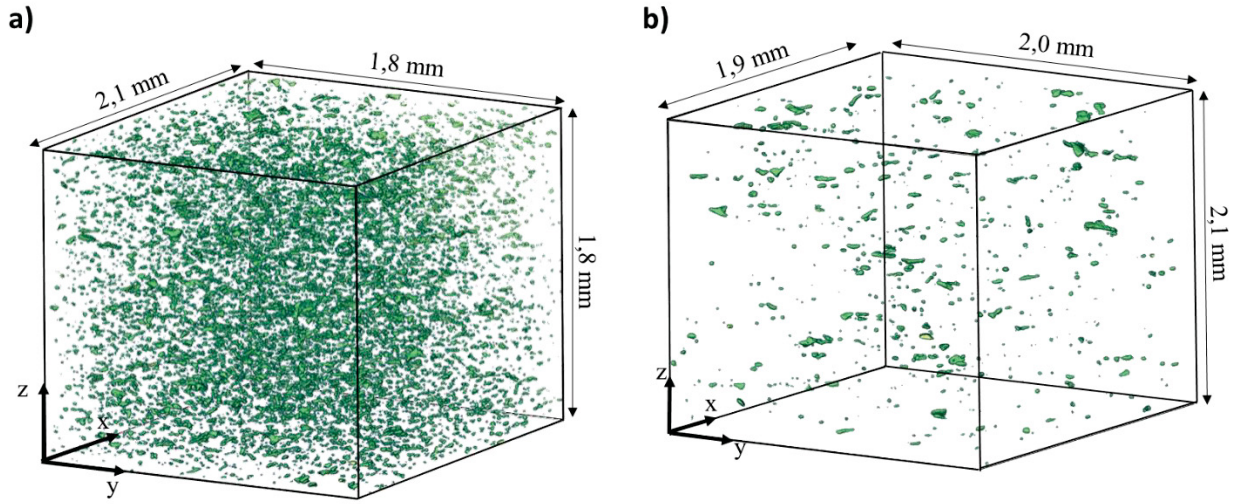


Figure 87 : Vues isométriques des porosités (représentées en vert) obtenues par tomographie X : a) « ech.0_P100 » et b) « ech.0_P300 ». La fraction volumique et la densité de porosités sont respectivement de 0,48 %Vol. et 1866 mm^3 ; et de 0,057 %Vol. et 100 mm^3 .

La distribution de tailles et de facteurs de forme des porosités pour chaque échantillon sont présentées Figure 88. Les porosités de l'échantillon « ech.0_P100 » ont un diamètre équivalent compris globalement entre $4 \mu\text{m}$ et $40 \mu\text{m}$ (Figure 88a), pour une taille moyenne de $12,4 \mu\text{m}$. Ils ont un facteur de forme compris entre 1 et 3 pour un facteur de forme moyen de 1,6 (Figure 88b). Un facteur de forme de 1 correspond aux porosités sphériques.

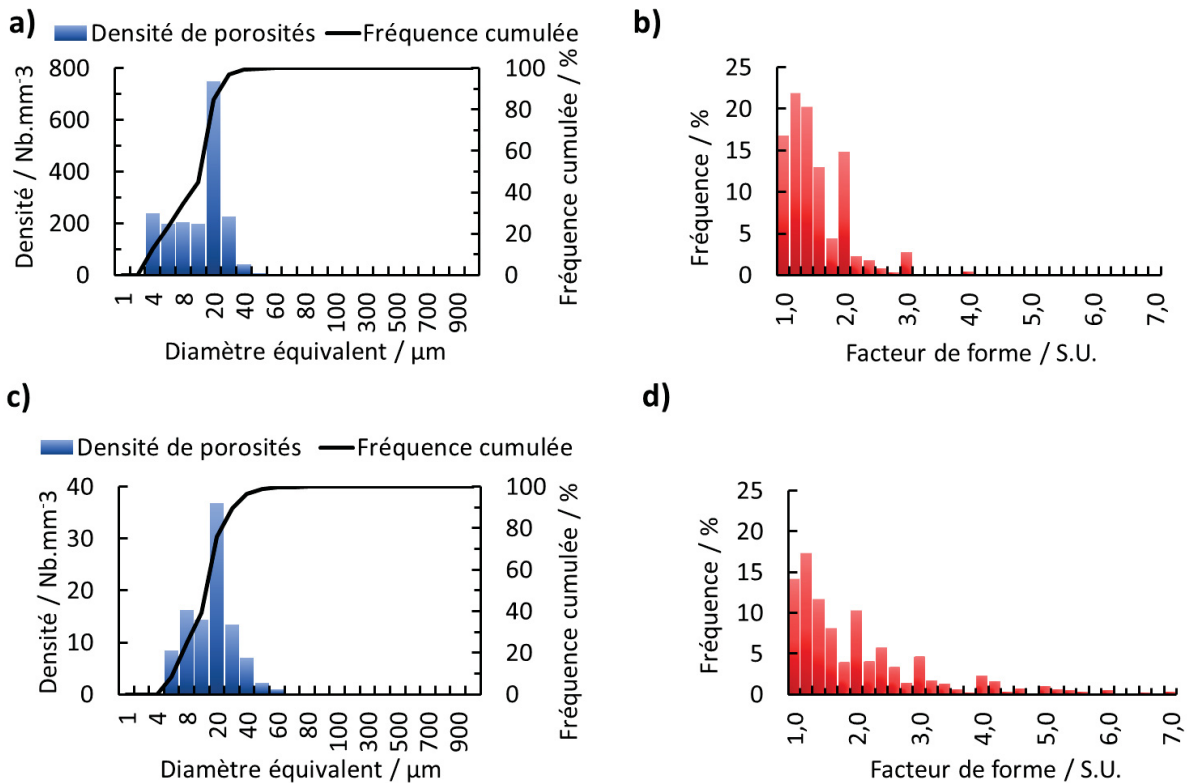


Figure 88 : Distribution de tailles et de facteurs de forme des porosités, respectivement de l'échantillon « ech.0_P100 » (a, b) et de l'échantillon « ech.0_P300 » (c, d). Le diamètre équivalent ϕ et le facteur de forme moyen F des porosités pour chaque échantillon est de respectivement $\phi = 12,4 \mu\text{m}$ et $F = 1,60$ (a, b); $\phi = 15,5 \mu\text{m}$ et $F = 2,3$ (c, d).

Bien qu'un grand nombre de porosités soient globalement sphériques, la majorité des porosités ont une morphologie allongée caractérisée par un facteur de forme supérieure à 1. Les porosités contenues dans l'échantillon « ech.0_P300 » ont une distribution de tailles comprise globalement entre 4 μm et 60 μm , pour un diamètre équivalent moyen mesuré de 15,5 μm (Figure 88c). Le facteur de forme est compris entre 1 et 6, pour un facteur de forme moyen de 2,3 (Figure 88d). Bien que les deux distributions analysées soient de type log-normale, celle relative aux porosités contenues dans l'échantillon « ech.0_P300 » est clairement plus étendue vers des facteurs de forme de valeurs plus importantes.

2.2. Répartition des porosités dans le plan (XY)

La stratégie de lasage a été modélisée en 3D sur le logiciel de conception assistée par ordinateur « Dassault systems – CATIA V5 » dont la vue isométrique est donnée Figure 89a. Les bandes jaunes et vertes peuvent représenter soit le chemin de passage du faisceau laser, soit les zones de recouvrement. Les bandes vertes qui font un angle de 45° avec l'axe X, appartiennent aux couches déposées impaires. Les bandes jaunes avec un angle de -45° , appartiennent aux couches paires.

La Figure 89b représente la vue dans le plan de lasage (XY) du modèle. Le schéma formé par les bandes jaunes et vertes superposées, est un motif en forme de grille caractérisé par l'espacement entre deux lignes de lasage « h » et un angle de 90° entre les directions de lasage. Les vues isométriques de la Figure 87 ne laissant entrevoir aucun arrangement particulier des porosités en 3D, nous avons décidé de les projeter dans le plan (XY).

Les résultats obtenus sont montrés sur la Figure 89c et la Figure 89d. Dans le cas de l'échantillon « ech.0_P100 », il apparaît très clairement que la répartition des porosités dans le plan (XY) décrit le même motif que celui de la stratégie de lasage (Figure 89c). L'espacement de lasage ($h = 70 \mu\text{m}$) et l'angle entre les directions de lasage correspondent parfaitement. Nous montrons qu'il existe un lien biunivoque entre la répartition des porosités et la stratégie de lasage.

L'analyse de la situation dans le cas de l'échantillon « ech.0_P300 » est rendue plus difficile du fait d'une faible quantité de porosités (Figure 89d).

2.3. Répartition des porosités dans le plan (YZ) et (YZ) + 45°

La projection dans le plan (YZ) de la représentation 3D de la stratégie de lasage ou des zones de recouvrement, est maintenant comparée à la répartition des porosités dans le plan (YZ), et dans le plan (YZ) suivie d'une rotation de 45° autour de l'axe Z d'élaboration des pièces (Figure 90). Pour plus de clarté, une flèche orange (Figure 89b) montre la direction perpendiculaire au plan des Figure 90b, d et f. Ces représentations donnent des informations sur la répartition des porosités par rapport à la stratégie de lasage et à l'axe Z d'élaboration des pièces. La Figure 90a montre la vue dans le plan (YZ) de la représentation 3D de la stratégie de lasage (chemin de passage du laser et zones de recouvrement), et la Figure 90b, sa rotation de 45° par rapport à l'axe Z. Les Figure 90c et Figure 90e sont respectivement, la projection des représentations 3D des porosités des échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 », et les Figure 90d et Figure 90f, leur rotation de 45° par rapport à l'axe Z.

Dans la Figure 90a, les bandes remplissent complètement la surface projetée dans le plan (YZ). Dans l'hypothèse d'une répartition aléatoire des porosités dans la surface des bandes, aucun arrangement particulier ne serait observé dans ce plan. C'est le cas de l'échantillon « ech.0_P100 » comme le montre la Figure 90c.

Au contraire, un alignement des porosités semble être présent dans le cas de l'échantillon « ech.0_P300 » (Figure 90e). Il est intéressant de remarquer que la distance entre les lignes est un multiple de l'épaisseur des lits de poudre déposés (60 μm). Ces observations montrent que dans ce cas, la majorité des porosités ne se forment pas de façon aléatoire à l'intérieur des bandes, mais à une profondeur presque constante depuis de la surface des lits de poudre.

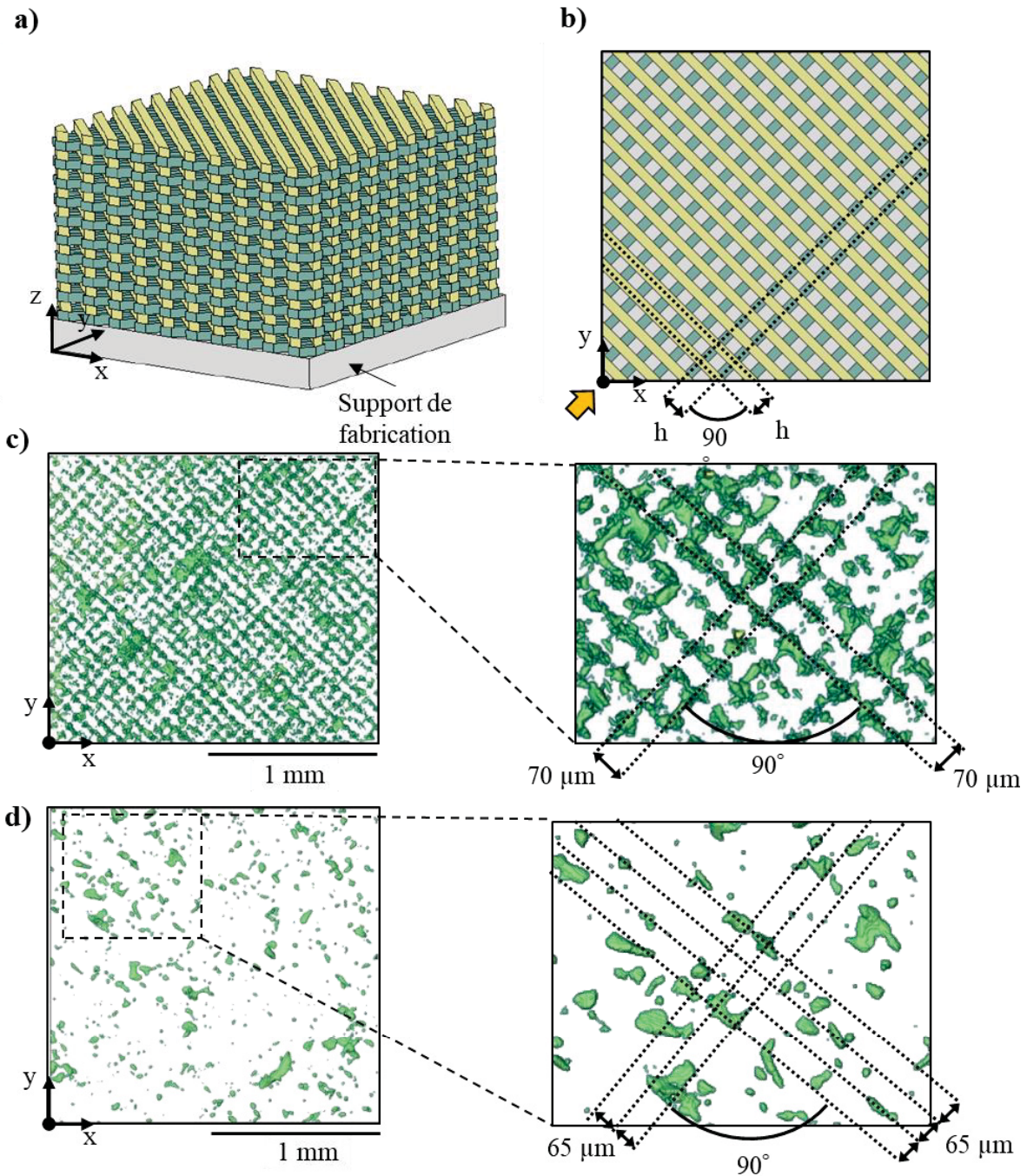


Figure 89 : a) Représentation 3D de la stratégie de lasage. Les bandes vertes qui ont un angle de 45° avec l'axe X, appartiennent aux couches déposées impaires. Les bandes jaunes avec un angle de -45° , appartiennent aux couches paires. Les bandes vertes et jaunes peuvent représenter aussi bien le chemin du laser que les zones de recouvrement. « h » représente l'espacement entre deux lignes de lasage. b) Projection de la représentation 3D dans le plan de lasage (XY). Projections des porosités selon le plan (XY) et agrandissement de la zone délimitée par le carré en pointillés: c) « ech.OP_100 » et d) « ech.0_P300 ».

Dans le plan (YZ) suivie d'une rotation de 45° par rapport à l'axe z (Figure 90b), les bandes vertes du modèle ont une orientation orthogonale alors que les bandes jaunes ont une orientation parallèle au plan de projection. Par conséquent, la longueur projetée des bandes vertes sur le plan considéré est plus importante que celle des bandes jaunes, ce qui augmente la probabilité que les porosités soient situées sur les zones vertes (voir Figure 89b). De façon similaire, du fait de la géométrie 3D du modèle,

Chapitre III

plus la distance latérale depuis la ligne verticale discontinue est importante, plus la longueur projetée des bandes est diminuée, diminuant la probabilité que les bandes contiennent des porosités.

Ces remarques expliquent l'alignement vertical des porosités observé pour l'échantillon « ech.0_P100 » (Figure 90d) et la diminution de leur densité lorsque l'on s'approche des bords latéraux. La distance entre les lignes verticales de l'échantillon « ech.0_P100 » correspondent, encore ici, à l'espacement de lasage h , soit $70\mu\text{m}$.

Il est de nouveau difficile de statuer sur l'alignement vertical des porosités dans le cas de l'échantillon « ech.0_P300 » (Figure 90f), à cause de la faible quantité de porosités couplée à leur orientation dans le plan (XY).

L'ensemble de ces analyses, montre sans ambiguïté, le lien qui existe entre la stratégie de lasage et la distribution des porosités.

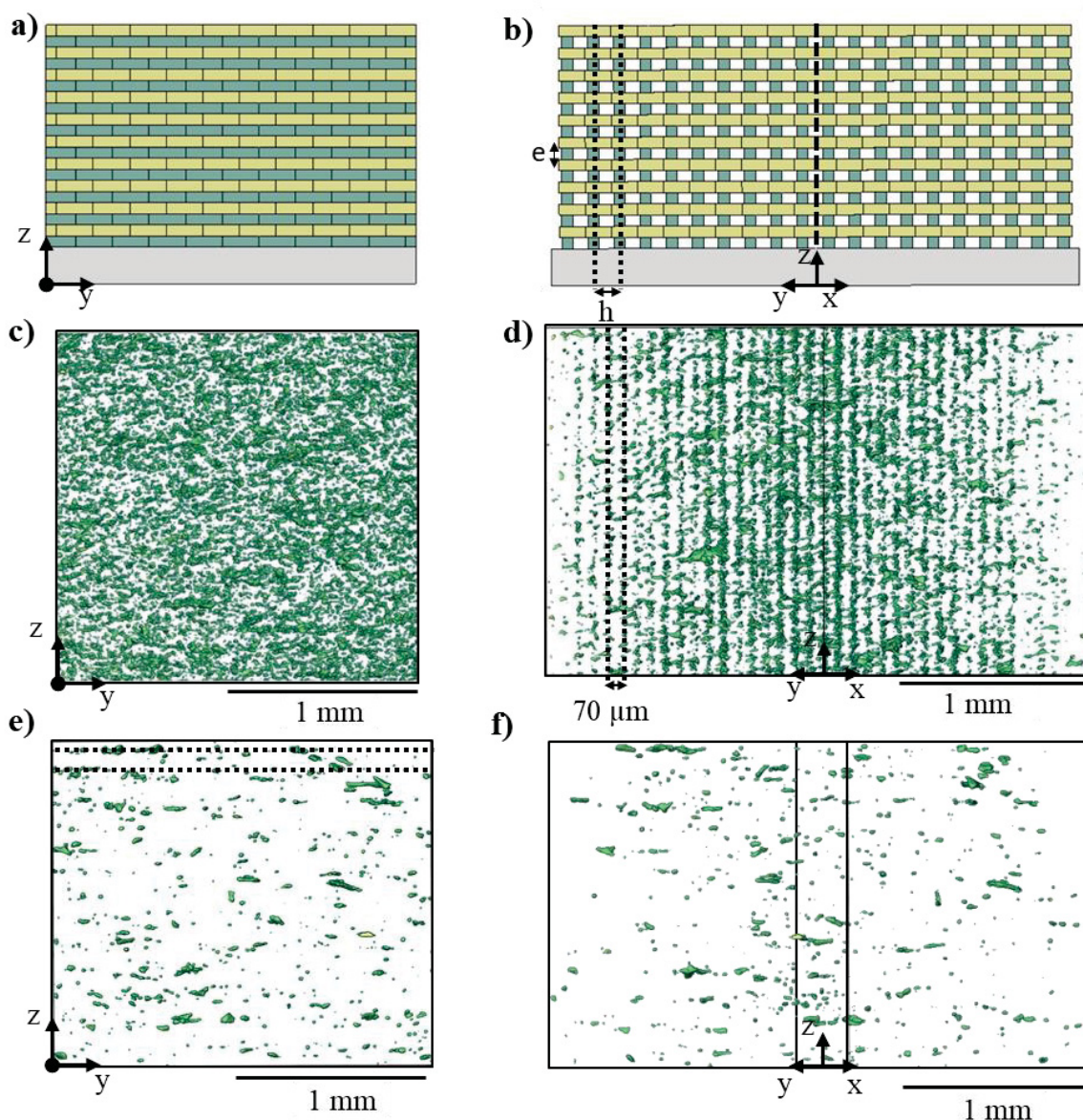


Figure 90 : a) Projection dans le plan (YZ) et b) dans le plan (YZ) suivie d'une rotation de 45° suivant l'axe Z, de la représentation 3D de la stratégie de lasage. Les bandes vertes et jaunes peuvent représenter aussi bien le chemin du laser que les zones de recouvrement. Projection de la représentation 3D des porosités de l'échantillon « ech.0_P100 » : c) dans le plan (YZ) et d) dans le plan (YZ) + 45° /Z». Projection de la représentation 3D des porosités de l'échantillon « ech.0_P300 » : e) dans le plan (YZ) et f) dans le plan (YZ) + 45° /Z. L'axe Z correspond à l'axe d'empilement des couches. « e » correspond à l'épaisseur de couche et « h » à l'espacement de lasage utilisés.

3. Mécanisme de formation des porosités : cas de l'échantillon « ech.0_P100 »

Dans cette partie, seul l'échantillon « ech.0_P100 » présentant une quantité de porosités appréciable est considéré. Il s'agit d'identifier précisément par une méthode originale, les phénomènes qui entrent en jeu dans la formation de ce type de porosités. Nous avons établi précédemment que la répartition des porosités décrit le même motif que celui imposé par la stratégie de lasage. A ce stade de l'étude, on ne peut cependant pas affirmer si les porosités sont localisées sur le chemin du laser ou dans les zones de recouvrement. La détermination de la position exacte des porosités par rapport au passage réel du laser est un prérequis essentiel si l'on veut discuter le mécanisme de formation des porosités. Dans ce qui suit, nous proposons une approche pour y parvenir.

3.1. Caractérisation de la dernière couche lasée

Dans un premier temps, la surface de la dernière couche lasée a été analysée (Figure 91). Sur la micrographie de la Figure 91a, on peut distinguer des traces de lasage correspondant aux bains de fusion après solidification. Une organisation linéaire est observée, conforme à la stratégie de lasage utilisée sur cette couche. Quelques porosités sont parfois observées à la jonction entre deux traces de lasage, correspondant à des zones de recouvrement. Un agrandissement (Figure 91b) permet de mettre en évidence des particules de poudre au niveau des aspérités et des particules isolées ayant subi une fusion incomplète. Des défauts de type « balling effect » sont également identifiables de par leur taille importante ($\sim 100 \mu\text{m}$) comparée à la taille de la poudre utilisée ($5\mu\text{m}$ à $25\mu\text{m}$). Ce type de défaut est produit par un mouillage insuffisant du bain liquide lorsqu'une énergie insuffisante est fournie par le laser [138].

Similairement au soudage laser, après son passage, le laser laisse dans certaines conditions, des traces circulaires derrière lui [133]. A partir des traces de lasage, le sens et la direction de passage du laser peuvent être identifiées comme indiqué par des flèches vertes sur la Figure 91b.

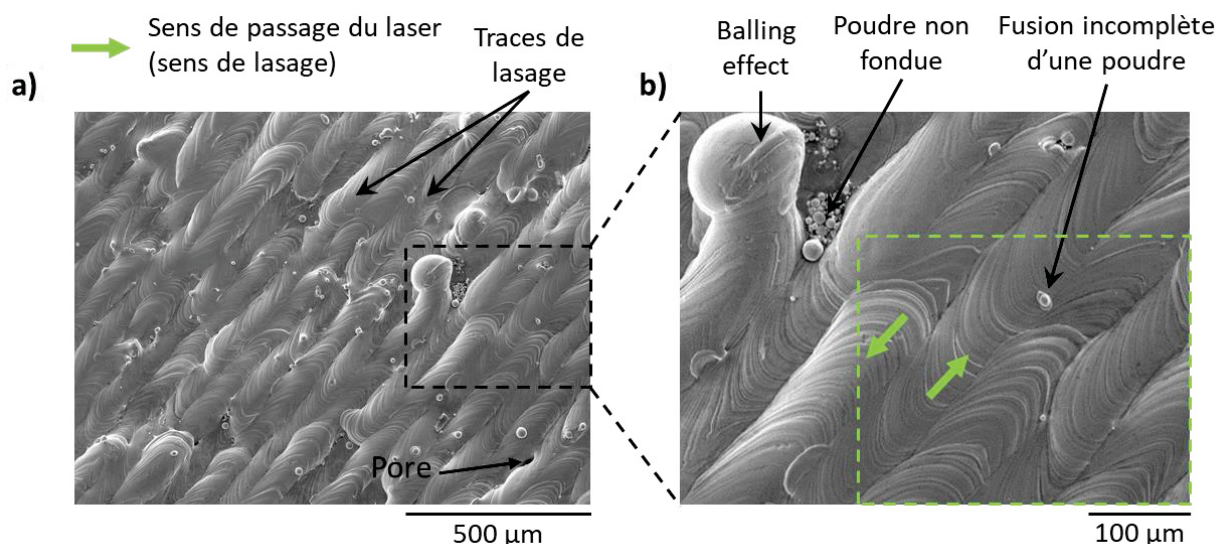


Figure 91 : a) Micrographie MEB en électrons secondaires, de la surface de la dernière couche lasée de l'échantillon « ech.0_P100 » et b) agrandissement de la zone définie par l'encadré en traits discontinus. Les flèches vertes indiquent le sens et la direction de passage du laser.

La Figure 92 est un agrandissement de l'encadré en lignes discontinues vertes de la Figure 91b. La trajectoire et le sens de passage du laser y sont indiqués par respectivement, des traits discontinus bleus et des flèches vertes. Pour déterminer la largeur maximale du bain de fusion, une première limite est définie par la ligne 1 rouge. En faisant l'hypothèse d'un bain de fusion symétrique, l'autre limite définie par la ligne 2 rouge, peut être placée. La largeur maximale du bain de fusion vaut alors $120 \mu\text{m}$.

Chapitre III

L'espacement entre deux lignes de lasage h correspondant à un paramètre du procédé, a été fixé à $70\ \mu\text{m}$. La zone de non recouvrement est alors de $10\ \mu\text{m}$ alors que la zone de recouvrement maximale définie par la zone verte, a une largeur de $50\ \mu\text{m}$. A partir de ces mesures, nous pouvons séparer les porosités en deux catégories : celles localisées sur une zone centrale de passage du laser et celles localisées sur une zone de recouvrement.

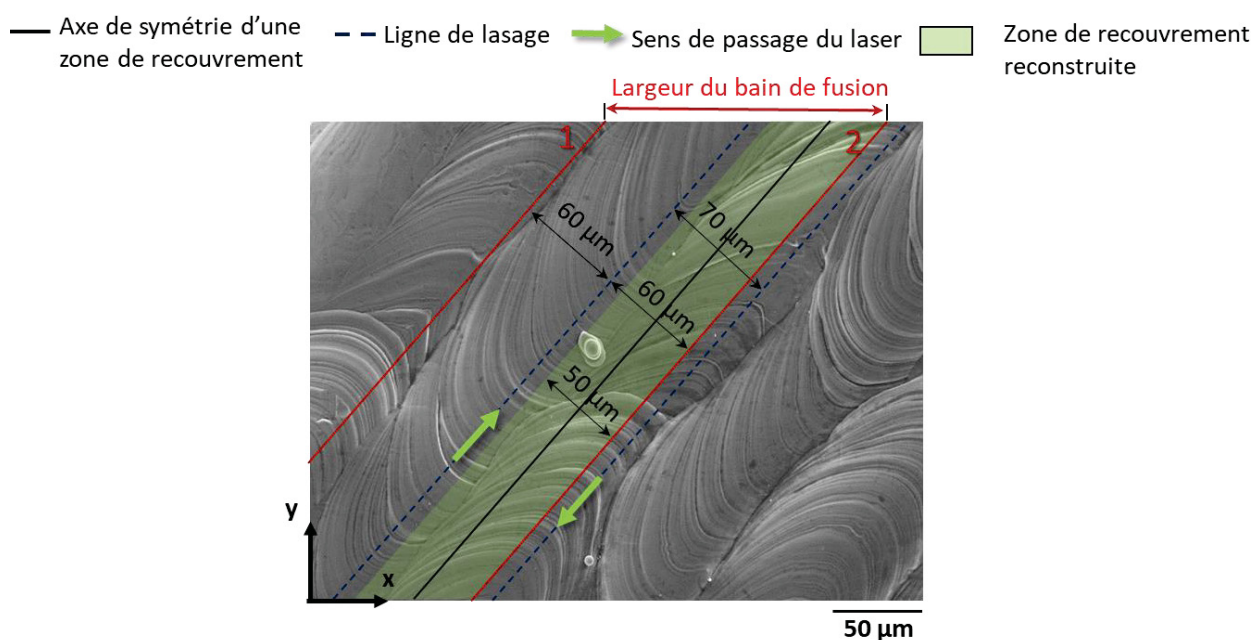


Figure 92 : Micrographie MEB de la zone définie par l'encadré en traits discontinus verts sur la Figure 91b. A partir de ces mesures, nous pourrions séparer les porosités localisées sur une zone centrale de passage du laser de celles localisées sur une zone de recouvrement.

3.2. Etude des porosités à partir des faciès de rupture

L'étude des porosités a également été effectuée à partir de faciès de rupture, dans le but de caractériser leur morphologie et leur position par rapport au laser, au cœur du matériau.

3.2.1. Identification des porosités et des lignes de lasage

La Figure 93a montre un faciès de rupture effectué après un essai de traction selon la direction Z d'élaboration des pièces. L'objectif est d'identifier les traces de lasage sur ce faciès. Pour que les traces de lasage soient visibles, la partie inférieure du faciès de rupture doit être observée. La présence de traces de lasage correspond à une discontinuité de la matière entre une couche N d'appartenance de la porosité et la couche précédente N-1 (Figure 93b).

A partir des traces de lasage, nous pouvons différencier les porosités du reste de la microstructure. Leur surface est repérée par les zones rouges (Figure 93a). A partir des traces de lasage contenues dans ces porosités, nous pouvons également en déduire le chemin de passage du laser (lignes discontinues bleues) et donc l'axe de symétrie des zones de recouvrement (lignes noires). Les porosités ne peuvent se situer que dans quatre zones distinctes (Figure 94), à savoir :

- la zone de recouvrement projetée de la couche N-1 (croix n°1),
- la zone de recouvrement de la couche N (croix n° 2),
- la zone commune de recouvrement de la couche N et projetée de la couche N-1 (croix n°3),
- la zone centrale (croix n°4).

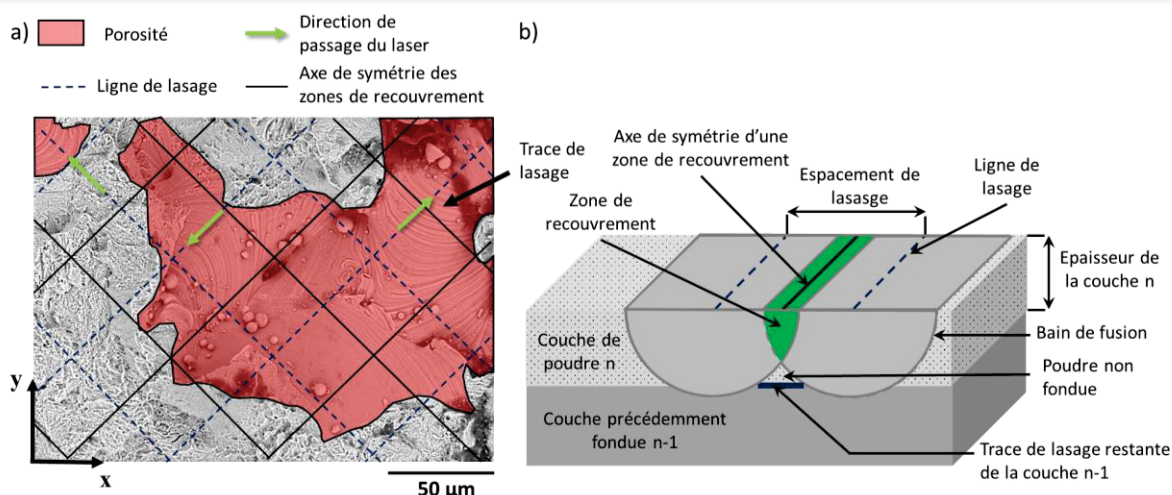


Figure 93 : Etude des porosités sur un faciès de rupture de l'échantillon « ecb.0_P100 » : a) méthode d'identification de la position des porosités observables en fonction de la stratégie de lasage, b) schéma explicatif en 3D permettant de mieux localiser ce qu'on observe en surface d'un faciès de rupture par rapport à ce qui se passe entre les couches fondues N-1 et N.

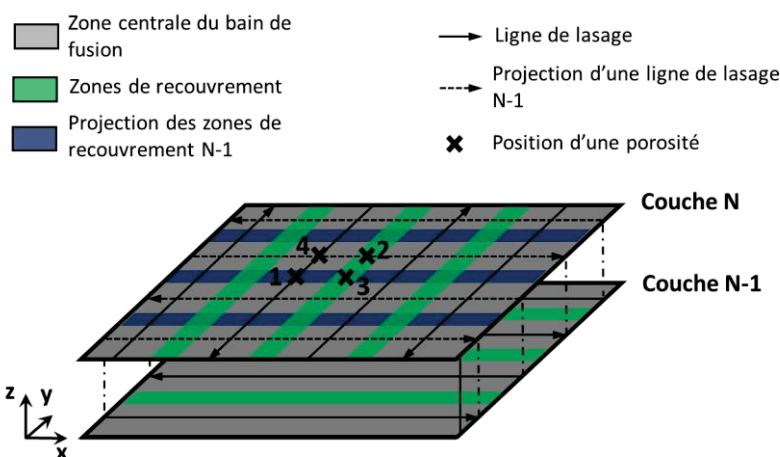


Figure 94 : Schéma en 3D permettant de visualiser uniquement les surfaces des couches N et N-1 afin de montrer les différentes localisations possibles des porosités par rapport au passage du laser et en fonction de leur couche d'appartenance. Seulement 4 cas sont possibles. Ils sont représentés par des croix : croix 1 = zone de recouvrement projetée de la couche N-1, croix 2 = zone de recouvrement de la couche N, croix 3 = zone commune de recouvrement à la couche N et projetée de la couche N-1 et croix 4 = zone centrale.

3.2.2. Position des porosités

La méthode décrite précédemment a été utilisée sur plusieurs micrographies d'un même faciès de rupture afin d'identifier les porosités et de les positionner par rapport aux lignes de recouvrement (Figure 95a). Pour placer les lignes de lasage avec plus de précision, leur position ont été ajustées à partir de porosités se situant aux extrémités de chaque micrographie (Figure 95b-d). Les résultats montrent que les porosités sont principalement alignées dans les zones de recouvrement et non sur le chemin de passage du laser.

Pour pouvoir identifier plus précisément la zone dans laquelle les porosités sont formées, il faut comparer la direction des lignes de lasage avec la position de chaque porosité individuellement. Pour chaque porosité, les traces de lasage contenues appartiennent à la couche N-1 précédemment formée (Figure 96a). Une couche N-1 est relative à la porosité considérée, la couche N étant sa couche de formation. Pour définir la position de la porosité par rapport au chemin de passage du laser pour chaque couche (N et N-1), il faut comparer le sens des traces de lasage contenues dans la porosité, aux directions de passage du laser correspondant à chacune des deux couches (Figure 96).

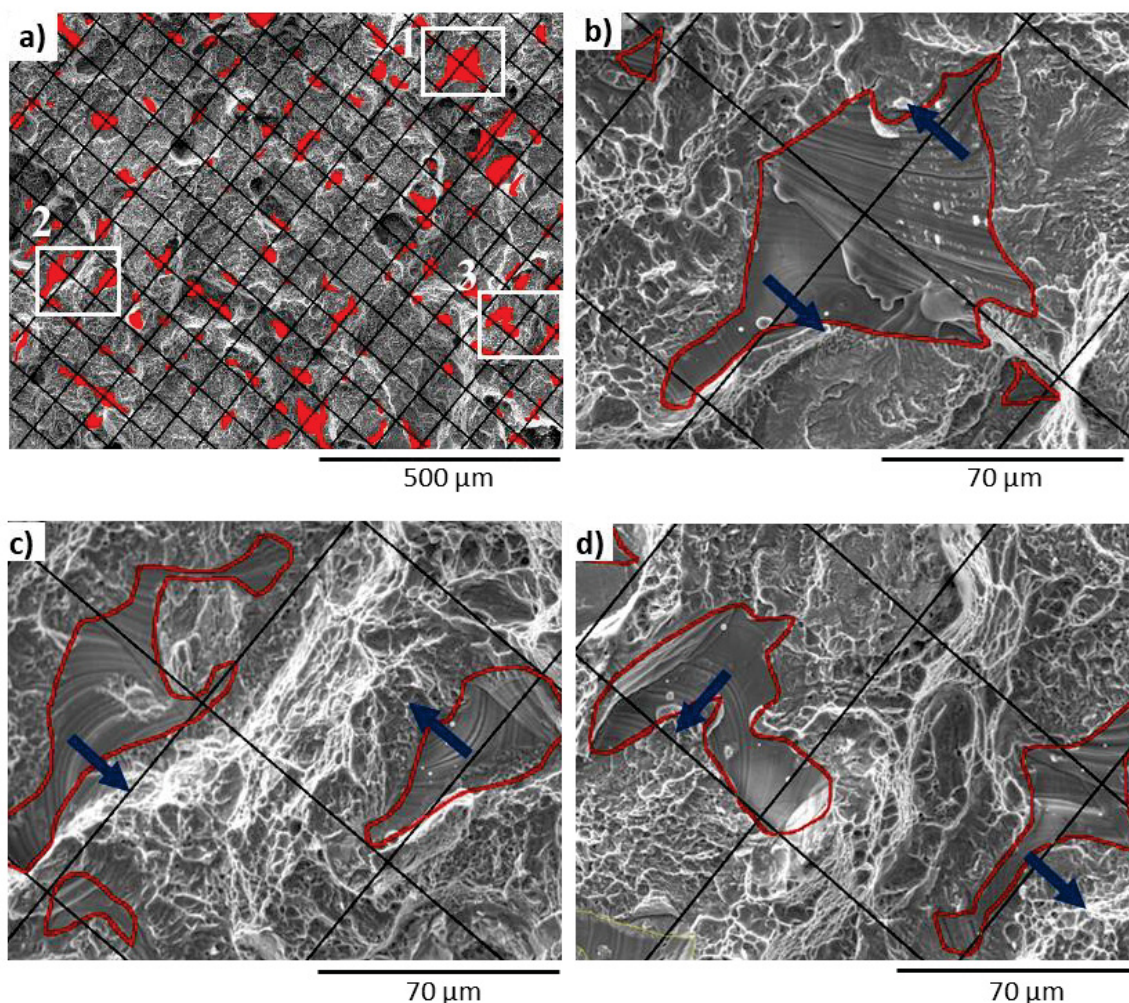


Figure 95 : a) Micrographie MEB d'un faciès de rupture après traction uniaxiale selon l'axe Z d'empilement des couches de l'échantillon « ech.0_P100 », sur laquelle les porosités sont identifiées en rouge et les axes de symétrie des zones de recouvrement en lignes noires. Les micrographies, à un grossissement supérieur des zones 1, 2 et 3 localisées par des rectangles blancs sur (a), sont présentées en: b) encadré n°1, c) encadré n°2 et d) encadré n°3. Les flèches bleues indiquent le sens de passage du laser.

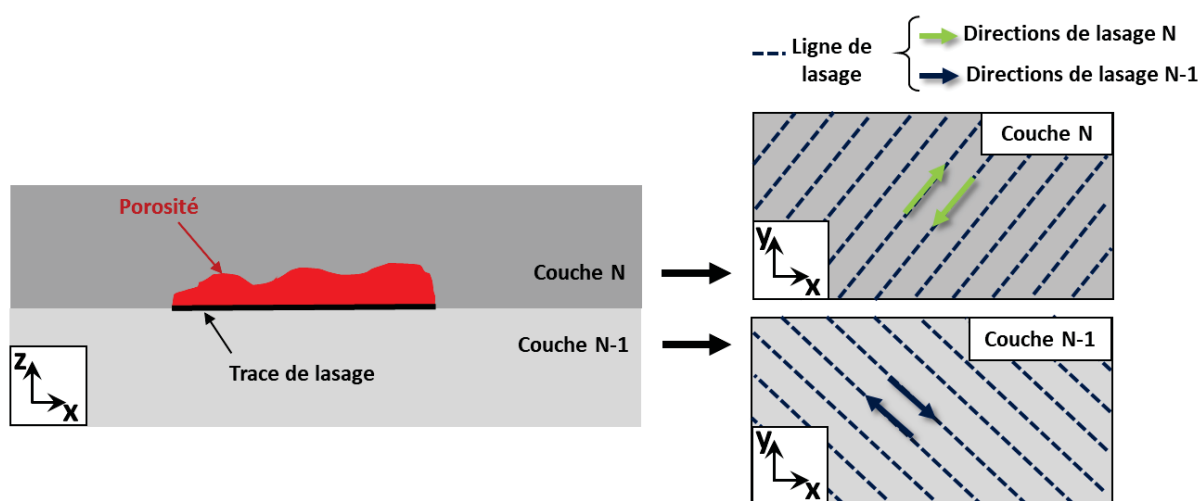


Figure 96 : Schéma montrant la relation entre la direction des traces de lasage en lignes bleue discontinues, contenues dans les porosités et les couches déposées (N et N-1). En fonction de la couche considérée la direction de lasage sera représentée par des flèches vertes ou bleues.

Chapitre III

La taille maximale d'une zone de recouvrement étant définie à $50\mu\text{m}$, une porosité est dite localisée au niveau d'une zone de recouvrement projetée de la couche N-1 lorsque son centre géométrique est localisé à moins de $25\mu\text{m}$ de l'axe de symétrie de la zone de recouvrement de la couche N-1, mais à plus de $25\mu\text{m}$ de celui de la couche N (Figure 97a).

Dans le cas contraire, une porosité est située sur une zone de recouvrement N (Figure 97b). De façon similaire, une porosité est dite localisée au niveau d'une zone de commune de recouvrement lorsque son centre géométrique est localisé à moins de $25\mu\text{m}$ des axes de symétrie des deux zones de recouvrement (Figure 97c) et dans une zone centrale lorsqu'il est localisé à plus de $25\mu\text{m}$ (Figure 97d).

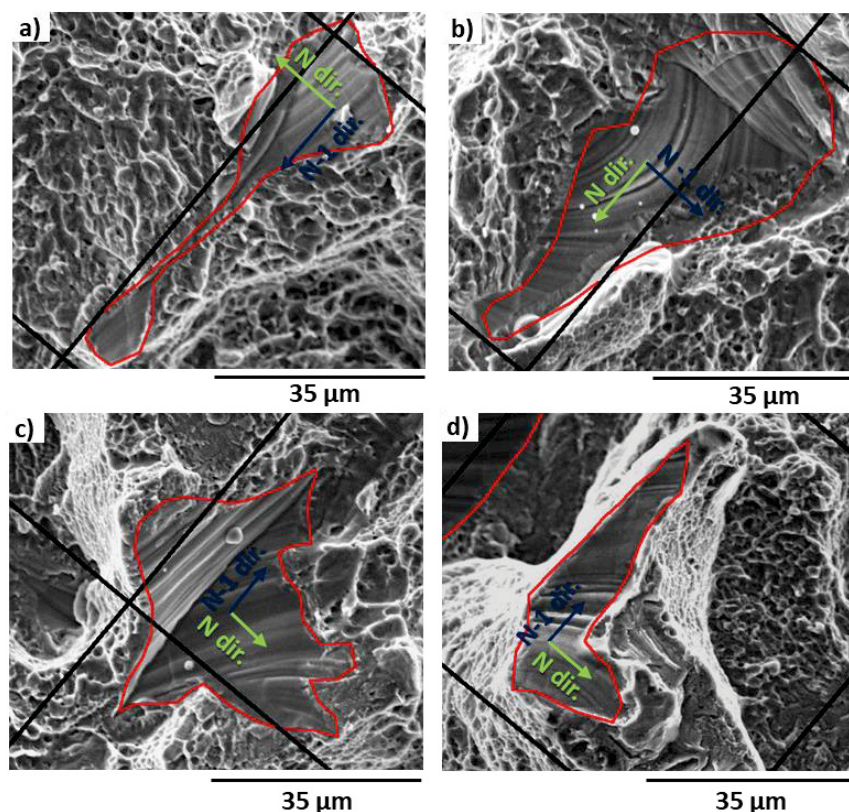


Figure 97 : Micrographies MEB d'un faciès de rupture de l'échantillon « ech.0_P100 » après traction uniaxiale selon l'axe Z d'empilement des couches. Quatre catégories de porosités (détourées en rouge) sont montrées en fonction de leur localisation : a) au niveau de la projection d'une zone de recouvrement N-1, b) au niveau d'une zone de recouvrement N, c) au niveau d'une zone commune de recouvrement de la couche N-1 projetée et de la couche N, d) dans une zone centrale. Les flèches bleues et vertes indiquent la direction de passage du laser pour respectivement les couches N et N-1 et les lignes noires, les axes de symétrie des zones de recouvrement.

3.2.3. Morphologie et orientation des porosités en fonction de leur position

La morphologie et l'orientation de 719 porosités ont été analysées en fonction de leur position. Les porosités ont tout d'abord été classées en 6 catégories distinctes en fonction de leur morphologie. Les Figure 98a-f et Figure 98g-l montrent respectivement, l'aspect morphologique 2D et 3D des porosités pour chaque type de porosités. Ces résultats ont été obtenus à partir des micrographies MEB du faciès de rupture et par tomographie X. Quelle que soit la morphologie considérée, les porosités présentent une propension à être orientées selon les directions de lasage. Ceci montre l'influence importante de la stratégie de lasage sur la formation des porosités. La morphologie de type « I » (Figure 98a, g) est définie par une morphologie linéaire et est orientée selon une seule direction de lasage. La morphologie de type « O » (Figure 98b, h) de forme proche d'une sphère, n'a pas d'orientation très marquée. La morphologie de type « B » (Figure 98c, i) est en forme de bouteille et est orientée selon une direction principale de lasage uniquement. La morphologie de type « L » (Figure 98d, j) est linéaire selon une direction principale avec des bras de courtes dimensions orientés selon l'autre direction à 90° . La

Chapitre III

morphologie de type « H » (Figure 98e, k) est une morphologie sans orientation globale mais avec des bras orientés selon les deux directions. Enfin, la morphologie de type « P » (Figure 98f, l) est une morphologie en forme de patatoïde, de grande dimension et sans orientation très marquée.

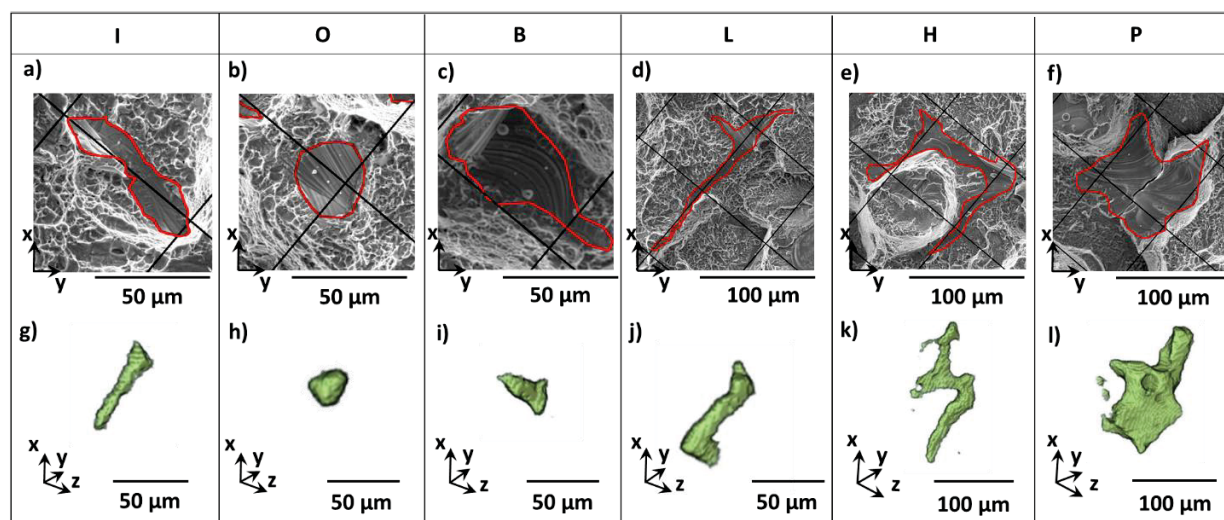


Figure 98 : Récapitulatif des 6 catégories de morphologies observables. Les morphologies 2D sont obtenues par imagerie MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'échantillon « ech.0_P100 » (a-f) et les morphologies 3D des porosités correspondantes (g-l) sont obtenues par tomographie X : (a, b) morphologie orientée de type « I », (c, d) morphologie non orientée de type « O », (e, f) morphologie de type « B » en forme de bouteille, (g, h) morphologie de type « L » avec une orientation principale et des bras de courtes dimensions selon une direction secondaire, (i, j) morphologie de type « H » avec des bras orientés selon les deux directions, (k, l) morphologie de type « P » en forme de patatoïde et sans orientation bien définie.

La fréquence de chaque morphologie a été analysée. Les morphologies de type « O » et « I » sont les deux morphologies dominantes sur le faciès de rupture de l'échantillon « ech.0_P100 », représentant respectivement 44,1 % et 29,3 % des porosités (Tableau 8).

Tableau 7 : Fréquence en % des catégories de porosités en fonction de leur morphologie, estimée à partir de l'analyse du faciès de rupture de l'échantillon « ech.0_P100 ». Le faciès de rupture a été effectué par traction uniaxiale d'un échantillon selon l'axe Z d'empilement des couches.

	Type "O"	Type "I"	Type "B"	Type "L"	Type "H"	Type "P"
Fréquence (%)	44,1	29,3	8,5	7,5	7,0	3,6

La distribution des porosités en fonction de la position de leur centre de gravité a également été considérée. Cependant, les morphologies de type « P » et « H » n'ont pas été prises en considération à cause de la nature complexe de leur morphologie rendant difficile l'interprétation de leur localisation. Sur les 643 porosités restantes, 75,9 % des porosités sont localisées au niveau des intersections entre les zones de recouvrement N-1 projetées et les zones de recouvrement N ; 20,1 % sont localisées au niveau des zones de recouvrement N uniquement ; 3,7 % au niveau des zones de recouvrement N-1 projetées uniquement et 0,3 % sont localisées au niveau des zones centrales (Tableau 8).

Tableau 8 : Fréquence des porosités en fonction de leur localisation, estimée à partir de l'analyse du faciès de rupture de l'échantillon « ech.0_P100 ». Le faciès de rupture a été effectué par traction uniaxiale d'un échantillon selon l'axe Z d'empilement des couches.

	Zone N-1	Zone N	Zone N-1 & N	Zone centrale
Fréquence (%)	3,7	20,1	75,9	0,3

L'étude statistique (Tableau 9) montre que la morphologie des porosités dépend également de leur position. Lorsqu'une porosité est située sur une zone de recouvrement N-1 projetée ou sur une zone de recouvrement N, la morphologie en « I » est privilégiée, avec une fréquence de 75,0 % et 56,6 % respectivement. Lorsqu'une porosité est située dans une zone commune de recouvrement, la morphologie non orientée de type « O » est dominante.

Tableau 9 : Fréquence des porosités de catégories « O », « I », « B » et « L » en fonction de leur morphologie et de leur localisation : sur une zone de recouvrement projetée N-1, une zone de recouvrement N, ou une zone de recouvrement N et projetée N-1. Ces données ont été estimées à partir de l'analyse du faciès de rupture de l'échantillon « ech.0_P100 ». Le faciès a été obtenu par traction uniaxiale d'un échantillon selon l'axe Z d'empilement des couches.

	Type "O"	Type "I"	Type "B"	Type "L"
Zone N-1	12,5	75,0	12,5	0,0
Zone N	11,6	56,6	16,3	15,5
Zone N-1 & N	61,1	24,4	7,6	7

D'une manière générale, les porosités orientées et situées sur une zone de recouvrement projetée N-1 uniquement, sont systématiquement orientées selon la direction de lasage de la couche N-1 alors que celles situées sur des zones de recouvrement N, sont systématiquement orientées selon la direction de passage du laser de la couche considérée N.

3.3. Formation de porosités par manque de fusion

Nous avons montré que les porosités se forment principalement dans les zones de recouvrement. Cependant, le mécanisme de formation des porosités peut différer selon leur localisation 3D. Une porosité localisée dans la zone N de recouvrement a un mécanisme de formation qui peut être attribué à une énergie insuffisante fournie par le laser au niveau la périphérie du spot laser (Figure 99, cas 1). Comme dans le soudage laser, lorsque le laser fond la poudre, le bain de fusion a une forme de gaussienne. Au niveau du centre du spot laser, l'épaisseur de poudre fondue sera plus importante qu'à sa périphérie.

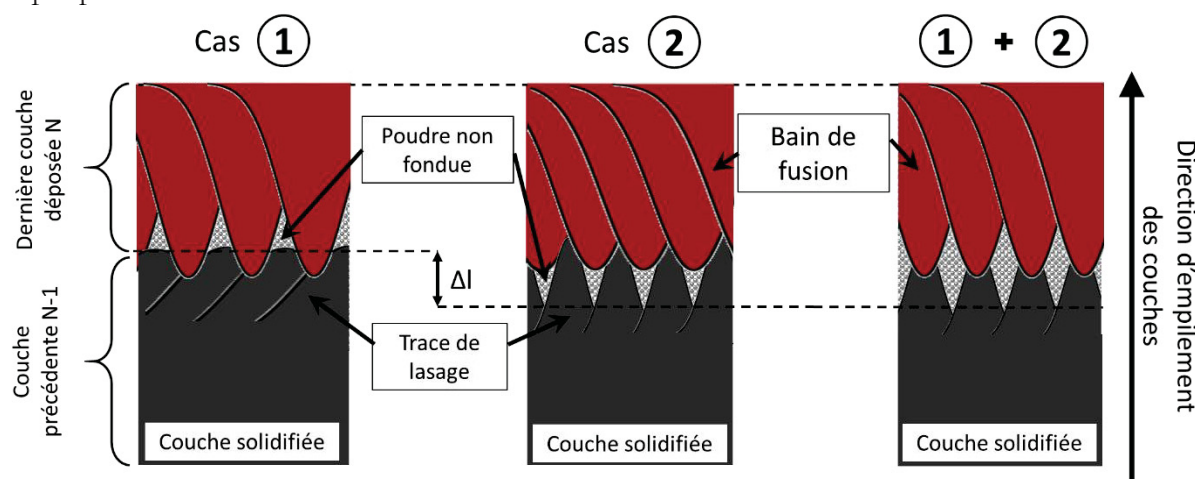


Figure 99 : Représentation schématique du bain de fusion et des traces de lasage montrant les deux mécanismes de formation des porosités et le résultat de leur couplage. Le premier mécanisme correspond à une énergie insuffisante fournie par le laser à sa périphérie. Le second correspond à une épaisseur de couche trop importante (due à la topologie des traces de lasage) pour que le laser puisse fondre la couche dans toute son épaisseur. Lorsque les 2 mécanisme se combinent, la quantité de poudre non fondue est statistiquement plus importante.

Dans le cas des porosités localisées dans la zone de recouvrement projetée N-1, un mécanisme différent peut être identifié. Lorsqu'un bain de fusion refroidit, une trace de lasage est produite. Une trace de lasage correspond à la surface supérieure du bain de fusion. La hauteur des traces de lasage peut varier de plus de 10 μm comme en atteste les cartographies obtenues par profilométrie optique

(Figure 100a). Dans ce cas présent, une trace de lasage a une morphologie de surface en forme de gaussienne, avec une hauteur plus importante en son centre qu'au niveau des zones de recouvrement (Figure 100b).

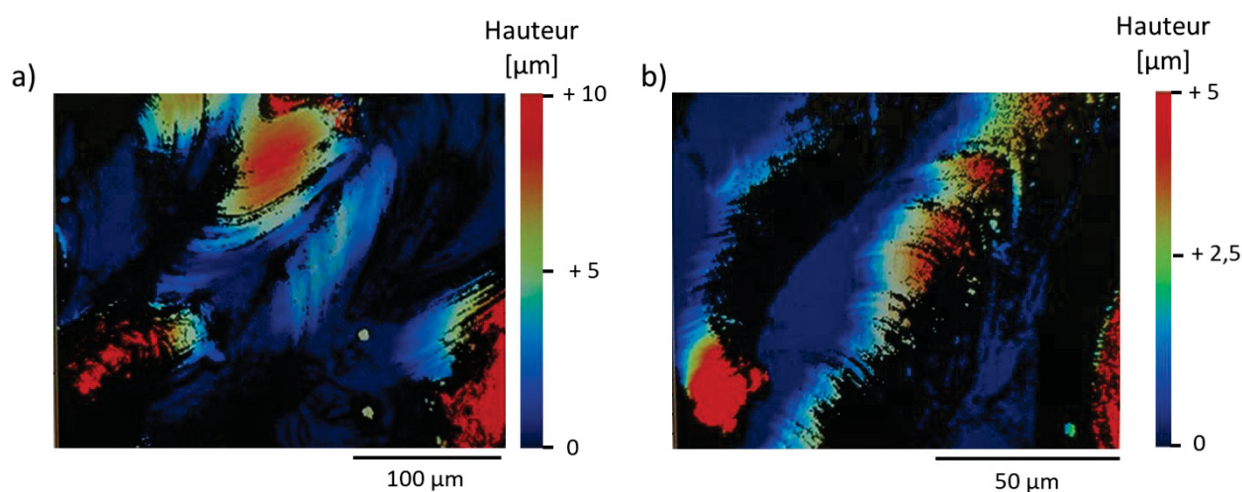


Figure 100 : Images de profilométrie optique interférentielle de la dernière couche lasée de l'échantillon « ech.0_P100 » mettant en évidence la variation hauteur possible entre le centre d'une trace de lasage et les zones de recouvrement : a) faible grossissement et b) grossissement plus important.

Lors du dépôt d'une couche ultérieure, le lit de poudre étant égalisé à la même hauteur par le rouleau de distribution, l'épaisseur du lit de poudre sera plus importante au niveau des zones de recouvrement qu'au niveau des zones centrales. Cette épaisseur plus importante localement peut parfois dépasser l'épaisseur de poudre maximum pouvant être fondue par le laser au niveau de la zone centrale, ce qui génère des porosités comme indiqué sur la Figure 99 (cas 2). Ces mécanismes sont similaires à ceux cités pour le procédé EBM par Gong et al. [137].

La part plus importante de porosités au niveau de la zone de recouvrement N par rapport à la zone de recouvrement projetée N-1 montre que le mécanisme prépondérant peut être raisonnablement attribué au mécanisme 1. Cependant, la majorité des porosités sont situées au niveau de la zone commune de recouvrement N et N-1 projetée, montrant le facteur aggravant du mécanisme 2 lorsqu'il est couplé au mécanisme 1. Dans les deux cas, la formation des porosités résulte d'un manque de fusion. Il est important de préciser que nous avons identifié des types de morphologies très différents (sphériques, orientées en forme de bâtonnet et atypiques). On peut donc en conclure, contrairement à ce qui est généralement suggéré dans la littérature [137], qu'il n'existe pas une morphologie de porosités caractéristique de son mécanisme de formation. L'orientation systématique des porosités selon une orientation de lasage, montre le rôle prépondérant de la stratégie de lasage sur leur orientation. La question du rôle de la stratégie de lasage sur les propriétés mécaniques et leur anisotropie est clairement posée. Cet aspect sera discuté à postériori dans le manuscrit.

4. Analyses 2D de l'échantillon « ech.0_P300 »

Dans le cas de l'échantillon « ech.0_P300 », la méthode d'analyse précédemment décrite est plus difficile à mettre en œuvre.

Pour le comprendre, la Figure 101 montre des micrographies de sa dernière couche lasée. Des défauts sphériques et des défauts qui s'apparentent à des éjections de matière fondue sont visibles. Plusieurs mécanismes pourraient expliquer ces défauts : dans le cas des défauts sphériques de petites tailles (< 25 µm), ils pourraient provenir soit d'une éjection de poudres chaudes par le laser qui se colleraient par la suite sur une zone voisine déjà lasée, soit de l'attraction de poudres avoisinantes au niveau d'une zone du bain de fusion en cours de refroidissement liquide ou semi-liquide. Les défauts de tailles plus importantes (> 25 µm) proviendraient plutôt d'éjection de matière fondue. Sous l'effet des tensions de surface qui s'appliquent sur ces volumes de matière fondue, il se forme des gouttelettes sphériques qui se refroidissent et se collent à la surface de la couche lasée [72,140].

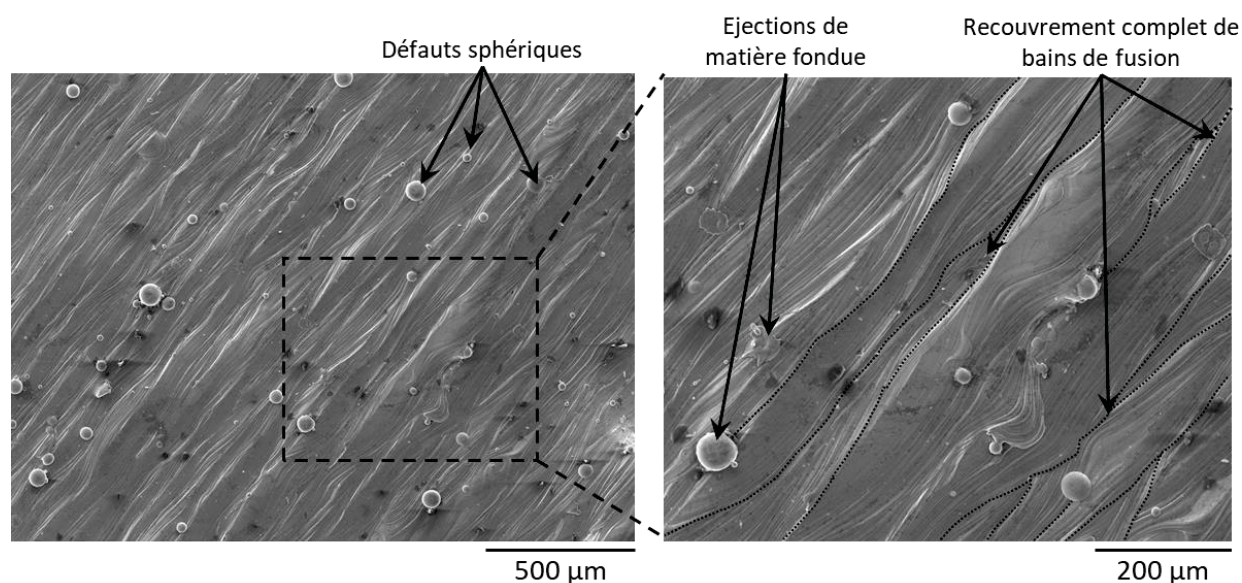


Figure 101 : Micrographies MEB de la dernière couche lasée de l'échantillon « ech.0_P300 » : a) visualisation de défauts sphériques ($< 25 \mu m$) et de défauts s'apparentant à des éjections de matière fondue ($> 25 \mu m$) et b) micrographie de la zone délimitée par le rectangle en lignes discontinues sur (a). Les pointillés ici, représentent la délimitation d'un seul côté de quelques bains de fusion.

Les lignes en pointillés (Figure 101) montrent la délimitation du côté émergent de quelques bains de fusion. Les traces de lasage ne montrent qu'une faible partie du bain de fusion en comparaison avec le cas de l'échantillon « ech.0_P100 » étudié précédemment (Figure 92). Les délimitations convergentes de deux bains de fusion montrent localement un chevauchement complet entre eux. A cause du recouvrement important des bains de fusion, la méthodologie développée dans le cas de l'échantillon « ech.0_P100 » est difficile à mettre en œuvre.

4.1. Taille du bain de fusion

La stratégie de lasage utilisée dans le cas de l'échantillon « ech.0_P300 » inclue une étape de lasage supplémentaire, consistant à contourner le bord de l'échantillon. Cette étape de lasage a comme effet d'effacer les traces de lasage aux bords de l'échantillon et rend difficile la détermination de la taille du bain de fusion. Nous nous sommes donc intéressés à la dernière couche lasée en bordure d'un échantillon n'ayant pas subi cette étape de lasage supplémentaire et ayant été élaboré dans des conditions très proches de celles utilisées pour l'élaboration de l'échantillon « ech.0_P300 » ($P = 320 \text{ W}$ et $V = 1880 \text{ mm/s}$). Les micrographies correspondantes sont présentées sur la Figure 102.

Au niveau de l'extrême bord ce nouvel échantillon, les traces de lasage permettent de deviner le point de départ du laser pour chaque ligne de lasage. En comparant le point de départ d'une trace de lasage, avec la délimitation du bain de fusion, il est possible d'estimer la taille du bain de fusion. La demi-largeur du bain de fusion est mesurée à $110 \mu m$. En faisant l'hypothèse de bains de fusion symétriques, leur largeur moyenne serait de $220 \mu m$, c'est-à-dire 2 fois plus importante que celle de l'échantillon « ech.0_P100 ».

Une fois encore, nous mettons en évidence que les paramètres d'élaboration par SLM à iso-densité d'énergie jouent un rôle important sur les processus physiques mis en jeu.

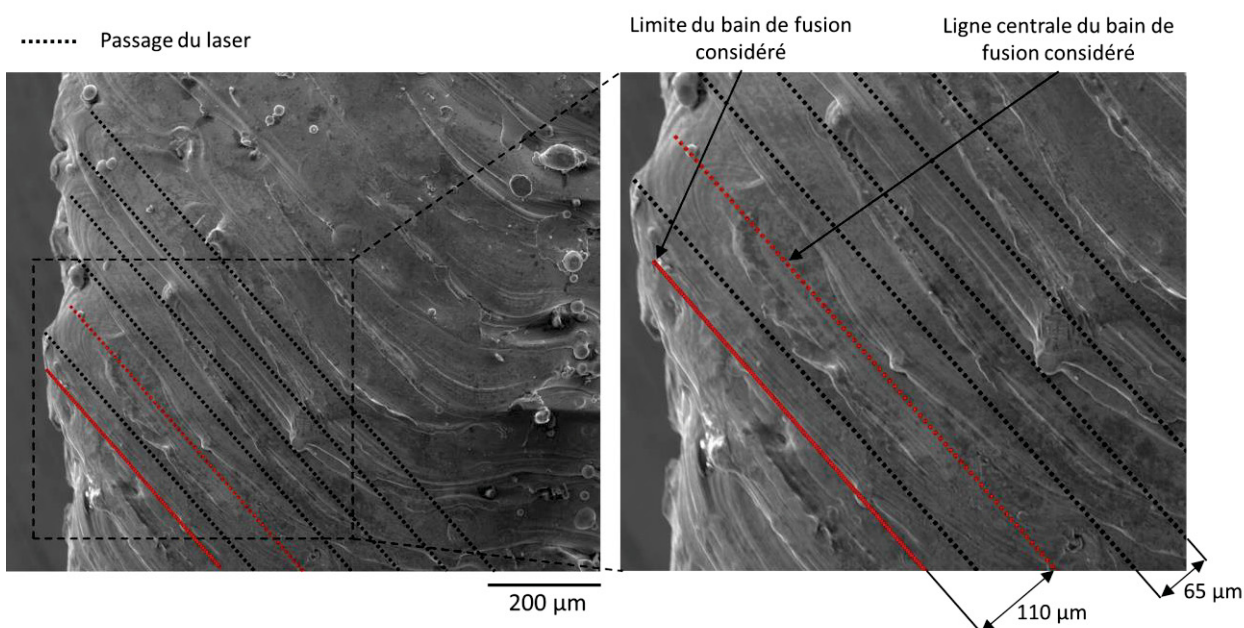


Figure 102 : Micrographies MEB de la dernière couche lasée au niveau d'un bord d'un échantillon réalisé avec des conditions de lasage proches de l'échantillon « ech.0_P300 » ($P = 320W$, $V = 1880 \text{ mm/s}$). Les lignes en pointillés noirs montrent les chemins de passage du laser. Les lignes en pointillés rouges et les lignes pleines rouges montrent respectivement le chemin du passage du laser pour le bain de fusion considéré et sa délimitation latérale la plus éloignée par rapport à sa zone centrale.

4.2. Surface des porosités à partir d'un faciès de rupture

Du fait des chevauchements des lignes de lasage, l'observation du faciès de rupture de l'échantillon « ech.0_P300 » ne permet pas de définir le lieu de formation précis des porosités, mais elle permet tout de même de donner des informations sur leur mécanisme de formation.

La Figure 103 montre les faciès de rupture obtenus après rupture lors d'une traction uniaxiale suivant l'axe Z d'élaboration des pièces.

Nous constatons que les porosités présentent des contours anguleux. Des traces de lasage peuvent être retrouvées au fond de ces porosités.

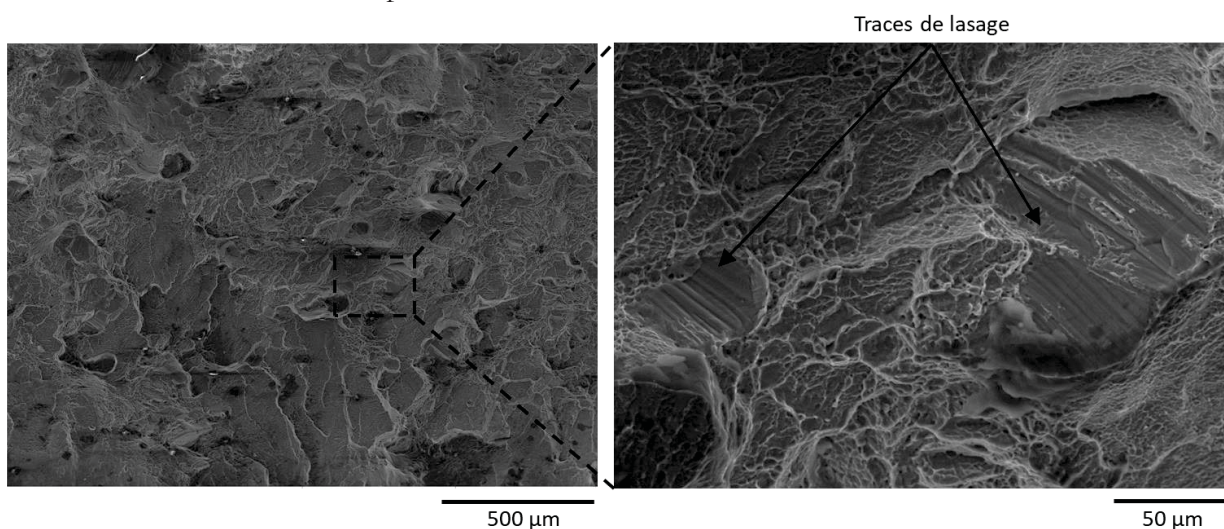


Figure 103 : a) Micrographie MEB du faciès de rupture de l'échantillon « ech.0_P300 » effectué par traction uniaxiale selon l'axe Z d'empilement des couches et b) visualisation des traces de lasage au fond des porosités sur la surface du faciès de rupture lors de l'observation de la zone encadrée en lignes discontinues.

Chapitre III

Comme dans le cas de l'échantillon « ech.0_P100 », la présence de traces de lasage au fond des porosités montre que le mécanisme de formation de ces porosités est lié à un manque de fusion. Mais leurs caractéristiques morphologiques (distribution des facteurs de forme plus large et taille moyenne plus importante) et l'alignement de ces porosités mis en évidence précédemment par tomographie X, indiquerait que le mécanisme de formation de ces porosités par manque de fusion est différent de celui de l'échantillon « ech.0_P100 ».

4.3. Formation des porosités par dénudation

Une puissance laser importante a été utilisée dans le cas de l'élaboration de l'échantillon « ech.0_P300 ». Elle favorise le phénomène de dénudation c'est-à-dire de soufflage de la poudre aux alentours du spot laser [118,139].

La représentation schématique de ce phénomène est présentée Figure 104. Elle permet de discuter le mécanisme de formation de porosités induites par dénudation. Lors de la première étape, pendant la fusion d'une couche N, le laser souffle la poudre, créant des zones localement appauvries en poudre. Après fusion par le laser des zones appauvries, l'épaisseur de matière réellement déposée et consolidée (e_r) est localement plus faible que l'épaisseur (e) théorique de matière qui aurait dû être déposée. La différence entre ces deux épaisseurs est notée ΔL .

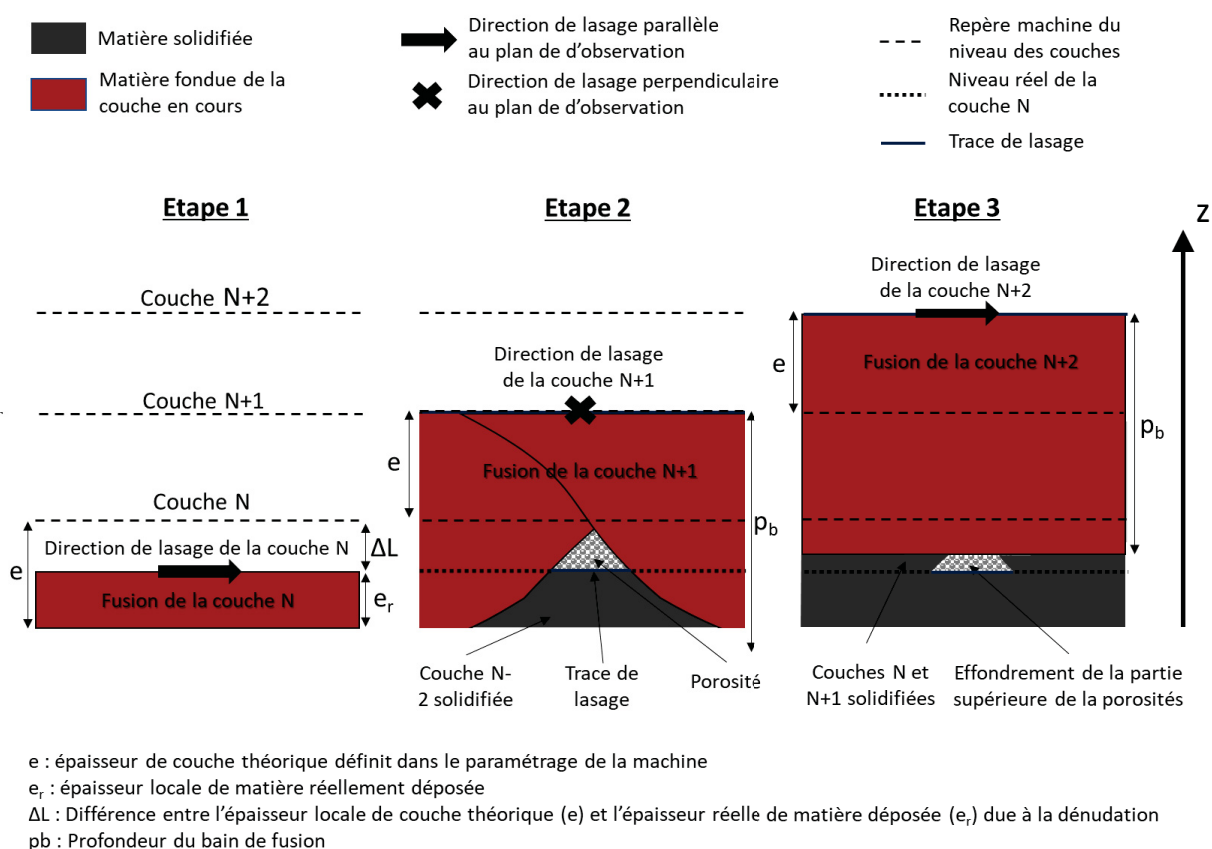


Figure 104 : Représentation schématique du bain de fusion montrant les trois étapes de formation des porosités par dénudation. *Etape 1* : dénudation (soufflage) de la poudre aux alentours du spot laser réduisant l'épaisseur de matière déposée d'une couche N ; *étape 2* : formation d'une porosité dans une zone de recouvrement entre deux bains de fusion parallèles successifs de la couche suivante N + 1 ; *étape 3* : effondrement de la partie supérieure de la porosité lors de la fusion de la couche N + 2. ΔL correspond à la différence entre l'épaisseur de couche théorique e et l'épaisseur de matière réellement déposée (e_r). p_b correspond à la profondeur du bain de fusion.

Lors de la deuxième étape du mécanisme, une couche N+1 de poudre est déposée par le rouleau d'alimentation. Le niveau de la couche N+1 étant défini dans les paramètres machine, l'épaisseur de la couche de poudre N+1 équivaut localement à $e + \Delta L$. Le laser fond ensuite la couche N+1 dans

une direction perpendiculaire à la direction de lasage de la couche N. Au niveau des zones de recouvrement entre deux lignes de lasage successives, la morphologie des bains de fusion ne permet pas systématiquement de fondre l'épaisseur localement plus importante de la couche N+1, créant ainsi une porosité (Etape 2, Figure 104). Une largeur de bain de fusion plus importante crée des porosités plus larges. Lors de la troisième étape, une autre couche de poudre (N+2) d'épaisseur e est déposée. La direction de lasage de la couche N+2 est équivalente à celle de la couche N. Selon l'importance de la profondeur du bain de fusion, un effondrement de la partie supérieure de la porosité précédemment formée peut se produire, réduisant son épaisseur (Etape 3, Figure 104).

Par ce mécanisme, des porosités avec une morphologie en plaque et avec un facteur de forme important peuvent être créés.

5. Analyse des propriétés mécaniques

Dans cette partie, les propriétés mécaniques en traction, en rupture ainsi que les propriétés élastiques des échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 » sont caractérisées et comparées à l'échantillon de référence de TA6V. A partir de l'analyse de la microstructure précédente (phases et porosités), les propriétés mécaniques seront mises en relation avec les paramètres microstructuraux des échantillons analysés.

5.1. Propriétés élastiques

Les courbes contrainte-déformation obtenues par traction uniaxiale selon l'axe X, des éprouvettes normalisées prélevées à partir des échantillons élaborés par SLM sont données Figure 105. Les courbes de traction des échantillons « ech.0_P100 » (en noir) sont atypiques et manquent de répétabilité contrairement à celles des échantillons « ech.0_P300 » (en bleu) et de la référence TA6V (en rouge).

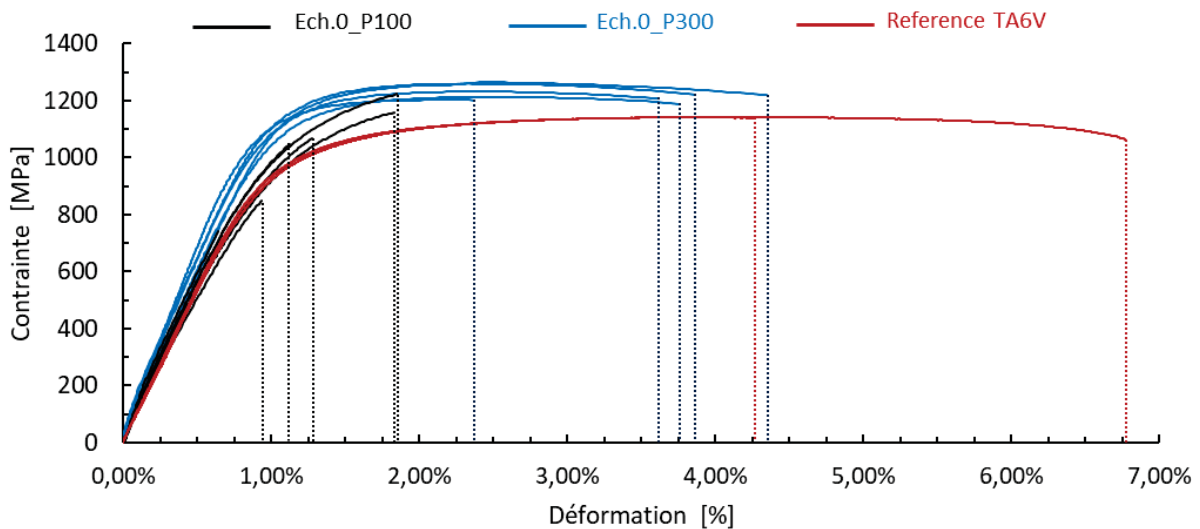


Figure 105 : Courbes contrainte-déformation obtenues par traction uniaxiale selon l'axe X, des éprouvettes issues des échantillons « ech.0_P100 » (en noir), « ech.0_P300 » (en bleu) et de la référence de TA6V (en rouge).

La limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% de déformation ($R_{p0,2}$), la contrainte maximale (R_m), et le module d'Young issus de ces courbes sont représentés en fonction de l'allongement à la rupture (Figure 106a-c). Il est important de préciser que les valeurs de $R_{p0,2}$ n'ont pas pu être déterminées pour 4 des 6 éprouvettes relatives à l'échantillon « ech.0_P100 » du fait de ruptures précoces dans le domaine élastique. Les échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 » ont des valeurs de $R_{p0,2}$ plus élevées que celles de l'échantillon de référence (1100 MPa et 1150 MPa respectivement). Les valeurs de limites d'élasticité qui ont été obtenues sont cohérentes avec celles de la littérature pour des éprouvettes plates élaborées par SLM [203]. L'échantillon de référence a pour valeur de $R_{p0,2}$ 1000 MPa. Cette différence de $R_{p0,2}$ peut être expliquée par la microstructure particulière obtenue par SLM.

La vitesse de refroidissement importante dans le procédé SLM produit une quantité plus importante de martensite : la phase α équiaxe n'est pas retrouvée dans les échantillons élaborés par SLM contrairement à ceux de référence. De plus, les aiguilles de martensite α' de l'échantillon de référence sont globalement plus épaisses, plus grandes et une organisation fractale des aiguilles est retrouvée. Selon la loi de Hall-Petch, plus la taille des lamelles α est importante, plus la limite d'élasticité est diminuée [104]. Cependant, les différences microstructurales entre les échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 » (taille des anciens grains de phase mère β , taille des aiguilles) n'affectent pas de manière significative la valeur de la limite d'élasticité. La présence de phase α résiduelle et l'organisation des aiguilles α' seraient donc des explications plus probables, pour expliquer ces différences de résultats.

Les modules Young déterminés pour les échantillons « ech.0_P100 », « ech.0_P300 » et la référence sont respectivement de $E_x = 110 \pm 9$ GPa, $E_x = 122 \pm 7$ GPa et $E_x = 105$ GPa ± 2 GPa (Figure 106c). D'un point de vue général, on observe des disparités non négligeables dont l'origine pourrait provenir des différences microstructurales et de microtextures, et des marges d'erreurs importantes liées à ce type de mesure.

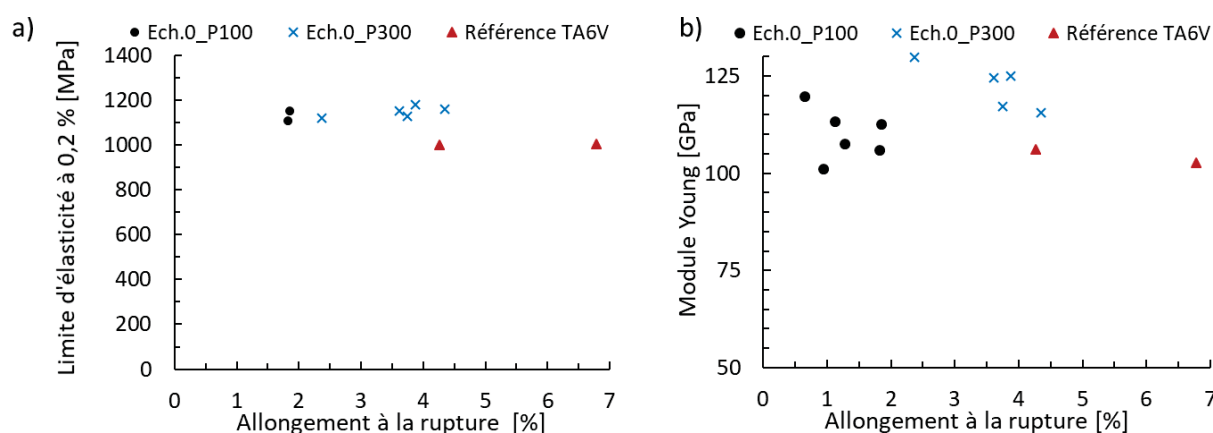


Figure 106 : Graphes représentant : a) la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% ($R_{p0,2}$) et b) le module Young en fonction de l'allongement à la rupture, des échantillons d'alliage TA6V grade 5 : « ech.0_P100 », « ech.0_P300 » et de référence.

5.2. Anisotropie des propriétés élastiques

Pour compléter l'analyse, l'anisotropie des propriétés élastiques a été évaluée par la méthode des ultrasons. Les tenseurs des rigidités des échantillons « ech.0_P100 », « ech.0_P300 », et de l'échantillon de référence sont donnés Figure 107 en fonction du repère (x, y, z) lié aux échantillons. Dans cette méthode d'analyse, le tenseur des rigidités est supposé orthotrope, c'est-à-dire qu'il possède 9 constantes indépendantes.

A partir de la matrice inverse $[C_{i,j}]^{-1}$, également appelée tenseur des complaisances élastiques ou tenseur des souplesses, il est aisé de retrouver les modules Young (E), les modules de cisaillement (G) et les coefficients de Poisson dans les trois directions de l'espace. Ce tenseur est présenté sur la Figure 108 à partir du tenseur des déformations et en fonction du tenseur des contraintes.

Les modules Young, les modules de cisaillement et les coefficients de Poisson résultants sont donnés par le Tableau 10.

Le module Young (E) correspond à la vitesse de variation de la déformation en fonction de la contrainte lors d'une sollicitation uniaxiale dans une direction donnée. En pratique, pour une sollicitation donnée, plus le module Young est plus important, plus la déformation élastique du matériau au cours de la sollicitation est faible.

$$\begin{aligned}
 \text{a)} \quad C_{ij} &= \begin{pmatrix} 162,8 \pm 0,4 & 85,5 \pm 1,3 & 78,3 \pm 2,0 & 0 & 0 & 0 \\ & 169,9 \pm 3,3 & 79,7 \pm 3,2 & 0 & 0 & 0 \\ & & 154,5 \pm 4,5 & 0 & 0 & 0 \\ & \text{Sym.} & & 41,1 \pm 1,4 & 0 & 0 \\ & & & & 34,3 \pm 1,6 & 0 \\ & & & & & 37,5 \pm 1,2 \end{pmatrix} \\
 \text{b)} \quad C_{ij} &= \begin{pmatrix} 131,3 \pm 4,2 & 64,5 \pm 2,0 & 59,3 \pm 13,3 & 0 & 0 & 0 \\ & 169,2 \pm 0,3 & 73,8 \pm 1,4 & 0 & 0 & 0 \\ & & 146,5 \pm 3,1 & 0 & 0 & 0 \\ & \text{Sym.} & & 45,0 \pm 1,1 & 0 & 0 \\ & & & & 42,9 \pm 2,2 & 0 \\ & & & & & 43,1 \pm 1,4 \end{pmatrix} \\
 \text{c)} \quad C_{ij} &= \begin{pmatrix} 154,3 \pm 0,4 & 70,5 \pm 1,2 & 62,6 \pm 1,2 & 0 & 0 & 0 \\ & 149,2 \pm 3,0 & 56,1 \pm 11,9 & 0 & 0 & 0 \\ & & 133,5 \pm 2,9 & 0 & 0 & 0 \\ & \text{Sym.} & & 42,4 \pm 2,7 & 0 & 0 \\ & & & & 31,7 \pm 0,9 & 0 \\ & & & & & 33,2 \pm 0,8 \end{pmatrix}
 \end{aligned}$$

Figure 107 : Tenseurs des rigidités en fonction du repère (x, y, z) lié aux échantillons, obtenus par la méthode des ultrasons pour les échantillons : a) « ech.0_P100 », b) « ech.0_P300 », c) « référence ». La correspondance des coefficients en fonction des axes x, y et z sont : $C_{11} = C_{xx}$; $C_{22} = C_{yy}$; $C_{33} = C_{zz}$; $C_{44} = C_{yz}$; $C_{55} = C_{xz}$; $C_{66} = C_{xy}$.

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{12}}{E_1} & -\frac{\nu_{13}}{E_1} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{13}}{E_1} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{23}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{13}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix}$$

Figure 108 : Tenseur des déformations en fonction du tenseur des complaisances élastiques et du tenseur des contraintes, mettant en évidence la manière de retrouver les modules Young (E), les modules de cisaillement (G) et les coefficients de Poisson (ν) dans les trois directions de l'espace.

Chapitre III

Tableau 10 : Valeurs estimées des Modules d'Young (E), des modules de cisaillement (G) et des coefficients de Poisson (ν) selon les axes x , y et z pour chaque échantillon : « ech.0_P100 », « ech.0_P300 », et « référence ».

	E_x	E_y	E_z	G_{xy}	G_{yz}	G_{xz}	ν_{xy}	ν_{yz}	ν_{xz}
	[Gpa]	[Gpa]	[Gpa]	[Gpa]	[Gpa]	[Gpa]	S.U.	S.U.	S.U.
Ech.0_P100	107,4 ± 1,6	112,3 ± 3,5	104,9 ± 4,6	37,5 ± 1,2	41,1 ± 1,4	34,3 ± 1,6	0,35 ± 0,02	0,33 ± 0,04	0,33 ± 0,03
Ech.0_P300	98,2 ± 7,7	120,8 ± 2,8	105,2 ± 7,2	43,1 ± 1,4	45,0 ± 1,1	42,9 ± 2,2	0,26 ± 0,05	0,32 ± 0,04	0,27 ± 0,11
Référence TA6V	110,7 ± 6,3	109,5 ± 2,0	101,7 ± 5,2	33,2 ± 0,8	42,4 ± 2,7	31,7 ± 0,9	0,35 ± 0,03	0,25 ± 0,09	0,32 ± 0,03

Le ratio $\frac{E_{max}}{E_{min}}$ permet de caractériser l'anisotropie des propriétés élastiques à partir des modules Young obtenus dans les trois directions de l'espace. Les ratios d'anisotropie de l'échantillon « ech.0_P100 » et de celui de la référence sont quasi identiques, soit respectivement de 1,07 et 1,09. Quant à celui de l'échantillon « ech.0_P300 », il est de 1,23. L'échantillon « ech.0_P300 » présenterait donc une anisotropie de E plus importante. D'après les résultats précédents, on sait que ces pièces sont constituées en majorité de phase martensitique α' de structure hexagonale. Dans le cas de monocristaux de titane pur, l'anisotropie du module d'Young (à l'échelle de la maille) est décrit par un ratio $\frac{E_{(0001)}}{E_{(01\bar{1}0)}}$ de 1,4 ($E_{(0001)} = 146$ GPa) [247]. La variation angulaire du module Young est également connue (Figure 109). Par exemple, lorsqu'un angle de 60° lui est appliqué par rapport à la direction basale, $E_{(0001 \pm 60^\circ)}$ vaut 110 GPa environ. Or, un angle de 90° existe entre la direction (0001) et (01 $\bar{1}$ 0) donc : $E_{(01\bar{1}0)+60^\circ} = E_{(0001)-30^\circ} = 130$ GPa, ce qui amène à un ratio $\frac{E_{(01\bar{1}0)+60^\circ}}{E_{(0001)+60^\circ}} \approx 1,18$. Ce ratio est proche du ratio $\frac{E_{max}}{E_{min}}$ retrouvé pour l'échantillon « ech.0_P300 ».

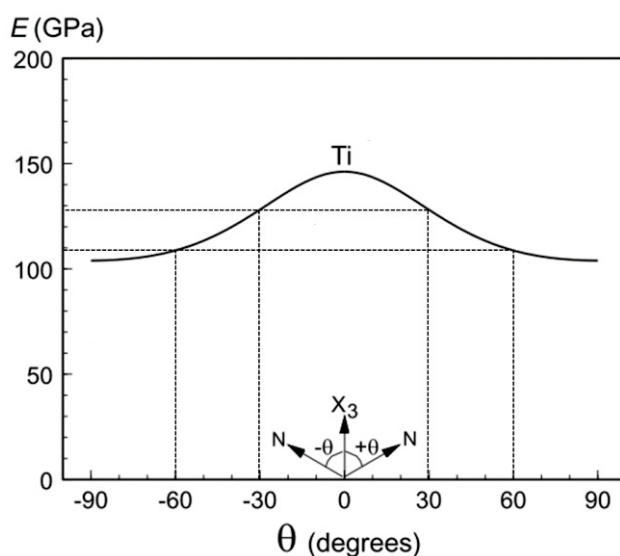


Figure 109 : Variation angulaire de la valeur du module d'Young E pour un titane pur monocristallin (adapté de [247]).

La difficulté d'analyse de l'anisotropie des propriétés élastiques réside dans le passage entre un monocristal et un polycristal. Prenons comme exemple l'échantillon « ech.0_P300 » qui présente l'anisotropie la plus grande. Nous avons vu que sa texture était plus marquée. D'après l'analyse microstructurale dans le plan (YZ) (Figure 68a), un angle de 45° est généralement retrouvé entre la direction de croissance des colonnes β et les aiguilles primaires de martensite α' . Un angle de 15° est également observé entre la direction de croissance des colonnes β et l'axe Z d'empilement des couches. Un angle de 60° est donc observé entre les aiguilles primaires α' et l'axe Z d'empilement des couches. Les aiguilles qui composent l'échantillon « ech.0_P300 » ont une désorientation majoritaire d'environ 60° et secondaire de 90° entre elles (Figure 76), ce qui tendrait à abaisser fortement l'anisotropie du

Chapitre III

module Young due aux propriétés anisotropes de la maille hexagonale, voire de l'annihiler en fonction de la proportion de chaque variant. On peut donc s'interroger sur l'anisotropie mesurée pour l'échantillon « ech.0_P300 » d'autant plus que les mesures du module d'Young par traction uniaxiale suivant l'axe X sont cohérentes avec celles mesurées par la méthode des ultrasons pour la référence et l'échantillon « ech.0_P100 », alors qu'un écart significatif est observé pour l'échantillon « ech.0_P300 ». L'ensemble des mesures obtenues permet donc de tirer deux enseignements importants. Les échantillons élaborés par SLM ne présentent pas d'anisotropie marquée dans les directions x, y et z. Ceci est cohérent avec les travaux de Simonelli et al. qui n'ont pas observé d'anisotropie du module Young significative en fonction de la direction d'élaboration des pièces [103]. Les valeurs de module d'Young obtenues suivant l'axe X sont également en adéquation avec celles mesurées sur des pièces d'alliage de TA6V α' brutes de fabrication et élaborées par SLM, soit 110 ± 10 GPa [103,248].

Le module de cisaillement (G) est la contrainte de cisaillement qu'il faudrait appliquer pour que la déformation angulaire résultante ait un angle qui tend vers 90° par rapport à l'état initial. Les modules de cisaillement des échantillons « ech.0_P100 » et de la référence présentent une anisotropie $\frac{G_{max}}{G_{min}}$ de 1,19 et 1,34 respectivement, soit plus importantes que dans le cas de l'échantillon « ech.0_P300 » qui n'est que de 1,05. Dans la littérature, seul Fatemi et al. [249] ont déterminé le module de cisaillement sur une éprouvette d'alliage TA6V élaborée par SLM dont la microstructure est composée des phases α' . Par un essai de torsion réalisé autour de l'axe Z de l'éprouvette, ils ont déterminé G à 40,4 GPa [249]. Ces valeurs sont proches des valeurs obtenues sur l'échantillon « ech.0_P300 ». A partir d'éprouvettes forgées présentant une microstructure biphasée $\alpha + \beta$ équiaxe supposée isotrope, ils ont également déterminé G à 42,0 GPa [249]. Malgré la différence importante de microstructure qui existe entre une éprouvette forgée et une éprouvette élaborée par SLM, les modules de cisaillement obtenus par les auteurs sont très proches [249]. Les modules de cisaillement du titane α monocristallin $G_{(01\bar{1}0)}$ et $G_{(0001)}$ sont respectivement de 39,9 GPa et 46,5 GPa. Il est donc étonnant d'obtenir des modules de cisaillement aussi faibles et des niveaux d'anisotropie aussi importants dans le cas des échantillons « ech.0_P100 » et la référence.

Le coefficient de poisson (ν), nécessairement compris entre -1 et 0,5 (généralement voisin de 0,3 pour les métaux les plus courants), permet de traduire la contraction d'un matériau perpendiculairement à une sollicitation. Un coefficient de poisson de 0,5 correspond à un solide incompressible. Une étude par Ultrasons a obtenu un coefficient de Poisson de 0,35 pour un alliage de TA6V martensitique considéré comme isotrope [250]. Dans le cas de cette étude, une anisotropie importante du coefficient de Poisson est observée pour l'échantillon « ech.0_P300 » et l'échantillon de référence.

5.3. Propriétés en rupture

Le graphe [Figure 110a](#) représente l'évolution de la résistance maximale en fonction de l'allongement uniforme, issus des courbes de traction ([Figure 105](#)). L'allongement uniforme est selon le critère de Considère, l'allongement à partir duquel se forme une striction. Ce critère est défini lorsque le ratio dF/de est nul, où F représente la force de traction uniaxiale. Dans le cas d'une courbe contrainte-déformation conventionnelle, la contrainte vaut $\sigma = F/S_0$. Le critère de Considère devient donc $d\sigma/de = 0$. L'échantillon « ech.0_P100 » n'est pas référencé sur ce graphe car aucune de ses courbes n'atteint le critère de Considère, et donc la striction. L'allongement uniforme des échantillons « ech.0_P300 » et de l'échantillon de référence sont de respectivement de $2,40 \pm 0,12$ % et $3,75 \pm 0,05$ %. La striction débute lorsque l'écroutissage ne compense plus la réduction de section de l'éprouvette [251]. L'allongement uniforme de l'échantillon de référence est plus important, ce qui montrerait donc que sa microstructure a une meilleure plasticité que l'échantillon « ech.0_P300 ».

La résistance maximale R_m des échantillons « ech.0_P300 » et de la référence sont respectivement de 1234 ± 30 MPa et de 1141 ± 1 MPa. Le ratio $R_{p0,2}/R_m$ de l'échantillon de référence (0,88) est alors inférieur à celui de l'échantillon « ech.0_P300 » (0,93), ce qui montre que l'échantillon de référence a

Chapitre III

également un meilleur écrouissage. Le R_m de l'échantillon « ech.0_P300 » est parmi les valeurs hautes de R_m retrouvées dans la littérature pour des éprouvettes d'alliage TA6V brutes de fabrication élaborées par SLM. Celui de la référence est parmi les valeurs moyennes [58]. Le graphe [Figure 110b](#) décrit la contrainte maximale en fonction de l'allongement à la rupture des trois échantillons. Le R_m des éprouvettes issues de l'échantillon « ech.0_P100 » est compris entre 740 MPa à 1220 MPa pour une moyenne de 1015 MPa. Ces disparités et les faibles valeurs obtenues sont imputables aux ruptures précoces des éprouvettes dans le domaine élastique.

Les allongements à la rupture des éprouvettes relatives à l'échantillon « ech.0_P100 » (compris entre 0,7% et 1,9%) sont nettement inférieurs à ceux issus des autres éprouvettes et à ceux classiquement retrouvés dans la littérature [58]. Bien que les échantillons « ech.0_P300 » aient un $A\%$ plus important (compris entre 2,4% et 4,4%), ces valeurs restent faibles comparées à celles de la littérature pour des éprouvettes brutes de fabrication [58]. Contrairement à l'échantillon de référence, les échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 » contiennent des porosités. On peut donc s'interroger sur leurs rôles sur les propriétés mécaniques. On peut s'attendre à ce que la présence de porosités ajoute un caractère aléatoire sur la rupture des échantillons lorsqu'ils sont soumis à un effort de traction. Ceci, comme observé pour l'échantillon « ech.0_P100 », peut conduire à des ruptures précoces et être néfaste à la reproductibilité des essais de traction.

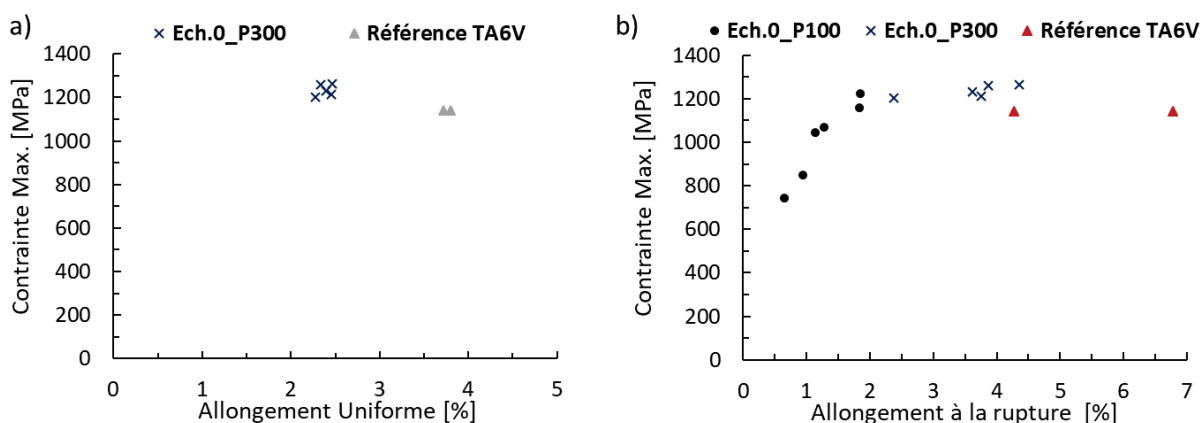


Figure 110 : Evolution de la résistance maximale des échantillons « ech.0_P100 », « ech.0_P300 » et de l'échantillon de référence en fonction de a) l'allongement uniforme et b) l'allongement à la rupture. L'allongement uniforme est l'allongement pour lequel le ratio $d\sigma/d\epsilon$ est nul selon le critère de Considère.

La comparaison des faciès de rupture de la [Figure 111](#) est intéressante. Le faciès de rupture de l'échantillon « ech.0_P100 » est montré [Figure 111a-c](#). A faible grossissement ([Figure 111a](#)), il s'apparente à une rupture fragile intergranulaire alors qu'à plus fort grossissement ([Figure 111b](#) et [c](#)), on distingue des cupules caractéristiques d'une rupture ductile. Cet échantillon présente donc globalement un faciès de rupture mixte ductile-fragile. Le faciès de rupture de l'échantillon « ech.0_P300 » ([Figure 111d-f](#)) est également un faciès de rupture mixte ductile-fragile, mais à faible grossissement ([Figure 111d](#)), le faciès apparaît moins rugueux. Cet aspect ressemble de premier abord à un faciès de rupture fragile par clivages transgranulaires, mais il s'agirait plus vraisemblablement d'une rupture intergranulaire. En effet, lors de la traction suivant l'axe X de l'éprouvette, la fissure tend à se propager dans le plan (YZ) en minimisant son énergie de propagation. Dans le plan (YZ), la fissure se propage dans une direction parallèle à la longueur des colonnes des anciens grains de phase mère β . Dans ce plan, à cause de l'orientation des colonnes suivant Z, du nombre important de variants de la phase α' et du fait que les aiguilles α' ne se forment pas le long des anciens joints de grains de phase mère β , l'énergie nécessaire pour que la fissure passe à travers les aiguilles α' contenues dans une colonne de la phase mère β , est plus importante que l'énergie qu'il faut pour qu'elle contourne les anciens joints de grains de phase mère β . En effet, dans ce plan, la distance maximale de déflexion de la fissure correspond à la demi-largeur d'une colonne de la phase mère β et est donc comprise entre 15 μm et 75 μm . Sur la [Figure 111d](#), deux flèches noires montrent la délimitation d'un clivage qui a une forme colonnaire et dont les dimensions sont proches de celles d'une colonne de la phase mère β .

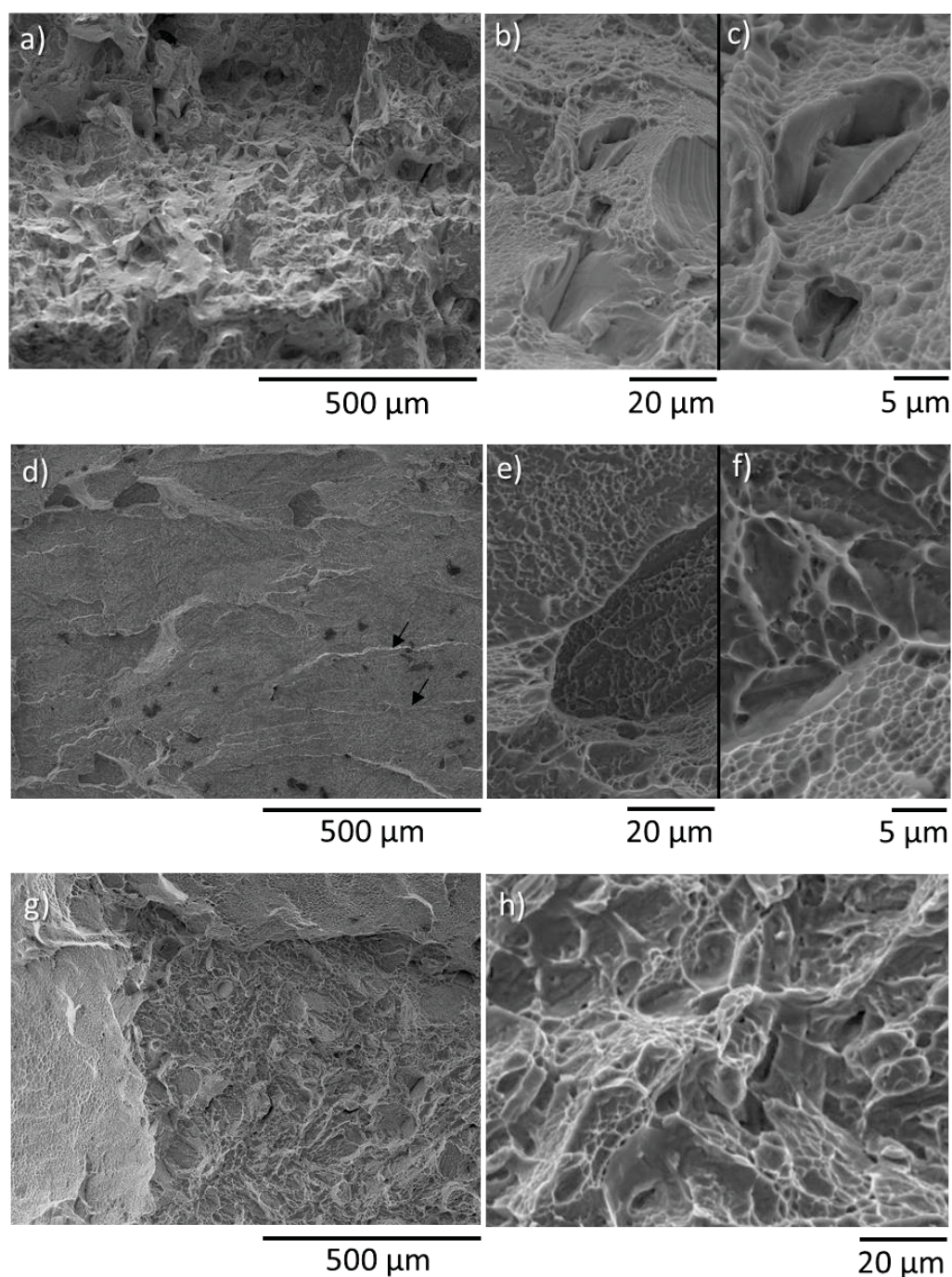


Figure 111 : *Micrographies MEB des faciès de rupture à différents grossissements pour les échantillons (a-c) ech.0_P100, (d-f) ech.0_P300 (deux flèches noires délimitent un clivage de forme et de dimensions proches de celles d'une colonne de la phase mère β) et (g-h) de référence.*

Cet aspect lisse du faciès de rupture à faible grossissement aurait donc pour origine une rupture intergranulaire par contournement des anciens joints de phase mère β . A plus fort grossissement et de façon identique au faciès de l'échantillon précédent, des cupules sont observées, typiques d'une rupture ductile. La différence de rugosité entre les faciès de rupture des échantillons « ech.0_P100 » et « ech.0_P300 », pourrait provenir de la morphologie des anciens grains de phase mère β . En faisant l'hypothèse d'une propagation intergranulaire autour des anciens grains β de l'échantillon « ech.0_P100 », ces derniers étant plus petits, plus fins et avec une morphologie mixte colonnaire-équiaxe, la propagation de la fissure aurait un nombre de déflexion accru. Le chemin de propagation

de la fissure résultant serait plus tortueux et conduirait à un aspect plus rugueux du faciès de rupture. Concernant l'échantillon de référence, l'observation à faible grossissement du faciès (Figure 111g), montre une rupture fragile intergranulaire au centre. La zone plus lisse au bord de l'échantillon correspond à la zone de cisaillement, généralement observée dans le cas d'une rupture ductile et présentant un angle d'environ 45° par rapport à la direction de sollicitation. Les anciens grains de phase mère β de cet échantillon étant équiaxes, son faciès de rupture ressemble donc plus à l'échantillon « ech.0_P100 ». A plus fort grossissement (Figure 111h), les cupules observées sont de tailles plus importantes que celles des échantillons élaborés par SLM, illustrant un comportement plus ductile.

5.4. Influence des porosités

Sous l'effet des contraintes thermiques générées par les fortes vitesses de refroidissement imposées dans le procédé SLM, certaines pièces réalisées sur la machine ProX100 (« ech.0_P100 ») présentaient des fissures dès leur élaboration, en bordure et au niveau de leurs faces latérales. Ces fissures se propagent dans le plan (XY), depuis les bords vers l'intérieur des pièces. La Figure 112 montre une coupe métallographique réalisée dans le plan (YZ), de ces zones fissurées. Les flèches bleues pointent vers des porosités situées sur le chemin d'une fissure. A faible grossissement (Figure 112a), on observe une porosité à partir de laquelle trois fissures se propagent dans trois directions différentes, ainsi que deux porosités isolées jointes par une fissure (flèche rouge). A plus fort grossissement (Figure 112b), on peut observer les coins anguleux que peuvent présenter les porosités. Ce sont des zones de concentration de contraintes dues à leur faible rayon de courbure, et qui ont un comportement équivalent à des amorces de fissure.

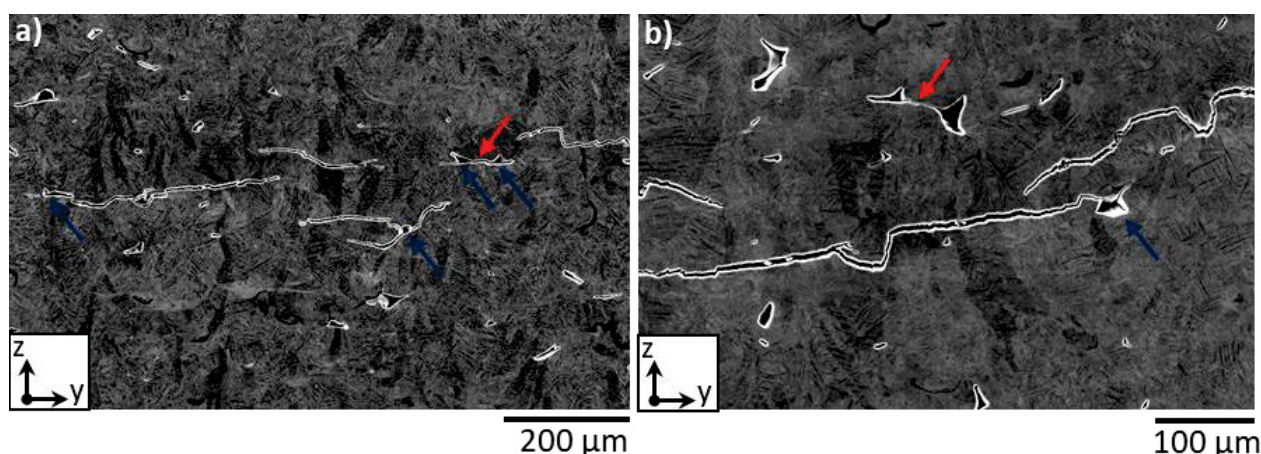


Figure 112 : Micrographies MEB d'une section selon le plan (YZ) d'un échantillon « ech.0_P100 » ayant fissuré dès son élaboration : a) faible grossissement, b) plus fort grossissement. Les flèches bleues montrent des porosités situées sur le chemin des fissures et les flèches rouges montrent deux porosités jointes par une fissure.

La fraction surfacique des porosités présentes sur le faciès de rupture obtenu par traction uniaxiale d'un échantillon selon l'axe Z (Figure 95a), est comparée à la fraction surfacique des porosités d'une coupe dans le plan (XY). Les porosités du faciès de rupture occupent une fraction surfacique 17 fois supérieure à celles de la coupe (8% contre 0,48%). Ce résultat semble montrer que lors de la rupture de ces échantillons, les fissures se propagent préférentiellement de porosité en porosité.

Afin de conforter cette hypothèse, une méthodologie a été mise en place, permettant de corrélérer la morphologie 3D du faciès de rupture de l'échantillon « ech.0_P100 » à la distribution 3D des porosités, obtenues par tomographie X. La Figure 113 présente le principe et les étapes clés de cette méthodologie.

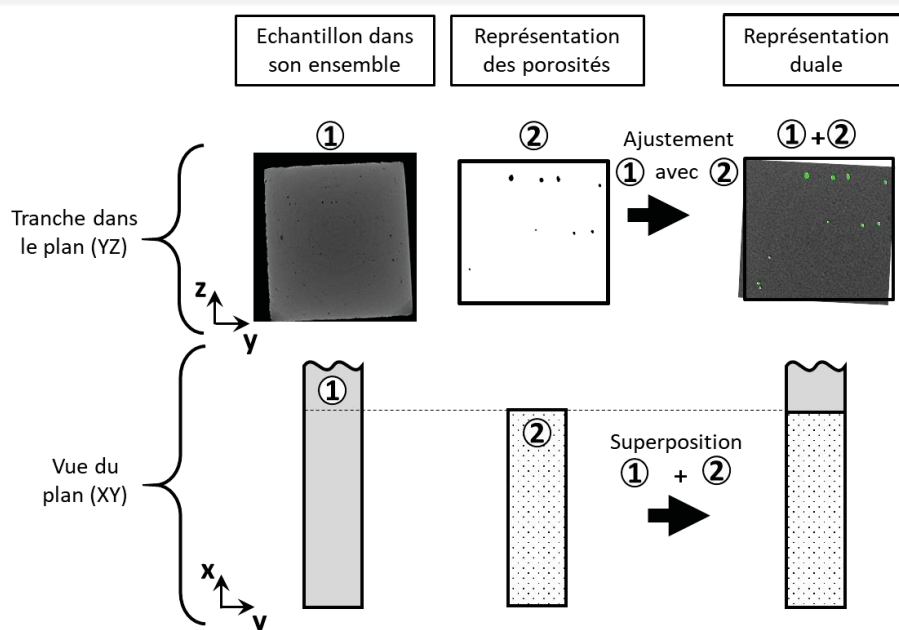


Figure 113 : Présentation de la méthodologie mise en place permettant de corrélérer la morphologie 3D du faciès de rupture de l'échantillon « ech.0_P100 » à la distribution 3D de ses porosités, obtenues par tomographie, en combinant la représentation 3D des porosités (partie inférieure) et la représentation 3D du faciès de rupture (partie supérieure).

Par tomographie X, un échantillon provenant d'une éprouvette de traction a été reconstruit en 3D dans son ensemble (Figure 113 n°1). D'autre part, en suivant la méthode décrite dans le chapitre II, les porosités ont été isolées de la matière, puis ont été reconstituées en 3D (Figure 113 n°2). Les deux représentations ont ensuite été ajustées en superposant leurs porosités à partir de quelques-unes des tranches extraites dans le plan (YZ). Une fois les deux représentations ajustées, la partie inférieure de l'échantillon dans son ensemble a été tronquée, ne laissant place qu'à la représentation 3D des porosités (représentation duale).

La Figure 114a montre la représentation 3D de l'échantillon et de son faciès de rupture, prélevés sur une éprouvette de traction issue de l'échantillon « ech.0_P100 » après traction uniaxiale selon l'axe X. La Figure 114b montre la représentation 3D duale de l'échantillon, avec le faciès de rupture au niveau de la partie supérieure, et la représentation 3D des porosités au niveau de la partie inférieure. La ligne discontinue bleue pointe vers une morphologie en forme de « Canyon » du faciès de rupture. Son orientation est parallèle à la direction 1 d'alignement des porosités. Les Figure 114c et Figure 114d montrent dans le plan (XY), deux différentes coupes du faciès de rupture, superposées à la projection des porosités dans ce même plan. Les lignes noires montrent les deux directions d'alignement des porosités observées précédemment (Figure 89). Les lignes discontinues bleues montrent le chemin de propagation de quelques fissures partant du faciès de rupture. Le chemin des fissures suit globalement la direction d'alignement des porosités, ce qui semble conforter l'hypothèse d'une propagation préférentielle des fissures de porosité en porosité.

Ces résultats apportent des éclaircissements supplémentaires concernant l'évolution des propriétés mécaniques (Figure 110). C'est bien la présence de porosités qui affecte de manière significative la ductilité des échantillons élaborés par SLM. Bien que la fraction de porosités soit relativement faible (< 0.5 % pour l'échantillon « ech.0_P100 »), elle conduit à une diminution drastique de l'allongement à rupture et est également responsable des ruptures précoces observées.

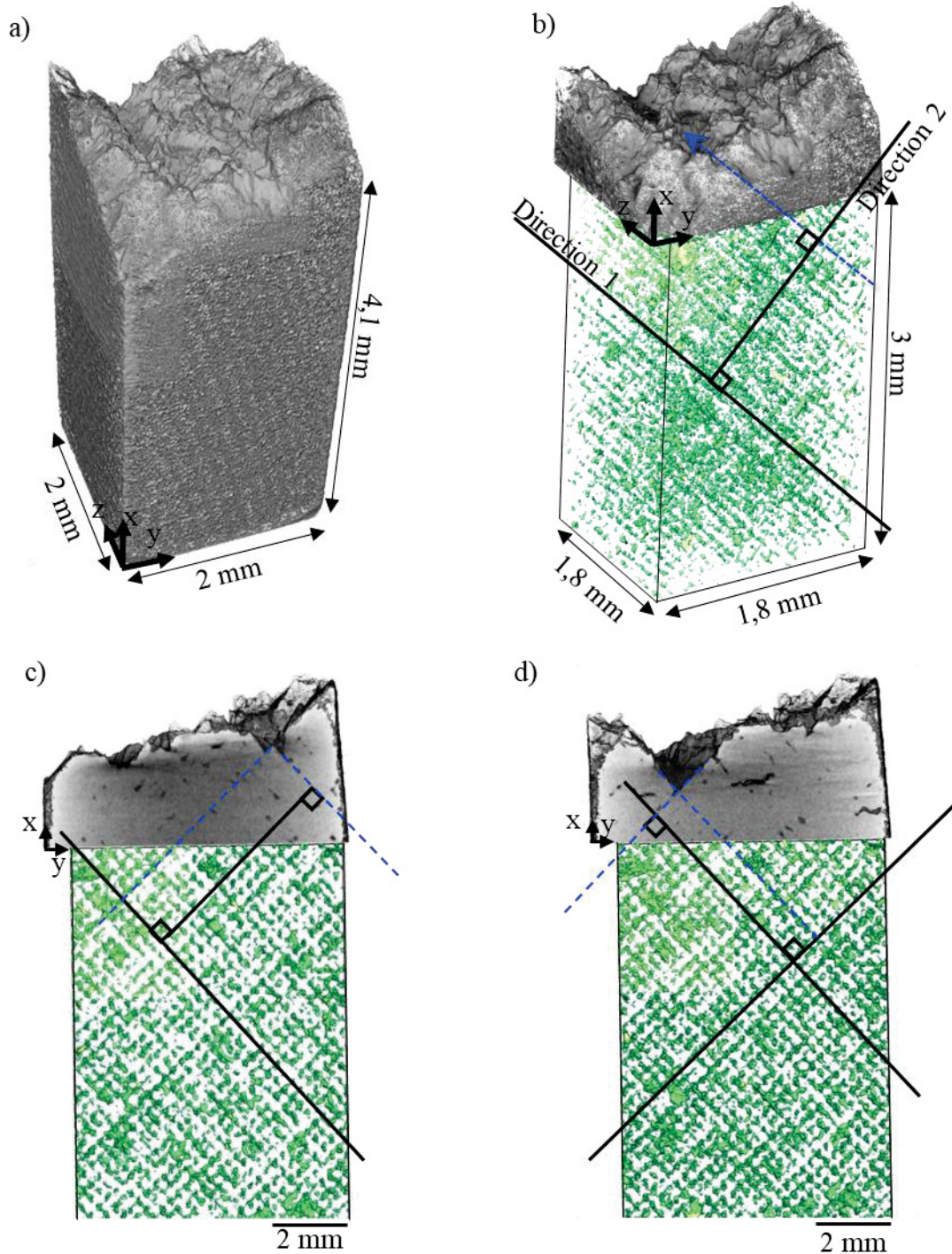


Figure 114 : a) Représentation 3D d'un échantillon et de son faciès de rupture, prélevés sur une éprouvette de traction issue de l'échantillon « ech.0_P100 » après traction uniaxiale selon l'axe X. b) Représentation 3D duale de l'échantillon, avec le faciès de rupture au niveau de la partie supérieure et la représentation 3D des porosités au niveau de la partie inférieure. La ligne discontinue bleue pointe vers une morphologie en forme de « Canyon » du faciès de rupture. Son orientation est parallèle à la direction 1 d'alignement des porosités. c) et d) deux différentes coupes du faciès de rupture superposées à la projection des porosités dans ce même plan (XY). Les lignes noires montrent les deux directions d'alignement des porosités observées précédemment (Figure 89). Les lignes discontinues bleues montrent le chemin de propagation de quelques fissures partant du faciès de rupture.

6. Faits marquants

→ L'échantillon « ech.0_P100 » a été élaboré sur la machine SLM ProX100 avec une faible puissance laser, une faible vitesse de balayage et une épaisseur de couche de 30 μ m, alors que l'échantillon « ech.0_P300 » a été élaboré sur la machine SLM ProX300 avec une puissance laser importante, une vitesse de balayage élevée et une épaisseur de couche de 60 μ m. Ces échantillons ont été élaborés avec des paramètres d'élaboration très différents mais conduisant à une même densité d'énergie.

→ Leur microstructure est principalement composée de martensite α' , globalement peu texturée. La reconstruction de la phase parente β met en évidence une structure colonnaire dont la croissance préférentielle se fait selon direction $\langle 001 \rangle_\beta$ proche de la direction Z d'élaboration des pièces. Cependant, la taille des grains de la phase mère β est plus importante dans l'échantillon « ech.0_P300 » que dans l'échantillon « ech.0_P100 » bien que la densité d'énergie soit identique dans les deux cas. Ceci montre bien que la densité d'énergie ne caractérise pas nécessairement la puissance réelle absorbée par le bain de fusion.

→ A partir d'une analyse fine en microdiffraction électronique, des macles de type $\{0\bar{1}11\} \langle \bar{2}11\bar{1} \rangle_{\alpha'}$ ou $\{0\bar{1}11\} \langle 2\bar{1}\bar{1}1 \rangle_{\alpha'}$ avec une rotation de 57° autour de l'axe de zone $[2\bar{1}\bar{1}0]_{\alpha'}$, un cisaillement dû au maillage de 0,542 et un type de joint spécial $\Sigma 17$ ont été identifiées dans les échantillons élaborés par SLM. Des macles de type $\{01\bar{1}1\} \langle \bar{7}211411 \rangle_{\alpha'}$ ou $\{\bar{1}011\} \langle 1114\bar{1}0 \rangle_{\alpha'}$ avec une rotation de 63° autour de l'axe de zone $[1\bar{2}\bar{2}1]_{\alpha'}$ et un cisaillement dû au maillage de 0,963 et un type de joint de type $\Sigma 5$ sont uniquement présentes dans l'échantillon ech.0_P100. Ces macles ne correspondent pas à celles observées classiquement dans le titane et ses alliages. Même si l'on retrouve un plan de maillage de type $\{10\bar{1}1\}$, les directions de glissement ainsi que les cisaillements importants déterminés (0,542 et 0,963) restent non conventionnels et, à notre connaissance, jamais observés antérieurement. On peut supposer qu'ils sont le résultat de facteurs thermiques et mécaniques spécifiques au procédé SLM.

→ Les analyses par tomographie X montrent que la quantité de porosités et la distribution de leurs facteurs de forme dépendent des paramètres d'élaboration à iso-densité d'énergie et qu'il existe un lien biunivoque entre la répartition des porosités et la stratégie de lasage.

→ Une approche originale combinant des analyses 2D de faciès de rupture et des analyses 3D des porosités par tomographie X est proposée. Elle permet de les positionner par rapport au passage réel du laser et de déterminer les mécanismes de formation de ces porosités.

→ Cette méthodologie a été appliquée avec succès dans le cas de l'échantillon « ech.0_P100 ». Il a été démontré que les porosités sont principalement localisées dans les zones de recouvrement et non sur le passage du laser. Par ailleurs, la morphologie et l'orientation des porosités dépendent de leur localisation 3D. Le mécanisme identifié est celui du manque de fusion. Quant à l'échantillon « ech.0_P300 », le mécanisme de formation des porosités par dénudation semble prépondérant.

→ Enfin, la présence de porosités affecte les propriétés mécaniques. Elle conduit à une diminution drastique de la ductilité résultante. Les reconstructions 3D dites « dual » montrent que les porosités jouent un rôle dans l'initiation et la propagation des fissures.

Chapitre IV : EFFETS DES PARAMETRES DU PROCEDE SUR LES MECANISMES DE FORMATION DES POROSITES ET SUR LES PROPRIETES MECANIQUES

Sommaire

1. Démarche	115
2. Analyse des mécanismes impliqués	116
2.1. Classification par facteurs de forme moyens	116
2.2. Mécanisme de formation des porosités par éjection de matière fondue	119
2.3. Mécanismes de formation des porosités sphériques	120
2.4. Distorsion introduite par le volume analysé par tomographie X	125
3. Liens entre les paramètres du procédé SLM et la formation des porosités	127
3.1. Cartographie de la porosité à P, V et h variables	127
3.2. Rationalisation des résultats par une approche théorique	131
4. Influence des porosités sur les propriétés mécaniques	136
4.1. Influence du mécanisme de formation des porosités	137
4.2. Influence des grandeurs caractéristiques de l'état de porosité	142
5. Faits marquants	146

1. Démarche

Les résultats obtenus dans le chapitre III montrent qu'à densité d'énergie identique, l'état de la porosité varie significativement lorsque certains paramètres du procédé SLM varient. Egalement, nous avons montré que les propriétés mécaniques et notamment l'allongement à la rupture sont très sensibles à l'état des porosités. Par conséquent, le contrôle de la porosité à partir des paramètres du procédé SLM est un point crucial. L'objectif de ce chapitre est double. D'une part, à partir d'une étude paramétrique, il s'agira de décorréler l'influence des paramètres puissance du laser (P), vitesse de balayage (V), espacement de lasage (h) et densité d'énergie (E) sur la formation des porosités. D'autre part, il s'agira de déterminer les caractéristiques définissant l'état des porosités (morphologie, densité, fraction volumique) néfastes aux propriétés mécaniques. Ce travail permettra de mieux appréhender les paramètres du procédé SLM qui conduisent à un matériau dense et dont le comportement se rapproche du matériau de référence.

Pour ce faire, 18 échantillons ont été élaborés sur la machine SLM 3DSysteme ProX300. Les paramètres P, V et h sont variés de deux manières afin d'obtenir des densités d'énergie de 45 J/mm^3 , 75 J/mm^3 et 100 J/mm^3 (Figure 115) :

- h constant mais le couple (P, V) varie sur des iso-densités d'énergie (points 0 à 8).
- le trinôme (P, V, h) varie sur des iso-densités d'énergie (points 9 à 17)

L'échantillon 0 correspond à l'échantillon « ech.0_P300 », caractérisé dans le chapitre précédent.

Pour plus de clarté, les paramètres correspondant à chaque échantillon sont définis dans le [Tableau 11](#).

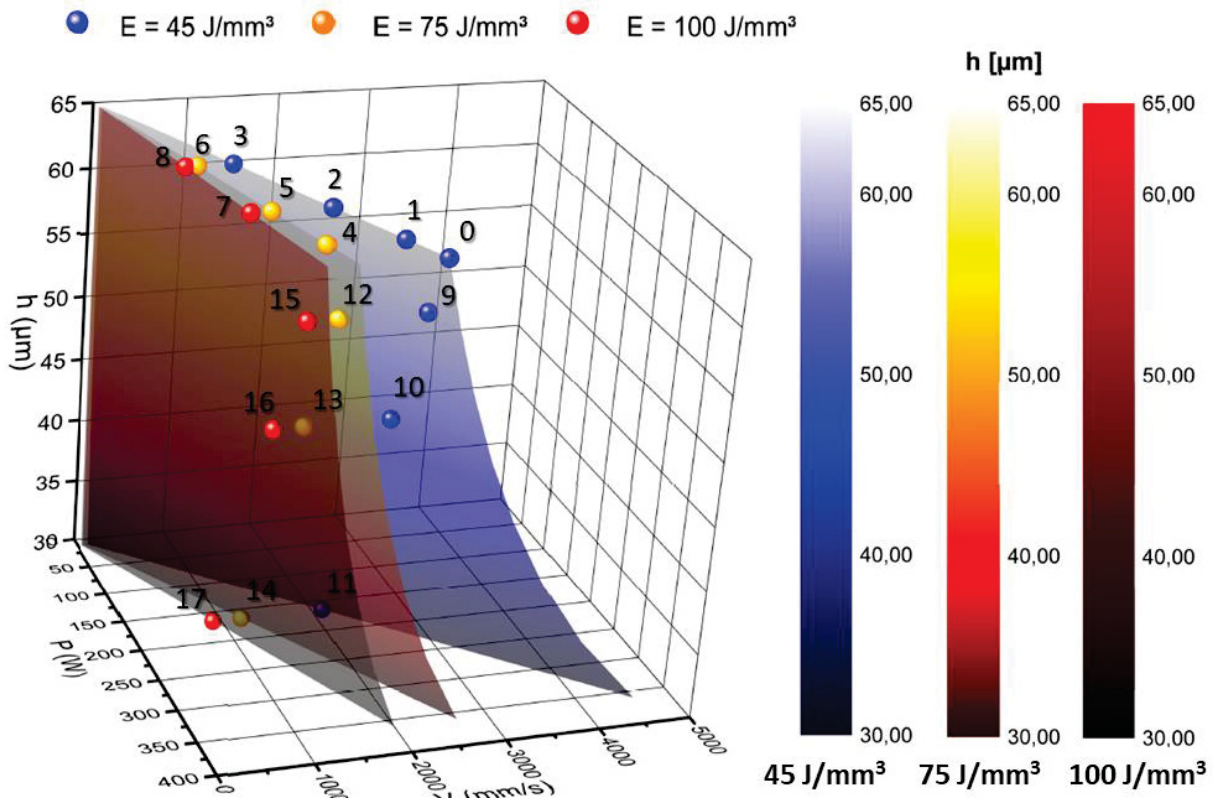


Figure 115 : Paramètres P, V et h associés aux différents échantillons étudiés et numérotés de 0 à 17. Les nappes bleues, orange, et rouges représentent, respectivement, les iso-densités d'énergie de 45 J/mm^3 , 75 J/mm^3 et 100 J/mm^3 , respectivement.

Chapitre IV

Tableau 11 : Paramètres d'élaboration des 18 pièces élaborées sur la machine SLM ProX300. L'échantillon 0 correspond à l'échantillon « ech.0_P300 ». Les fonds bleus, orange et rouges correspondent, respectivement, aux densités d'énergie de 45, 75 et 100 J/mm³.

Numéro d'échantillon	Puissance [W]	Vitesse [mm/s]	Espacement de lasage [μm]	Epaisseur du lit de poudre [μm]	Densité d'énergie [J/mm ³]
0	360	2118	65	60	45
1	320	1880	65	60	45
2	250	1470	65	60	45
3	150	880	65	60	45
4	320	1090	65	60	75
5	250	850	65	60	75
6	150	510	65	60	75
7	250	640	65	60	100
8	150	385	65	60	100
9	330	2120	60	60	45
10	275	2120	50	60	45
11	165	2120	30	60	45
12	330	1220	60	60	75
13	275	1220	50	60	75
14	165	1220	30	60	75
15	330	910	60	60	100
16	275	910	50	60	100
17	165	910	30	60	100

2. Analyse des mécanismes impliqués

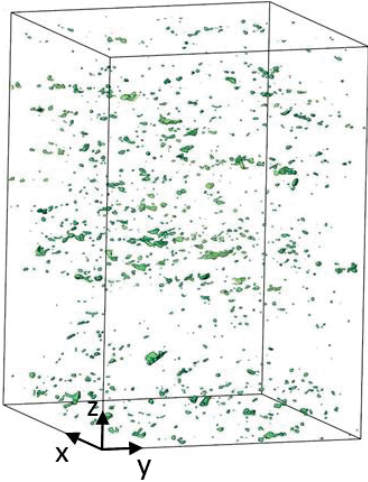
2.1. Classification par facteurs de forme moyens

Les 18 échantillons élaborés ont été caractérisés par micro-tomographie X sur un volume d'environ 2000 μm x 2000 μm x 3000 μm (x, y, z). La vue isométrique des porosités des échantillons 1 à 8 et 9 à 17, leur fraction volumique par rapport au volume total (P en %) et leur facteur de forme moyen (F) sont donnés respectivement sur la [Figure 116](#) et la [Figure 117](#). Les vues isométriques montrent que les échantillons étudiés présentent des différences notables d'état de porosité. La porosité varie sur une gamme de valeurs allant de 0,00057% pour les échantillons les plus denses, à 12,4% pour les plus poreux. Les échantillons les plus denses élaborés dans cette études contiennent une fraction volumique de porosités beaucoup plus faible (de plus de deux ordres de grandeur) que celle généralement rencontrée dans la littérature pour des paramètres d'élaboration considérés comme optimisés [89,129]. A partir de l'ensemble des résultats analysés, trois catégories d'échantillons peuvent être définies à partir de la distribution des facteurs de forme des porosités : ceux ayant un facteur de forme moyen F1 compris entre 1,3 et 1,4 ; ceux ayant un facteur de forme moyen F2 compris entre 1,7 et 1,9 ; et ceux ayant un facteur de forme moyen F3 compris entre 2,2 et 2,4. Il est intéressant de remarquer que les échantillons qui contiennent une fraction volumique faible de porosités appartiennent à la première catégorie.

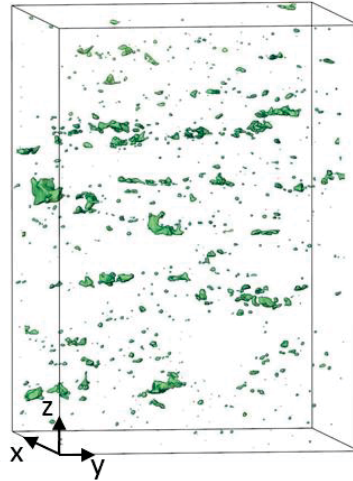
Conformément à l'analyse proposée dans le chapitre III, les porosités dont le facteur de forme moyen est compris dans l'intervalle 1,7-1,9 se forment par un mécanisme de manque de fusion. Deux mécanismes différents de formation des porosités peuvent être incriminés pour les porosités ayant un facteur de forme moyen compris entre 2,2 et 2,4. Il s'agit du mécanisme de dénudation (vu au chapitre III) et du mécanisme d'éjection de matière fondue. Les mécanismes de manque de fusion et de dénudation ainsi que leurs critères constitutifs ont été longuement discutés dans le Chapitre III et ne feront donc pas l'objet de discussion plus approfondie dans cette partie. Cependant, le mécanisme de formation des porosités par éjection de matière fondue ainsi que ceux conduisant à des porosités dont le facteur de forme moyen est compris entre 1,3 et 1,4 restent à discuter. Pour ce dernier cas et compte tenu de leur facteur de forme proche de 1, le terme « sphérique » sera utilisé pour les caractériser.

Chapitre IV

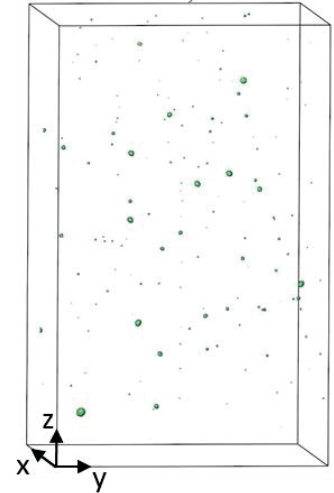
Ech.1 : • $P = 7,2 \cdot 10^{-2}$
• $F = 1,7$



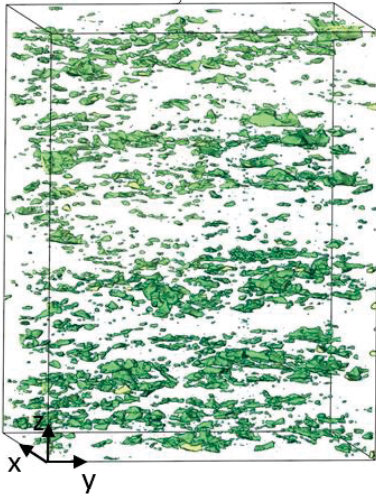
Ech.2 : • $P = 7,6 \cdot 10^{-2}$
• $F = 1,7$



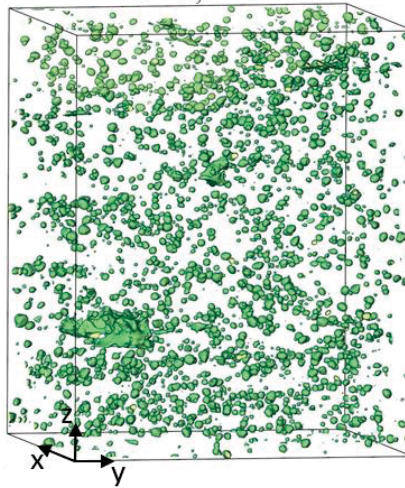
Ech.3 : • $P = 5 \cdot 10^{-3}$
• $F = 1,3$



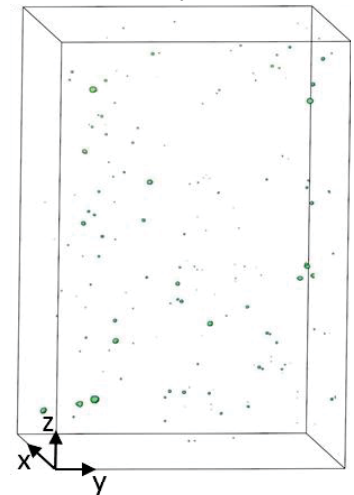
Ech.4 : • $P = 8,9 \cdot 10^{-1}$
• $F = 2,3$



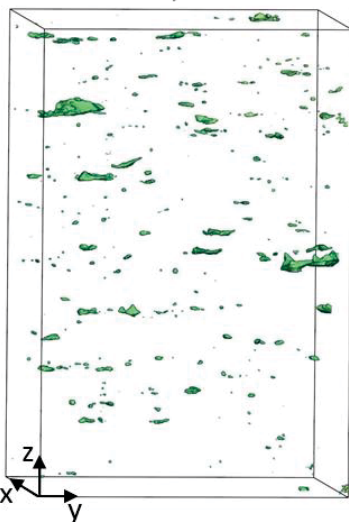
Ech.5 : • $P = 6,6 \cdot 10^{-1}$
• $F = 1,3$



Ech.6 : • $P = 5,6 \cdot 10^{-3}$
• $F = 1,3$



Ech.7 : • $P = 9,1 \cdot 10^{-2}$
• $F = 2,4$



Ech.8 : • $P = 6,2 \cdot 10^{-2}$
• $F = 2,3$

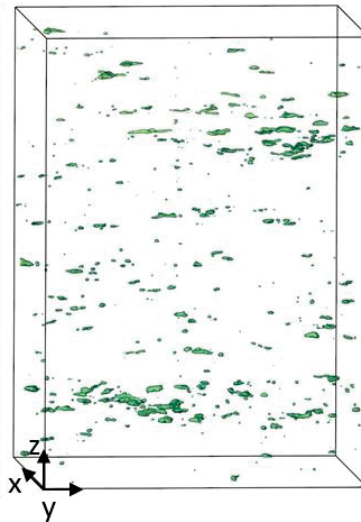


Figure 116 : Représentation isométrique 3D des porosités des échantillons 1 à 8. P et V varient et h est constant, à iso-densité d'énergie. P indique la porosité et F le facteur de forme moyen des porosités de chaque échantillon. L'échantillon 0 a été étudié chapitre III.

Chapitre IV

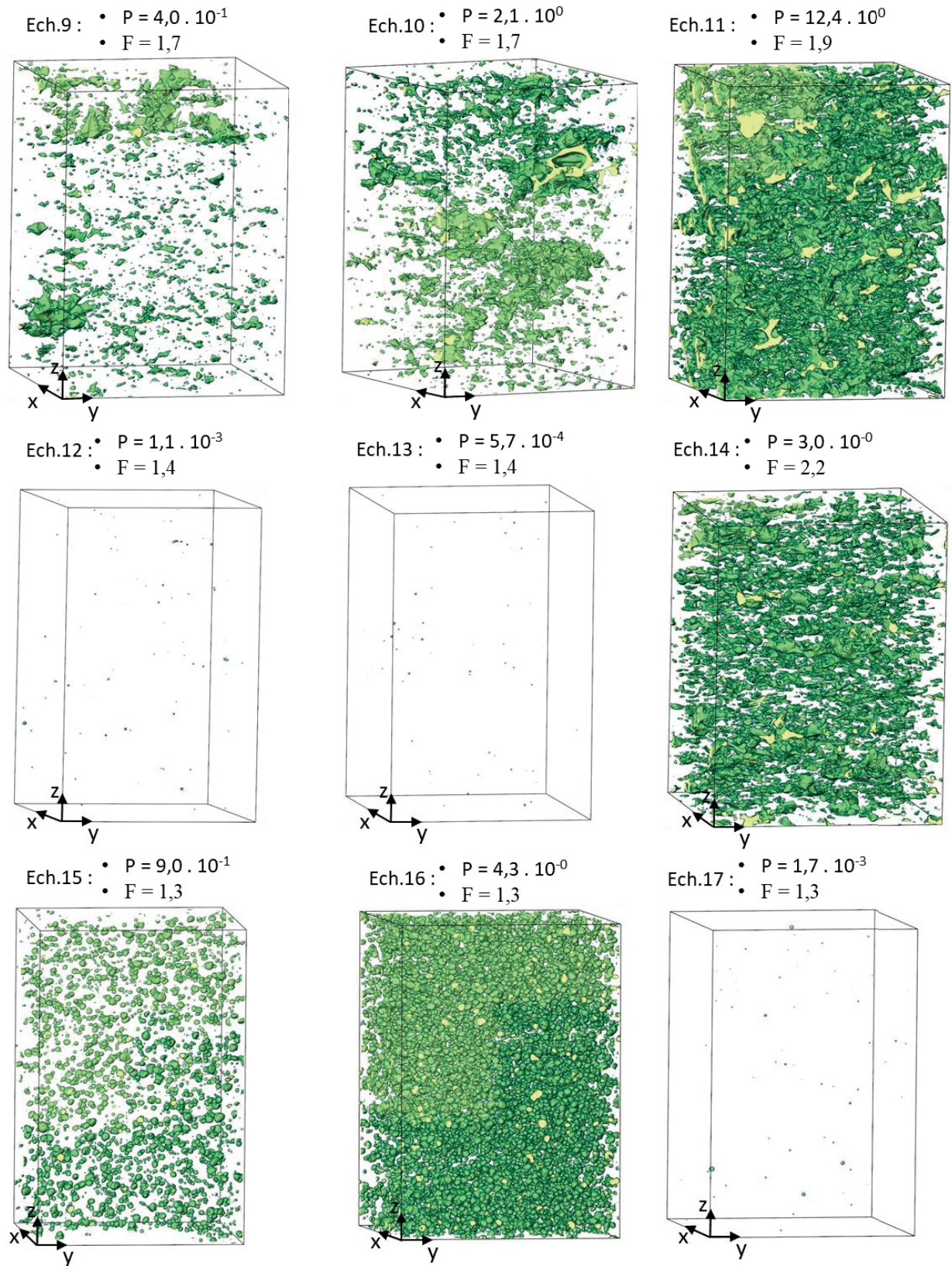


Figure 117 : Représentation isométrique 3D des porosités des échantillons 9 à 17. P et h et V varient à iso-densité d'énergie. P indique la porosité et F le facteur de forme moyen des porosités de chaque échantillon.

2.2. Mécanisme de formation des porosités par éjection de matière fondue

Les échantillons contenant des porosités dont le facteur de forme est compris dans l'intervalle 2,2 et 2,4 ne présentent pas tous la même topologie. Pour certains, on retrouve des topologies caractéristiques d'un mécanisme de dénudation (voir Chapitre III). Pour les échantillons n°7 et n°8, l'observation des porosités dans le plan (XY) met en évidence des concavités sphériques (Figure 118) que l'on peut attribuer à un mécanisme par éjection de matière fondue [252]. Dans le plan (YZ), un alignement horizontal des porosités est distingué. La distance entre les lignes de porosités est généralement de plusieurs épaisseurs de lits de poudre e .

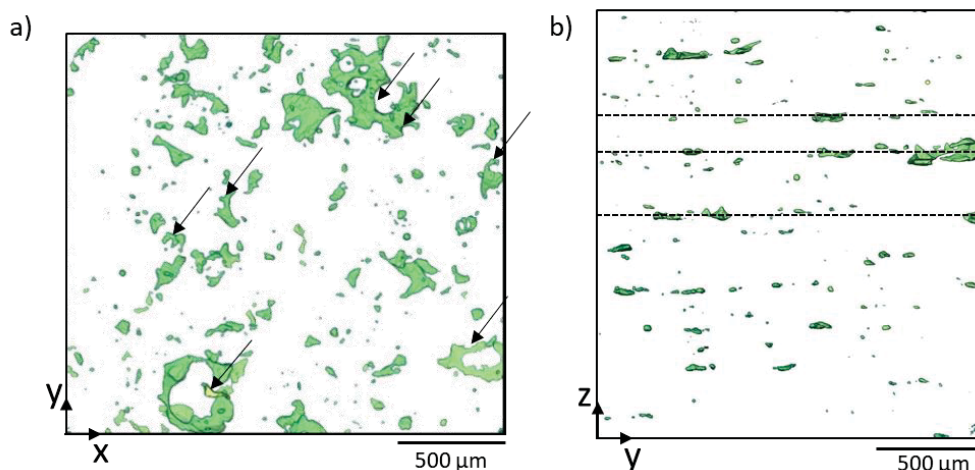


Figure 118 : Projections de la vue isométrique des porosités de l'échantillon n°7 selon le plan a) (XY) et b) (YZ), mettant en évidence la morphologie circulaire des porosités (flèches noires), et leurs alignement horizontal (lignes discontinues noires).

La micrographie MEB de la dernière couche lasée de l'échantillon n°7 est montrée par la Figure 119. On y distingue des défauts sphériques avec une taille de plus de 100 µm de diamètre.

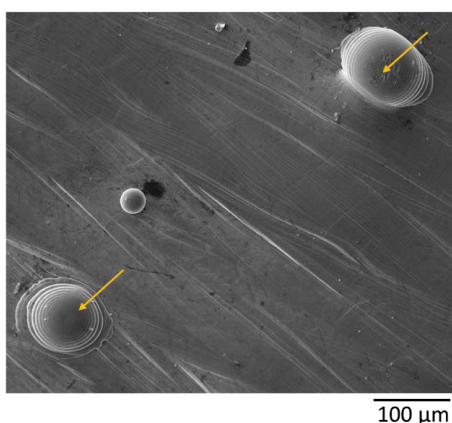


Figure 119 : Micrographie MEB de la dernière couche lasée de l'échantillon n°7. Les flèches orange montrent des défauts sphériques de tailles importantes provenant d'éjections de matière et qui ont été partiellement refondus par le laser.

Lors de la fusion d'une couche, de la matière en fusion est éjectée hors du bain de fusion, puis se sphéroïdise en vol sous l'effet des tensions de surface. Une partie de ces éjections, solidifiées en vol, retombent sur le lit de poudre adjacent encore non fondu. Une interaction se produit entre laser et ces défauts sphériques, parfois de grandes dimensions, pendant la fusion du lit de poudre adjacent. En conséquence, le laser n'a pas assez d'énergie pour fondre à la fois ces défauts et le lit de poudre sous-jacent, notamment lorsque ces défauts se situent à la périphérie du spot laser. C'est ce qui explique la topologie concave de ces porosités. Il est également important d'ajouter que ce mécanisme résulte, à la base, d'une instabilité du bain de fusion.

Les porosités qui résultent d'un mécanisme d'éjection de matière fondue présentent des distributions de tailles et de facteurs de forme (Figure 120) similaires à celles dont le mécanisme de formation est la dénudation. On ne peut donc pas les différencier sur ces critères. Le seul critère fiable reste la topologie des porosités et l'observation de la dernière couche lasée qui montrent des défauts sphériques dont l'origine provient des éjections de matière partiellement refondues par le laser.

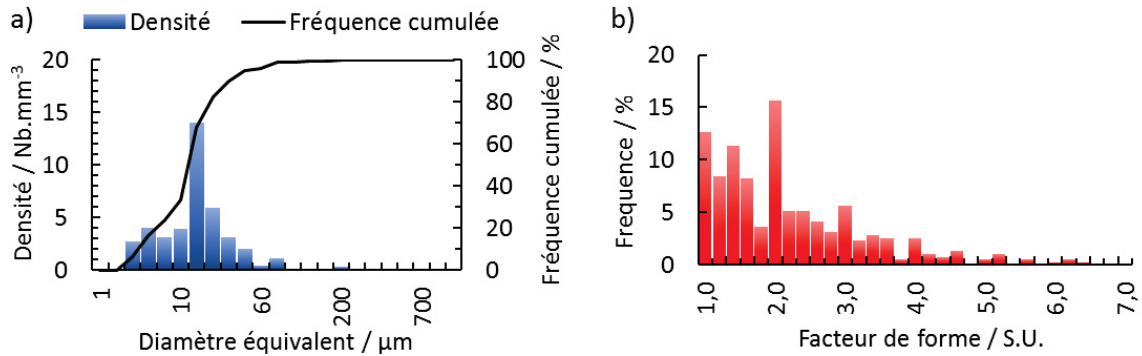


Figure 120 : a) Distribution de tailles et b) de facteurs de forme des porosités de l'échantillon n°7. Le diamètre équivalent ϕ et le facteur de forme moyen F des porosités est de respectivement $\phi = 19,0 \mu\text{m}$ et $F = 2,4$.

2.3. Mécanismes de formation des porosités sphériques

Pour définir des critères constitutifs du mécanisme de formation des porosités sphériques, deux échantillons ont été sélectionnés et comparés en fonction de l'importance de leur porosité. Ces deux échantillons ont été élaborés avec une densité d'énergie de 100 J/mm^3 ; c'est-à-dire la plus élevée. L'échantillon n°15 présente une porosité relativement importante (0,9 %) alors que l'échantillon n°17 a une porosité significativement plus faible (0,0017%). Les vues isométriques de ces deux échantillons sont données par la Figure 121. Pour des raisons pratiques, seule une partie du volume analysé est montré. Comme en atteste la Figure 121, aucun arrangement spécifique des porosités n'est, de prime abord, constaté.

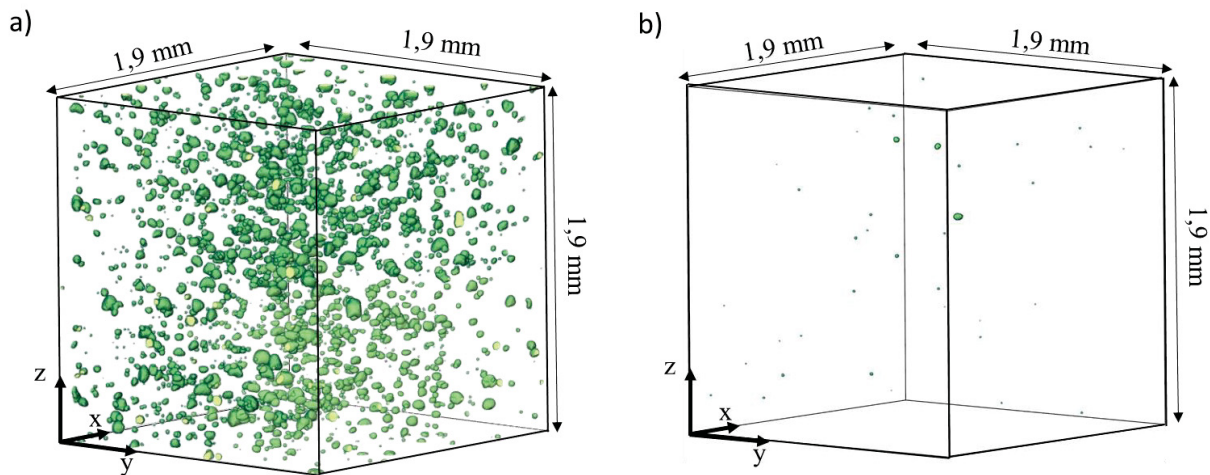


Figure 121 : Représentation isométrique 3D des porosités (représentées en vert) de l'échantillon a) n°15 et b) n°17.

La distribution de tailles et de facteurs de forme des porosités sont données par la Figure 122. Concernant l'échantillon n°15, le diamètre équivalent des porosités est compris entre $4 \mu\text{m}$ et $80 \mu\text{m}$ (Figure 122a). Leur taille moyenne est de $31 \mu\text{m}$. La distribution de leurs facteurs de forme (Figure 122b) est comprise entre 1 et 2, pour une valeur moyenne de 1,3. Elle est nettement plus resserrée et plus proche de 1 que dans le cas du manque de fusion et de la dénudation (Figure 88). Quant à l'échantillon n°17, la distribution de tailles des porosités est moins étendue. Elle est comprise entre $4 \mu\text{m}$ et $40 \mu\text{m}$ (Figure 122c), pour une taille moyenne de $12,3 \mu\text{m}$. La distribution des facteurs de forme

Chapitre IV

de ses porosités est similaire à celle de l'échantillon n°15, c'est-à-dire comprise entre 1 et 2, avec un facteur de forme moyen de 1,3. En définitive, l'échantillon n°17 présente des porosités avec un diamètre équivalent plus petit que dans le cas de l'échantillon n°15. En réalité, les porosités de l'échantillon n°17 sont également plus sphériques.

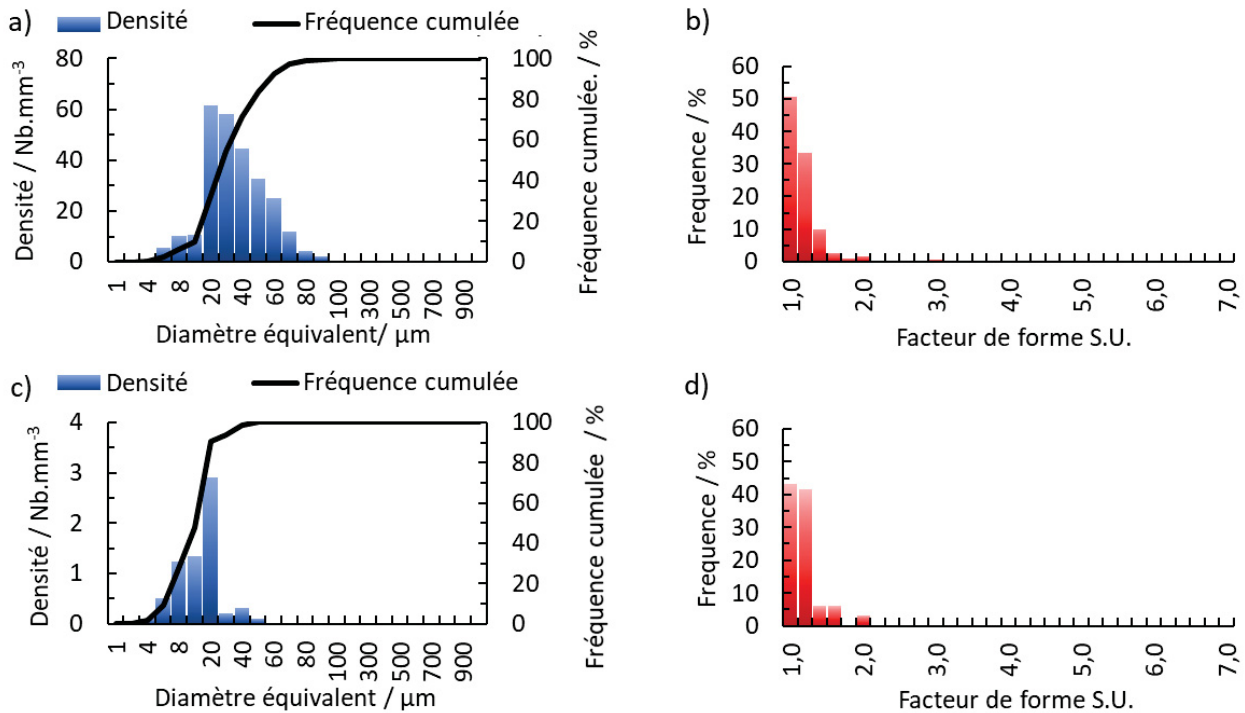


Figure 122 : Distribution de tailles et de facteurs de forme des porosités, respectivement de (a, b) l'échantillon n°15 et (c, d) l'échantillon n°17. Le diamètre équivalent ϕ et le facteur de forme moyen F des porosités pour chaque échantillon est de respectivement $\phi = 31,0 \mu\text{m}$ et $F = 1,3$; $\phi = 12,3 \mu\text{m}$ et $F = 1,3$.

Afin d'isoler les porosités du reste de la matière, des tranches 2D ont été seuillées avec le logiciel ImageJ. La résolution spatiale utilisée consiste en voxels de $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$. En 2D, lors du seuillage des porosités, une imprécision de quelques pixels peut générer une erreur importante sur le facteur de forme lorsque les porosités sont plus petites. Par exemple, en supposant une porosité parfaitement sphérique de $6 \mu\text{m}$ de diamètre, ses dimensions latérale et longitudinale sont de 3 pixels x 3 pixels. Son facteur de forme F devrait être égale à 1. Or, une imprécision de seuillage de 1 pixel donnerait dans le cas le plus défavorable, une dimension de la particule de 4 pixels x 2 pixels. Cette erreur se répercute en 3D lors de la reconstruction des porosités. Dans ce cas précis, le facteur de forme serait égal à 2. Pour s'en convaincre, la distribution de facteurs de forme des porosités de ces deux échantillons sont données en fonction de la fraction volumique des porosités (Figure 123).

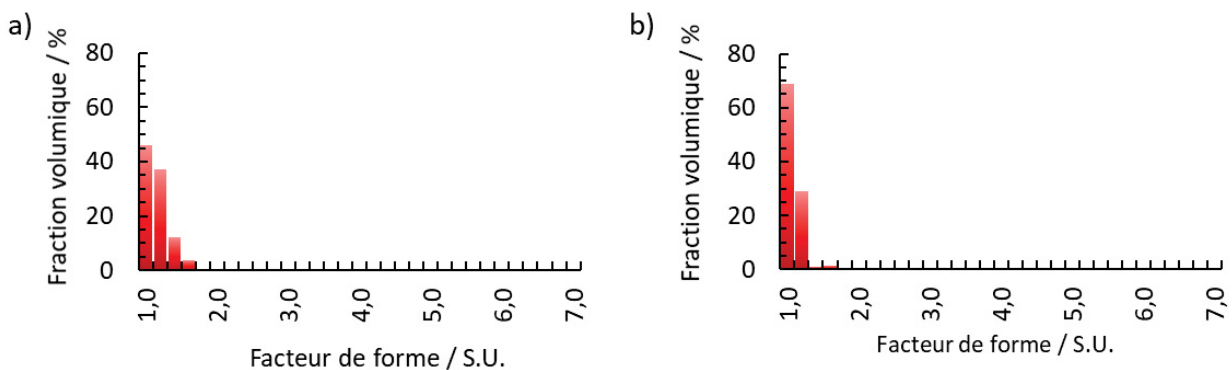


Figure 123 : Distribution volumique de facteurs de forme des échantillons a) n°15 et b) n°17, mettant en évidence une sphéricité plus importante des porosités de l'échantillon n°17.

Chapitre IV

Dans cette représentation, les porosités avec un volume important ont une contribution plus importante. En comparant avec les graphes précédents, on voit que la proportion de porosités ayant un facteur de forme proche de 1 a diminué pour l'échantillon n°15 (Figure 123a), et augmenté pour l'échantillon n°17 (Figure 123b) : les porosités ayant un facteur de forme compris entre 1 et 1,2 représentent 45% du volume total des porosités pour l'échantillon n°15, contre près de 70% pour l'échantillon n°17.

Les différences de tailles et de facteurs de forme observées entre ces deux échantillons laissent penser qu'un mécanisme de formation des porosités différent opère. Pour aller plus loin, la Figure 124 compare la stratégie de lasage utilisée à la répartition spatiale de leurs porosités dans le plan lasage (XY).

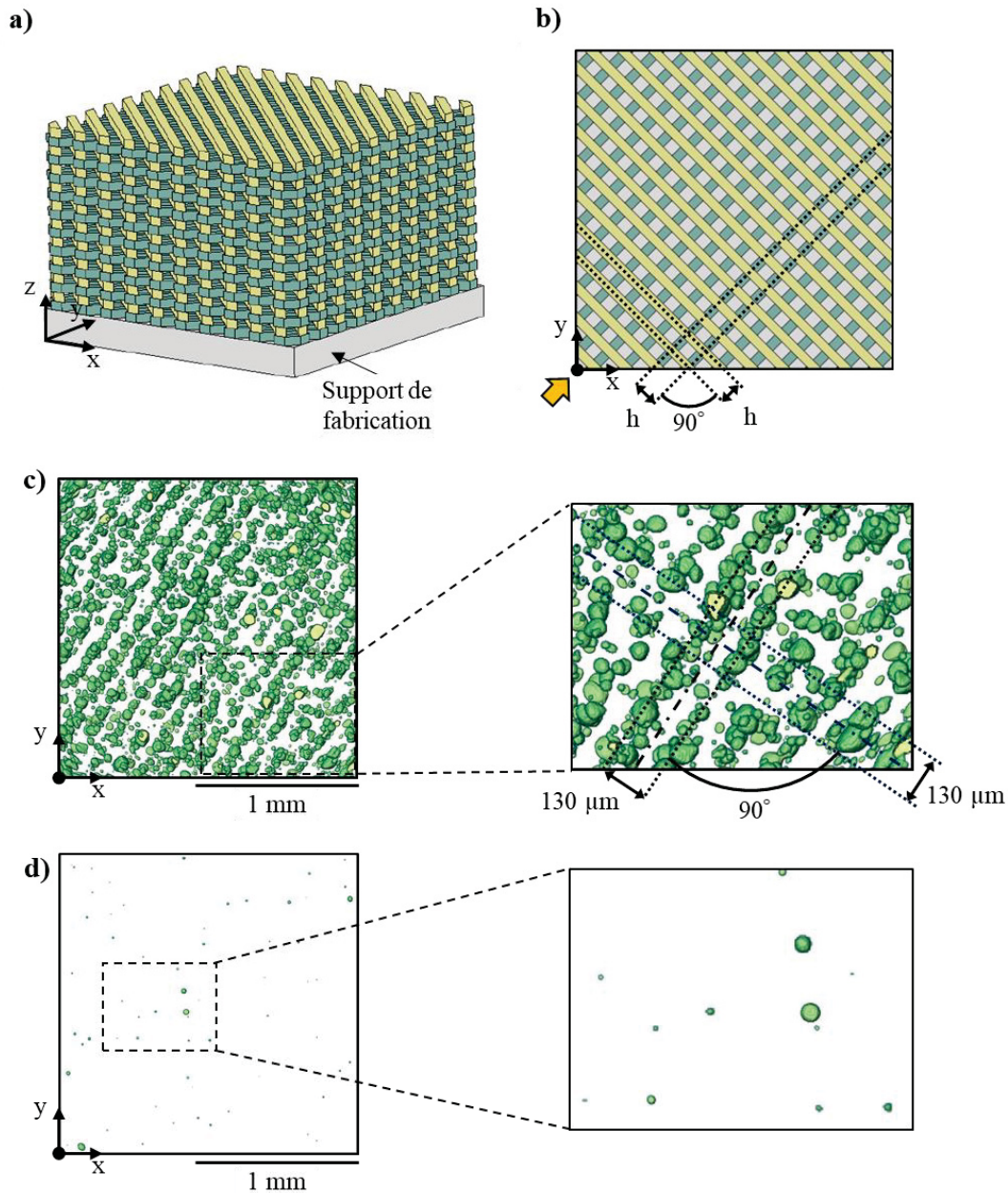


Figure 124 : a) Représentation 3D de la stratégie de lasage et b) sa projection dans le plan de lasage (XY). Projections des porosités sur le plan (XY) et agrandissements associés de : c) l'échantillon n°15 et d) l'échantillon n°17. Les bandes vertes et jaunes de la représentation 3D de la stratégie de lasage peuvent représenter aussi bien le chemin du laser que les zones de recouvrement. « h » représente l'espacement entre deux lignes de lasage.

La Figure 124a est une modélisation 3D de la stratégie de lasage et la Figure 124b, sa projection dans le plan (XY). Comme dans le chapitre III, les bandes jaunes et vertes peuvent représenter soit le

Chapitre IV

chemin de passage du laser, soit les zones de recouvrement. La [Figure 124c](#) et la [Figure 124d](#) donnent la projection dans le plan (XY) de la représentation isométrique des porosités des échantillons n°15 et n°17, obtenues par tomographie X ([Figure 121](#)), et leur agrandissement délimité par les encadrés en lignes discontinues.

Les porosités de l'échantillon n°15 ([Figure 124c](#)) ont une répartition dont le motif semble suivre la stratégie de lasage ([Figure 124b](#)). Les porosités sont alignées sur des lignes formant un angle de $\pm 45^\circ$ avec l'axe x ou y, et un angle de 90° est observé entre les lignes non colinéaires. Pour une raison non comprise, l'espacement entre les lignes formées par les porosités correspond à deux fois l'espacement de lasage utilisé, et les lignes orientées à $+45^\circ$ par rapport à l'axe x sont plus marquées que ses homologues (-45°). Concernant l'échantillon n°17 ([Figure 124d](#)), aucun arrangement particulier des porosités n'est observé. Cependant, cela pourrait être attribué à leur faible nombre.

La [Figure 125](#) compare la stratégie de lasage à la répartition spatiale des porosités dans le plan (YZ), et dans le plan (YZ) auquel une rotation de 45° autour de l'axe z est appliquée.

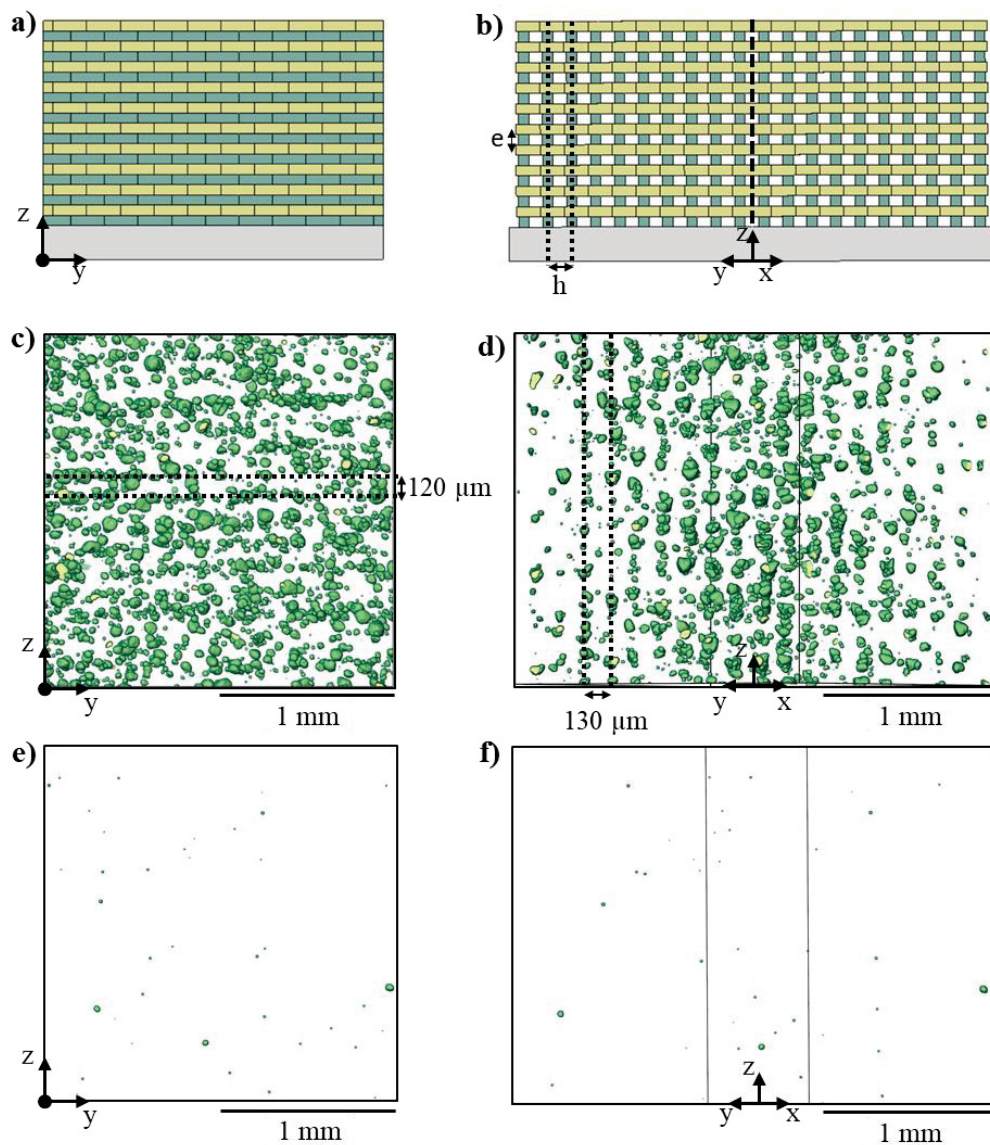


Figure 125 : a) Projection sur le plan (YZ) et b) projection sur le plan (YZ) suivie d'une rotation de 45° selon l'axe z , de la représentation 3D de la stratégie de lasage. c) Projection sur le plan (YZ) et d) projection sur le plan (YZ) + $45^\circ/z$ de l'échantillon n°15. e) Projection sur le plan (YZ) et f) projection sur le plan (YZ) + $45^\circ/z$ de l'échantillon n°17. L'axe z correspond à l'axe d'empilement des couches, « e » correspond à l'épaisseur des lits de poudre et « h » à l'espacement de lasage.

Chapitre IV

En faisant l'hypothèse que les porosités sont réparties de manière aléatoire sur les lignes de lasage, la [Figure 125a](#) montre qu'aucun arrangement des porosités ne devrait être retrouvé dans le plan (YZ). Or la projection dans le plan (YZ) des porosités de l'échantillon n°15 montre un alignement horizontal des porosités, sur des lignes espacées d'environ 120 μm . Cet espacement correspond à deux fois l'épaisseur des lits de poudre. Cette observation montre que ces porosités se forment préférentiellement à une profondeur équivalente.

Tout comme dans le chapitre III, dans le plan (YZ) suivie d'une rotation additionnelle de 45° par rapport à l'axe z ([Figure 125b](#)), les bandes vertes du modèle ont une orientation orthogonale alors que les bandes jaunes ont une orientation parallèle au plan de projection. Une flèche orange ([Figure 124b](#)) montre la direction orthogonale au plan de projection considéré sur la [Figure 125b](#). La longueur projetée des bandes vertes sur ce plan est plus importante que celle des bandes jaunes, ce qui augmente la probabilité que les porosités se situent sur les zones projetées vertes. En raison de la géométrie parallélépipédique du modèle 3D, plus la distance latérale depuis la ligne centrale est importante (ligne verticale discontinue), plus la longueur projetée des bandes sera diminuée, réduisant ainsi la probabilité que les porosités soient localisées dans des bandes. Ces remarques expliquent l'alignement vertical des porosités observé pour l'échantillon n°15 ([Figure 125d](#)), et la diminution de leur densité lorsque l'on s'approche des bords latéraux. La distance entre les lignes verticales de cet échantillon correspond cependant à deux fois l'espacement de lasage h, soit 120 μm . De nouveau, cet espacement double est mal compris.

Concernant l'échantillon n°17, aucun arrangement particulier n'est observé, que ce soit dans le plan (YZ) ([Figure 125e](#)) ou dans le plan (YZ + $45^\circ/z$) ([Figure 125f](#)).

Une relation étroite entre la répartition des porosités et la stratégie de lasage est donc mise en évidence dans le cas de l'échantillon n°15. La distribution spatiale des porosités étant corrélée à la stratégie de lasage, il est raisonnable de penser que les porosités se forment sur le chemin de passage du laser et non sur les zones de recouvrement compte tenu de la densité d'énergie élevée utilisée. Cependant, le mécanisme incriminé est plus difficile à déterminer car il est généralement admis que les porosités sphériques peuvent se former par un mécanisme de type « keyhole » souvent associé à de la surfusion et/ou par un mécanisme de piégeage du gaz initialement présent dans la poudre entrante ou au niveau des interstices formés entre les particules de poudre lorsqu'elles sont déposées [89,142,159,253]. Pour aller plus loin dans la détermination des mécanismes mis en jeu, il est essentiel d'analyser plus finement les échantillons n°15 et n°17.

La [Figure 126a](#) montre le faciès de rupture de l'échantillon n°15 obtenu après une traction uniaxiale selon l'axe z d'empilement des couches. Son agrandissement [Figure 126b](#) met en évidence des porosités sphériques semblables à celles observées par tomographie X.

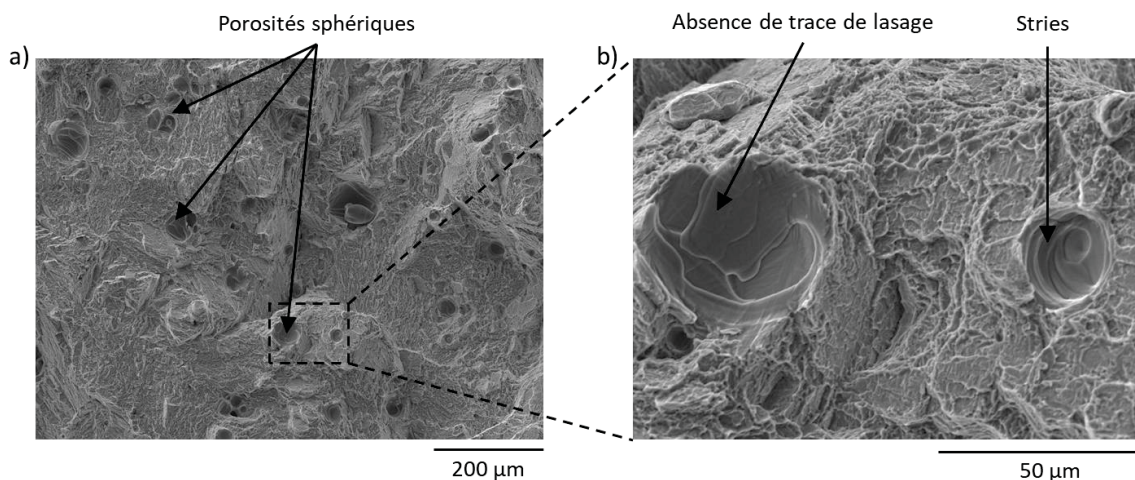


Figure 126 : a) Micrographie du faciès de rupture de l'échantillon n°15 après traction uniaxiale selon l'axe z d'élaboration des pièces et b) son agrandissement. Ces micrographies mettent en évidence la présence de porosités sphériques avec un état de surface interne ne présentant pas de traces de lasage, mais qui a une morphologie similaire à des retassures ou en forme de stries.

A l'intérieur de ces porosités, on ne retrouve pas de traces de lasage. Cependant, leur état de surface interne a une morphologie similaire à celle de retassures avec des stries ou des ondulations sur les bords latéraux.

L'observation de la coupe métallographique réalisée dans le plan (YZ) (Figure 127), met en exergue ces stries. Ces stries, également observées par Kasperovich et al., par MEB et tomographie X, sont constitutives d'un mécanisme de type « keyhole » [89]. En effet, des phénomènes complexes de transferts de chaleur, d'écoulements liquide et de transformations de phases sont à l'œuvre, dues à des énergies de fusion laser et à des vitesses de refroidissement importantes [135,136]. A forte énergie, l'évaporation de la matière couplée à une instabilité dans le bain de fusion viennent rompre la continuité du bain de fusion, générant une cavité débouchante. Lors du refroidissement, les tensions de surface du métal encore en fusion sont en partie contrecarrées par la gravité [254]. Le métal liquide tend alors à retomber vers le fond. Cependant en raison de la viscosité accrue du liquide et des vitesses de refroidissement importantes, le flux de matière est figé, produisant ces stries ou ondulations.

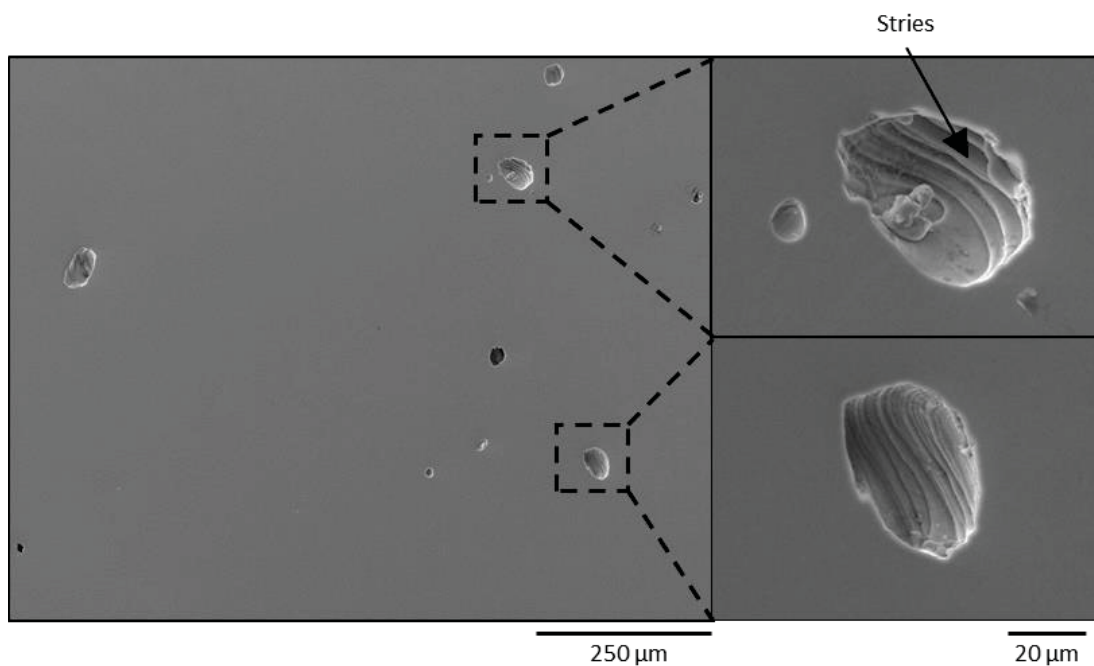


Figure 127 : Micrographie MEB d'une coupe selon le plan (YZ) de l'échantillon n°15, et deux agrandissements montrant les stries au niveau de la surface intérieure de deux porosités.

Concernant l'échantillon n°17, la faible taille des porosités ainsi que leur sphéricité plus marquée indiquerait plutôt un mécanisme de formation des porosités induit par piégeage de gaz, cependant aucune porosité n'a pu être observé sur son faciès de rupture. Ce gaz peut provenir soit de gaz préalablement présent dans les particules de poudre soit du gaz contenu au niveau des interstices entre les particules de poudres [142]. En raison des fortes vitesses de refroidissement présentes dans le procédé SLM, et de la viscosité du métal en fusion, ce gaz n'a pas toujours un temps suffisant pour être évacué du bain de fusion, ce qui génère ces porosités de petite tailles et très sphériques [72].

2.4. Distorsion introduite par le volume analysé par tomographie X

Parmi tous les échantillons analysés, deux échantillons sont à exclure car le volume analysé par tomographie X n'est pas suffisamment représentatif de l'état des porosités dans le volume total de la pièce : il s'agit des échantillons n°3 et n°5.

L'échantillon n°3 présente des porosités de très grandes dimensions indiquées par les flèches orange sur la photographie Figure 128. Ces porosités peuvent atteindre quelques millimètres de longueur suivant l'axe x. Très dispersées et présentes en petites quantités, aucune de ces porosités n'a été

Chapitre IV

retrouvée dans le volume analysé par tomographie X. Compte tenu de la morphologie allongée de ces porosités, on peut en déduire qu'elles ont été formées par un mécanisme de type manque de fusion ou dénudation alors que l'on aurait pu conclure, à tort, qu'elles ont été formées par un mécanisme de piégeage du gaz initialement présent dans la poudre.

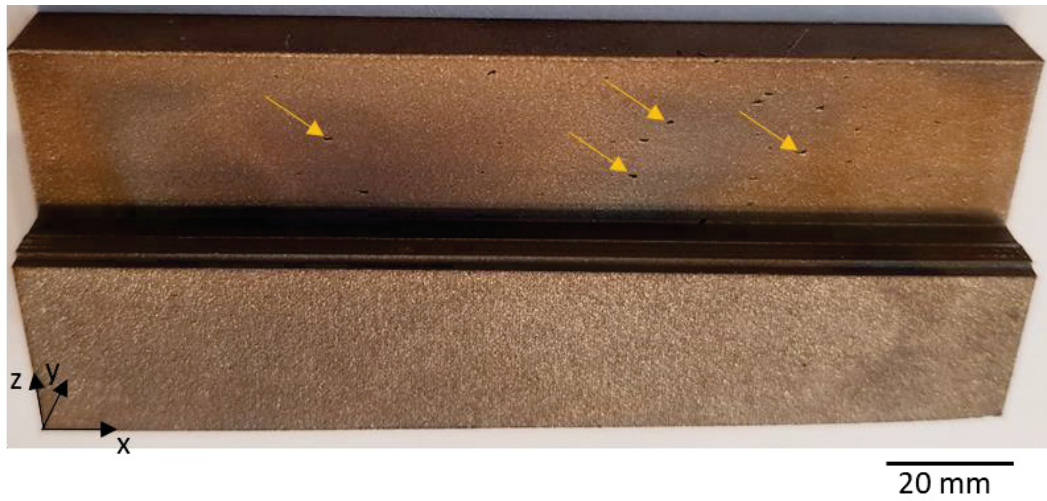


Figure 128 : Photographie de l'échantillon n°3 après prélèvement des éprouvettes de traction, mettant en évidence la présence de défauts de grandes tailles et dispersés en faible nombre dans la matière.

Concernant l'échantillon n°5, des porosités de type strate sont observées à une échelle macroscopique (Figure 129a). Leurs dimensions peuvent atteindre jusqu'à 8 mm de large dans le plan (YZ), et plusieurs dizaines de millimètres dans le plan (XZ). Dans le plan (XZ), ces strates ont un angle d'environ 30° par rapport à l'axe x. Dans les plans (YZ) et (XY), elles ont une orientation parallèle à l'axe y + 10°. Compte tenu de l'orientation des pièces de 10° par rapport aux repères X_{slm} et Y_{slm} de la machine SLM, on en déduit que ces strates ont une orientation parallèle à l'axe Y_{slm} du rouleau d'alimentation. L'observation macroscopique de la dernière couche lasée (Figure 129b) et à une échelle plus fine par MEB (Figure 129c) montre une morphologie qui à l'aspect d'un rouleau. A sa surface, des traces de lasage discontinues et transverses à l'orientation du défaut sont visibles. Leur direction est donnée par la flèche orange.

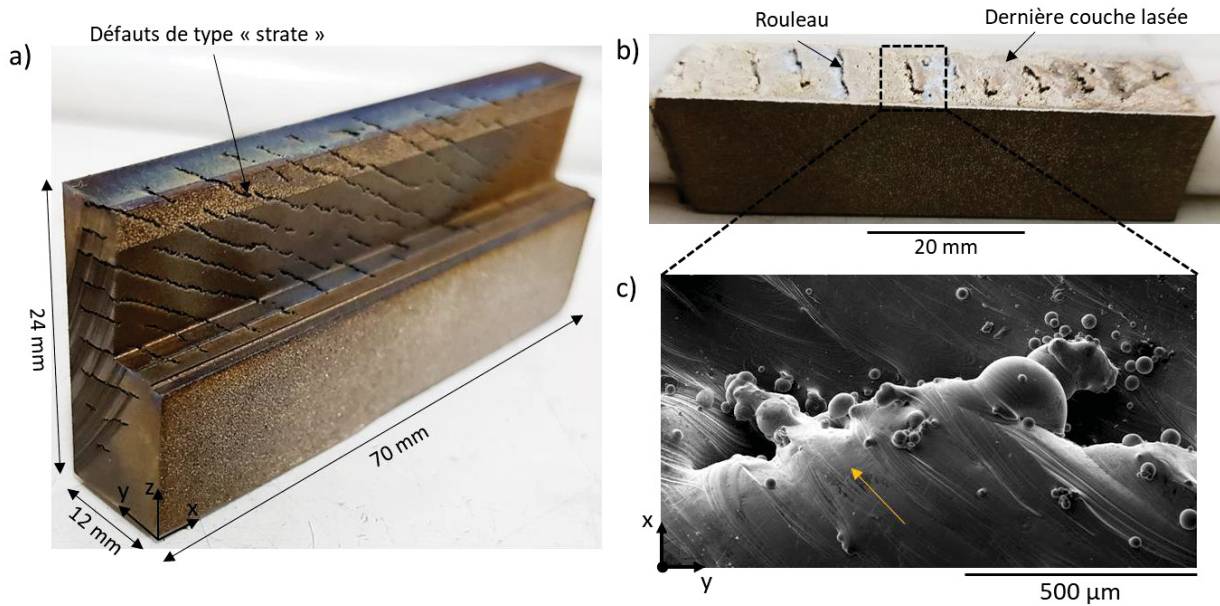


Figure 129 : a) Photographie de l'échantillon n°5 après découpe des éprouvettes de traction par électro érosion fils. b) Photographie de la dernière couche lasée montrant des défauts de surface macroscopiques de type rouleau et c) micrographie MEB de la dernière couche lasée dans une zone montrant la morphologie d'un rouleau.

Chapitre IV

La coupe de la dernière couche lasée selon le plan (YZ) et son agrandissement sont donnés [Figure 130](#). A faible grossissement, la surface présente des irrégularités de hauteur, montrées par les flèches vertes. La coupe du défaut en forme de rouleau montre une forte inclinaison de la surface supérieure. Un manque de matière est également retrouvé dans l'épaisseur de la coupe, et correspond à la porosité en forme de strate. A plus fort grossissement, des porosités de type « keyhole » sont entourées par des cercles blancs en pointillés, typiques d'une surfusion de la matière. Les flèches rouges montrent à l'intérieur de la porosité en strate, une morphologie en forme de marches d'escalier qui se répète de façon cyclique.

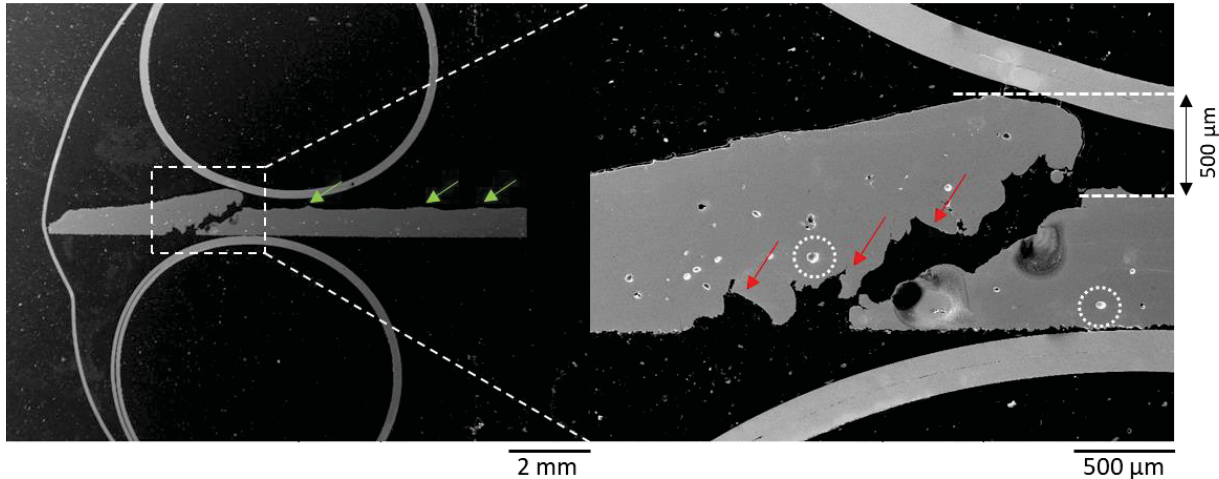


Figure 130 : Micrographies MEB obtenues suivant une coupe dans le plan (YZ) de la dernière couche lasée de l'échantillon n°5. Les flèches vertes montrent des irrégularités de surface, les flèches rouges montrent des morphologies tombantes, et les cercles blancs en pointillés montrent des porosités induites par effet « keyhole ».

Dans un régime de surfusion, l'instabilité du bain de fusion peut provoquer des irrégularités de hauteur en formant des défauts de type « bourrelet » [255,256]. Lors de l'étalement du lit de poudre, ces défauts de surface engendrent des sauts du rouleau d'alimentation, ce qui engendre à leur tour un accroissement local de l'épaisseur du lit de poudre, dans une direction parallèle à l'axe du rouleau d'alimentation (axe $y + 10^\circ$). Lorsque ces défauts dépassent une taille critique, l'épaisseur du lit de poudre est alors trop importante pour être fondue dans son intégralité par le laser. La continuité métallique entre la couche nouvellement formée et la précédente ne pouvant plus être assurée, ce phénomène forme une porosité allongée dont l'orientation est parallèle à l'axe du rouleau. La morphologie en forme d'escalier laisse penser qu'un phénomène cyclique se produit. Lors des dépôts successifs de couches de matière, les défauts de surface précédemment formés se répercutent sur les nouvelles couches. D'après les micrographies de la [Figure 130](#) (distance entre les lignes discontinues blanches), l'épaisseur du lit de poudre, lors de son dépôt, pourrait atteindre localement plusieurs centaines de microns. Des vides de matière se forment alors par continuité avec ceux précédemment formés, ce qui entraîne la formation de porosités en forme de strate.

3. Liens entre les paramètres du procédé SLM et la formation des porosités

3.1. Cartographie de la porosité à P, V et h variables

Dans les chapitres précédents, 5 mécanismes de formation des porosités ont été identifiés à partir d'analyses effectuées par tomographie X. Il s'agit du manque de fusion au niveau des zones de recouvrement, de la dénudation, de l'éjection de matière fondue, de l'effet « keyhole » et du piégeage de gaz. Les analyses ont montré que la distribution de tailles, la taille moyenne (D_{moyen}), la distribution des facteurs de forme et le facteur de forme moyen (F_{moyen}) des porosités permettent de caractériser le mécanisme à l'origine de la formation des porosités. Nous rappelons dans le [Tableau 12](#) les critères relatifs aux mécanismes précédemment cités.

Chapitre IV

Tableau 12 : Critères de détermination du mécanisme de formation des porosités prépondérant. D_{moyen} et F_{moyen} sont respectivement le diamètre équivalent moyen et le facteur de forme moyen.

Critère	Distribution de tailles	distribution de facteurs de forme	D_{moyen}	F_{moyen}
Manque de fusion			/	1,7 - 1,9
Dénudation			/	2,2 - 2,4
Ejection de matière			/	2,2 - 2,4
Keyhole			25 μm - 35 μm	1,3 - 1,4
Gaz			10 μm - 15 μm	1,3 - 1,4

L'application de ces critères morphologiques permet de définir pour chaque échantillon élaboré avec les conditions spécifiques données dans le [Tableau 11](#), le mécanisme prépondérant de formation des porosités. On utilisera, pour caractériser les mécanismes mis en jeu, les abréviations « MF » pour le manque de fusion, « Den » pour la dénudation, Ej pour l'éjection de matière fondue, « KH » pour l'effet keyhole et « G » pour le piégeage de gaz. Par ailleurs, les grandeurs caractéristiques relatives à l'état de la porosité de chaque échantillon ont été mesurées. Il s'agit principalement de la fraction volumique (P en %), de la taille moyenne (D en μm) et du facteur de forme moyen (F) des porosités. Nous avons résumé l'ensemble des résultats obtenus sur deux graphes. L'un, donné [Figure 131a](#), représente les iso-densités d'énergie (45, 75 et 100 J/mm³) à P et V variables et à h fixé à 65 μm. L'autre, donné [Figure 131b](#), représente les trinômes (P, h, V) variables pour les trois densités d'énergie considérées (45, 75 et 100 J/mm³).

De manière générale, l'analyse des résultats obtenus montre que la densité d'énergie joue un rôle sur les mécanismes de formation des porosités. Le mécanisme prépondérant est, le manque de fusion à 45 J/mm³, le piégeage de gaz à 75 J/mm³ et les effets « keyhole » et d'éjection de matière à 100 J/mm³. Il s'agit cependant de tendances générales qu'il convient d'analyser de manière plus précise.

Chapitre IV

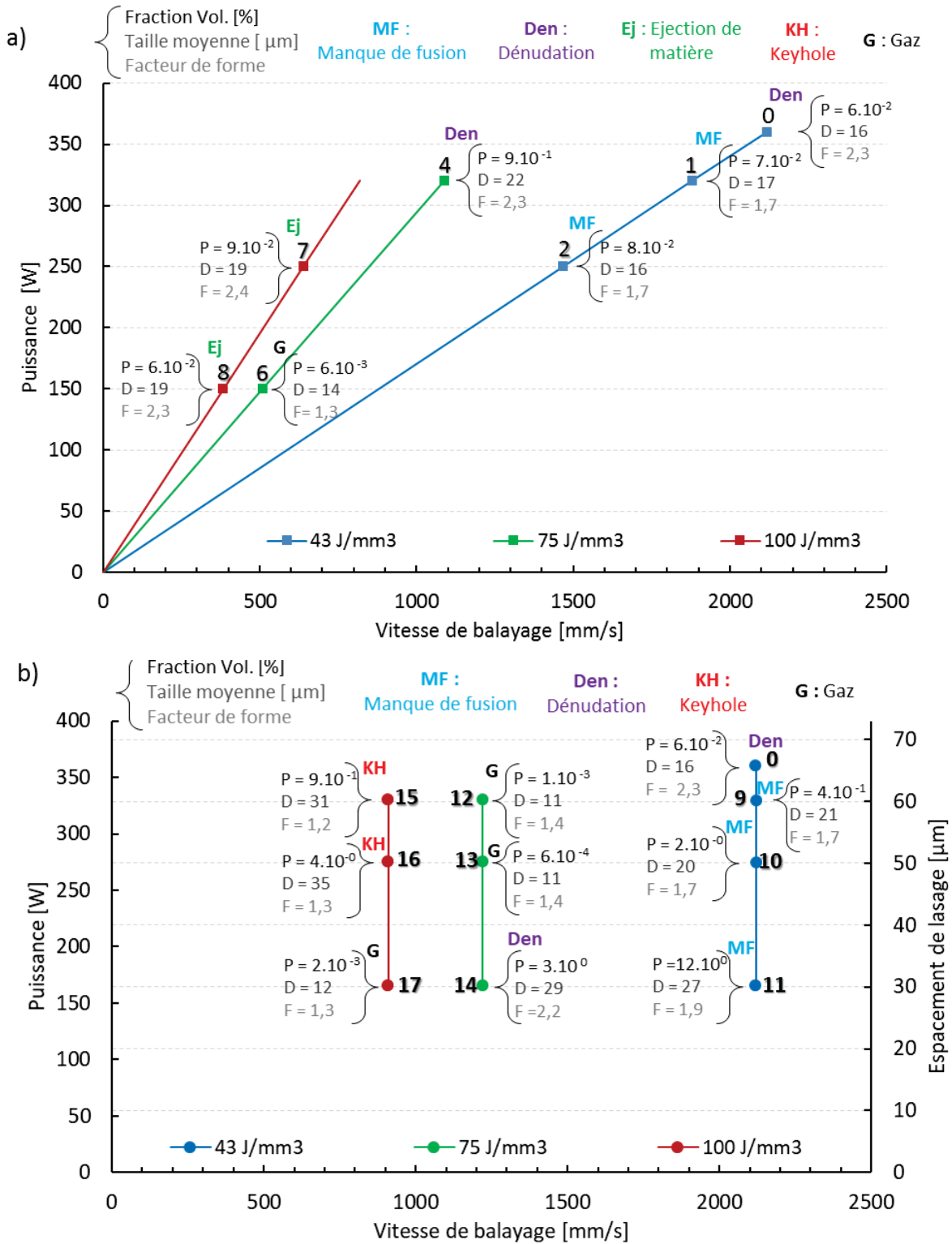


Figure 131 : Cartographie de la porosité à P , V et h variables. a) Iso-densités d'énergie (45, 75 et 100 J/mm³) à P et V variables et à h fixé à 65 μm. b) Trinômes (P , h , V) variables pour les trois densités d'énergie considérées (45, 75 et 100 J/mm³). Les numéros des échantillons correspondent à ceux donnés Figure 116 et Figure 117 et dont les paramètres d'élaboration sont précisés dans le Tableau 11. Les valeurs mesurées de porosité (P), de taille moyenne (D) et de facteur de forme moyen (F) sont données dans les accolades. Les sigles « MF », « Den », « Ej », « KH » et « G » indiquent, respectivement, les porosités formées par manque de fusion, par dénudation, par éjection de matière fondue, par effet « keyhole » et par piégeage du gaz. Les courbes bleues, vertes et rouges représentent respectivement les iso-densités d'énergie à 45 J/mm³, 75 J/mm³ et 100 J/mm³.

Chapitre IV

Considérons tout d'abord les points localisés sur les courbes d'iso-densité d'énergie à 45 J/mm^3 .

La dénudation est le mécanisme de formation des porosités de l'échantillon n°0. En diminuant la puissance du laser et la vitesse de balayage (échantillons n°1 et n°2 [Figure 131a](#)), le manque de fusion devient le mécanisme prépondérant. Une augmentation de la puissance combinée à une augmentation de la vitesse, favorisent le mécanisme par dénudation. On remarque cependant que la diminution de P et V n'a que peu d'effet sur la fraction volumique de porosités. A 45 J/mm^3 , si l'on diminue la puissance du laser et l'espacement de lasage à une vitesse de balayage de 2120 mm/s ([Figure 131b](#)), la fraction volumique de porosités augmente significativement alors que le manque de fusion reste le mécanisme prépondérant. C'est un point important sur lequel nous reviendrons ultérieurement.

Considérons maintenant les points localisés sur les courbes d'iso-densité d'énergie à 75 J/mm^3 . Le mécanisme de formation des porosités est la dénudation pour l'échantillon n°4 ([Figure 131a](#)). La faible présence de défauts sphériques de grandes tailles sur la dernière couche lasée (DCL) de l'échantillon n°4 ([Figure 132a](#)) comparé à sa porosité importante, montre que le mécanisme de formation des porosités par éjection de matière n'est pas prépondérant dans cet échantillon. La comparaison de la DCL de l'échantillon n°1 (densité d'énergie à 45 J/mm^3) ([Figure 132b](#)) à celle de l'échantillon n°4 ([Figure 132a](#)), permet de mettre en évidence un plus grand nombre de défauts sphériques de petites tailles sur la DCL de l'échantillon n°1. Ceux-ci sont assimilés à de la poudre non fondue qui se colle au bain de fusion en cours de solidification. Or, le phénomène de dénudation a pour effet de souffler la poudre loin du bain de fusion. L'état de surface de la DCL de l'échantillon n°4 confirme donc le mécanisme de dénudation. Lorsque l'on diminue P et V (échantillon n°4 vers échantillon n°6) la fraction volumique de porosités diminue drastiquement et le piégeage de gaz devient le mécanisme prépondérant. A 75 J/mm^3 , si l'on diminue la puissance du laser et l'espacement de lasage à une vitesse de balayage de 1220 mm/s ([Figure 131b](#)), la fraction volumique de porosités reste faible lorsque le mécanisme de formation est le piégeage de gaz alors qu'elle est élevée lorsque le mécanisme est la dénudation. Le mécanisme de dénudation opère lorsque la puissance et l'espacement de lasage sont faibles.

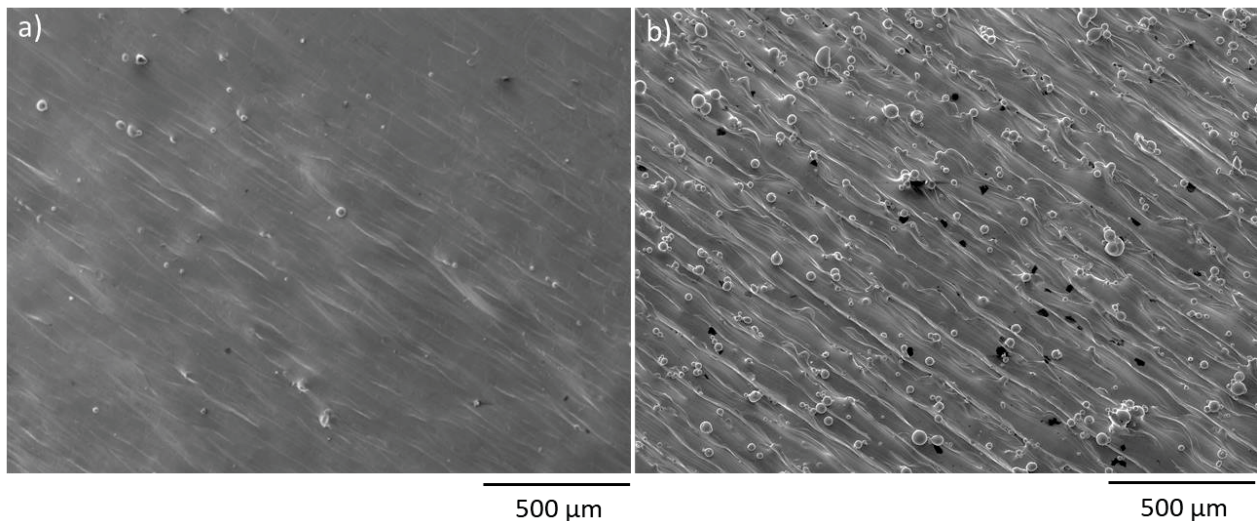


Figure 132 : *Micrographies MEB de la dernière couche lasée de l'échantillon a) n°4 et b) n°1, mettant en évidence la présence de défauts sphériques de petites tailles dans le cas de l'échantillon n°1.*

Enfin, considérons les points localisés sur les courbes d'iso-densité d'énergie à 100 J/mm^3 . Le mécanisme de formation des porosités est l'éjection de matière fondue pour les échantillons n°7 et n°8 ([Figure 131a](#)). Si l'on diminue P et V ([Figure 131a](#)), le mécanisme prépondérant reste l'éjection de matière. Il est intéressant de remarquer que la fraction volumique de porosités est peu affectée par la diminution de P et V.

A 100 J/mm^3 , si l'on diminue la puissance du laser et l'espacement de lasage à une vitesse de balayage de 910 mm/s ([Figure 131b](#)), la fraction volumique de porosités reste faible lorsque le mécanisme est

le piégeage de gaz (échantillon n°17) alors qu'elle est élevée lorsque le mécanisme est l'effet « keyhole » (échantillons n°15 et n°16). Le passage de l'effet « keyhole » vers le mécanisme par piégeage de gaz opère lorsque P et h diminuent.

3.2. Rationalisation des résultats par une approche théorique

Nous proposons une approche théorique afin de rationaliser les évolutions complexes observées. La formation des porosités est contrôlée par l'interaction laser/matière. Nous avons montré que plusieurs mécanismes de formation des porosités opèrent en fonction des paramètres du procédé SLM (P, V, h et E). Dans ce qui suit, nous traiterons par une approche théorique le mécanisme de manque de fusion. Les autres mécanismes de formation des porosités seront analysés au regard de ce dernier. Ce choix repose sur deux justifications. D'une part, un traitement théorique relativement simplifié permet de le décrire. D'autre part, ce mécanisme opère lorsque l'énergie transmise au système n'est pas suffisante. Dans ce cas, les autres mécanismes de formation des porosités (piégeage de gaz, effet « keyhole » et l'éjection de matière fondue) mis en évidence, s'avèrent inopérants. Dans ce qui suit, un matériau sera considéré comme dense si la fraction volumique de porosités est inférieure à 10^{-2} %. Cette condition est vérifiée si et seulement si les porosités se forment par piégeage de gaz comme en atteste la [Figure 131](#).

3.2.1. Modèle

Pour des raisons de simplicité, considérons que le bain de fusion a une forme semi-circulaire dans le plan de coupe. Cette configuration, représentée [Figure 133](#), indique la largeur du bain de fusion W, la profondeur du bain de fusion D, l'espacement de lasage h et l'épaisseur de la couche de poudre e. L* est une longueur qui caractérise les zones d'intersection des bains de fusion.

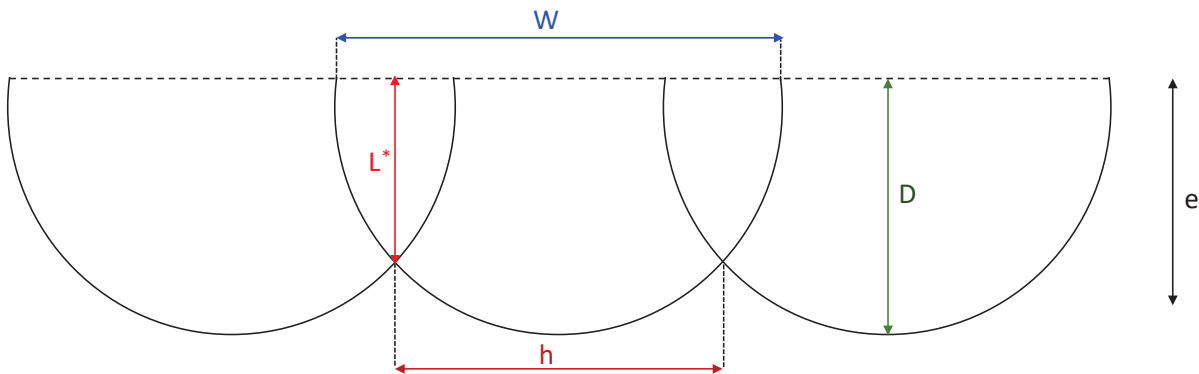


Figure 133 : Représentation schématique de la forme du bain de fusion. W, D, h et e représentent respectivement la largeur du bain de fusion, la profondeur du bain de fusion, l'espacement de lasage et l'épaisseur de couche de poudre. L* est une longueur qui caractérise l'intersection des bains de fusion.

D'un point de vue géométrique, il est intéressant de remarquer qu'il existe des zones non fondues même si la profondeur du bain de fusion est plus grande que l'épaisseur de la couche de poudre. Ceci suggère qu'une analyse 2D tenant compte de W et h est nécessaire si l'on veut déterminer les conditions pour lesquelles toute la poudre est fondue.

Le théorème de Pythagore nous apprend que :

$$\left(\frac{h}{2}\right)^2 + (L^*)^2 = \left(\frac{W}{2}\right)^2$$

La condition nécessaire et suffisante pour qu'il y ait recouvrement en largeur et en profondeur s'écrit :

$$L^* = e$$

Chapitre IV

Dans ce cas, il est aisé de montrer que le mécanisme de manque de fusion opère si la condition suivante est vérifiée :

$$\left(\frac{h}{W}\right)^2 + \left(\frac{e}{D}\right)^2 \geq 1 \quad (22)$$

où $D = \frac{W}{2}$.

La deuxième étape de notre approche consiste à exprimer la taille de la zone fondue W et D en fonction des paramètres du procédé SLM. Le problème revient, dans le cas d'une source de chaleur se déplaçant à une vitesse V (le laser dans notre cas), à déterminer le profil thermique. Pour résoudre ce problème, Rosenthal a proposé la solution analytique suivante [257]:

$$T = T_0 + \frac{\lambda P}{2\pi k r} \exp\left[-\frac{V(r + \xi)}{2\alpha}\right]$$

où T_0 est la température loin de la surface, k est la conductivité thermique, V est la vitesse de lasage, α est la diffusivité thermique. Il est important de préciser que le laser se déplace dans une direction x . Comme le référentiel se déplace, ξ vaut $x - Vt$ et r est la distance à la source de chaleur. Les hypothèses inhérentes à cette approche sont : les propriétés thermo-physiques ne dépendent pas de la température, la distribution de température autour du bain de fusion est quasi-stationnaire, la source de chaleur est un point et les pertes de chaleur par convection et par radiation sont considérées comme négligeables. Enfin, il est important de préciser que dans ce cadre, le dépôt ultérieur de poudre n'a pas d'influence sur la taille de la zone fondue. Des calculs numériques 3D menés récemment pour décrire le procédé SLM confirment la validité de cette approche [258].

A partir du profil thermique calculé par l'équation de Rosenthal et d'un développement mathématique proposé par Tang et al. [259], il est alors possible de montrer que largeur de la zone fondue peut être approchée par :

$$W \approx \sqrt{\frac{8\lambda P}{2,7\pi\rho C_p V(T_f - T_0)}} \quad (23)$$

où λ est l'absorptivité, ρ est la densité, C_p est la chaleur spécifique et T_f la température de fusion.

Par définition, h est relié à la densité d'énergie E , à la puissance P , à la vitesse de balayage V et à l'épaisseur de couche e par la relation suivante :

$$h = \frac{P}{E \cdot e \cdot V}$$

En tenant compte de la relation (23) et du fait que $2W = D$, nous obtenons la relation suivante :

$$\frac{h}{W} = \frac{2,7\pi\rho C_p (T_f - T_0)}{4E\lambda \left(\frac{e}{D}\right)} \quad (24)$$

Nous avons montré que le manque de fusion se produit si la relation (22) est vérifiée. Dans un diagramme $\frac{h}{W} = f\left(\frac{e}{D}\right)$, on peut donc représenter les domaines de formation des porosités par manque de fusion à partir d'un quart de cercle de rayon 1. Sur ce même diagramme, on peut représenter à

Chapitre IV

partir de l'équation (24) l'évolution de $\frac{h}{W}$ en fonction de $\frac{e}{D}$ pour une densité d'énergie et une absorptivité donnée. Les intersections possibles entre ces deux courbes permettent de discuter les conditions qui conduisent (ou non) à la formation de porosités par manque de fusion. Par ailleurs, l'ensemble des points expérimentaux peuvent être également représentés dans le diagramme $\frac{h}{W} = f\left(\frac{e}{D}\right)$ si l'on tient compte de nouveau du fait que $2W = D$. En effet, dans ce cas, l'équation (24) permet d'établir que :

$$\frac{h}{W} = \frac{\sqrt{h} \sqrt{\frac{2,7\pi\rho C_p (T_f - T_0)}{4}}}{\sqrt{2Ee}} \quad (25)$$

Les points expérimentaux sont donc situés sur l'iso-densité d'énergie correspondante et à une ordonnée $\frac{h}{W}$ qui dépend des conditions expérimentales.

Nous montrerons que l'approche proposée permet également de discuter les autres mécanismes de formation des porosités.

Les données thermo-physiques nécessaires aux différents calculs sont données dans le [Tableau 13](#).

Tableau 13 : *Données thermo-physiques relatives au TA6V (issues de [259])*

GRANDEURS	VALEURS
Conductivité thermique k	6.7 W/(m.K)
Densité ρ	4430 kg/m ³
Chaleur spécifique C_p	526 J/kg/K
Absorptivité λ	0.44

3.2.2. Application et discussion

Les résultats obtenus sont résumés sur la [Figure 134](#). Les cercles vides et pleins représentent respectivement les matériaux denses et ceux contenant des porosités. Des conditions expérimentales différentes peuvent conduire à une même position sur le diagramme $\frac{h}{W} = f\left(\frac{e}{D}\right)$. Pour l'indiquer, ces cercles sont représentés avec un rayon plus grand. Les étiquettes données sur la [Figure 134](#) correspondent aux numéros des échantillons. Les conditions qui permettent de s'affranchir de la formation des porosités par manque de fusion sont localisées à l'intérieur d'un quart de cercle. Les [Figure 134a, b](#) et [c](#) correspondent respectivement aux iso-densités d'énergie de 45, 75 et 100 J/mm³. Les résultats obtenus permettent de tirer deux conclusions générales importantes. D'une part, la densité d'énergie ne contrôle pas nécessairement le mécanisme de formation des porosités. En effet, pour une densité d'énergie donnée, il existe des conditions qui peuvent conduire à la formation de porosités par manque de fusion ou non. D'autre part, lorsque la densité d'énergie augmente, la probabilité de former des porosités par manque de fusion diminue (la surface d'intersection entre le quart de cercle et la courbe d'iso-densité augmente). La raison physique est simple : toute chose étant égale par ailleurs, la largeur et la profondeur de la zone fondue deviennent plus importantes car la puissance absorbée par cette dernière devient plus importante.

A 45 J/mm³, tous les points expérimentaux se trouvent dans le domaine de formation des porosités par manque de fusion ([Figure 134a](#)). Lorsque h et P diminuent à V constant (points 9, 10 et 11), le diagramme nous montre que l'on s'écarte du quart de cercle. La profondeur de la zone fondue et la puissance absorbée deviennent plus faibles. C'est la raison qui explique que la fraction volumique de porosités augmente alors que le mécanisme de formation des porosités demeure celui par manque de fusion.

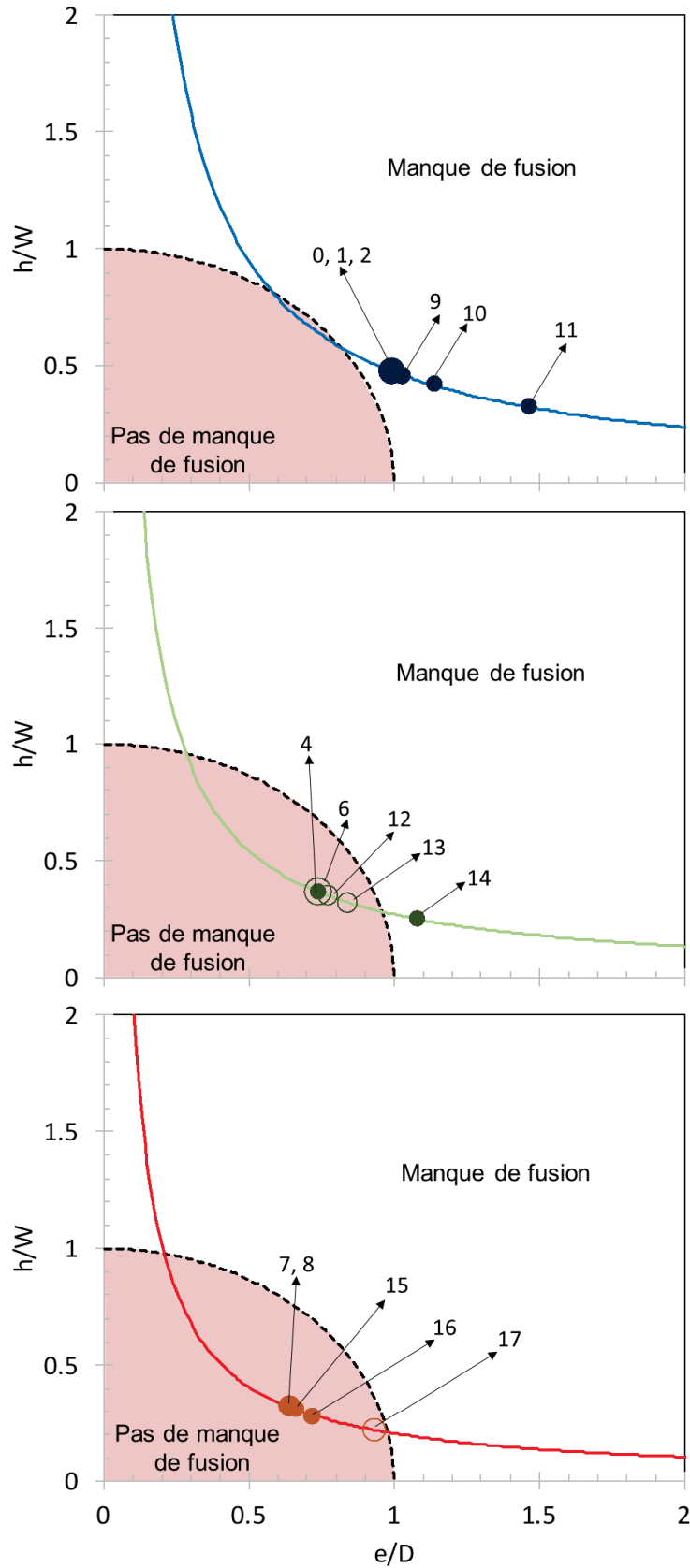


Figure 134 : Diagramme $\frac{h}{W} = f\left(\frac{e}{D}\right)$. a) densité d'énergie de 45 J/mm³. b) Densité d'énergie de 75 J/mm³. c) Densité d'énergie de 100 J/mm³. Le quart de cercle délimite le domaine de formation des porosités par manque de fusion. Les points expérimentaux relatifs aux différentes conditions de 0 à 17 sont positionnés sur les différentes iso-densités d'énergie.

Chapitre IV

Lorsque l'on diminue P et V à h constant (points 0, 1 et 2), les points expérimentaux sont localisés à la même position car le rapport $\frac{h}{W}$ ne dépend ni de la puissance, ni de la vitesse à iso-densité d'énergie (équation (24)). Mais lorsque la puissance augmente, un effet de soufflage peut conduire au phénomène de dénudation. Dans ce cas, l'épaisseur de poudre e ne peut plus être considérée comme constante. Elle peut à certains endroits être plus importante que l'épaisseur initialement déposée. La relation (25) nous montre alors qu'il existerait des zones pour lesquelles le rapport $\frac{h}{W}$ et $\frac{e}{D}$ serait respectivement plus faible et plus important. Si on tenait compte de la variation de e , le point 0 s'éloignerait donc encore plus du quart de cercle. Tout se passerait donc comme si la taille de la zone fondue n'était pas suffisante pour faire fondre toute l'épaisseur de poudre. En d'autres termes, le phénomène de dénudation peut être vu comme un mécanisme par manque de fusion exacerbé. Les résultats obtenus par notre approche sont donc en très bon accord avec nos résultats expérimentaux.

A 75 J/mm^3 , il est intéressant de remarquer qu'il n'y a que le point 14 à l'extérieur du quart de cercle. Ceci est en parfait accord avec nos précédents résultats expérimentaux car il s'agit de l'échantillon pour lequel un phénomène de dénudation a été mis en évidence. Ce point correspond à une diminution de h et P à V constant qui conduit à une profondeur du bain de fusion en deçà de la valeur critique définie par $\frac{e}{D} = 1$. Le point 4 est situé à l'intérieur du quart de cercle alors que le mécanisme mis en évidence est la dénudation. Pour comprendre cet état de fait, il faut revenir à l'explication précédente, à savoir qu'à certains endroits, l'épaisseur de poudre peut être plus faible à cause de l'effet de soufflage induit par l'augmentation de puissance (le point 4 correspond à la puissance la plus élevée sur l'iso-densité 75 J/mm^3). Après le dépôt de la couche suivante, l'épaisseur locale de poudre peut donc être plus importante que l'épaisseur e initialement fixée. Pour les mêmes raisons que précédemment, si l'on tenait compte de l'augmentation de e , le point 4 se déplacerait vers la droite. On peut estimer, à partir de la relation (25), qu'une augmentation d'épaisseur d'un facteur 1,7 à certains endroits conduirait à une profondeur de bain de fusion plus petite que la valeur critique conduisant à la formation de porosité par manque de fusion. Tous les autres points (6, 12 et 13), situés à l'intérieur du quart de cercle mais à proximité de l'arc de cercle, correspondent à des conditions expérimentales qui conduisent à un matériau dense. La puissance absorbée est suffisante pour ne pas induire de porosités par manque de fusion et pas assez importante pour induire d'autres phénomènes tel que l'effet keyhole.

A 100 J/mm^3 , les points 7, 8, 15 et 16 sont localisés à l'intérieur du quart de cercle et relativement loin de l'arc de cercle. La largeur et la profondeur du bain de fusion sont conséquentes au regard de l'épaisseur de poudre et de l'espacement de lasage car la puissance absorbée est importante. Ce sont des conditions propices à la formation de porosités par effet keyhole et par éjection de matière car le régime de surfusion est favorisé et le bain de fusion devient plus instable. Le point 17 justifie notre approche. Il est localisé à proximité de l'arc de cercle et correspond à un matériau dense.

En définitive, sur le diagramme $\frac{h}{W} = f\left(\frac{e}{D}\right)$, trois principales zones dépendant des paramètres du procédé SLM peuvent être mises en évidence (Figure 135). Il s'agit des zones 1, 2 et 3 qui correspondent respectivement aux conditions pour lesquelles, les porosités se forment par un mécanisme de manque de fusion et/ou de dénudation (zone 1), le matériau est dense (zone 2) et les porosités se forment par effet « keyhole et/ou éjection de matière (zone 3). Nous avons également représenté sur ce même diagramme (Figure 135), quelques iso-densités d'énergie (40 , 65 et 200 J/mm^3). Pour des densités d'énergie inférieures à 40 J/mm^3 , on ne peut avoir un matériau exempt de porosités et ce quel que soient les paramètres du procédé SLM utilisés. Dans ce cas, les porosités se forment essentiellement par manque de fusion et/ou dénudation.

Pour une densité d'énergie égale à 65 J/mm^3 , la probabilité d'avoir un matériau dense est la plus élevée car la longueur d'arc comprise dans la zone 2 est la plus grande. Ensuite, plus la densité d'énergie est importante, plus la probabilité d'avoir un matériau dense diminue et celle d'avoir des porosités par effet « keyhole » et/ou éjection de matière fondue augmente. Cette analyse est corroborée par nos

résultats. Des trois densités d'énergie étudiées, c'est bien celle à $75\text{J}/\text{mm}^3$ qui conduit aux matériaux les plus denses. Par ailleurs, on comprend mieux pourquoi la porosité n'évolue pas de manière monotone avec une augmentation de la densité d'énergie.

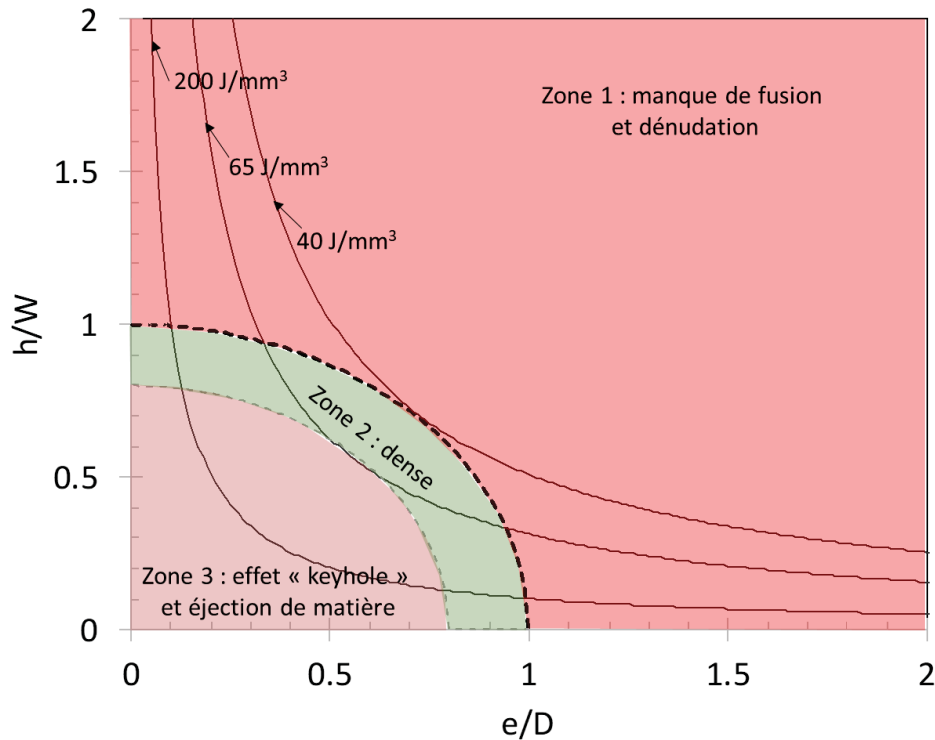


Figure 135 : Représentation des zones 1, 2 et 3 dans le diagramme $\frac{h}{W} = f\left(\frac{e}{D}\right)$. Les zones 1, 2 et 3 correspondent respectivement aux conditions pour lesquelles, les porosités se forment par un mécanisme de manque de fusion et/ou de dénudation, le matériau est dense et les porosités se forment par effet « keyhole et/ou éjection de matière ». Les isodensités à 40 , 65 et $200\text{ J}/\text{mm}^3$ sont indiquées par des étiquettes.

4. Influence des porosités sur les propriétés mécaniques

Le rôle des porosités sur les propriétés en traction reste un sujet controversé dans la littérature [129–131]. Dans le chapitre III, nous avons déjà apporté quelques éléments de réponse. En particulier, nous avons montré qu'une fraction volumique de porosités de l'ordre de 0,5 % affecte significativement l'allongement à rupture ; la présence de porosités diminue l'allongement à la rupture et rend le matériau plus fragile. L'étude paramétrique menée dans ce chapitre IV a mis en évidence une grande disparité de l'état de la porosité en fonction des paramètres du procédé SLM. Nous avons déterminé les paramètres morphologiques (la distribution de facteurs de forme, les facteurs de forme moyens, les distributions de tailles, les tailles moyennes), la densité et la fraction volumique des porosités pour différentes conditions d'élaboration. Nous avons également établi un lien entre les paramètres du procédé SLM et la formation des porosités. Pour aller plus loin, nous proposons dans ce sous-chapitre de mieux comprendre le lien qui existe entre les grandeurs caractéristiques de l'état de la porosité, les paramètres du procédé SLM et les propriétés mécaniques.

Pour ce faire, des essais de traction uniaxiale ont été réalisés à partir de deux éprouvettes de traction prélevées dans chacune des pièces. La direction de sollicitation des éprouvettes est parallèle à l'axe x des pièces. Les propriétés mécaniques résultantes seront ensuite comparées avec les grandeurs caractéristiques obtenues par tomographie X qui définissent l'état de la porosité de chaque échantillon ($n^{\circ}0$ à $n^{\circ}2$, $n^{\circ}4$, $n^{\circ}6$ à $n^{\circ}17$).

4.1. Influence du mécanisme de formation des porosités

Les courbes contrainte-déformation de chaque éprouvette de traction prélevée dans les échantillons n°1 à n°17 sont montrées sur la [Figure 136](#). Les numéros des pièces dans lesquelles sont prélevées les éprouvettes sont indiqués entre parenthèses. Leurs paramètres d'élaboration sont donnés dans le [Tableau 11](#).

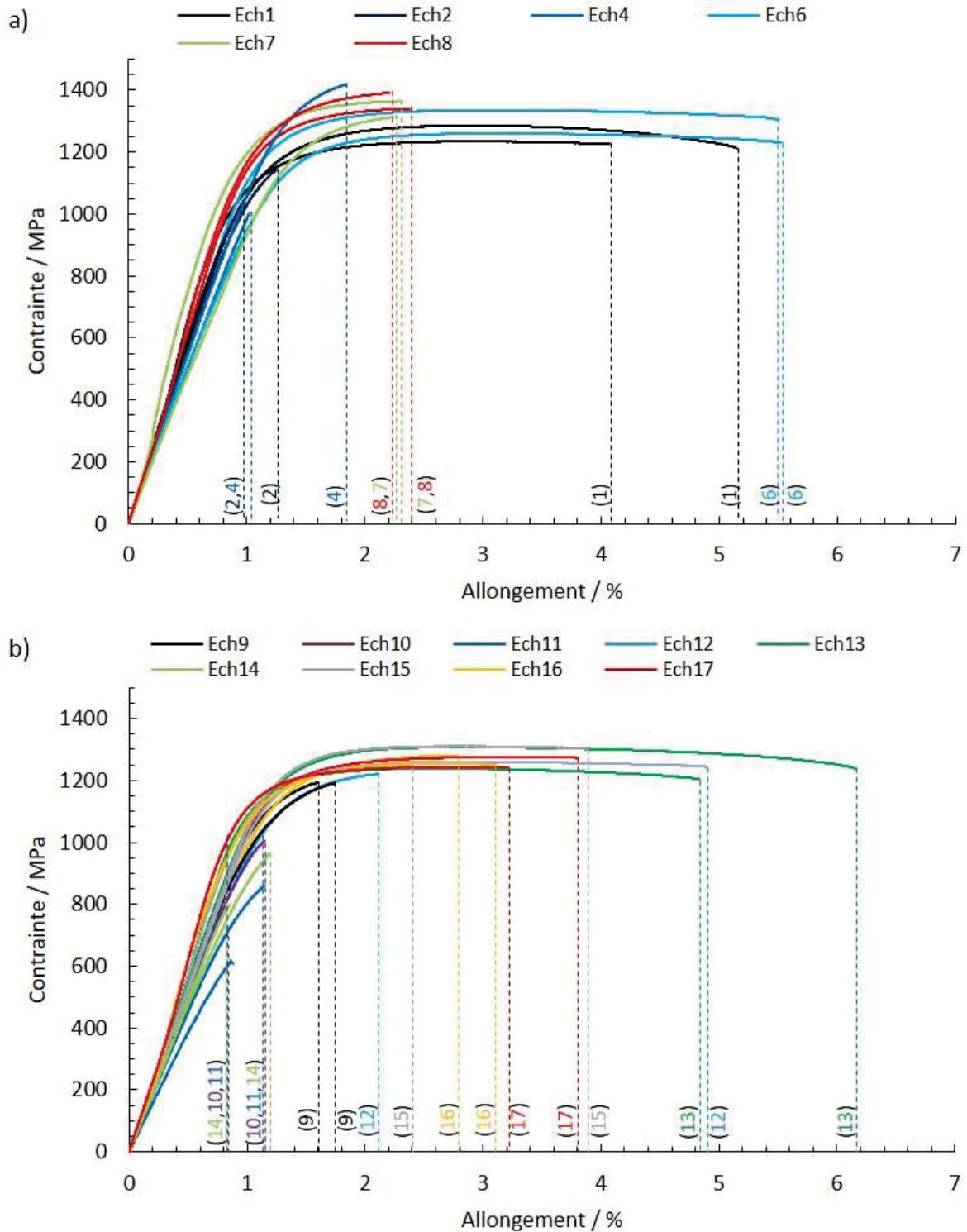


Figure 136 : Courbes contrainte-déformation réalisées par traction uniaxiale des éprouvettes de traction selon l'axe x des échantillons a) 1 à 8 et b) 9 à 17. Les courbes qui correspondent à l'échantillon 0 et à l'échantillon de référence ont été données précédemment par la [Figure 105](#). Les numéros des pièces dans lesquelles sont prélevées les éprouvettes sont indiqués entre parenthèses. Leurs paramètres d'élaboration ont été définis précédemment dans le [Tableau 11](#).

Chapitre IV

La couleur du numéro correspond à la couleur de la courbe contrainte-déformation correspondante. On remarque, [Figure 136](#), que certains matériaux rompent dans le domaine élastique. Il s'agit des échantillons numéro 2, 4, 10, 11 et 14.

Dans les autres graphes de cette partie, chaque mécanisme de formation des porosités est représenté par un marqueur différent : les trapèzes bleus pour le manque de fusion, les carrés violets pour la dénudation, carrés verts pour l'éjection de matière fondue, les ronds rouges pour l'effet keyhole et les triangles noirs pour le piégeage de gaz (pièces les plus denses). Les croix grises correspondent à la référence en TA6V dont l'élaboration a été expliquée dans le chapitre II. Il est également utile de rappeler que la référence en TA6V ne contient pas de porosité.

La [Figure 137](#) montre la résistance maximale (R_m) de chaque éprouvette en fonction de leur allongement à la rupture. Dans ce graphe, chaque point correspond à une éprouvette différente. Trois zones peuvent être définies en fonction de l'allongement à la rupture : une première zone avec des allongements faibles (ellipse en pointillés bleus), une seconde avec des allongements intermédiaires (ellipse en pointillés violets et rouges) et une dernière avec des allongements plus importants (ellipse en pointillés noirs). Globalement, la zone à faibles allongements à la rupture est composée d'échantillons qui contiennent des porosités induites par manque de fusion, alors que la zone à allongements intermédiaires est composée d'échantillons qui contiennent des porosités induites par dénudation, éjection de matière et effet keyhole. La troisième zone, avec des allongements à la rupture plus importants est principalement composée d'échantillons très denses avec quelques porosités induites par piégeage de gaz. Cette dernière représente des allongements à la rupture équivalents à ceux observés pour l'échantillon de référence en TA6V. La ligne discontinue noire de la [Figure 137](#) délimite la valeur minimale de $R_{p_{0,2}}$ mesurée des échantillons. Les 8 échantillons en dessous de cette limite correspondent aux échantillons qui ont rompu dans le domaine élastique. Il s'agit principalement d'échantillons dont les porosités sont induites par un manque de fusion. Un lien semble donc pouvoir être établi entre les mécanismes de formation des porosités et les allongements à la rupture. Les porosités induites par un manque de fusion sont celles qui rompent dans le domaine élastique et qui conduisent aux allongements à la rupture les plus faibles.

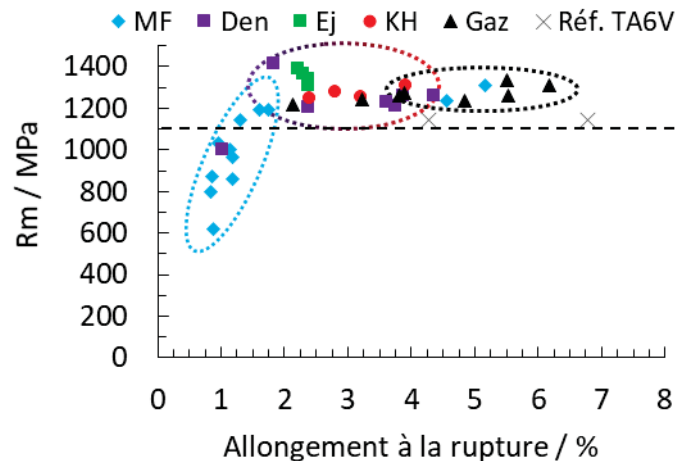


Figure 137 : Résistance mécanique (R_m) en fonction de l'allongement à la rupture. Le mécanisme de formation des porosités est représenté par un marqueur de couleur différente : manque de fusion (bleu), dénudation (violet), éjection de matière fondue (vert), effet keyhole (rouge), piégeage de gaz (noir). La référence en TA6V a un marqueur gris. Deux éprouvettes ont été testées par condition. Chaque point correspond à une éprouvette de traction différente. La ligne discontinue noire représente la valeur minimale de $R_{p_{0,2}}$ des échantillons.

Afin d'approfondir l'analyse, la [Figure 138](#) montre l'aspect macroscopique du faciès de rupture de quatre éprouvettes de traction sélectionnées en fonction du mécanisme de formation de leurs

Chapitre IV

porosités : le manque de fusion (Figure 138a), la dénudation (Figure 138b), l'éjection de matière fondue (Figure 138c), l'effet keyhole (Figure 138d) et le piégeage de gaz (Figure 138e).

Tous les échantillons ont un plan de rupture perpendiculaire à la direction de sollicitation x liée aux pièces, c'est à dire parallèle au plan (YZ). L'échantillon qui présente des porosités induites par un manque de fusion (Figure 138a) a un faciès de rupture très tortueux. Les échantillons qui ont des porosités formées par un mécanisme de dénudation (Figure 138b), d'éjection de matière fondue (Figure 138c) et de piégeage de gaz (Figure 138e) présentent une zone de cisaillement sur les bords latéraux des faciès, non présente sur ceux des deux autres échantillons. Cette zone de cisaillement est plus étendue dans les cas de l'échantillon avec des porosités induites par éjection de matière fondue (Figure 138c) et de l'échantillon dense (Figure 138e). La rupture d'un matériau ductile en traction uniaxiale se produit généralement par germination, puis par coalescence de cavités au niveau de la zone centrale, et enfin par cisaillement de la section latérale restante [260,261]. La présence de cette large zone de cisaillement dans le cas de ces deux derniers échantillons (Figure 138c et Figure 138e) indiquerait donc un comportement plus ductile. Concernant les autres échantillons, la rupture s'initierait plutôt à partir d'un défaut proche de la surface.

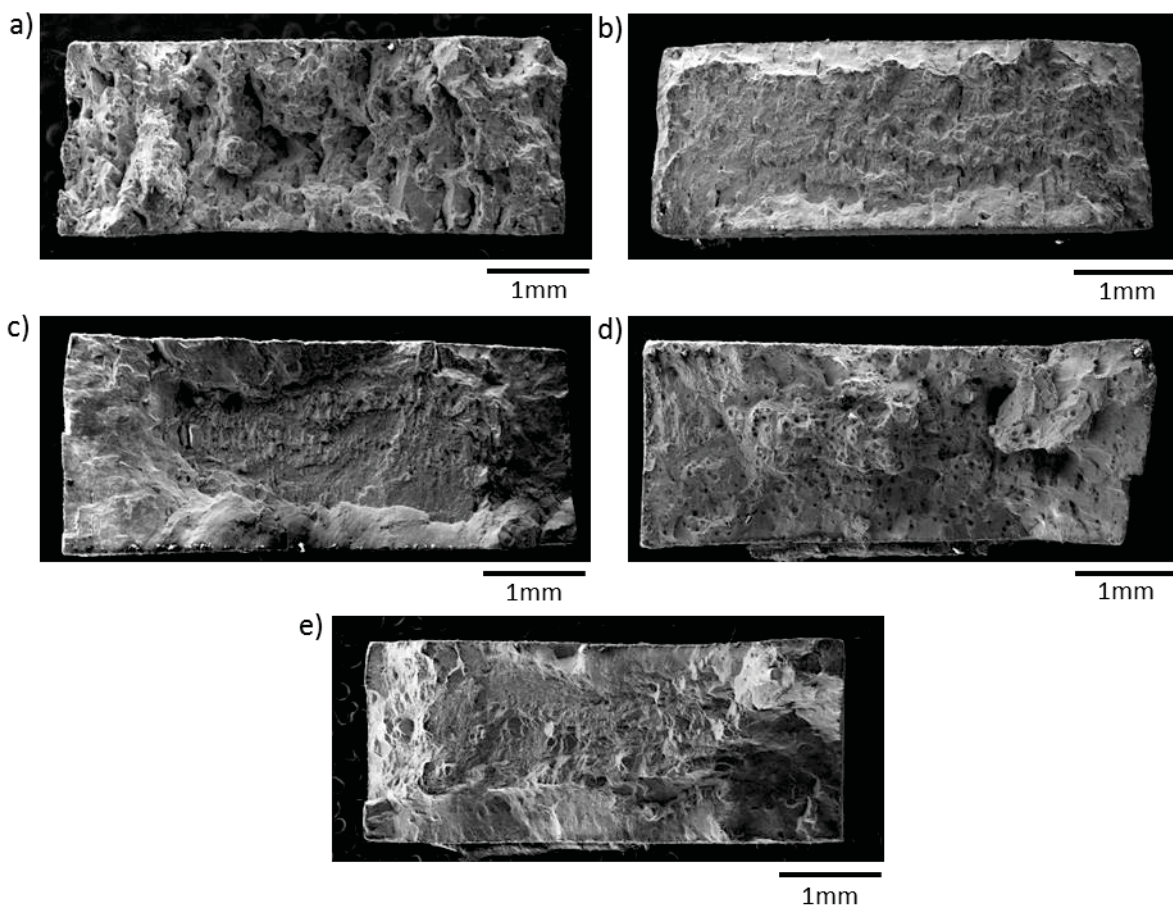


Figure 138 : *Faciès de rupture à faible grossissement d'éprouvettes de traction provenant d'échantillons dont le mécanisme de formation des porosités prépondérant est a) le manque de fusion (échantillon n°11), b) la dénudation (échantillon n°4), c) l'éjection de matière fondue (échantillon n°7), d) l'effet keyhole (échantillon n°15) et e) le piégeage de gaz (échantillon n°6). Leur allongement à la rupture est de 0,8%, 0,9%, 2,3%, 3,9% et 5,5% respectivement.*

La Figure 139 et la Figure 140 montrent, à moyen et à plus fort grossissement, les faciès de rupture observés Figure 138. Comme dans les cas du chapitre III, tous les faciès de rupture présentent un mode de rupture mixte ductile-fragile. Cependant le mode de rupture fragile semble être différent selon les échantillons. Dans le cas des échantillons qui ont des porosités induites par manque de fusion (Figure 139a) et par effet keyhole (Figure 140a), la morphologie de leur faciès ne semble pas indiquer un mode de rupture par contournement des anciens grains β . La rugosité importante observée sur le

Chapitre IV

faciès de rupture de l'échantillon n°12 (Figure 139a) est due au nombre important de porosités qu'il contient. Au contraire, les échantillons qui ont des porosités induites par dénudation (Figure 139b), par éjection de matière (Figure 139c) et par piégeage de gaz (Figure 140b), présentent un faciès plus typique d'une rupture intergranulaire. A plus fort grossissement, les faciès de tous les échantillons présentent des cupules, typiques d'un comportement ductile.

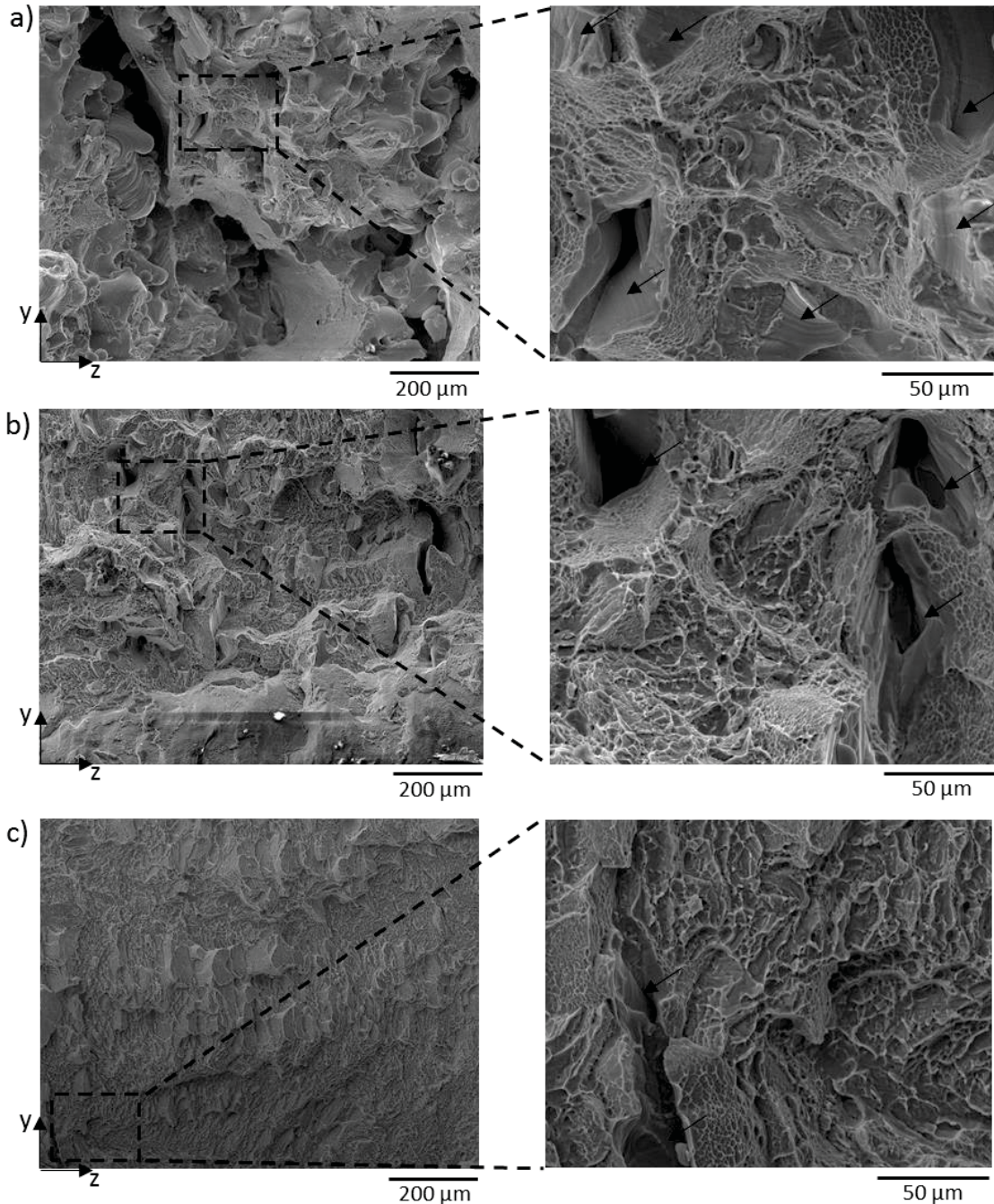


Figure 139 : *Faciès de rupture à moyen grossissement et son agrandissement délimité par l'encadré en traits discontinus, d'échantillons dont le mécanisme de formation des porosités prépondérant est a) le manque de fusion (n°11), b) la dénudation (n°4), c) l'éjection de matière fondue (échantillon n°7). Leur allongement à la rupture est de 0,8 % et 0,9 % et 2,3% respectivement. Les porosités sont pointées par des flèches noires. La fraction surfacique de porosités mesurées à partir de ces faciès de rupture est respectivement de 53,1%, 7,3%, 0,5%.*

Afin d'avoir une meilleure idée de l'influence des porosités sur la propagation des fissures, les porosités issues du procédé SLM ont été repérées puis analysées sur chaque faciès. Ceci a été effectué en

Chapitre IV

observant l'aspect de la surface des faciès. Une porosité induite par le procédé SLM a une surface qui présente des traces de lasage, des retassures, ou une surface très lisse.

Les fractions surfaciques des porosités obtenues à partir des faciès de rupture des échantillons n°11, n°4, n°7, n°15 et n°6 sont de 53,1 %, 7,3 %, 0,5%, 12,3 % et 0,07% respectivement. Ces fractions surfaciques ont été comparées avec celles obtenues à partir de coupes réalisées dans le plan (YZ) de ces mêmes échantillons (Figure 141). Les fractions surfaciques des coupes des échantillons n°11 (Figure 141a), n°4 (Figure 141b), n°7 (Figure 141c), n°15 (Figure 141d) et n°6 (Figure 141e) sont de 5,3%, 0,1%, 0,3%, 0,3% et 0,009% respectivement. Pour rappel, les fractions volumiques de porosités mesurées par tomographie X étaient de 12,4%, 0,9%, 0,09%, 0,9% et 0,006% (Figure 116 et Figure 117). Egalement la densité de porosités mesurée par tomographie X est de 6416, 314, 41, 266 et 13 porosités par mm^3 , respectivement

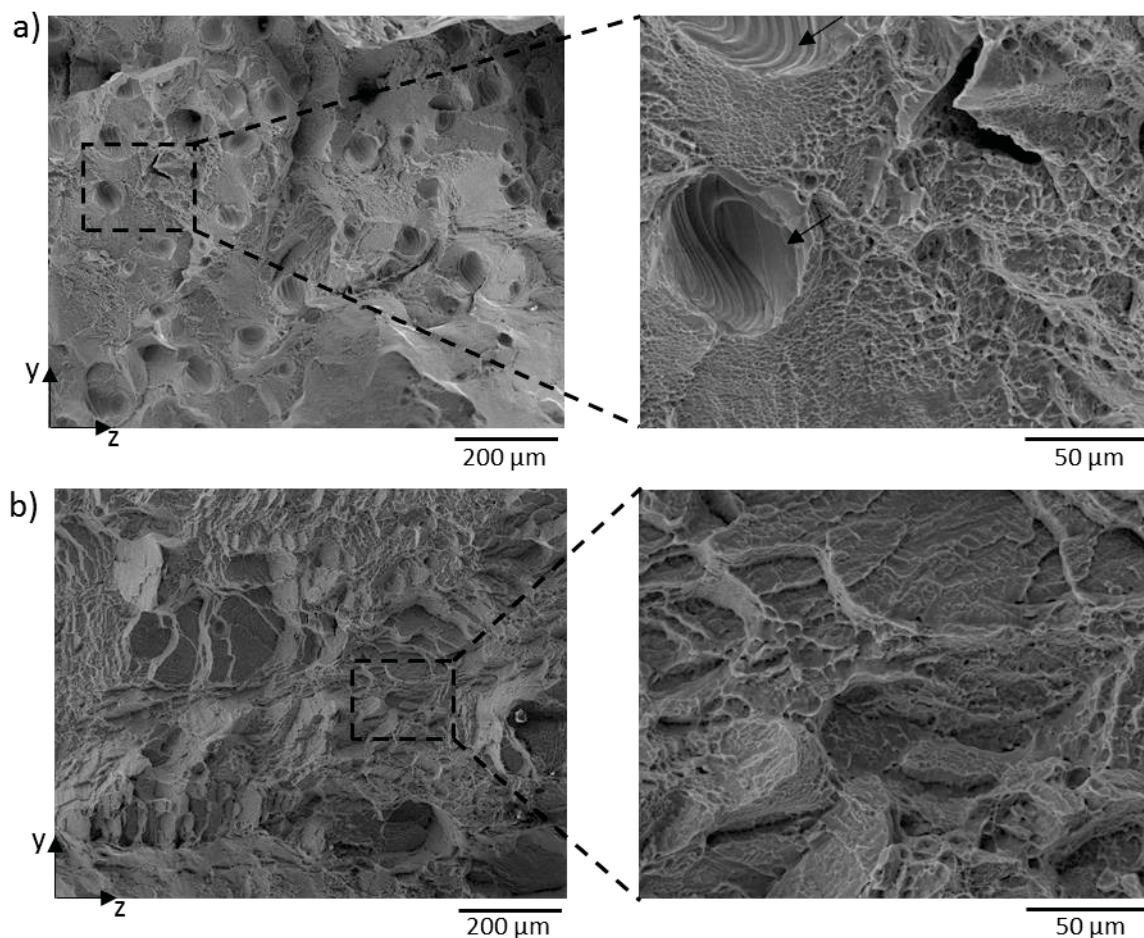


Figure 140 : *Faciès de rupture à moyen grossissement et son agrandissement délimité par l'encadré en traits discontinus, d'échantillons dont le mécanisme de formation des porosités prépondérant est a) l'effet keyhole (échantillon n°15) et b) le piégeage de gaz (échantillon n°6). Leur allongement à la rupture est de 3,9% et 5,5% respectivement. Les porosités sont pointées par des flèches noires. La fraction surfacique de porosités mesurées à partir de ces faciès de rupture est respectivement de 12,3% et 0,07%.*

Les fractions surfaciques des porosités des échantillons n°11, n°4, n°7, n°15 et n°6, mesurées à partir des faciès de rupture sont donc respectivement d'environ 10, 70, 2, 40 et 8 fois supérieures à celles obtenues à partir de coupes dans le plan (YZ). Ceci montre que les fissures se propagent préférentiellement de porosité en porosité, notamment dans les cas du manque de fusion, de la dénudation et de l'effet keyhole. Dans le cas de l'échantillon n°7 (mécanisme d'éjection de matière) et de l'échantillon n°6 (mécanisme par piégeage de gaz), les résultats montreraient une influence moindre des porosités sur le chemin de fissuration, sans doute à cause de leur faible densité de porosités. Concernant ces deux derniers échantillons, les résultats sont tout de même à prendre avec précaution

Chapitre IV

du fait du faible nombre de porosités identifiées sur leur faciès (respectivement, 4 et 2 porosités au total).

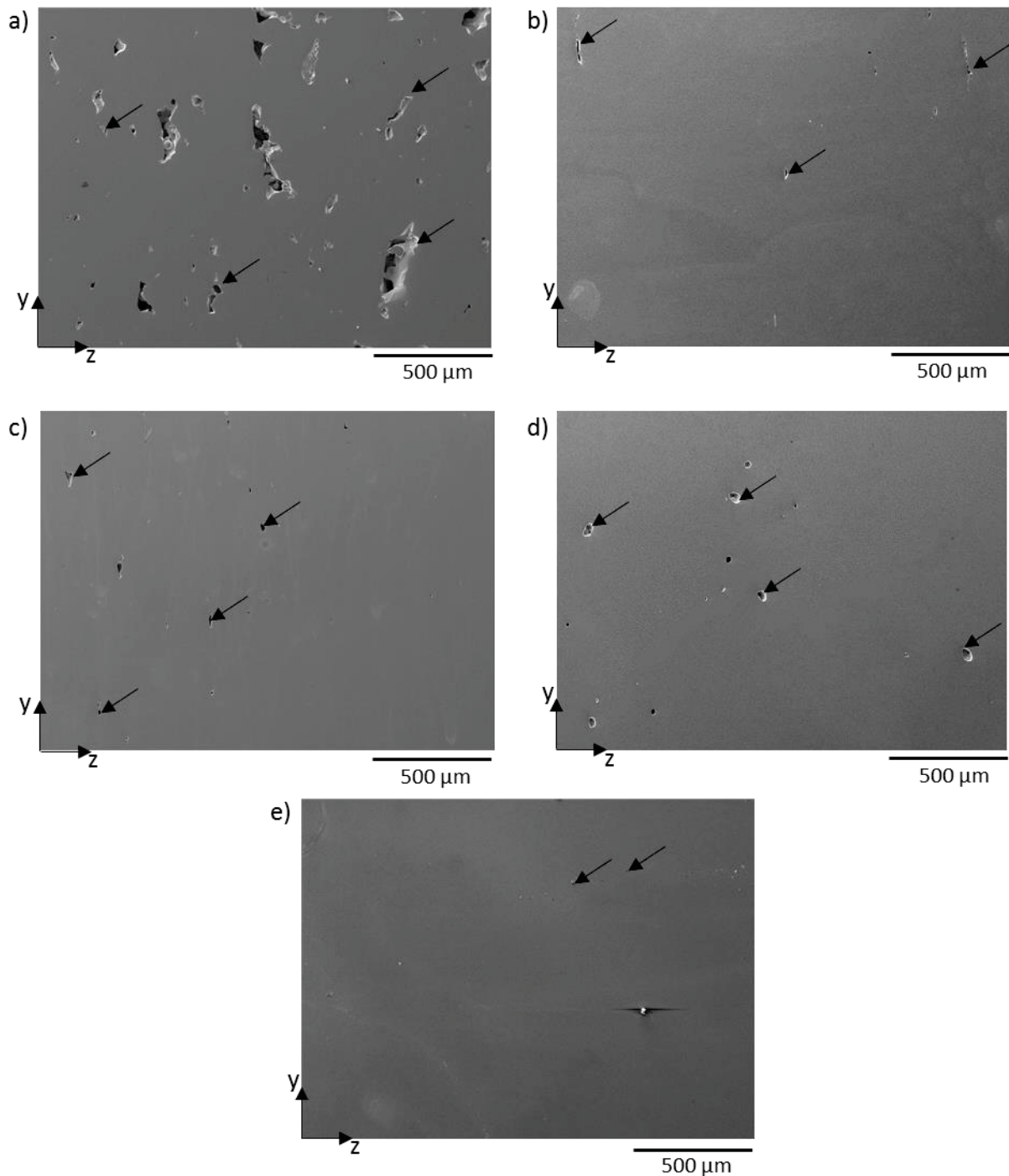


Figure 141 : Micrographies MEB de la coupe dans le plan (YZ) d'échantillons dont le mécanisme de formation des porosités prépondérant est a) le manque de fusion (n°11), b) la dénudation (n°4), c) l'éjection de matière fondue (n°7), d) l'effet keyhole (échantillon n°15) et e) le piégeage de gaz (échantillon n°6). Leur allongement à la rupture est de 0,8 %, 0,9 %, 2,3%, 3,9% et 5,5% respectivement. Les porosités sont pointées par les flèches noires. La fraction surfacique de porosités sur ces coupes est respectivement de 5,3%, 0,1%, 0,3%, 0,3% et 0,009%.

4.2. Influence des grandeurs caractéristiques de l'état de porosité

Les résultats précédents montrent que les porosités ont principalement une influence sur l'allongement à la rupture des pièces. Pour aller plus loin, l'allongement à la rupture moyen des pièces est maintenant considéré et analysé en fonction des grandeurs caractéristiques de l'état de la porosité. Sur les graphes,

Chapitre IV

les barres d'erreurs sont définies à partir de la différence entre l'allongement à la rupture maximal et l'allongement à la rupture moyen des deux éprouvettes testées.

La Figure 142 présente l'évolution de l'allongement à la rupture en fonction de la fraction volumique de porosités et de la densité volumique de porosités. La tendance générale est une diminution de l'allongement à la rupture lorsque la fraction et la densité volumiques de porosités augmentent. Il est intéressant de remarquer que la porosité, la densité volumique et le rayon moyen des porosités sont fortement corrélés (Figure 143).

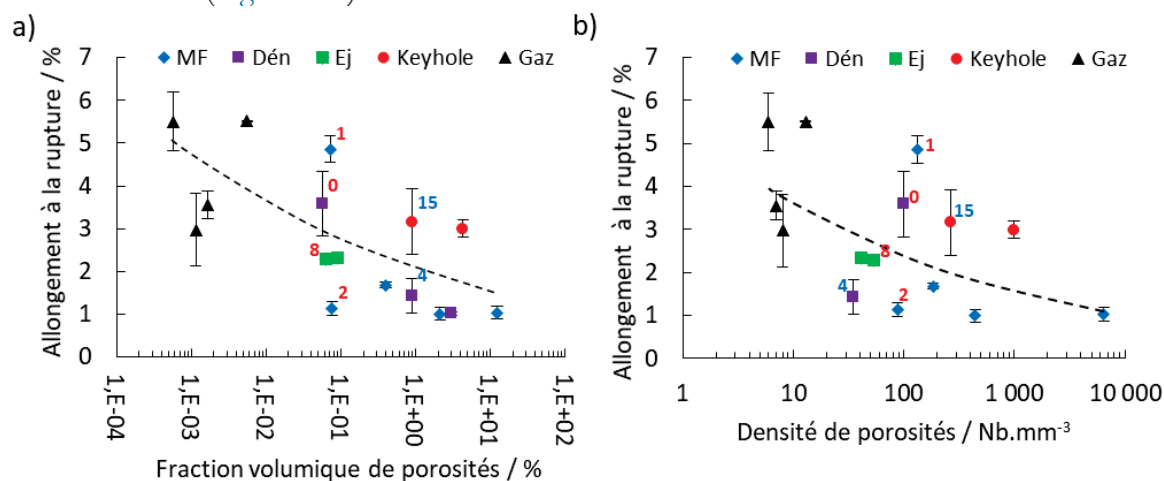


Figure 142 : Allongement à la rupture moyen en fonction de a) la fraction volumique de porosités et b) la densité de porosités. Le mécanisme de formation des porosités est représenté par un marqueur différent : manque de fusion (bleu), dénudation (violet), éjection de matière fondue (vert), keyhole (rouge), gaz (noir). La numérotation correspond aux conditions d'élaboration des pièces indiquées dans le Tableau 11. Les numéros indiqués en rouge et bleu correspondent aux pièces avec une porosité de 0,1% et de 1% respectivement.

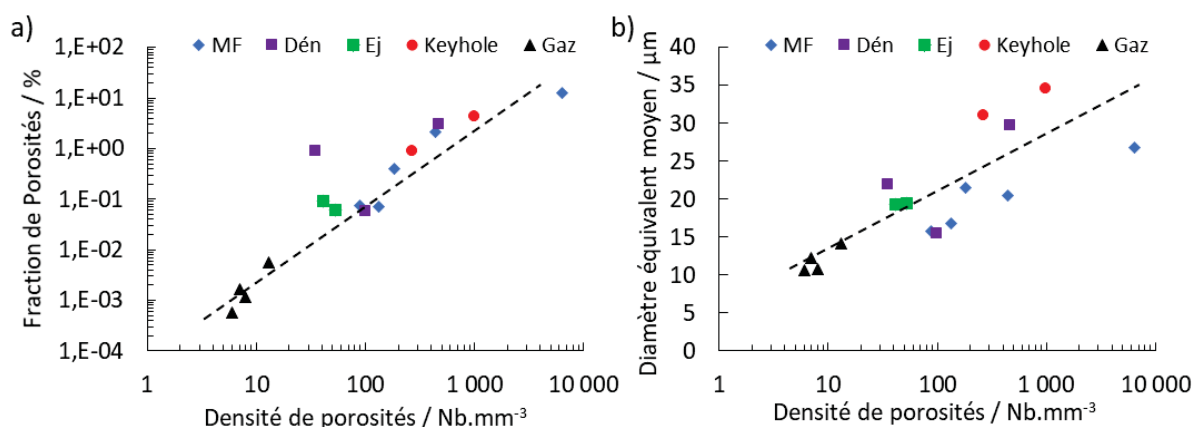


Figure 143 : a) Fraction volumique de porosités et b) diamètre équivalent moyen des porosités en fonction de la densité volumique de porosités. Le mécanisme de formation des porosités est représenté par un marqueur différent : manque de fusion (bleu), dénudation (violet), éjection de matière fondue (vert), keyhole (rouge), gaz (noir). Ces graphes mettent en évidence la forte corrélation entre la fraction volumique de porosités, la densité volumique de porosités et la taille moyenne des porosités.

Une augmentation de la fraction et de la densité volumiques de porosités (Figure 143a) s'accompagne d'une augmentation du rayon moyen des porosités (Figure 143b) et ce quel que soit le mécanisme de formation des porosités incriminé. C'est la raison qui explique que l'allongement à la rupture diminue également lorsque la taille des porosités augmente (Figure 144).

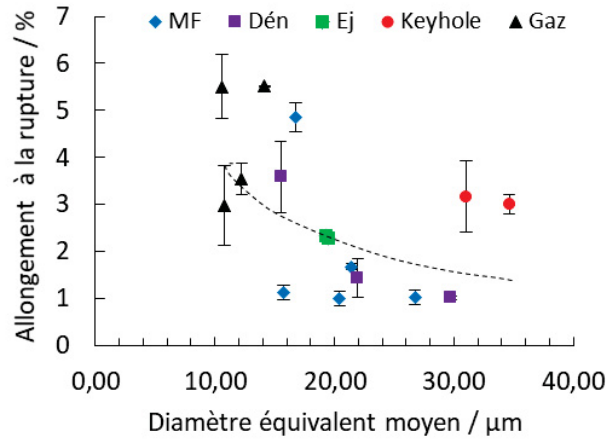


Figure 144 : Allongement à la rupture moyen en fonction du diamètre équivalent moyen des porosités. Le mécanisme de formation des porosités est représenté par un marqueur différent : manque de fusion (bleu), dénudation (violet), éjection de matière fondue (vert), keyhole (rouge), gaz (noir).

On peut donc s'attendre à une diminution de l'allongement à rupture lorsque la distance entre les porosités diminue. En effet, cette dernière est d'autant plus faible lorsque la fraction et la densité volumiques ainsi que le rayon des porosités sont grands. Pour mieux comprendre l'effet des porosités sur l'initiation et la propagation des fissures, il est important d'essayer de dissocier les contributions liées à l'effet « distance » et « taille ». Pour aller plus loin sur ce sujet, pour chaque porosité, la distance 3D avec la porosité voisine la plus proche a été déterminée avec le module DiAna de ImageJ. La moyenne de ces distances permet de prendre en compte la répartition hétérogène des porosités, leur nombre et leur taille. L'évolution de l'allongement à la rupture en fonction de la distance moyenne est donnée sur la Figure 145a. Nous avons également représenté sur la Figure 145b, l'allongement à la rupture en fonction du diamètre D_{50} . Le D_{50} représente le diamètre équivalent médian des porosités tel que la moitié du volume total des porosités correspond à des porosités qui ont un diamètre équivalent inférieur à D_{50} , et inversement. Cette taille caractéristique donne un poids plus important aux grosses particules.

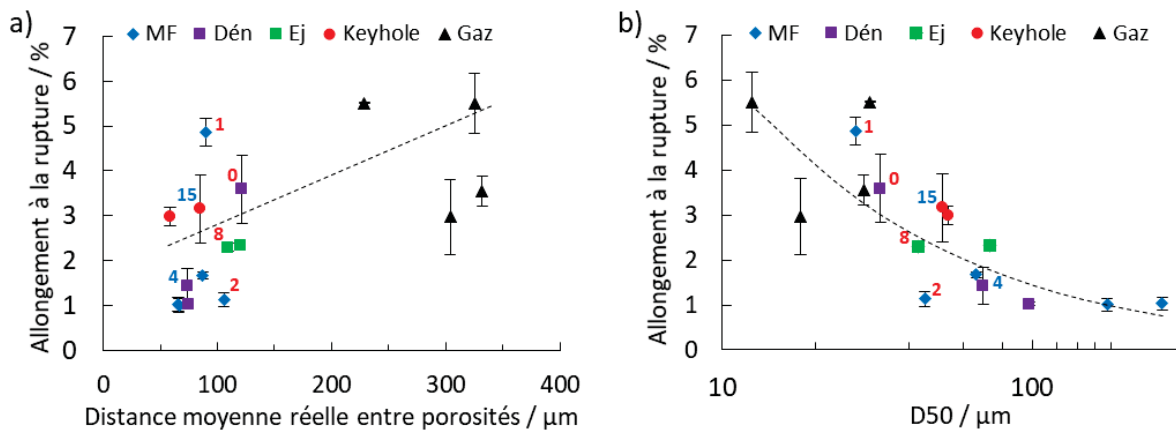


Figure 145 : Allongement à la rupture moyen des pièces en fonction a) de la distance moyenne réelle entre les porosités voisines les plus proches et b) du D_{50} . Le D_{50} représente le diamètre équivalent médian des porosités tel que la moitié du volume total des porosités correspond à des porosités qui ont un diamètre équivalent inférieur à D_{50} , et inversement. Le mécanisme de formation des porosités est représenté par un marqueur différent : manque de fusion (bleu), dénudation (violet), éjection de matière fondue (vert), keyhole (rouge) et gaz (noir). La numérotation correspond aux conditions d'élaboration des pièces indiquées dans le Tableau 11. Les numéros indiqués en rouge et bleu correspondent aux pièces avec une porosité de 0,1% et de 1% respectivement.

Chapitre IV

L'analyse de ces figures montre, comme attendu, que l'allongement à la rupture est globalement corrélé à la distance moyenne réelle entre les porosités (Figure 145a) et plus fortement corrélé à la distance D_{50} (Figure 145b). Il est intéressant de considérer les points 0, 1, 2 et 8 indiqués sur la Figure 145. Ces échantillons ne diffèrent que par la taille D_{50} des porosités ; les distances moyennes réelles entre les porosités ainsi que les fractions volumiques de porosités sont quasi-identiques (Figure 143). Ce type d'analyse peut également être fait pour d'autres points (points 4 et 15 par exemple). On peut donc en conclure que la présence de grosses porosités ainsi qu'une faible distance entre les porosités pourraient expliquer la fragilité observée. Cela suggérerait également que les porosités jouent un rôle sur l'initiation et la propagation des fissures lors de la traction uniaxiale des pièces. Ceci est à mettre en relation avec les résultats obtenus au Chapitre III dans lequel la représentation dite « duale » de la Figure 114 montre que le chemin des fissures suit globalement la direction d'alignement des porosités.

Enfin, comme l'allongement à la rupture est sensible aux caractéristiques d'état de la porosité, il dépend également des mécanismes de formation des porosités et donc des paramètres du procédé SLM. Pour l'illustrer, nous avons donc représenté sur la Figure 146, les niveaux d'allongement à rupture en fonction des zones 1, 2 et 3 du diagramme $\frac{h}{w} = f\left(\frac{e}{D}\right)$ données sur la Figure 135. Nous rappelons que les zones 1, 2 et 3 correspondent respectivement aux conditions du procédé SLM pour lesquelles, les porosités se forment par un mécanisme « de manque de fusion et/ou de dénudation », par piégeage de gaz (matériau dense), et par effet « keyhole et/ou éjection de matière ». On montre que seules les pièces élaborées avec des conditions SLM situées dans la zone 2 conduisent à des allongements à rupture proches de ceux du matériau de référence. Dans ce cas, le mécanisme prépondérant est le piégeage de gaz et le matériau peut être considéré comme dense. A contrario, les allongements les plus faibles sont obtenus avec des conditions expérimentales situées dans les zones 1 et 3. Dans ce cas, la puissance absorbée par la zone fondue est soit trop faible (mécanisme de manque de fusion et de dénudation) soit trop importante (éjection de matière fondue, effet keyhole).

Un contrôle des paramètres du procédé SLM est donc nécessaire si l'on veut contrôler la formation des porosités et les propriétés mécaniques des pièces élaborées. Dans notre étude, des densités d'énergie proches de 65 J/mm^3 sont donc requises car la probabilité d'avoir un matériau dense est la plus élevée, car la longueur d'arc comprise dans la zone 2 du diagramme $\frac{h}{w} = f\left(\frac{e}{D}\right)$ est la plus grande.

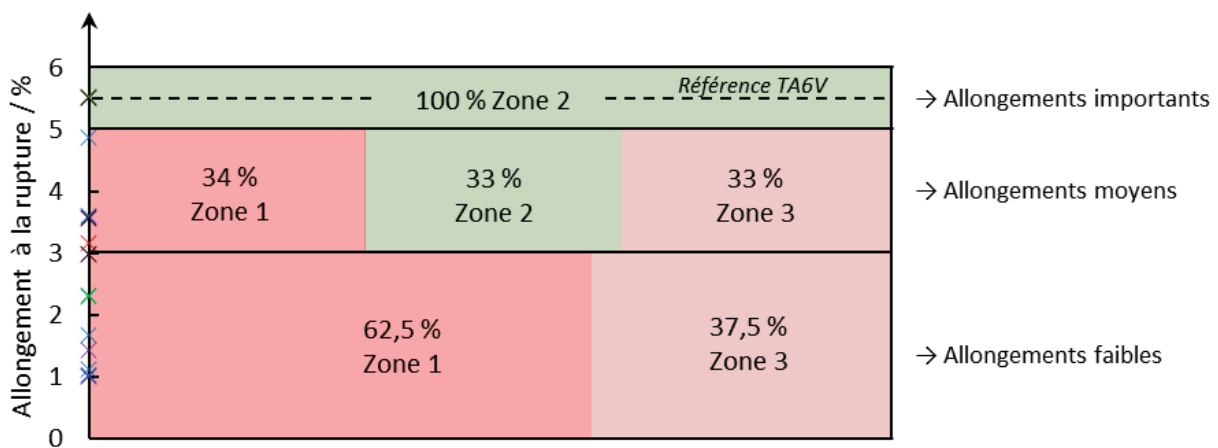


Figure 146 : Représentation schématique qui établit un lien entre les niveaux d'allongement à la rupture et les zones 1, 2 et 3 du diagramme $\frac{h}{w} = f\left(\frac{e}{D}\right)$. Les zones 1, 2 et 3 correspondent respectivement aux conditions du procédé SLM pour lesquelles, les porosités se forment par un mécanisme de manque de fusion et/ou de dénudation, par piégeage de gaz (matériau dense), et par effet « keyhole et/ou éjection de matière fondue ».

5. Faits marquants

→ L'étude paramétrique proposée permet de décorrélérer l'influence des paramètres puissance du laser (P), vitesse de balayage (V), espacement de lasage (h) et densité d'énergie (E) sur la formation des porosités.

→ Nous avons identifié cinq mécanismes de formation des porosités. Il s'agit du manque de fusion, de la dénudation, du piégeage de gaz, de l'effet « keyhole » et de l'éjection de matière fondue. Ces mécanismes peuvent être différenciés à partir de critères spécifiques relatifs à la distribution de tailles et de facteurs de forme ainsi qu'à la topologie 3D des porosités.

→ Les mécanismes de formation ainsi que l'état des porosités dépendent des paramètres du procédé SLM.

→ Une approche théorique permet de rationaliser l'ensemble des résultats obtenus. Elle décrit l'évolution de la largeur W et de la profondeur D de la zone fondue en fonction des principaux paramètres du procédé SLM. Dans un diagramme $\frac{h}{W} = f\left(\frac{e}{D}\right)$, nous montrons qu'il est possible de positionner l'ensemble des points expérimentaux et de définir trois zones qui correspondent respectivement aux conditions pour lesquelles, les porosités se forment par un mécanisme de manque de fusion et/ou de dénudation, de piégeage de gaz (matériaux denses) et par effet « keyhole et/ou éjection de matière ».

→ La formation des porosités dépend de la position relative des points expérimentaux dans un diagramme $\frac{h}{W} = f\left(\frac{e}{D}\right)$ par rapport au quart de cercle défini par $\left(\frac{h}{W}\right)^2 + \left(\frac{e}{D}\right)^2 = 1$. L'analyse conduite et les résultats expérimentaux montrent que, pour une densité d'énergie fixée, il est possible d'avoir un matériau dense ou un matériau contenant une porosité importante suivant les paramètres SLM utilisés. Cependant, il existe une densité d'énergie critique, égale à 40 J/mm^3 , en dessous de laquelle on ne peut avoir un matériau exempt de porosités. Pour des densités d'énergie supérieures à 40 J/mm^3 , les mécanismes de formation des porosités dépendent des paramètres du procédé SLM à iso-densité d'énergie. On peut néanmoins établir un lien entre la densité d'énergie et la probabilité de former des porosités par un mécanisme donné. Pour une densité d'énergie égale à 65 J/mm^3 , la probabilité d'avoir un matériau dense est la plus élevée. Ensuite, plus la densité d'énergie est importante, plus la probabilité d'avoir un matériau dense diminue et celle d'avoir des porosités par effet « keyhole » et/ou éjection de poudre augmente.

→ La présence de porosités, même en quantité relativement faible, dégrade la ductilité du matériau élaboré. L'analyse montre que la présence de grosses porosités ainsi qu'une faible distance entre les porosités expliquent la fragilité observée. Il est donc probable que les porosités jouent un rôle sur l'initiation et sur la propagation des fissures lors de l'essai de traction.

→ L'allongement à la rupture dépend également des mécanismes de formation des porosités et donc des paramètres du procédé SLM. On montre que seules les pièces élaborées avec des conditions SLM situées dans la zone 2 du diagramme $\frac{h}{W} = f\left(\frac{e}{D}\right)$ conduisent à des allongements à rupture proches de ceux du matériau de référence. Dans ce cas, le mécanisme prépondérant des porosités est le piégeage de gaz et le matériau peut être considéré comme dense. A contrario, les allongements les plus faibles sont obtenus avec des conditions expérimentales situées dans les zones 1 et 3. Dans ce cas, la puissance absorbée par la zone fondue est soit trop faible (mécanisme de manque de fusion et de dénudation) soit trop importante (éjection de matière fondue et effet keyhole).

CONCLUSION GENERALE

Ce travail de thèse a porté sur des pièces de TA6V élaborées par SLM et à l'état brut de fabrication. Nous avons apporté des éléments de compréhension originaux nous permettant de mieux appréhender les liens complexes qui existent entre les paramètres d'élaboration de pièces de TA6V par SLM, la formation de porosités, leur microstructure et leurs propriétés structurales.

En termes de faits marquants, nous insisterons, tout d'abord, sur les méthodes développées et ensuite nous mettrons en lumière les résultats les plus originaux obtenus dans le cadre de ce travail.

Méthodes mises en œuvre

- Un matériau de référence a été élaboré avec un procédé thermomécanique conventionnel. Les analyses en tomographie X montrent qu'il ne présente pas de porosité. La microstructure est principalement de type martensitique α' de structure hexagonale. Les propriétés en traction ont été mesurées et ont servi de référence.
- Des échantillons ont été élaborés dans 19 conditions expérimentales différentes et en utilisant deux machines SLM différentes (ProX100 et ProX300). Les paramètres puissance de laser P, vitesse de lasage V et l'espacement de lasage h ont été variés pour trois densités d'énergie différentes : 45, 75 et 100 J/mm³.
- Une approche originale combinant des analyses 2D de faciès de rupture et des analyses 3D des porosités par tomographie X a été développée. Elle permet de positionner les porosités par rapport au passage réel du laser et, de ce fait, de s'assurer du mécanisme de formation des porosités mis en jeu.
- A partir des analyses par tomographie X, nous avons positionné conjointement les faciès de rupture après un essai de traction (sur la partie supérieure) et la répartition 3D des porosités (sur la partie inférieure). Cette reconstruction 3D dites « dual » donne des informations quant à l'effet des porosités sur l'initiation et/ou la propagation des fissures.
- Une approche théorique a été proposée afin de rationaliser l'ensemble des résultats obtenus. Elle décrit l'évolution de la largeur W et de la profondeur D de la zone fondue en fonction des principaux paramètres du procédé SLM. Dans un diagramme $\frac{h}{W} = f\left(\frac{e}{D}\right)$, nous montrons qu'il est possible de positionner l'ensemble des points expérimentaux et de définir trois zones qui correspondent respectivement aux conditions pour lesquelles, les porosités se forment par un mécanisme de manque de fusion et/ou de dénudation, le matériau est dense, et les porosités se forment par effet « keyhole et/ou éjection de matière ».

Principaux résultats

- La microstructure des échantillons « ech.0_P300 » et « ech.0_P100 » est principalement composée de martensite α' , globalement peu texturée. La reconstruction de la phase parente β met en évidence une structure colonnaire dont la croissance préférentielle se fait selon la direction $\langle 001 \rangle$ proche de la direction z d'empilement des couches. Cependant, la taille des grains de la phase mère β est plus importante dans l'échantillon « ech.0_P300 » que dans l'échantillon « ech.0_P100 » bien que la densité d'énergie imposée soit identique dans les deux cas. Ceci constitue une preuve indirecte que la densité d'énergie ne caractérise pas la puissance réelle absorbée par la zone fondue.

- A partir d'une analyse fine en microdiffraction électronique, nous montrons que les macles que nous avons caractérisées dans les échantillons « ech.0_P300 » et « ech.0_P100 » ne correspondent pas à celles observées classiquement dans le titane et ses alliages. Même si l'on retrouve un plan de maillage de type $\{10\bar{1}1\}$, les directions de glissement ainsi que les cisaillements importants déterminés (0,542 et 0,963) restent non conventionnels et, à notre connaissance, jamais observés antérieurement. Dans le cas particulier du procédé SLM, on peut supposer qu'ils sont le résultat de facteurs thermiques et mécaniques compte tenu des fortes vitesses de refroidissement impliquées et des incompatibilités de déformation induites par la transformation martensitique.

- Dans le cas de l'échantillon « ech.0_P100 », il a été démontré que les porosités sont principalement localisées dans les zones de recouvrement et non sur le passage du laser. Par ailleurs, la morphologie et l'orientation des porosités dépendent de leur localisation 3D. Le mécanisme identifié est celui du manque de fusion. Quant à l'échantillon « ech.0_P300 », le mécanisme de formation des porosités par dénudation est prépondérant.

- Une étude paramétrique étendue a été proposée pour décorrélérer l'influence des paramètres puissance du laser (P), vitesse de balayage (V), espacement de lasage (h) et densité d'énergie (E) sur la formation des porosités. Cinq mécanismes de formation des porosités ont été identifiés. Il s'agit du manque de fusion, de la dénudation, du piégeage de gaz, de l'effet « keyhole » et de l'éjection de matière fondue. Ces mécanismes peuvent être différenciés à partir de critères spécifiques relatifs à la distribution de tailles et de facteurs de forme ainsi qu'à la topologie 3D des porosités. Il est également montré que les mécanismes de formation ainsi que l'état des porosités dépendent des paramètres du procédé SLM.

- Nous avons montré que la formation des porosités dépend de la position relative des points expérimentaux dans un diagramme $\frac{h}{w} = f\left(\frac{e}{D}\right)$ par rapport au quart de cercle défini par $\left(\frac{h}{w}\right)^2 + \left(\frac{e}{D}\right)^2 = 1$. L'analyse conduite et les résultats expérimentaux montrent que, pour une densité d'énergie fixée, il est possible d'avoir un matériau dense ou un matériau contenant une porosité importante suivant les paramètres SLM utilisés. Cependant, il existe une densité d'énergie critique, égale à 40 J/mm³, en dessous de laquelle on ne peut avoir un matériau exempt de porosités. Pour des densités d'énergie supérieures à 40 J/mm³, les mécanismes de formation des porosités dépendent des paramètres du procédé SLM à iso-densité d'énergie. On peut néanmoins établir un lien entre la densité d'énergie et la probabilité de former des porosités par un mécanisme donné. Pour une densité d'énergie égale à 65 J/mm³, la probabilité d'avoir un matériau dense est la plus élevée. Ensuite, plus la densité d'énergie est importante, plus la probabilité d'avoir un matériau dense diminue et celle d'avoir des porosités par effet « keyhole » et/ou éjection de matière fondue augmente.

- La présence de porosités, même en quantité relativement faible, dégrade la ductilité du matériau élaboré. L'analyse montre que la présence de grosses porosités ainsi qu'une faible distance entre les porosités expliquent la fragilité observée. Il est donc probable que les porosités jouent un rôle sur l'initiation et la propagation des fissures lors de la traction des pièces. Ceci est à mettre en relation avec les reconstructions 3D dites « dual » qui montrent que les fissures suivent les directions d'alignement des porosités.

- L'allongement à la rupture dépend également des mécanismes de formation des porosités et donc des paramètres du procédé SLM. On montre que seules les pièces élaborées avec des conditions SLM situées dans la zone 2 du diagramme $\frac{h}{w} = f\left(\frac{e}{D}\right)$ conduisent à des allongements à la rupture proches de ceux du matériau de référence. Dans ce cas, le mécanisme prépondérant est le piégeage de gaz et le matériau peut être considéré comme dense. A contrario, les allongements les plus faibles sont obtenus avec des conditions expérimentales situées dans les zones 1 et 3. Dans ce cas, la puissance absorbée

par la zone fondue est soit trop faible (mécanisme de manque de fusion et de dénudation) soit trop importante (éjection de matière fondue et effet keyhole).

Perspectives

- La prédiction des dimensions et des morphologies de la zone fondue en fonction des paramètres du procédé SLM est un point important si l'on veut contrôler la formation des porosités et donc des propriétés mécaniques résultantes. Cela nécessite de développer des modèles numériques afin de mieux comprendre l'interaction laser/matière de ce procédé. La première étape serait d'évaluer et de quantifier comment l'absorptivité évolue en fonction des paramètres du procédé SLM tels que la puissance laser, la vitesse de lasage et la taille du spot laser.
- Pour limiter la formation de porosités, trois voies d'étude supplémentaires se dessinent :
 - l'influence du moyen d'alimentation en poudre et des caractéristiques de la poudre (pression de compactage du lit de poudre par un rouleau, distribution de tailles par exemple),
 - l'influence de la pression environnante,
 - l'influence de la stratégie de lasage (utilisation de plusieurs lasages par couche)
- Pour limiter la formation de phases martensitiques et de contraintes internes, un contrôle de la température de la chambre et du plateau de fabrication permettraient de décomposer la phase mère β et/ou les phases martensitiques en phases plus ductiles ($\alpha + \beta$ par exemple).
- Pour augmenter la productivité et diminuer les coûts des post-traitements, on pourrait envisager :
 - de s'affranchir des traitements HIP sur les pièces les plus denses,
 - d'utiliser de multiples sources laser pour laser les couches. Cela permettrait, d'augmenter la vitesse de lasage, d'avoir plusieurs focalisations pour une même couche et donc de permettre l'utilisation de jeux de paramètres (e, h, V et P) avec des compromis plus intéressants en fonction de taille de la zone à fondre, et de diminuer la rugosité de surface par sublimation des contours avec une source laser adaptée.

Bibliographie

- [1] D. Gu, Z. Wang, Y. Shen, Q. Li, Y. Li, In-situ TiC particle reinforced Ti-Al matrix composites: Powder preparation by mechanical alloying and Selective Laser Melting behavior, *Appl. Surf. Sci.* 255 (2009) 9230–9240. doi:10.1016/j.apsusc.2009.07.008.
- [2] A.B. Spierings, N. Herres, G. Levy, Influence of the particle size distribution on surface quality and mechanical properties in additive manufactured stainless steel parts, 21st Annu. Int. Solid Free. Fabr. Symp. - An Addit. Manuf. Conf. SFF 2010, August 9, 2010 - August 11, 2010. (2010) 397–406. doi:10.1108/13552541111124770.
- [3] H. Shipley, D. McDonnell, M. Culleton, R. Coull, R. Lupoi, G. O'Donnell, D. Trimble, R. Coull, R. Lupoi, G. O'Donnell, D. Trimble, Optimisation of process parameters to address fundamental challenges during selective laser melting of Ti-6Al-4V: A review, *Int. J. Mach. Tools Manuf.* 128 (2018) 1–20. doi:10.1016/j.ijmachtools.2018.01.003.
- [4] B. Song, S. Dong, H. Liao, C. Coddet, Process parameter selection for selective laser melting of Ti6Al4V based on temperature distribution simulation and experimental sintering, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 61 (2012) 967–974. doi:10.1007/s00170-011-3776-6.
- [5] M. Simonelli, Y.Y. Tse, C. Tuck, The formation of $\alpha + \beta$ microstructure in as-fabricated selective laser melting of Ti-6Al-4V, *J. Mater. Res.* 29 (2014) 2028–2035. doi:10.1557/jmr.2014.166.
- [6] H. Attar, M. Calin, L.C. Zhang, S. Scudino, J. Eckert, Manufacture by selective laser melting and mechanical behavior of commercially pure titanium, *Mater. Sci. Eng. A.* 593 (2014) 170–177. doi:10.1016/j.msea.2013.11.038.
- [7] AFNOR, NF ISO / ASTM 52900 Fabrication additive — Principes généraux — Terminologie, (2016).
- [8] J.-C. Andre, Fr2567668 - Dispositif Pour Realiser Un Modele De Piece Industrielle., FR2567668A1, 1986. <https://bases-brevets.inpi.fr/fr/document/FR2567668.html>.
- [9] A.F.N. Mojtaba khorram niaki, The impacts of Additive Manufacturing on firms ' competitiveness: An empirical investigation, 5th Int. Conf. Prod. Eng. Manag. (2015). doi:10.13140/RG.2.1.4617.3529.
- [10] Scopus, (2018). <https://www.scopus.com/>.
- [11] J. Seppälä, A. Hupfer, Topology Optimization in Structural Design of a LP Turbine Guide Vane: Potential of Additive Manufacturing for Weight Reduction, in: Vol. 7A Struct. Dyn., ASME, 2014: p. V07AT28A004. doi:10.1115/GT2014-25637.
- [12] T. Primo, M. Calabrese, A. Del Prete, A. Anglani, Additive manufacturing integration with topology optimization methodology for innovative product design, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 93 (2017) 467–479. doi:10.1007/s00170-017-0112-9.
- [13] T. Dbouk, A review about the engineering design of optimal heat transfer systems using topology optimization, *Appl. Therm. Eng.* 112 (2017) 841–854. doi:10.1016/j.applthermaleng.2016.10.134.
- [14] B. Vayre, F. Vignat, F. Villeneuve, Designing for Additive Manufacturing, *Procedia CIRP.* 3 (2012) 632–637. doi:10.1016/J.PROCIR.2012.07.108.
- [15] G.A.O. Adam, D. Zimmer, Design for Additive Manufacturing—Element transitions and aggregated structures, *CIRP J. Manuf. Sci. Technol.* 7 (2014) 20–28. doi:10.1016/J.CIRPJ.2013.10.001.
- [16] A. Ewald, J. Schlattmann, Design guidelines for laser metal deposition of lightweight structures, *J. Laser Appl.* 30 (2018) 032309. doi:10.2351/1.5040612.
- [17] E. Uhlmann, R. Kersting, T.B. Klein, M.F. Cruz, A.V. Borille, Additive Manufacturing of Titanium Alloy for Aircraft Components, *Procedia CIRP.* 35 (2015) 55–60. doi:10.1016/J.PROCIR.2015.08.061.

Bibliographie

- [18] R. Cunningham, A. Nicolas, J. Madsen, E. Fodran, E. Anagnostou, M.D. Sangid, A.D. Rollett, Analyzing the effects of powder and post-processing on porosity and properties of electron beam melted Ti-6Al-4V, *Mater. Res. Lett.* 5 (2017) 516–525. doi:10.1080/21663831.2017.1340911.
- [19] M. Simonelli, Y. Tse, C. Tuck, Further Understanding of Ti6Al4V Selective Laser Melting Using Texture Analysis, *Proc. 23rd Annu.* (2012) 480–491.
- [20] N. Serres, D. Tidu, S. Sankare, F. Hlawka, Environmental comparison of MESO-CLAD® process and conventional machining implementing life cycle assessment, *J. Clean. Prod.* 19 (2011) 1117–1124. doi:10.1016/j.jclepro.2010.12.010.
- [21] M.J. Cottleer, 3D opportunity: Additive manufacturing paths to performance, innovation, and growth, *SIMT Addit. Manuf. Symp.* (2014) 23.
- [22] EPMA, Introduction to additive manufacturing technology, a guide for designers and engineers, *Eur. Powder Metall. Assoc.* (2015) 28–34.
- [23] D. Thomas, Costs, benefits, and adoption of additive manufacturing: a supply chain perspective, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 85 (2016) 1857–1876. doi:10.1007/s00170-015-7973-6.
- [24] N. Guo, M.C. Leu, Additive manufacturing: Technology, applications and research needs, *Front. Mech. Eng.* 8 (2013) 215–243. doi:10.1007/s11465-013-0248-8.
- [25] K. V. Wong, A. Hernandez, A Review of Additive Manufacturing, *ISRN Mech. Eng.* 2012 (2012) 1–10. doi:10.5402/2012/208760.
- [26] A.A. Shapiro, J.P. Borgonia, Q.N. Chen, R.P. Dillon, B. McEnerney, R. Polit-Casillas, L. Soloway, Additive Manufacturing for Aerospace Flight Applications, *J. Spacecr. Rockets.* 53 (2016) 952–959. doi:10.2514/1.A33544.
- [27] Y. Liu, Additive manufacturing techniques and their biomedical applications, *Fam. Med. Community Heal.* 5 (2017) 286–298. doi:10.15212/FMCH.2017.0110.
- [28] B. Schoinochoritis, D. Chantzis, K. Salonitis, Simulation of metallic powder bed additive manufacturing processes with the finite element method: A critical review, *Proc. Inst. Mech. Eng. Part B J. Eng. Manuf.* 231 (2017) 96–117. doi:10.1177/0954405414567522.
- [29] M. Losertová, V. Kubeš, Microstructure and mechanical properties of selective laser melted Ti6Al4V alloy, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 266 (2017) 012009. doi:10.1088/1757-899X/266/1/012009.
- [30] N. Shayesteh Moghaddam, S.E. Saghalian, A. Amerinatanzi, H. Ibrahim, P. Li, G.P. Toker, H.E. Karaca, M. Elahinia, Anisotropic tensile and actuation properties of NiTi fabricated with selective laser melting, *Mater. Sci. Eng. A.* 724 (2018) 220–230. doi:10.1016/J.MSEA.2018.03.072.
- [31] L. Hitzler, J. Hirsch, B. Heine, M. Merkel, W. Hall, A. Öchsner, On the anisotropic mechanical properties of selective laser-melted stainless steel, *Materials (Basel).* 10 (2017) 1136. doi:10.3390/ma10101136.
- [32] C. Deckard, J.J. Beaman, J.F. Darrah, Method and Apparatus for Producing Parts by Selective Sintering, 1992. doi:10.1007/s004380050397.
- [33] EOS, EOS, (n.d.). www.eos.info/.
- [34] K. Subramanian, N. Vail, J. Barlow, H. Marcus, Selective laser sintering of alumina with polymer binders, *Rapid Prototyp. J.* 1 (1995) 24–35. doi:10.1108/13552549510086844.
- [35] M.M. Savalani, L. Hao, R.A. Harris, Evaluation of CO₂ and Nd:YAG Lasers for the Selective Laser Sintering of HAPEX®, *Proc. Inst. Mech. Eng. Part B J. Eng. Manuf.* 220 (2006) 171–182. doi:10.1243/095440505X32986.
- [36] J. Yang, H. Yu, J. Yin, M. Gao, Z. Wang, X. Zeng, Formation and control of martensite in Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting, *Mater. Des.* 108 (2016) 308–318. doi:10.1016/j.matdes.2016.06.117.
- [37] E. Chlebus, B. Kuźnicka, T. Kurzynowski, B. Dybala, Microstructure and mechanical behaviour of Ti-6Al-7Nb alloy produced by selective laser melting, *Mater. Charact.* 62 (2011) 488–495. doi:10.1016/j.matchar.2011.03.006.

Bibliographie

- [38] L. Facchini, E. Magalini, P. Robotti, A. Molinari, S. Höges, K. Wissenbach, Ductility of a Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting of prealloyed powders, *Rapid Prototyp. J.* 16 (2010) 450–459. doi:10.1108/13552541011083371.
- [39] H. Attar, K.G. Prashanth, A.K. Chaubey, M. Calin, L.C. Zhang, S. Scudino, J. Eckert, Comparison of wear properties of commercially pure titanium prepared by selective laser melting and casting processes, *Mater. Lett.* 142 (2015) 38–41. doi:10.1016/j.matlet.2014.11.156.
- [40] M.W. Wu, P.H. Lai, The positive effect of hot isostatic pressing on improving the anisotropies of bending and impact properties in selective laser melted Ti-6Al-4V alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 658 (2016) 429–438. doi:10.1016/j.msea.2016.02.023.
- [41] T.M. Mower, M.J. Long, Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laser-fused materials, *Mater. Sci. Eng. A.* 651 (2016) 198–213. doi:10.1016/j.msea.2015.10.068.
- [42] Z. Hu, H. Zhu, H. Zhang, X. Zeng, Experimental investigation on selective laser melting of 17-4PH stainless steel, *Opt. Laser Technol.* 87 (2017) 17–25. doi:10.1016/j.optlastec.2016.07.012.
- [43] G. Miranda, S. Faria, F. Bartolomeu, E. Pinto, S. Madeira, A. Mateus, P. Carreira, N. Alves, F.S. Silva, O. Carvalho, Predictive models for physical and mechanical properties of 316L stainless steel produced by selective laser melting, *Mater. Sci. Eng. A.* 657 (2016) 43–56. doi:10.1016/j.msea.2016.01.028.
- [44] D. Wang, C. Song, Y. Yang, Y. Bai, Investigation of crystal growth mechanism during selective laser melting and mechanical property characterization of 316L stainless steel parts, *Mater. Des.* 100 (2016) 291–299. doi:10.1016/j.matdes.2016.03.111.
- [45] V.G. Smelov, A. V. Sotov, A. V. Agapovichev, T.M. Tomilina, Selective Laser Melting of Metal Powder of Steel 316L, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 142 (2016). doi:10.1088/1757-899X/142/1/012071.
- [46] H.K. Rafi, T.L. Starr, B.E. Stucker, A comparison of the tensile, fatigue, and fracture behavior of Ti-6Al-4V and 15-5 PH stainless steel parts made by selective laser melting, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 69 (2013) 1299–1309. doi:10.1007/s00170-013-5106-7.
- [47] C. Tan, K. Zhou, W. Ma, P. Zhang, M. Liu, T. Kuang, Microstructural evolution, nanoprecipitation behavior and mechanical properties of selective laser melted high-performance grade 300 maraging steel, *Mater. Des.* 134 (2017) 23–34. doi:10.1016/j.matdes.2017.08.026.
- [48] G. Casalino, S.L. Campanelli, N. Contuzzi, A.D. Ludovico, Experimental investigation and statistical optimisation of the selective laser melting process of a maraging steel, *Opt. Laser Technol.* 65 (2015) 151–158. doi:10.1016/j.optlastec.2014.07.021.
- [49] T. Hermann Becker, D. Dimitrov, The achievable mechanical properties of SLM produced Maraging Steel 300 components, *Rapid Prototyp. J.* 22 (2016) 487–494. doi:10.1108/RPJ-08-2014-0096.
- [50] J.J. Yan, D.L. Zheng, H.X. Li, X. Jia, J.F. Sun, Y.L. Li, M. Qian, M. Yan, Selective laser melting of H13: microstructure and residual stress, *J. Mater. Sci.* 52 (2017) 12476–12485. doi:10.1007/s10853-017-1380-3.
- [51] M. Mazur, P. Brincat, M. Leary, M. Brandt, Numerical and experimental evaluation of a conformally cooled H13 steel injection mould manufactured with selective laser melting, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 93 (2017) 881–900. doi:10.1007/s00170-017-0426-7.
- [52] J. Šafka, R. Mendříčký, M. Ackermann, D. Tuháček, SHAPE AND SIZE ACCURACY OF 3D-PRINTED ALSI12 PARTS, *Acta Metall. Slovaca.* 21 (2015) 278. doi:10.12776/ams.v21i4.630.
- [53] D. Dai, D. Gu, H. Zhang, J. Xiong, C. Ma, C. Hong, R. Poprawe, Influence of scan strategy and molten pool configuration on microstructures and tensile properties of selective laser melting additive manufactured aluminum based parts, *Opt. Laser Technol.* 99 (2018) 91–100. doi:10.1016/J.OPTLASTEC.2017.08.015.
- [54] J.H. Martin, B.D. Yahata, J.M. Hundley, J.A. Mayer, T.A. Schaedler, T.M. Pollock, 3D printing

Bibliographie

- of high-strength aluminium alloys, *Nature*. 549 (2017) 365–369. doi:10.1038/nature23894.
- [55] A.A. Raus, M.S. Wahab, M. Ibrahim, K. Kamarudin, A. Ahmed, S. Shamsudin, Mechanical and physical properties of AlSi10Mg processed through selective laser melting, in: *AIP Conf. Proc.*, 2017. doi:10.1063/1.4981168.
- [56] E. Kundakcioglu, I. Lazoglu, Ö. Poyraz, E. Yasa, N. Cizicioglu, Thermal and molten pool model in selective laser melting process of Inconel 625, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* (2018). doi:10.1007/s00170-017-1489-1.
- [57] C. Li, R. White, X.Y. Fang, M. Weaver, Y.B. Guo, Microstructure evolution characteristics of Inconel 625 alloy from selective laser melting to heat treatment, *Mater. Sci. Eng. A*. 705 (2017) 20–31. doi:10.1016/j.msea.2017.08.058.
- [58] J.J. Lewandowski, M. Seifi, *Metal Additive Manufacturing: A Review of Mechanical Properties*, *Annu. Rev. Mater. Res.* 46 (2016) 151–186. doi:10.1146/annurev-matsci-070115-032024.
- [59] R. Konecná, L. Kunz, G. Nicoletto, A. Baca, Fatigue crack growth behavior of Inconel 718 produced by selective laser melting, *Frat. Ed Integrità Strutt.* 10 (2016) 31–40. doi:10.3221/IGF-ESIS.35.04.
- [60] X. Zhao, J. Chen, X. Lin, W. Huang, Study on microstructure and mechanical properties of laser rapid forming Inconel 718, *Mater. Sci. Eng. A*. 478 (2008) 119–124. doi:10.1016/j.msea.2007.05.079.
- [61] X. Wang, K. Chou, Effects of thermal cycles on the microstructure evolution of Inconel 718 during selective laser melting process, *Addit. Manuf.* 18 (2017) 1–14. doi:10.1016/j.addma.2017.08.016.
- [62] S.A.C. Ghani, S.R. Mohamed, W.S.W. Harun, N.A.Z.M. Noar, Physical evaluations of Co-Cr-Mo parts processed using different additive manufacturing techniques, in: 2017: p. 100001. doi:10.1063/1.5010523.
- [63] Y. Ye, T. Jiao, J. Zhu, J. Sun, Adaptation and micro-structure of Co-Cr alloy maxillary complete denture base plates fabricated by selective laser melting technique, *Lasers Med. Sci.* (2018). doi:10.1007/s10103-018-2438-4.
- [64] L. Zhou, T. Yuan, R. Li, J. Tang, G. Wang, K. Guo, Selective laser melting of pure tantalum: Densification, microstructure and mechanical behaviors, *Mater. Sci. Eng. A*. 707 (2017) 443–451. doi:10.1016/j.msea.2017.09.083.
- [65] A. Iveković, N. Omidvari, B. Vrancken, K. Lietaert, L. Thijs, K. Vanmeensel, J. Vleugels, J.-P. Kruth, Selective laser melting of tungsten and tungsten alloys, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 72 (2018) 27–32. doi:10.1016/j.ijrmhm.2017.12.005.
- [66] M. Khan, P. Dickens, Selective laser melting (SLM) of gold (Au), *Rapid Prototyp. J.* 18 (2012) 81–94. doi:10.1108/13552541211193520.
- [67] M. Khan, P. Dickens, Selective laser melting (SLM) of pure gold for manufacturing dental crowns, *Rapid Prototyp. J.* 20 (2014) 471–479. doi:10.1108/RPJ-03-2013-0034.
- [68] T.-T. Ikeshoji, K. Nakamura, M. Yonehara, K. Imai, H. Kyogoku, Selective Laser Melting of Pure Copper, *JOM*. (2017). doi:10.1007/s11837-017-2695-x.
- [69] J. Dawes, R. Bowerman, R. Trepleton, Introduction to the Additive Manufacturing Powder Metallurgy Supply Chain, *Johnson Matthey Technol. Rev.* 59 (2015) 243–256. doi:10.1595/205651315X688686.
- [70] L.T. Ltd, LPW, (2018). <https://www.lpwtechnology.com/fr/technical-library/powder-production/>.
- [71] J.O. Yin, G. Chen, S.Y. Zhao, Y. Ge, Z.F. Li, P.J. Yang, W.Z. Han, J. Wang, H.P. Tang, P. Cao, Microstructural characterization and properties of Ti-28Ta at.% powders produced by plasma rotating electrode process, *J. Alloys Compd.* 713 (2017) 222–228. doi:10.1016/J.JALLCOM.2017.04.195.
- [72] J.H. Tan, W.L.E. Wong, K.W. Dalgarno, An overview of powder granulometry on feedstock and part performance in the selective laser melting process, *Addit. Manuf.* 18 (2017) 228–255. doi:10.1016/j.addma.2017.10.011.
- [73] H. Attar, K.G. Prashanth, L.C. Zhang, M. Calin, I. V. Okulov, S. Scudino, C. Yang, J. Eckert,

Bibliographie

- Effect of powder particle shape on the properties of in situ Ti-TiB composite materials produced by selective laser melting, *J. Mater. Sci. Technol.* 31 (2015) 1001–1005. doi:10.1016/j.jmst.2015.08.007.
- [74] V. Seyda, D. Herzog, C. Emmelmann, Relationship between powder characteristics and part properties in laser beam melting of Ti-6Al-4V, and implications on quality, *J. Laser Appl.* 29 (2017) 022311. doi:10.2351/1.4983240.
- [75] X. Goso, A. Kale, Production of titanium metal powder by the HDH process, *J. South. African Inst. Min. Metall.* 111 (2011) 203–210.
- [76] G. Chen, P. Tan, S.Y. Zhao, W.W. He, H.P. Tang, Spherical Ti-6Al-4V Powders Produced by Gas Atomization, *Key Eng. Mater.* 704 (2016) 287–292. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.704.287.
- [77] M. Entezarian, F. Allaire, P. Tsantrizos, R.A.L. Drew, Plasma atomization: A new process for the production of fine, spherical powders, *JOM.* 48 (1996) 53–55. doi:10.1007/BF03222969.
- [78] X.P.P. Li, K.M. O'Donnell, T.B.B. Sercombe, K.M. O'Donnell, T.B.B. Sercombe, Selective laser melting of Al-12Si alloy: Enhanced densification via powder drying, *Addit. Manuf.* 10 (2016) 10–14. doi:10.1016/j.addma.2016.01.003.
- [79] L.E. Criales, Y.M. Arsoy, T. Özel, Sensitivity analysis of material and process parameters in finite element modeling of selective laser melting of Inconel 625, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 86 (2016) 2653–2666. doi:10.1007/s00170-015-8329-y.
- [80] T.B. Sercombe, X. Li, Selective laser melting of aluminium and aluminium metal matrix composites: review, *Mater. Technol.* (2016) 1–9. doi:10.1179/1753555715Y.0000000078.
- [81] R.J. Hebert, Viewpoint: metallurgical aspects of powder bed metal additive manufacturing, *J. Mater. Sci.* 51 (2016) 1165–1175. doi:10.1007/s10853-015-9479-x.
- [82] M. Rombouts, J.P. Kruth, L. Froyen, P. Mercelis, Fundamentals of selective laser melting of alloyed steel powders, *CIRP Ann. - Manuf. Technol.* 55 (2006) 187–192. doi:10.1016/S0007-8506(07)60395-3.
- [83] U. Scipioni Bertoli, A.J. Wolfer, M.J. Matthews, J.P.R. Delplanque, J.M. Schoenung, On the limitations of Volumetric Energy Density as a design parameter for Selective Laser Melting, *Mater. Des.* 113 (2017) 331–340. doi:10.1016/j.matdes.2016.10.037.
- [84] C.-Y. Lin, T. Wirtz, F. LaMarca, S.J. Hollister, Structural and mechanical evaluations of a topology optimized titanium interbody fusion cage fabricated by selective laser melting process, *J. Biomed. Mater. Res. Part A.* 83A (2007) 272–279. doi:10.1002/jbm.a.31231.
- [85] B. Cheng, S. Shrestha, K. Chou, Stress and deformation evaluations of scanning strategy effect in selective laser melting, *Addit. Manuf.* 12 (2016) 240–251. doi:10.1016/j.addma.2016.05.007.
- [86] M. Xia, D. Gu, G. Yu, D. Dai, H. Chen, Q. Shi, Selective laser melting 3D printing of Ni-based superalloy: understanding thermodynamic mechanisms, *Sci. Bull.* 61 (2016) 1013–1022. doi:10.1007/s11434-016-1098-7.
- [87] C. Desrayaud, E.M. De Saint-etienne, S. Etienne, E. Nationale, J. Parot, S. Etienne, morphologie des cordons produits Résumé Résultats et discussion Matériel et méthode Références, (2016) 4–5.
- [88] L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J. Van Humbeeck, J.P. Kruth, A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V, *Acta Mater.* 58 (2010) 3303–3312. doi:10.1016/j.actamat.2010.02.004.
- [89] G. Kasperovich, J. Haubrich, J. Gussone, G. Requena, Corrigendum to “Correlation between porosity and processing parameters in TiAl6V4 produced by selective laser melting,” *Mater. Des.* 112 (2016) 160–161. doi:10.1016/j.matdes.2016.09.040.
- [90] A.M.M. Mancisidor, F. Garciandia, M.S. Sebastian, P. Álvarez, J. Díaz, I. Unanue, Reduction of the residual porosity in parts manufactured by selective laser melting using skywriting and high focus offset strategies, *Phys. Procedia.* 83 (2016) 864–873. doi:10.1016/j.phpro.2016.08.090.
- [91] ASTM B265-15, Standard Specification for Titanium and Titanium Alloy Strip, Sheet, and Plate, ASTM Int. West Conshohocken, PA. (2015). www.astm.org.

Bibliographie

- [92] E. Aeby-Gautier, Les alliages de titane, Cours - Ec. Des Mines Nancy. (n.d.).
- [93] S. NAKA, Etude des mécanismes de déformation plastique à basse température de monocristaux de phase α , Université de Paris Sud (Orsay), 1983.
- [94] V.A. Joshi, Titanium alloys : an atlas of structures and fracture features, CRC/Taylor & Francis, 2006.
- [95] Y. Combres, Propriétés du titane et de ses alliages, Tech. l'ingénieur. 33 (1999) 21. doi:10.1051/jphyscol:19746132.
- [96] Y. Combres, C. Champin, Traitements thermiques des alliages de titane, Tech. l'ingénieur, M1335. 33 (2013) 24.
- [97] J.L. Murray, Calculation of the titanium-aluminum phase diagram, Metall. Trans. A. 19 (1988) 243–247. doi:10.1007/BF02652532.
- [98] A. Ducato, L. Fratini, M. La Cascia, G. Mazzola, An Automated Visual Inspection System for the Classification of the Phases of Ti-6Al-4V Titanium Alloy, in: 2013: pp. 362–369. doi:10.1007/978-3-642-40246-3_45.
- [99] Y. Combres, Propriétés du titane et de ses alliages, Tech. l'ingénieur - Métaux Alliages, Matériaux Magnétiques Multimatériaux. M4 (2010).
- [100] C. Loier, G. Thauvin, A. Hazotte, A. Simon, Influence of deformation on the $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ transformation kinetics of Ti-6wt.%Al-4wt.%V alloy, J. Less-Common Met. 108 (1985) 295–312. doi:10.1016/0022-5088(85)90225-5.
- [101] R. Boyer, G. Welsch, E.W. Colilngs, Materials Properties Handbook: Titanium Alloys, ASM International, 1994.
- [102] C.C. Liu, X. Lu, L. Zhang, W.L. Song, J.B. Tong, S.D. Yang, X.H. Qu, Fabrication of micro-fine spherical Ti-6Al-4V alloy powders based on hydrogen decrepitation and plasma spheroidisation, Powder Metall. 59 (2016) 229–235. doi:10.1080/00325899.2016.1147131.
- [103] M. Simonelli, Y.Y. Tse, C. Tuck, On the texture formation of selective laser melted Ti-6Al-4V, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 45 (2014) 2863–2872. doi:10.1007/s11661-014-2218-0.
- [104] W. Xu, M. Brandt, S. Sun, J. Elambasseril, Q. Liu, K. Latham, K. Xia, M. Qian, Additive manufacturing of strong and ductile Ti-6Al-4V by selective laser melting via in situ martensite decomposition, Acta Mater. 85 (2015) 74–84. doi:10.1016/j.actamat.2014.11.028.
- [105] P.. Kobryn, S.. Semiatin, Microstructure and texture evolution during solidification processing of Ti-6Al-4V, J. Mater. Process. Technol. 135 (2003) 330–339. doi:10.1016/S0924-0136(02)00865-8.
- [106] J.B. Joy Gockel, Understanding Ti-6Al-4V Microstructure Control in Additive Manufacturing via\rProcess Maps, Solid Free. Fabr. Symp. (2013) 666. doi:10.1007/s11837-005-0029-x.
- [107] J. Gockel, L. Sheridan, S.P. Narra, N.W. Klingbeil, J. Beuth, Trends in Solidification Grain Size and Morphology for Additive Manufacturing of Ti-6Al-4V, JOM. 69 (2017) 2706–2710. doi:10.1007/s11837-017-2601-6.
- [108] T. Wang, Y.Y. Zhu, S.Q. Zhang, H.B. Tang, H.M. Wang, Grain morphology evolution behavior of titanium alloy components during laser melting deposition additive manufacturing, J. Alloys Compd. 632 (2015) 505–513. doi:10.1016/j.jallcom.2015.01.256.
- [109] M. Simonelli, Y.Y. Tse, C. Tuck, Microstructure of Ti-6Al-4V produced by selective laser melting, J. Phys. Conf. Ser. 371 (2012). doi:10.1088/1742-6596/371/1/012084.
- [110] F. Bartolomeu, S. Faria, O. Carvalho, E. Pinto, N. Alves, F.S. Silva, G. Miranda, Predictive models for physical and mechanical properties of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting, Mater. Sci. Eng. A. 663 (2016) 181–192. doi:10.1016/j.msea.2016.03.113.
- [111] X. Zhao, S. Li, M. Zhang, Y. Liu, T.B. Sercombe, S. Wang, Y. Hao, R. Yang, L.E. Murr, Comparison of the microstructures and mechanical properties of Ti-6Al-4V fabricated by selective laser melting and electron beam melting, Mater. Des. 95 (2016) 21–31. doi:10.1016/j.matdes.2015.12.135.
- [112] B. Van Hooreweder, D. Moens, R. Boonen, J.-P. Kruth, P. Sas, Analysis of Fracture Toughness

Bibliographie

- and Crack Propagation of Ti6Al4V Produced by Selective Laser Melting, *Adv. Eng. Mater.* 14 (2012) 92–97. doi:10.1002/adem.201100233.
- [113] G.B. Olson, M. Cohen, A Perspective on Martensitic Nucleation, *Annu. Rev. Mater. Sci.* 11 (1981) 1–32. doi:10.1146/annurev.ms.11.080181.000245.
- [114] J. Christian, G. Olson, M. Cohen, Classification of Displacive Transformations: What is a Martensitic Transformation?, *J. Phys. IV* (1995) 5. doi:10.1051/jp4:1995801.
- [115] W. Mei, J. Sun, Y. Wen, Martensitic transformation from β to α' and α'' phases in Ti–V alloys: A first-principles study, *J. Mater. Res.* 32 (2017) 3183–3190. doi:10.1557/jmr.2017.276.
- [116] T. Ahmed, H.J. Rack, Phase transformations during cooling in $\alpha+\beta$ titanium alloys, *Mater. Sci. Eng. A*. 243 (1998) 206–211. doi:10.1016/S0921-5093(97)00802-2.
- [117] C. Zhao, K. Fezzaa, R.W. Cunningham, H. Wen, F. De Carlo, L. Chen, A.D. Rollett, T. Sun, Real-time monitoring of laser powder bed fusion process using high-speed X-ray imaging and diffraction, *Sci. Rep.* 7 (2017) 1–11. doi:10.1038/s41598-017-03761-2.
- [118] U. Scipioni Bertoli, G. Guss, S. Wu, M.J. Matthews, J.M. Schoenung, In-situ characterization of laser-powder interaction and cooling rates through high-speed imaging of powder bed fusion additive manufacturing, *Mater. Des.* 135 (2017) 385–396. doi:10.1016/j.matdes.2017.09.044.
- [119] T.F. Broderick, A.G. Jackson, H. Jones, F.H. Froes, The effect of cooling conditions on the microstructure of rapidly solidified Ti-6Al-4V, *Metall. Trans. A*. 16 (1985) 1951–1959. doi:10.1007/BF02662396.
- [120] C. Kusuma, The effect of laser power and scan speed on melt pool characteristics of pure titanium and Ti-6Al-4V alloy for Selective Laser Melting, Kakatiya University, 2014.
- [121] L. Germain, N. Gey, R. Mercier, P. Blaineau, M. Humbert, L. Germain, N. Gey, R. Mercier, P. Blaineau, M. Humbert, An advanced approach to reconstructing parent orientation maps in the case of approximate orientation relations: Application to steels, *Acta Mater.* 60 (2012) 4551–4562. doi:10.1016/j.actamat.2012.04.034.
- [122] S.S. Al-Bermani, M.L. Blackmore, W. Zhang, I. Todd, The origin of microstructural diversity, texture, and mechanical properties in electron beam melted Ti-6Al-4V, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 41 (2010) 3422–3434. doi:10.1007/s11661-010-0397-x.
- [123] S.C.C. Wang, M. Aindow, M.J.J. Starink, Effect of self-accommodation on α/α boundary populations in pure titanium, *Acta Mater.* 51 (2003) 2485–2503. doi:10.1016/S1359-6454(03)00035-1.
- [124] J. Yang, H. Yu, Z. Wang, X. Zeng, Effect of crystallographic orientation on mechanical anisotropy of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy, *Mater. Charact.* 127 (2017) 137–145. doi:10.1016/j.matchar.2017.01.014.
- [125] W. Xu, E.W. Lui, A. Pateras, M. Qian, M. Brandt, In situ tailoring microstructure in additively manufactured Ti-6Al-4V for superior mechanical performance, *Acta Mater.* 125 (2017) 390–400. doi:10.1016/j.actamat.2016.12.027.
- [126] W. Xu, S. Sun, J. Elambasseril, Q. Liu, M. Brandt, M. Qian, Ti-6Al-4V Additively Manufactured by Selective Laser Melting with Superior Mechanical Properties, *Jom.* 67 (2015) 668–673. doi:10.1007/s11837-015-1297-8.
- [127] L.-C. Zhang, H. Attar, Selective Laser Melting of Titanium Alloys and Titanium Matrix Composites for Biomedical Applications: A Review, *Adv. Eng. Mater.* 18 (2016) 463–475. doi:10.1002/adem.201500419.
- [128] S. Leuders, M. Thöne, A. Riemer, T. Niendorf, T. Tröster, H.A. Richard, H.J. Maier, On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance, *Int. J. Fatigue*. 48 (2013) 300–307. doi:10.1016/j.ijfatigue.2012.11.011.
- [129] T. Voisin, N.P. Calta, S.A. Khairallah, J.-B. Forien, L. Balogh, R.W. Cunningham, A.D. Rollett, Y.M. Wang, Defects-dictated tensile properties of selective laser melted Ti-6Al-4V, *Mater. Des.* 158 (2018) 113–126. doi:10.1016/j.matdes.2018.08.004.
- [130] C. Qiu, N.J.E. Adkins, M.M. Attallah, Microstructure and tensile properties of selectively laser-

Bibliographie

- melted and of HIPed laser-melted Ti-6Al-4V, *Mater. Sci. Eng. A.* 578 (2013) 230–239. doi:10.1016/j.msea.2013.04.099.
- [131] H. Gong, K. Rafi, H. Gu, G.D. Janaki Ram, T. Starr, B. Stucker, Influence of defects on mechanical properties of Ti-6Al-4V components produced by selective laser melting and electron beam melting, *Mater. Des.* 86 (2015) 545–554. doi:10.1016/j.matdes.2015.07.147.
- [132] D. Deng, R.L. Peng, H. Brodin, J. Moverare, Microstructure and mechanical properties of Inconel 718 produced by selective laser melting: Sample orientation dependence and effects of post heat treatments, *Mater. Sci. Eng. A.* 713 (2018) 294–306. doi:10.1016/j.msea.2017.12.043.
- [133] C. Kumar, M. Das, C.P.P. Paul, K.S.S. Bindra, Comparison of bead shape, microstructure and mechanical properties of fiber laser beam welding of 2 mm thick plates of Ti-6Al-4V alloy, *Opt. Laser Technol.* 105 (2018) 306–321. doi:10.1016/j.optlastec.2018.02.021.
- [134] R. Rai, J.W. Elmer, T.A. Palmer, T. Debroy, Heat transfer and fluid flow during keyhole mode laser welding of tantalum, Ti-6Al-4V, 304L stainless steel and vanadium, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 40 (2007) 5753–5766. doi:10.1088/0022-3727/40/18/037.
- [135] M. Courtois, M. Carin, P. Le Masson, S. Gaied, M. Balabane, A complete model of keyhole and melt pool dynamics to analyze instabilities and collapse during laser welding, *J. Laser Appl.* 26 (2014) 042001. doi:10.2351/1.4886835.
- [136] R. Lin, H. ping Wang, F. Lu, J. Solomon, B.E. Carlson, Numerical study of keyhole dynamics and keyhole-induced porosity formation in remote laser welding of Al alloys, *Int. J. Heat Mass Transf.* 108 (2017) 244–256. doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2016.12.019.
- [137] H. Gong, K. Rafi, H. Gu, T. Starr, B. Stucker, Analysis of defect generation in Ti-6Al-4V parts made using powder bed fusion additive manufacturing processes, *Addit. Manuf.* 1 (2014) 87–98. doi:10.1016/j.addma.2014.08.002.
- [138] R. Li, J. Liu, Y. Shi, L. Wang, W. Jiang, Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 59 (2012) 1025–1035. doi:10.1007/s00170-011-3566-1.
- [139] M.J. Matthews, G. Guss, S.A. Khairallah, A.M. Rubenchik, P.J. Depond, W.E. King, Denudation of metal powder layers in laser powder bed fusion processes, *Acta Mater.* 114 (2016) 33–42. doi:10.1016/j.actamat.2016.05.017.
- [140] P. Bidare, I. Bitharas, R.M. Ward, M.M. Attallah, A.J. Moore, Fluid and particle dynamics in laser powder bed fusion, *Acta Mater.* 142 (2018) 107–120. doi:10.1016/j.actamat.2017.09.051.
- [141] S.M. Gaytan, L.E. Murr, F. Medina, E. Martinez, M.I. Lopez, R.B. Wicker, Advanced metal powder based manufacturing of complex components by electron beam melting, *Mater. Technol.* 24 (2009) 180–190. doi:10.1179/106678509X12475882446133.
- [142] B. Zhang, Y. Li, @bullet Qian Bai, Q. Bai, Defect Formation Mechanisms in Selective Laser Melting: A Review, *Chinese J. Mech. Eng.* 30 (2017) 515–527. doi:10.1007/s10033-017-0121-5.
- [143] R. Li, Y. Shi, Z. Wang, L. Wang, J. Liu, W. Jiang, Densification behavior of gas and water atomized 316L stainless steel powder during selective laser melting, *Appl. Surf. Sci.* 256 (2010) 4350–4356. doi:10.1016/j.apsusc.2010.02.030.
- [144] F. Medina, Reducing metal alloy powder costs for use in powder bed fusion additive manufacturing: Improving the economics for production, ETD Collection for University of Texas, El Paso, 2013. doi:AAI3611283.
- [145] W.J. Sames, F. Medina, W.H. Peter, S.S. Babu, R.R. Dehoff, Effect of Process Control and Powder Quality on Inconel 718 Produced Using Electron Beam Melting, 8th Int. Symp. Superalloy 718 Deriv. (2014) 409–423. doi:10.1002/9781119016854.ch32.
- [146] H. Qi, M. Azer, A. Ritter, Studies of standard heat treatment effects on microstructure and mechanical properties of laser net shape manufactured INCONEL 718, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 40 (2009) 2410–2422. doi:10.1007/s11661-009-9949-3.
- [147] B. Liu, R. Wildman, C. Tuck, I. Ashcroft, R. Hague, Investigation the effect of particle size distribution on processing parameters optimisation in selective laser melting process, *Int. Solid Free. Fabr. Symp. an Addit. Manuf. Conf.* (2011) 227–238.

Bibliographie

- doi:10.1017/CBO9781107415324.004.
- [148] W.J. Sames, F.A. List, S. Pannala, R.R. Dehoff, S.S. Babu, The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing, *Int. Mater. Rev.* 61 (2016) 315–360. doi:10.1080/09506608.2015.1116649.
- [149] A. Cooke, J. Slotwinski, Properties of Metal Powders for Additive Manufacturing: A Review of the State of the Art of Metal Powder Property Testing, US Department of Commerce, National Institute of Standards and Technology, 2012. doi:10.6028/NIST.IR.7873.
- [150] J.A. Slotwinski, E.J. Garboczi, Metrology Needs for Metal Additive Manufacturing Powders, *Jom.* 67 (2015) 538–543. doi:10.1007/s11837-014-1290-7.
- [151] H. Ali, H. Ghadbeigi, K. Mumtaz, Effect of scanning strategies on residual stress and mechanical properties of Selective Laser Melted Ti6Al4V, *Mater. Sci. Eng. A.* 712 (2018) 175–187. doi:10.1016/j.msea.2017.11.103.
- [152] J.P.P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, B. Lauwers, Selective laser melting of iron-based powder, *J. Mater. Process. Technol.* 149 (2004) 616–622. doi:10.1016/j.jmatprotec.2003.11.051.
- [153] M.F. Zaeh, G. Branner, Investigations on residual stresses and deformations in selective laser melting, *Prod. Eng.* 4 (2010) 35–45. doi:10.1007/s11740-009-0192-y.
- [154] A.H.H. Nickel, D.M.M. Barnett, F.B.B. Prinz, Thermal stresses and deposition patterns in layered manufacturing, *Mater. Sci. Eng. A.* 317 (2001) 59–64. doi:10.1016/S0921-5093(01)01179-0.
- [155] L. Ma, H. Bin, Temperature and stress analysis and simulation in fractal scanning-based laser sintering, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 34 (2007) 898–903. doi:10.1007/s00170-006-0665-5.
- [156] B. Qian, Y.S. Shi, Q.S. Wei, H.B. Wang, Q. Bo, S. Yu-sheng, W. Qing-song, W. Hai-bo, The helix scan strategy applied to the selective laser melting, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 63 (2012) 631–640. doi:10.1007/s00170-012-3922-9.
- [157] A. Kudzal, B. McWilliams, C. Hofmeister, F. Kellogg, J. Yu, J. Taggart-Scarff, J. Liang, Effect of scan pattern on the microstructure and mechanical properties of Powder Bed Fusion additive manufactured 17-4 stainless steel, *Mater. Des.* 133 (2017) 205–215. doi:10.1016/j.matdes.2017.07.047.
- [158] D. Gu, Y.-C.C. Hagedorn, W. Meiners, G. Meng, R. João Santos Batista, K. Wissenbach, R. Poprawe, R.J.S. Batista, K. Wissenbach, R. Poprawe, Densification behavior, microstructure evolution, and wear performance of selective laser melting processed commercially pure titanium, *Acta Mater.* 60 (2012) 3849–3860. doi:10.1016/j.actamat.2012.04.006.
- [159] H. Gong, H.K. Rafi, N. V Karthik, T.L. Starr, B.E. Stucker, Defect morphology in Ti-6Al-4V parts fabricated by selective laser melting and electron beam melting, *Solid Free. Fabr. Symp. Symporisum Proceeding.* (2013) 440–453. doi:10.1007/s11665-013-0658-0.
- [160] B. Song, S. Dong, B. Zhang, H. Liao, C. Coddet, Effects of processing parameters on microstructure and mechanical property of selective laser melted Ti6Al4V, *Mater. Des.* 35 (2012) 120–125. doi:10.1016/j.matdes.2011.09.051.
- [161] H. Ali, L. Ma, H. Ghadbeigi, K. Mumtaz, In-situ residual stress reduction, martensitic decomposition and mechanical properties enhancement through high temperature powder bed pre-heating of Selective Laser Melted Ti6Al4V, *Mater. Sci. Eng. A.* 695 (2017) 211–220. doi:10.1016/j.msea.2017.04.033.
- [162] M. Qian, W. Xu, M. Brandt, H.P.P. Tang, Additive manufacturing and postprocessing of Ti-6Al-4V for superior mechanical properties, *MRS Bull.* 41 (2016) 775–783. doi:10.1557/mrs.2016.215.
- [163] J. Yang, J. Han, H. Yu, J. Yin, M. Gao, Z. Wang, X. Zeng, Role of molten pool mode on formability, microstructure and mechanical properties of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy, *Mater. Des.* 110 (2016) 558–570. doi:10.1016/j.matdes.2016.08.036.
- [164] R. Cunningham, S.P. Narra, C. Montgomery, J. Beuth, A.D. Rollett, Synchrotron-Based X-ray Microtomography Characterization of the Effect of Processing Variables on Porosity Formation in Laser Power-Bed Additive Manufacturing of Ti-6Al-4V, *Jom.* 69 (2017) 479–484.

Bibliographie

- doi:10.1007/s11837-016-2234-1.
- [165] C. Lun, A. Leung, S. Marussi, R.C. Atwood, M. Towrie, P.J. Withers, P.D. Lee, C.L.A. Leung, S. Marussi, R.C. Atwood, M. Towrie, P.J. Withers, P.D. Lee, In situ X-ray imaging of defect and molten pool dynamics in laser additive manufacturing, *Nat. Commun.* 9 (2018) 1–9. doi:10.1038/s41467-018-03734-7.
- [166] J. Han, J. Yang, H. Yu, J. Yin, M. Gao, Z. Wang, X. Zeng, Microstructure and mechanical property of selective laser melted Ti6Al4V dependence on laser energy density, *Rapid Prototyp. J.* 23 (2017) 217–226. doi:10.1108/RPJ-12-2015-0193.
- [167] C. Qiu, C. Panwisawas, M. Ward, H.C. Basoalto, J.W. Brooks, M.M. Attallah, On the role of melt flow into the surface structure and porosity development during selective laser melting, *Acta Mater.* 96 (2015) 72–79. doi:10.1016/j.actamat.2015.06.004.
- [168] S. Gorsse, C. Hutchinson, M. Gouné, R. Banerjee, Additive manufacturing of metals: a brief review of the characteristic microstructures and properties of steels, Ti-6Al-4V and high-entropy alloys, *Sci. Technol. Adv. Mater.* 18 (2017) 584–610. doi:10.1080/14686996.2017.1361305.
- [169] G. Kasperovich, J. Hausmann, Improvement of fatigue resistance and ductility of TiAl6V4 processed by selective laser melting, *J. Mater. Process. Technol.* 220 (2015) 202–214. doi:10.1016/j.jmatprotec.2015.01.025.
- [170] B. Dutta, F.H. Froes, The Additive Manufacturing of Titanium Alloys, *Addit. Manuf. Titan. Alloy.* (2016) 1–10. doi:10.1016/B978-0-12-804782-8.00001-X.
- [171] S. Cao, Z. Chen, C.V.S. Lim, K. Yang, Q. Jia, T. Jarvis, D. Tomus, X. Wu, Defect, Microstructure, and Mechanical Property of Ti-6Al-4V Alloy Fabricated by High-Power Selective Laser Melting, *Jom.* 69 (2017) 2684–2692. doi:10.1007/s11837-017-2581-6.
- [172] T. Vilaro, C. Colin, J.D. Bartout, As-fabricated and heat-treated microstructures of the Ti-6Al-4V alloy processed by selective laser melting, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 42 (2011) 3190–3199. doi:10.1007/s11661-011-0731-y.
- [173] S. Cao, R. Chu, X. Zhou, K. Yang, Q. Jia, C.V.S. Lim, A. Huang, X. Wu, Role of martensite decomposition in tensile properties of selective laser melted Ti-6Al-4V, *J. Alloys Compd.* 744 (2018) 357–363. doi:10.1016/j.jallcom.2018.02.111.
- [174] S. Tammas-Williams, P.J. Withers, I. Todd, P.B. Prangnell, The Effectiveness of Hot Isostatic Pressing for Closing Porosity in Titanium Parts Manufactured by Selective Electron Beam Melting, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 47 (2016) 1939–1946. doi:10.1007/s11661-016-3429-3.
- [175] L.E. Murr, S.A. Quinones, S.M. Gaytan, M.I. Lopez, A. Rodela, E.Y. Martinez, D.H. Hernandez, E. Martinez, F. Medina, R.B. Wicker, Microstructure and mechanical behavior of Ti-6Al-4V produced by rapid-layer manufacturing, for biomedical applications, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 2 (2009) 20–32. doi:10.1016/j.jmbbm.2008.05.004.
- [176] B. Vandenbroucke, J. Kruth, Selective laser melting of biocompatible metals for rapid manufacturing of medical parts, *Rapid Prototyp. J.* 13 (2007) 196–203. doi:10.1108/13552540710776142.
- [177] M. Donachie, Titanium: A Technical Guide, ASM International, *ASM Int.* 99 (1988) 469.
- [178] B. Vrancken, L. Thijs, J.-P. Kruth, J. Van Humbeeck, Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties, *J. Alloys Compd.* 541 (2012) 177–185. doi:10.1016/j.jallcom.2012.07.022.
- [179] L.E. Murr, S.M. Gaytan, E. Martinez, F. Medina, R.B. Wicker, Next Generation Orthopaedic Implants by Additive Manufacturing Using Electron Beam Melting, *Int. J. Biomater.* 2012 (2012) 1–14. doi:10.1155/2012/245727.
- [180] S. Nag, R. Banerjee, Laser deposition and deformation behavior of Ti–Nb–Zr–Ta alloys for orthopedic implants, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 16 (2012) 21–28. doi:10.1016/j.jmbbm.2012.08.014.
- [181] R.Z. Valiev, I. V. Alexandrov, Y.T. Zhu, T.C. Lowe, Paradox of Strength and Ductility in Metals Processed Bysevere Plastic Deformation, *J. Mater. Res.* 17 (2002) 5–8.

Bibliographie

- doi:10.1557/JMR.2002.0002.
- [182] B. Baufeld, O. Van der Biest, S. Dillien, Texture and Crystal Orientation in Ti-6Al-4V Builds Fabricated by Shaped Metal Deposition, *Metall. Mater. Trans. A.* 41 (2010) 1917–1927. doi:10.1007/s11661-010-0255-x.
- [183] P.J. Fopiano, M.B. Bever, B.L. Averbach, Phase transformations during heat treatment of the alloy Ti-6Al-4V, *ASM Trans Q* 62. (1969) 324–332.
- [184] J. Williams, M. Blacknurn, A comparison of phase transformations in three commercial titanium alloys, *ASM Trans Q*. 60. (1967) 373.
- [185] J.R. Cahoon, W.H. Broughton, A.R. Kutzak, The determination of yield strength from hardness measurements, *Metall. Trans.* 2 (1971) 1979–1983. doi:10.1007/BF02913433.
- [186] M. Simonelli, Y.Y. Tse, C. Tuck, Effect of the build orientation on the Mechanical Properties and Fracture Modes of SLM Ti-6Al-4V, *Mater. Sci. Eng. A.* 616 (2014) 1–11. doi:10.1016/j.msea.2014.07.086.
- [187] D. Agius, K. Kourousis, C. Wallbrink, A Review of the As-Built SLM Ti-6Al-4V Mechanical Properties towards Achieving Fatigue Resistant Designs, *Metals (Basel)*. 8 (2018) 75. doi:10.3390/met8010075.
- [188] D. Bhattacharyya, G.. Viswanathan, R. Denkenberger, D. Furrer, H.L. Fraser, The role of crystallographic and geometrical relationships between α and β phases in an α/β titanium alloy, *Acta Mater.* 51 (2003) 4679–4691. doi:10.1016/S1359-6454(03)00179-4.
- [189] A.L. Pilchak, J.C. Williams, Observations of Facet Formation in Near- α Titanium and Comments on the Role of Hydrogen, *Metall. Mater. Trans. A.* 42 (2011) 1000–1027. doi:10.1007/s11661-010-0507-9.
- [190] H.K. Rafi, N. V. Karthik, H. Gong, T.L. Starr, B.E. Stucker, Microstructures and Mechanical Properties of Ti6Al4V Parts Fabricated by Selective Laser Melting and Electron Beam Melting, *J. Mater. Eng. Perform.* 22 (2013) 3872–3883. doi:10.1007/s11665-013-0658-0.
- [191] B.E. Carroll, T.A. Palmer, A.M. Beese, Anisotropic tensile behavior of Ti-6Al-4V components fabricated with directed energy deposition additive manufacturing, *Acta Mater.* 87 (2015) 309–320. doi:10.1016/j.actamat.2014.12.054.
- [192] C. Qiu, G.A. Ravi, C. Dance, A. Ranson, S. Dilworth, M.M. Attallah, Fabrication of large Ti-6Al-4V structures by direct laser deposition, *J. Alloys Compd.* 629 (2015) 351–361. doi:10.1016/J.JALLCOM.2014.12.234.
- [193] S. Palanivel, A.K. Dutt, E.J. Faierson, R.S. Mishra, Spatially dependent properties in a laser additive manufactured Ti-6Al-4V component, *Mater. Sci. Eng. A.* 654 (2016) 39–52. doi:10.1016/j.msea.2015.12.021.
- [194] J.S. Keist, T.A. Palmer, Role of geometry on properties of additively manufactured Ti-6Al-4V structures fabricated using laser based directed energy deposition, *Mater. Des.* 106 (2016) 482–494. doi:10.1016/J.MATDES.2016.05.045.
- [195] A.E. Wilson-Heid, Z. Wang, B. McCornac, A.M. Beese, Quantitative relationship between anisotropic strain to failure and grain morphology in additively manufactured Ti-6Al-4V, *Mater. Sci. Eng. A.* 706 (2017) 287–294. doi:10.1016/j.msea.2017.09.017.
- [196] A. Yadollahi, N. Shamsaei, Additive manufacturing of fatigue resistant materials: Challenges and opportunities, *Int. J. Fatigue.* 98 (2017) 14–31. doi:10.1016/j.ijfatigue.2017.01.001.
- [197] A. Pilchak, A. Bhattacharjee, The Effect of Microstructure on Fatigue Crack Initiation in Ti-6Al-4V, *ICF12, Ottawa 2012.* 2 (2013) 1–10.
- [198] H. Galarraga, R.J. Warren, D.A. Lados, R.R. Dehoff, M.M. Kirka, Fatigue crack growth mechanisms at the microstructure scale in as-fabricated and heat treated Ti-6Al-4V ELI manufactured by electron beam melting (EBM), *Eng. Fract. Mech.* 176 (2017) 263–280. doi:10.1016/j.engfracmech.2017.03.024.
- [199] X.P. Jiang, C.-S. Man, M.J. Shepard, T. Zhai, Effects of shot-peening and re-shot-peening on four-point bend fatigue behavior of Ti-6Al-4V, *Mater. Sci. Eng. A.* 468–470 (2007) 137–143. doi:10.1016/J.MSEA.2007.01.156.
- [200] P. Edwards, M. Ramulu, Effect of build direction on the fracture toughness and fatigue crack

Bibliographie

- growth in selective laser melted Ti-6Al-4V, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 38 (2015) 1228–1236. doi:10.1111/ffe.12303.
- [201] C. Beachem, *Fractography-Microscopic Cracking Process*, (1976). doi:10.1520/STP600-EB.
- [202] V. Ramachandran, A.C. Raghuram, R. V. Krishnan, S.K. Bhaumik, *Failure analysis of engineering structures methodology and case histories*, Asme. (2005).
- [203] V. Cain, L. Thijs, J. Van Humbeeck, B. Van Hooreweder, R. Knutsen, *Crack propagation and fracture toughness of Ti6Al4V alloy produced by selective laser melting*, *Addit. Manuf.* 5 (2015) 68–76. doi:10.1016/j.addma.2014.12.006.
- [204] P. Rangaswamy, M.L. Griffith, M.B. Prime, T.M. Holden, R.B. Rogge, J.M. Edwards, R.J. Sebring, *Residual stresses in LENS® components using neutron diffraction and contour method*, *Mater. Sci. Eng. A.* 399 (2005) 72–83. doi:10.1016/j.msea.2005.02.019.
- [205] J. Tao, S. Hu, L. Ji, *Effect of micromorphology at the fatigue crack tip on the crack growth in electron beam welded Ti-6Al-4V joint*, *Mater. Charact.* 120 (2016) 185–194. doi:10.1016/j.matchar.2016.08.029.
- [206] C. Qiu, N.J.E. Adkins, M.M. Attallah, *Selective laser melting of Invar 36: Microstructure and properties*, *Acta Mater.* 103 (2016) 382–395. doi:10.1016/j.actamat.2015.10.020.
- [207] M.G. Moletsane, P. Krakhmalev, N. Kazantseva, A. du Plessis, I. Yadroitsava, I. Yadroitsev, *Tensile Properties and Microstructure of Direct Metal Laser-Sintered Ti6Al4V (Eli) Alloy*, *South African J. Ind. Eng.* 27 (2016). doi:10.7166/27-3-1667.
- [208] M. Averyanova, P. Bertrand, B. Verquin, *Effect of initial powder properties on final microstructure and mechanical properties of parts manufactured by selective laser melting*, *Ann. DAAAM Proc. Int. DAAAM Symp.* 21 (2010) 1531–1532.
- [209] R. Ding, I.P. Jones, *In situ hydride formation in titanium during focused ion milling*, *J. Electron Microsc. (Tokyo)*. 60 (2011) 1–9. doi:10.1093/jmicro/dfq066.
- [210] K. Das, P. Choudhury, S. Das, *The Al—O—Ti (Aluminum-Oxygen-Titanium) System*, *ChemInform.* 34 (2003). doi:10.1002/chin.200315223.
- [211] A. B348-13, *Standard Specification for Titanium and Titanium Alloy Bars and Billets*, (2013). doi:10.1520/B0348.
- [212] A.B. Spierings, M. Voegtlin, T. Bauer, K. Wegener, *Powder flowability characterisation methodology for powder-bed-based metal additive manufacturing*, *Prog. Addit. Manuf.* 1 (2016) 9–20. doi:10.1007/s40964-015-0001-4.
- [213] A. V. Smirnov, A.D. Nachinkov, *Nitriding of titanium at reduced partial pressure of nitrogen*, *Met. Sci. Heat Treat.* 2 (1960) 399–402. doi:10.1007/BF00666741.
- [214] Y. Hu, J. Leck, *Performance of the titanium sublimation trap in relatively poor vacuum systems*, *Vacuum.* 37 (1987) 757–762. doi:10.1016/0042-207X(87)90265-X.
- [215] C. Kohlhauser, C. Hellmich, C. Vitale-Brovarone, A.R. Boccaccini, A. Rota, J. Eberhardsteiner, *Ultrasonic Characterisation of Porous Biomaterials Across Different Frequencies*, *Strain.* 45 (2009) 34–44. doi:10.1111/j.1475-1305.2008.00417.x.
- [216] J. Roux, B. Hosten, B. Castagnede, M. Deschamps, *Caractérisation mécanique des solides par spectro-interférométrie ultrasonore*, *Rev. Phys. Appl.* 20 (1985) 351–358. doi:10.1051/rphysap:01985002006035100>.
- [217] B. Auld, *Acoustic fields and waves in solids*, 1973.
- [218] S. Baste, J.M. Morvan, *Under load strain partition of a ceramic matrix composite using an ultrasonic method*, 1996. doi:10.1007/BF02328711.
- [219] B. Audoin, S. Baste, B. Castagnède, *Estimation de l'intervalle de confiance des constantes d'élasticité identifiées à partir des vitesses de propagation ultrasonores*, *C. R. Acad. Sci. Paris. serie II* (1991) 679–686.
- [220] E. Dieulesaint, D. Royer, *Ondes élastiques dans les solides. Application au traitement de signal*, Masson, Paris, 1974.
- [221] S. Baste, M. Deschamps, *Identification des constantes d'élasticité à partir des vitesses de propagation dans un plan principal de symétrie.*, Paris, 1989.
- [222] S. Baste, B. Hosten, *Evaluation de la matrice d'élasticité des composites orthotropes par*

Bibliographie

- propagation ultrasonore en dehors des plans principaux de symétrie, *Classif. Phys. Abstr.* 25 (1990) 161–168. doi:10.1051/rphysap:01990002502016100.
- [223] S. Baste, R. El Bouazzoui, Suivi Ultrasonore de l'Endommagement Anisotrope d'un Composite SiC-SiC Unidirectionnel, *JNC8*, Palaiseau. (1992).
- [224] B. Hosten, Stiffness matrix invariants to validate the characterization of composite materials with ultrasonic methods, *Ultrasonics*. 30 (1992) 365–370. doi:10.1016/0041-624X(92)90092-Z.
- [225] T. Zhang, Imagerie multi-résolution par tomographie aux rayons X: application à la tomographie locale en science des matériaux, Ecole doctorale IMEP2 spécialité MMGE, 2013.
- [226] How Computed Tomography works – X-view CT, (n.d.). <http://www.xviewct.com/computed-tomography-technology/how-ct-works>.
- [227] R. Penelle, P. Paillard, T. Baudin, Modélisation et Simulation de la Croissance de grains et de la recristallisation primaire, *J. Phys. IV*. 5 (1995) 5. doi:10.1051/jp4:1995305.
- [228] L. Chongmo, M. Hillert, A metallographic study of diffusion-induced grain boundary migration in the Fe-Zn system, *Acta Metall.* 29 (1981) 1949–1960. doi:10.1016/0001-6160(81)90032-8.
- [229] J.I. Langford, A.J.C. Wilson, Scherrer after sixty years: A survey and some new results in the determination of crystallite size, *J. Appl. Crystallogr.* 11 (1978) 102–113. doi:10.1107/S0021889878012844.
- [230] T. Sercombe, N. Jones, R. Day, A. Kop, Heat treatment of Ti-6Al-7Nb components produced by selective laser melting, *Rapid Prototyp. J.* 14 (2008) 300–304. doi:10.1108/13552540810907974.
- [231] M. Humbert, H. Moustahfid, F. Wagner, M. Philippe, Evaluation of the high temperature texture of the B phase of a TA6V sample from the individual orientations of grains of the low temperature α phase, *Scr. Metall. Mater.* 25 (1994) 377–382.
- [232] N. Gey, M. Humbert, Specific analysis of EBSD data to study the texture inheritance due to the $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation, *J. Mater. Sci.* 38 (2003) 1289–1294. doi:10.1023/A:1022842712172.
- [233] M.H. Yoo, Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals, *Metall. Trans. A*. 12 (1981) 409–418. doi:10.1007/BF02648537.
- [234] J. Wang, J.P. Hirth, C.N. Tomé, (1 012) Twinning nucleation mechanisms in hexagonal-close-packed crystals, *Acta Mater.* 57 (2009) 5521–5530. doi:10.1016/J.ACTAMAT.2009.07.047.
- [235] M. Bevis, A.G. Crocker, Twinning Modes in Lattices, *Proc. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.* 313 (1969) 509–529. doi:10.1098/rspa.1969.0208.
- [236] B.A. Bilby, A.G. Crocker, The Theory of the Crystallography of Deformation Twinning, *Proc. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.* 288 (1965) 240–255. doi:10.1098/rspa.1965.0216.
- [237] J.W. Christian, S. Mahajan, Deformation twinning, *Prog. Mater. Sci.* 39 (1995) 1–157. doi:10.1016/0079-6425(94)00007-7.
- [238] Y. Zhang, Z. Li, C. Esling, J. Muller, X. Zhao, L. Zuo, IUCr, A general method to determine twinning elements, *J. Appl. Crystallogr.* 43 (2010) 1426–1430. doi:10.1107/S0021889810037180.
- [239] M.H. Yoo, J.K. Lee, Deformation twinning in h.c.p. metals and alloys, *Philos. Mag. A*. 63 (1991) 987–1000. doi:10.1080/01418619108213931.
- [240] D.M. Vallance, M. Bevis, The interaction of slip dislocations with twin boundaries, *Scr. Metall.* 4 (1970) 681–684. doi:10.1016/0036-9748(70)90206-1.
- [241] Y. Minonishi, S. Morozumi, H. Yoshinaga, Accommodation around {1011} twins in titanium, *Scr. Metall.* 19 (1985) 1241–1245. doi:10.1016/0036-9748(85)90246-7.
- [242] S. Xu, Crystallographic analysis of twin variant selection and twin-twin junctions in commercially pure titanium, Université de Lorraine, 2018.
- [243] J. Peirs, W. Tirry, B. Amin-Ahmadi, F. Coghe, P. Verleysen, L. Rabet, D. Schryvers, J. Degrieck, Microstructure of adiabatic shear bands in Ti6Al4V, *Mater. Charact.* 75 (2013) 79–92. doi:10.1016/J.MATCHAR.2012.10.009.

Bibliographie

- [244] L.E. Murr, A.C. Ramirez, S.M. Gaytan, M.I. Lopez, E.Y. Martinez, D.H. Hernandez, E. Martinez, Microstructure evolution associated with adiabatic shear bands and shear band failure in ballistic plug formation in Ti-6Al-4V targets, *Mater. Sci. Eng. A.* 516 (2009) 205–216. doi:10.1016/J.MSEA.2009.03.051.
- [245] P.S. Follansbee, G.T. Gray, An analysis of the low temperature, low and high strain-rate deformation of Ti-6Al-4V, *Metall. Trans. A.* 20 (1989) 863–874. doi:10.1007/BF02651653.
- [246] A.J. Wagoner Johnson, C.W. Bull, K.S. Kumar, C.L. Briant, The influence of microstructure and strain rate on the compressive deformation behavior of Ti-6Al-4V, *Metall. Mater. Trans. A.* 34 (2003) 295–306. doi:10.1007/s11661-003-0331-6.
- [247] D. Tromans, Elastic Anisotropy of HCP Metal Crystals and Polycrystals, *Ijrras.* 6 (2011) 462–483.
- [248] K. Rekedal, D. Liu, Fatigue Life of Selective Laser Melted and Hot Isostatically Pressed Ti-6Al-4v Absent of Surface Machining, in: 56th AIAA/ASCE/AHS/ASC Struct. Struct. Dyn. Mater. Conf., American Institute of Aeronautics and Astronautics, Reston, Virginia, 2015. doi:10.2514/6.2015-0894.
- [249] A. Fatemi, R. Molaei, S. Sharifimehr, N. Shamsaei, N. Phan, Torsional fatigue behavior of wrought and additive manufactured Ti-6Al-4V by powder bed fusion including surface finish effect, (2017). doi:10.1016/j.ijfatigue.2017.03.002.
- [250] Y.T. Lee, M. Peters, G. Welsch, Elastic moduli and tensile and physical properties of heat-treated and quenched powder metallurgical Ti-6Al-4V alloy, *Metall. Trans. A.* 22 (1991) 709–714. doi:10.1007/BF02670293.
- [251] F. Montheillet, L. Briottet, Endommagement et ductilité en mise en forme, *Tech. l'Ingenieur.* 33 (2009).
- [252] Y. Liu, Y. Yang, S. Mai, D. Wang, C. Song, Investigation into spatter behavior during selective laser melting of AISI 316L stainless steel powder, *Mater. Des.* 87 (2015) 797–806. doi:10.1016/J.MATDES.2015.08.086.
- [253] W.E. King, H.D. Barth, V.M. Castillo, G.F. Gallegos, J.W. Gibbs, D.E. Hahn, C. Kamath, A.M. Rubenchik, Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing, *J. Mater. Process. Technol.* 214 (2014) 2915–2925. doi:10.1016/j.jmatprotec.2014.06.005.
- [254] J.A. Ramos, D.L. Bourell, J.J. Beaman, Surface Over-Melt During Laser Polishing of Indirect-SLS Metal Parts, *MRS Proc.* 758 (2002) LL1.9. doi:10.1557/PROC-758-LL1.9.
- [255] D. Wang, W. Dou, Y. Yang, Research on Selective Laser Melting of Ti6Al4V: Surface Morphologies, Optimized Processing Zone, and Ductility Improvement Mechanism, *Metals (Basel).* 8 (2018) 471. doi:10.3390/met8070471.
- [256] C. Teng, D. Pal, H. Gong, K. Zeng, K. Briggs, N. Patil, B. Stucker, A review of defect modeling in laser material processing, *Addit. Manuf.* 14 (2017) 137–147. doi:10.1016/j.addma.2016.10.009.
- [257] D. Rosenthal, Mathematical Theory of Heat Distribution During Welding and Cutting, *Welding J.* 20 (1941) 220s–234s.
- [258] P. Promopattum, S.-C. Yao, P.C. Pistorius, A.D. Rollett, A Comprehensive Comparison of the Analytical and Numerical Prediction of the Thermal History and Solidification Microstructure of Inconel 718 Products Made by Laser Powder-Bed Fusion, *Engineering.* 3 (2017) 685–694. doi:10.1016/J.ENG.2017.05.023.
- [259] M. Tang, P.C. Pistorius, J.L. Beuth, Prediction of lack-of-fusion porosity for powder bed fusion, *Addit. Manuf.* 14 (2017) 39–48. doi:10.1016/j.addma.2016.12.001.
- [260] K.E. Puttick, Ductile fracture in metals, *Philos. Mag.* 4 (1959) 964–969. doi:10.1080/14786435908238272.
- [261] V. Tvergaard, A. Needleman, Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar, *Acta Metall.* 32 (1984) 157–169. doi:10.1016/0001-6160(84)90213-X.

Fusion laser sélective de poudre de TA6V : Microstructure et mécanismes de formation des porosités en lien avec les paramètres du procédé SLM et les propriétés structurales.

Résumé : Le procédé de fusion laser sélective (SLM) est un procédé de fabrication additive des matériaux métalliques de type « Lit de poudre ». Il s'inscrit dans le concept de l'usine 4.0 et s'oppose aux procédés d'élaboration conventionnels où la matière est soustraite, déformée ou moulée. À partir d'un modèle numérique, les pièces sont élaborées couche par couche par ajout de matière. Le procédé SLM possède d'indéniables avantages car il permet de réaliser des économies de matière, de réduire les coûts de transport et d'élaborer des produits de petites tailles et/ou de formes complexes. Il s'inscrit également dans le concept de personnalisation de masse et de relocalisation des usines à proximité des lieux de consommation. Il souffre cependant d'un manque de répétabilité et de contrôle des propriétés des matériaux élaborés, ce qui entrave son développement à une plus grande échelle. Cela vient principalement du fait que les propriétés résultantes dépendent d'interactions complexes et encore mal cernées entre les caractéristiques des poudres entrantes, les paramètres du procédé et les paramètres microstructuraux.

Dans le cadre de ces travaux de thèse, nous proposons de mieux comprendre les liens qui existent entre les paramètres d'élaboration de pièces en titane Ti-6Al-4V, la formation de porosités, leur microstructure et leurs propriétés structurales. Pour ce faire, une étude paramétrique a été conduite afin d'évaluer l'influence des paramètres puissance du laser, vitesse de balayage et espacement de lasage. Trois densités d'énergie ont été considérées (50, 75 et 100 J/mm³) et une stratégie de lasage rotative a été imposée.

À partir d'une approche originale combinant des analyses 2D de faciès de rupture et des analyses 3D par tomographie X des pièces, deux mécanismes de formation des porosités ont été identifiés et caractérisés pour une densité d'énergie de 50 J/mm³ : le manque de fusion et la dénudation. Dans ce cas, il est montré que la distribution spatiale des porosités est liée à la stratégie de lasage et que la fraction et la densité volumiques des porosités dépendent du couple « puissance du laser » et « vitesse de balayage ». Pour des densités d'énergie plus élevées (75 et 100 J/mm³), deux nouveaux mécanismes de formation des porosités ont été identifiés : celui par surfusion de la matière et celui par piégeage de gaz.

Au niveau microstructural, l'ensemble des échantillons analysés présentent une structure martensitique α' peu texturée. Pour une même densité d'énergie, la morphologie des grains de la phase mère β et la taille des aiguilles martensitiques α' dépendent des paramètres du procédé. Une étude fine menée en Microscopie Electronique en Transmission a permis d'identifier avec certitude des macles non répertoriées dans la littérature. Il s'agit premièrement de macles de type $\{0\bar{1}11\} \langle \bar{2}11\bar{1} \rangle_{\alpha'}$ ou $\{0\bar{1}11\} \langle 2\bar{1}\bar{1}1 \rangle_{\alpha'}$ avec une rotation de 57° autour de l'axe de zone $[2\bar{1}\bar{1}0]_{\alpha'}$, un cisaillement dû au maillage de 0,542, et deuxièmement, de macles de type $\{01\bar{1}1\} \langle \bar{7}2114\ 11 \rangle_{\alpha'}$ ou $\{\bar{1}011\} \langle 11\ 14\ \bar{1}\ 0 \rangle_{\alpha'}$, avec une rotation de 63° autour de l'axe de zone $[1\bar{2}\bar{2}1]_{\alpha'}$ et un cisaillement dû au maillage de 0,963. Ces macles témoignent d'un phénomène de relaxation des contraintes qui seraient induites par les vitesses de refroidissement importantes et la transformation martensitique.

Au niveau des propriétés mécaniques, la présence de porosités diminue la ductilité du matériau, même pour des fractions de porosités relativement faibles (<1%). La reconstruction 3D d'un échantillon rompu par traction montre qu'il existe un lien biunivoque entre la répartition des porosités et le chemin des fissures. Enfin, les porosités formées par manque de fusion et par dénudation sont plus préjudiciables aux propriétés mécaniques que celles formées par surfusion. Ceci est à mettre en parallèle avec les fractions volumiques et les morphologies des porosités pour chaque mécanisme de formation.

Mots Clés : Porosité, microstructure, SLM, fabrication additive, Ti-6Al-4V, propriétés mécaniques

Selective laser melting of TA6V powders: microstructure and mechanisms of formation of voids in relationship with process parameters and structural properties

Abstract: Selective Laser Melting (SLM) is an additive manufacturing process of metallic parts based on powder bed fusion (PBF). SLM is part of the industry 4.0 concept and is opposed to conventional manufacturing processes where the material is either subtracted, deformed or molded. From a numerical model, parts are built by material addition layer by layer. The SLM process has incontestable advantages as it offers the possibility of making small parts with complex shapes and reducing transportation costs. It also promotes mass customization and relocation of factories close to customers. However, the SLM process suffers of a lack of repeatability and control of manufactured parts which hinders its development on a larger scale. Among the possible reasons, the control of part properties is made difficult since it depends on many complex interactions between the input powders, the process parameters and microstructural features.

In this work, we propose to investigate the relationships between manufacturing process parameters of Ti-6Al-4V titanium alloy parts, the mechanisms of formation of their voids, their microstructure and their structural properties. In this purpose, a parametric study was conducted to evaluate the influence of laser power, scanning speed and hatch-spacing parameters. Three energy densities were considered (50, 75 and 100 J/mm³), and a rotative scanning strategy was chosen.

From an original approach based on 2D fracture surface and 3D-Xray tomography analysis of parts, two mechanisms of pore formation were identified and investigated. For 50 J/mm³, the spatial distribution of voids is shown to be dependent to the scanning strategy. The volume fraction and density of pores depend on the laser power and the scanning speed. For higher energy densities (75 and 100 J/mm³), two new mechanisms of pore formation were identified corresponding to over-melting and gas trapping.

Concerning the microstructure, the whole characterized specimens have shown a weakly textured α' martensitic structure. For a same energy density, prior- β grain morphology and α' needle size were revealed to be dependent to the process parameters. Fine investigations carried out by Transmission Electron Microscopy underscored the presence of un-identified twins in literature. They are first, twins of type $\{0\bar{1}11\} \langle \bar{2}11\bar{1} \rangle_{\alpha'}$ or $\{0\bar{1}11\} \langle 2\bar{1}\bar{1}1 \rangle_{\alpha'}$ with a rotation of 57° around the $[2\bar{1}\bar{1}0]_{\alpha'}$ zone axis and a twinning shear of 0,542, and secondly, twins of type $\{01\bar{1}1\} \langle \bar{7}211411 \rangle_{\alpha'}$ or $\{\bar{1}011\} \langle 1114\bar{1}0 \rangle_{\alpha'}$ with a rotation of 63° around the $[1\bar{2}\bar{2}1]_{\alpha'}$ zone axis and a twinning shear of 0,963. These twins would indicate that a stress relaxation phenomenon takes place, induced by the high cooling rates and the martensitic transformation.

Concerning mechanical properties, porosity affects the material ductility. Its behavior is more brittle even when the volume fraction of voids is small (<1%). 3D reconstruction of a tensile broken specimen attests a one to one relationship between the spatial distribution of pores and the crack path. Finally, pores formed by a lack of fusion and denudation are more detrimental for mechanical properties than over melting ones. This analyze is also performed by comparison with the volume fraction and the morphology of voids corresponding to each mechanism of formation.

Key words: Porosity, microstructure, SLM, additive manufacturing, Ti-6Al-4V, mechanical properties

Unité de recherche
Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux (ICMCB), UMR 5026, 87 Avenue du
Docteur Albert Schweitzer, 33600 Pessac