



HAL
open science

Analyse des microstructures et étude du comportement mécanique de pièces en alliage de Ti-6Al-4V issues d'un procédé de fabrication de poudre métallique

Mathias Cesbron

► To cite this version:

Mathias Cesbron. Analyse des microstructures et étude du comportement mécanique de pièces en alliage de Ti-6Al-4V issues d'un procédé de fabrication de poudre métallique. Génie mécanique [physics.class-ph]. Université Savoie Mont-Blanc, 2020. Français. ⟨NNT : ⟩. ⟨tel-03198724v1⟩

HAL Id: tel-03198724

<https://theses.hal.science/tel-03198724v1>

Submitted on 15 Apr 2021 (v1), last revised 18 Jan 2022 (v2)

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.



HAL Authorization

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ SAVOIE MONT-BLANC

Spécialité : **Sciences pour l'Ingénieur**

Arrêtée ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

Mathias CESBRON

Thèse dirigée par **Franck TOUSSAINT**

préparée au sein du **Laboratoire SYMME: SYstème et Matériaux pour la MEcatronique**
dans l'École Doctorale SISEO

Analyse des microstructures et étude du comportement mécanique de pièces en alliage de Ti-6Al-4V issues d'un procédé de fabrication de poudre métallique.

Thèse soutenue publiquement le: "**13 novembre 2020**",
devant le jury composé de :

M. Rémy DENDIEVEL

Professeur, Grenoble INP, Président

M. Frédéric DESCHAUX-BEAUME

Professeur, Université de Montpellier, Rapporteur

Mme Salima BOUVIER

Professeur, Université de Technologie de Compiègne, Rapporteur

M. Samir ALLAOUI

Professeur, Université de Reims Champagne-Ardenne, Examineur

M. Franck TOUSSAINT

Professeur, Université Savoie Mont Blanc, Directrice de thèse

Mme. Caroline ANTION

Maître de Conférences, Université Savoie Mont Blanc, Co-Directrice de thèse

M. Christophe DEPRES

Maître de Conférences, Université Savoie Mont Blanc, Co-Directeur de thèse

M, Gautier MOUGEL

Responsable Fusion Métal, Initial Design & Production Prodways, Seynod, Invité

Remerciements

Ces trois années de thèse ont été riches en rencontres, discussions et apprentissages. Cela a été permis grâce au grand nombre de personnes côtoyées pendant ces années, à différents moments et en différents lieux. C'est grâce à vous tous, rencontrés ici et là, que j'ai pu mener à bien la réalisation de ce travail jusqu'à son terme. Je tiens donc à vous dédier ces premières lignes de mon manuscrit.

Tout d'abord, je tiens à remercier l'entreprise INITIAL DESIGN & PRODUCTION pour le lancement du sujet de thèse ainsi que pour la fabrication de l'ensemble des échantillons étudiés dans le cadre de ces trois années. Je porte une attention particulière à Gautier MOUGEL, responsable du pôle fusion métal, pour avoir supervisé ce projet. Je tiens également à remercier Salim BOUYAHIAOUI pour sa perspicacité scientifique ainsi que Bertrand BESNIER. Enfin, je tiens à fortement remercier l'ensemble de l'équipe de production métal d'avoir fabriqué l'ensemble de mes échantillons, d'autant plus que les demandes furent parfois complexes.

J'exprime très chaleureusement mes remerciements à l'ensemble de mon encadrement universitaire, sans qui, rien n'aurait été possible. Tout d'abord, je remercie mon directeur de thèse, Franck TOUSSAINT, pour m'avoir fait confiance pour la réalisation de ce travail, mais également pour la rigueur qu'il a su m'inculquer au fur et à mesure lors de ces trois années. Je tiens également à remercier Christophe DEPRES de m'avoir fait confiance en partageant avec moi certains de ses enseignements, mais également et surtout de m'avoir initié à la fatigue des matériaux ainsi qu'à la simulation numérique. Enfin, pour avoir eu des propos encourageants lors de plusieurs moments charnières en ayant adopté une vision positive. Je remercie singulièrement Caroline ANTION. Son investissement quotidien lié aux aspects scientifiques, à la rédaction du manuscrit et la préparation de la soutenance m'a énormément appris. Mais je lui suis également reconnaissant d'avoir été là et de m'avoir écouté dans des moments personnels difficiles.

À la suite de ces trois années de thèse, l'ensemble de mon travail a pu être examiné par quatre personnes. Tout d'abord, les professeurs Salima BOUVIER et Frédéric DESCHAUX-BEAUME qui ont rapporté mon travail. Je tiens également à vous remercier pour l'ensemble des critiques constructives que vous m'avez apportées, pour votre retour et pour avoir rendu la séance de questions réellement intéressante. Je remercie pareillement le professeur Samir ALLAOUI, d'avoir accepté d'examiner mon travail ainsi que d'avoir lu mon manuscrit. Enfin, je tiens à remercier le professeur Remy DENDIEVEL d'avoir accepté de présider le jury de thèse, d'avoir pu se déplacer et finalement de m'avoir remis le doctorat accompagné d'un discours très touchant.

Je tiens également à remercier les différents membres du laboratoire SYMME, Françoise, Elza, Nasika, Pascal, Blaise et Jean-Christophe, pour leur aide dans les démarches du quotidien et leurs perpétuels sourires et bienveillance lors des nombreuses discussions de couloir et qui permettent de se sentir si bien à la maison de la mécatronique. Les « anciens » doctorants du laboratoire, Amandine, Thomas L., Auré-

Remerciements

lien, Thibault, Pierre, Jérémy, Amélie et Matthias, pour avoir accompagné mes premiers pas en 2017 et pour m'avoir soutenu lors des dernières étapes de 2020. Les actuels « précaires » du laboratoire, Christian, Marine, Tigran, Kévin, Flo, David, Mélissa, Camille, Mohammed, Mous, Mickaël, Thomas M., à qui je souhaite le meilleur pour leur fin de thèse (et autres) respective. Je salue également les différents permanents, Yannick, Ronan, Laurent G, Christine, Pierre, Émile, Ludo, Georges, Laurent L, Thomas M., Maurice, Éric, Laurent T., Luc (un peu moins pour ce dernier !) pour leur présence et également discussions. Je tiens également à remercier les Lappins (Romain, Marc ...) rencontrés pendant ces trois ans et pour ces bons moments partagés ! Enfin, je remercie l'équipe micro-sources d'énergie (Adrien, Fabien, Hugues) de m'avoir fait confiance pour l'année 2020/2021 et recruté sur un poste d'ECC.

Je me montre très reconnaissant envers Guillaume GEANDIER, de l'Institut Jean Lamour, rencontré lors du CFM2019 à Brest. Il m'a donné la possibilité de caractériser des échantillons au synchrotron DESY et il m'a apporté un second souffle pour la réalisation de cette thèse à un moment où j'en avais grandement besoin. Merci.

Je souhaite également remercier les personnes que j'ai rencontrées sur Annecy pendant ces trois ans. Tout d'abord mes colocataires (Fanny et Jérôme) de m'avoir supporté au quotidien et soutenu à divers moments. Ainsi que la troupe des Cobayes, pour des mardis soir improvisés et toujours radieux.

Pour terminer, je désire remercier ceux sans qui je ne serais pas là aujourd'hui. Tout d'abord mes parents, de m'avoir toujours soutenu et d'avoir cru en moi, au quotidien et depuis de nombreuses années. Ma sœur et Michael qui ont eu le loisir de corriger mes écritures en anglais, ainsi que ma nièce Lia et mon neveu Nolan. Je tiens également à remercier les Mimis pour leur soutien. Enfin, un merci tout particulier et incommensurable à Mathilde pour m'avoir supporté (au sens propre comme figuré) durant la totalité de cette période.

Encore merci à tous !

Table des matières

Introduction générale	1
1 Fabrication additive métallique : Aspects généraux	5
1.1 La fabrication additive	6
1.1.1 Développement de la fabrication additive	6
1.1.1.1 Développement d'une économie industrielle	6
1.1.1.2 Développement des technologies de fabrication additive	7
1.1.1.3 Fonctionnement général de la fabrication additive	9
1.1.2 La fabrication additive métallique	11
1.1.2.1 Les procédés en fabrication additive métallique	11
1.1.2.2 Fusion sélective sur lit de poudre	11
1.2 Le procédé DMLS - METAL LASER SINTERING	13
1.2.1 Introduction au procédé DMLS	13
1.2.2 Matière première : la poudre de titane Ti-6Al-4V	14
1.2.2.1 Production des poudres	14
1.2.2.2 Caractéristiques morphologiques de la poudre	15
1.2.2.3 Caractéristiques microstructurales de la poudre de Ti-6Al-4V	16
1.2.2.4 Effets du recyclage des poudres	16
1.2.2.5 Contamination par l'oxygène des particules	18
1.2.2.6 Bilan sur la poudre de titane Ti-6Al-4V	19
1.2.3 Description du procédé DMLS	20
1.2.3.1 Description générique du procédé	20
1.2.3.2 Stratégie de lasage	21
1.2.3.3 Couple puissance laser/vitesse de balayage	22
1.2.3.4 Épaisseur de couche	23
1.2.3.5 Densité du lit de poudre	24
1.2.3.6 Caractéristiques du bain liquide	25
1.2.3.7 Rôle de l'atmosphère protectrice	25
1.2.3.8 Bilan sur les paramètres d'impression	26
1.2.4 Défauts engendrés par le procédé DMLS	26
1.2.4.1 Création de porosités	27
1.2.4.2 État de surface	29
1.2.4.3 Présence de contraintes mécaniques résiduelles	30
1.2.4.4 Bilan des défauts engendrés par le procédé DMLS	31
1.3 Matériau étudié : l'alliage de titane Ti-6Al-4V	31

1.3.1	Du titane Ti à l'alliage Ti-6Al-4V	31
1.3.2	Microstructures de l'alliage de titane Ti-6Al-4V	33
1.3.3	Microstructure des alliages de Ti-6Al-4V élaborés par le procédé de fabrication DMLS	35
1.3.4	Post-traitements thermiques : optimisation de la structure après fabrication	37
1.4	Propriétés mécaniques de l'alliage Ti-6Al-4V obtenues par le procédé de fabrication DMLS	40
1.4.1	Propriétés mécaniques en traction	40
1.4.1.1	Effet des traitements thermiques	40
1.4.1.2	Effet de l'orientation	42
1.4.1.3	Effet de la rugosité	43
1.4.1.4	Bilan sur les propriétés mécaniques en traction	43
1.4.2	Propriétés mécaniques en dureté HV	44
1.4.3	Propriétés mécaniques en fatigue	46
1.4.3.1	Effet de la microstructure	47
1.4.3.2	Effet de la rugosité	47
1.4.3.3	Effet de l'orientation	48
1.5	Conclusion du premier chapitre	50
2	Matériau et techniques expérimentales	51
2.1	Introduction	52
2.2	Matériau et échantillons élaborés	52
2.2.1	Caractéristiques de la poudre d'alliage Ti-6Al-4V	52
2.2.2	Echantillons Ti-6Al-4V élaborés par fabrication additive	53
2.3	Élaboration des plateformes expérimentales au sein de la société INITIAL	54
2.3.1	Principe de fabrication des échantillons	54
2.3.2	Les machines de fabrication	55
2.3.3	Les post-traitements	56
2.3.3.1	Les traitements thermiques	56
2.3.3.2	Le polissage manuel	57
2.4	Caractérisation de la poudre Ti-6Al-4V	57
2.4.1	Protocole expérimental	57
2.4.2	Post-traitement des images avec le logiciel IMAGEJ	58
2.4.3	Facteur de forme, modalité et distribution en taille	59
2.5	Caractérisation microstructurale	62
2.5.1	Préparation des échantillons massifs élaborés par fabrication additive	62
2.5.2	Microscopie optique	62
2.5.3	Microscopie électronique à balayage	63
2.5.4	Diffraction des rayons X	64
2.5.4.1	Moyens utilisés	64
2.5.4.2	Principe de la diffraction sur poudre polycristalline	64
2.6	Caractérisation macrostructurale	66
2.6.1	Tomographie par rayons X	66
2.6.2	Rugosimétrie	67
2.7	Outils de caractérisation des propriétés mécaniques	68
2.7.1	Essais de traction	68
2.7.2	Essais de fatigue	70
2.7.3	Essais de dureté	71
2.8	Méthodologie du plan d'expériences	72
2.8.1	Construction du plan d'expériences	72
2.8.2	Descriptions des effets principaux et des interactions	76
2.8.3	Analyse de la variance	77

2.8.4	Utilisation du logiciel ELLISTAT	79
2.9	Conclusion du deuxième chapitre	81
3	Analyses industrielles du procédé DMLS	83
3.1	Introduction	84
3.2	Études de cas industriels propres à l'entreprise INITIAL	84
3.2.1	Présentation des cas d'étude	84
3.2.2	Uniformité d'impression (Cas #1)	85
3.2.3	Arrêt de production (Cas #2)	90
3.2.3.1	Propriétés mécaniques en traction	90
3.2.3.2	Étude microstructurale	91
3.2.3.3	Bilan de l'arrêt de production	93
3.2.4	Effets des traitements thermiques (cas #3)	93
3.2.4.1	Éprouvettes fabriquées sur la machine M280	94
3.2.4.2	Éprouvettes fabriquées sur la machine M270	94
3.2.4.3	Comparatif pour une fabrication à 0° sur les deux machines de fabrication DMLS	95
3.2.5	Evolution des propriétés mécaniques en traction au cours du temps, sur des pièces réalisées sur la machine M270	96
3.2.6	Bilan des analyses de cas spécifiques	98
3.3	Qualification du procédé DMLS au moyen d'un plan d'expériences	98
3.3.1	Construction du plan d'expériences	98
3.3.2	Réalisation des plateformes de fabrication	99
3.3.3	Analyse microstructurale	101
3.3.3.1	Dureté des échantillons	101
3.3.3.2	Microstructure des échantillons du plan d'expériences	102
3.3.4	Analyse des propriétés mécaniques en traction	105
3.3.4.1	Analyse qualitative	105
3.3.4.2	Analyse des facteurs principaux	106
3.3.4.3	Analyse des interactions entre les paramètres du plan d'expériences	111
3.3.4.4	Modèles finaux	117
3.3.4.5	Validation des modèles statistiques	118
3.3.5	Analyse des éprouvettes de fatigue	120
3.3.5.1	Analyse des porosités	121
3.3.5.2	Analyse de la tenue en fatigue	121
3.4	Conclusion du troisième chapitre	126
4	Études structurales des paramètres d'impression	129
4.1	Introduction	130
4.2	Influence de l'épaisseur d'impression	130
4.2.1	Taux de porosités	130
4.2.2	Rugosité de surface	131
4.2.3	Bilan sur l'effet de l'épaisseur lasée	134
4.3	Recyclage des poudres	134
4.3.1	Suivi morphologique des poudres	134
4.3.2	Suivi de la composition chimique des poudres de Ti-6Al-4V	137
4.3.3	Bilan sur le recyclage des poudres	139
4.4	Effet de l'orientation	140
4.4.1	Orientation microstructurale	140
4.4.2	Influence de l'orientation sur la rugosité	141
4.4.3	Bilan sur l'effet de l'orientation	142

4.5	Étude des traitements thermiques	142
4.5.1	Analyse des microstructures	143
4.5.1.1	Section longitudinale	143
4.5.1.2	Section transversale	144
4.5.1.3	Résorption des porosités	145
4.5.2	Pourcentage de phase	146
4.5.3	Bilan sur les différents traitements thermiques réalisés	149
4.6	Effet du polissage des échantillons	149
4.7	Conclusion du quatrième chapitre	151
	Conclusion et perspectives	153
	Bibliographie	I
	Table des figures	XVII
	Liste des tableaux	XXIII

Introduction générale

Contexte de l'étude

Cette thèse fait partie intégrante du projet OPTIFAB-ADD, cadre d'une collaboration entre le laboratoire SYMME, SYstème et Matériaux pour la MEcatronique, de l'Université Savoie Mont-Blanc (USMB), et l'entreprise INITIAL DESIGN & PRODUCTION, leader français en fabrication additive, spécialisée dans la production et le développement de pièces pour les matériaux plastiques et métalliques. Ce projet de recherche s'inscrit dans l'axe Qualité Industrielle du laboratoire SYMME et amorce de nouveaux axes de recherche soutenus par des financements CPER qui ont permis entre autres l'acquisition d'une machine d'impression métallique 3D durant l'hiver 2020.

L'entreprise INITIAL a été fondée en 1991 et son domaine de compétences s'est d'abord porté sur la fabrication additive plastique. Puis, l'entreprise s'est développée dans le domaine de la fabrication additive métallique avec les procédés de fusion sur lit de poudre. En 2015, l'entreprise a rejoint le groupe PRODWAYS, appartenant au groupe GORGÉ. Les récents investissements dans l'entreprise INITIAL lui ont permis de se développer de façon plus importante. Ainsi, INITIAL a pu se doter d'un bureau d'études riche en collaborateurs, de systèmes de contrôle 3D pour la numérisation de pièces, et a pu aussi développer son parc machines de fabrication additive métallique en augmentant ses capacités de production avec l'acquisition de nouvelles machines de fabrication (Figure 1) de type DMLS (frittage laser direct de métal) et EBM (technologie de fusion par faisceau d'électrons).



FIGURE 1 – Photo d'une partie de la salle de production du procédé de fabrication DMLS au sein de l'entreprise INITIAL.

Ces récents développements permettent aujourd'hui à INITIAL d'être un acteur majeur de la fabrication additive en France par sa capacité à produire des pièces de prototypage rapide ainsi que des petites et moyennes séries de pièces métalliques sur l'ensemble des matériaux couramment utilisés en fusion sur lit de poudre. Aujourd'hui, l'entreprise continue de développer la qualité des produits vendus grâce à l'amélioration continue avec des projets comme ZÉRO MAQUETTAGE qui vise à optimiser la conception des supports de production afin d'en faciliter le retrait sans atteinte à l'intégrité des pièces fabriquées. En

parallèle, des projets de recherche universitaire visant eux aussi à optimiser les process ont vu le jour, comme le projet de recherche OPTIFAB-ADD. Le rapprochement des deux partenaires vise à mettre à profit les moyens matériels et humains de chacun, dans une optique d'amélioration industrielle.

Problématiques

La fabrication additive est une technologie itérative de mise en œuvre des matériaux par l'ajout de matière, couche par couche. À partir d'un fichier de conception assistée par ordinateur dans lequel les pièces à fabriquer sont modélisées, un logiciel prépare leur impression (Figure 2 (a)) en définissant l'emplacement des pièces et la présence des supports de fabrication.

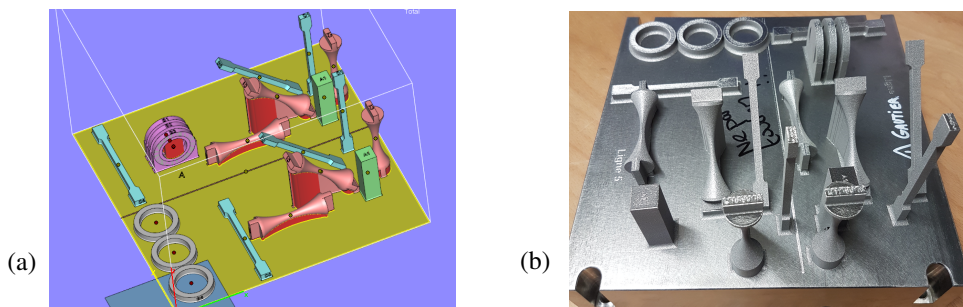


FIGURE 2 – (a) Schéma de la plateforme de préparation à l'impression réalisée avec le logiciel MAGICS et (b) plateau de fabrication avec pièces solidarisiées en sortie d'impression.

Celui-ci est « lu » par la machine de fabrication qui exécute alors, par dépôt successif de poudre métallique, la réalisation de la plateforme initialement modélisée (Figure 2 (b)).

À ce jour, bien que l'entreprise soit capable de produire des pièces, celle-ci est confrontée à plusieurs problématiques récurrentes :

1. La matière première nécessaire à l'impression se présente sous forme de poudre. Celle-ci est réutilisée fabrication après fabrication pour des raisons évidentes d'économies. Il s'agit du « recyclage » des poudres. Dans l'aéronautique, le recyclage maximal autorisé est limité à cinq afin de se prémunir d'une éventuelle détérioration des propriétés mécaniques des pièces fabriquées, en postulant une éventuelle détérioration ou contamination des particules de poudre avec leur recyclage. En effet, la limitation du nombre de recyclages est plus due à la prudence des clients d'INITIAL qu'à des faits avérés.
2. Lorsqu'un arrêt de production se produit (quelle qu'en soit la raison), la production en cours est mise au rebut et une nouvelle est relancée, ce qui a des conséquences en termes de coût, qualité et délais.
3. Lorsqu'un ensemble de pièces est imprimé sur un plateau de fabrication, ces dernières sont-elles toutes rigoureusement identiques ? Autrement dit, les pièces ont-elles les mêmes caractéristiques en tout point de la plateforme ?
4. Enfin, certaines pièces imprimées subissent des traitements thermiques post-fabrication. Quels liens existent-ils entre les différents traitements thermiques réalisés et les propriétés mécaniques obtenues ?

Afin d'appréhender les problématiques industrielles sus-citées, le travail de thèse s'est principalement articulé autour d'axes expérimentaux. Le matériau choisi pour l'étude est l'alliage de titane Ti-6Al-4V pour son utilisation dans l'aéronautique, domaine d'application très strict où les exigences de fabrication sont extrêmement rigoureuses.

Objectifs

L'objectif de cette thèse est d'apporter un regard global sur le procédé de fabrication DMLS au sein de l'entreprise INITIAL. Dans la littérature, les variations de propriétés mécaniques en traction, fatigue et dureté sont généralement évaluées en fonction des paramètres machine de fabrication (incluant le recyclage). Or, souvent, ces paramètres de fabrication ne sont pas divulgués par le fabricant de machines et ne sont pas modifiables. Pour améliorer la qualité de ses pièces, les leviers d'action d'INITIAL ont été analysés. Cinq paramètres d'impression facilement modifiables, englobant la finition des pièces, ont ainsi été définis pour améliorer la maîtrise des propriétés mécaniques de l'alliage de Ti-6Al-4V sur les pièces fabriquées. Dans cet objectif, un plan d'expériences a été mis en œuvre pour analyser le lien entre les paramètres de fabrication, les propriétés mécaniques et les microstructures obtenues grâce à l'étude expérimentale d'éprouvettes de traction et de fatigue associée à des observations microstructurales. La finalité de ce travail vise à établir des lois statistiques permettant de prédire les valeurs des propriétés mécaniques des pièces fabriquées pour une combinaison de paramètres donnée.

Organisation du mémoire

Le manuscrit comporte quatre chapitres. Le chapitre 1 est une étude bibliographique. Elle décrit le développement de la fabrication additive au cours du temps puis se concentre sur la fabrication additive métallique. L'accent est mis sur le procédé DMLS avec notamment l'effet des paramètres de fabrication. Le matériau de l'étude, l'alliage de titane Ti-6Al-4V, est ensuite détaillé en se focalisant sur ses spécificités microstructurales lors de sa mise en forme au moyen du procédé de fabrication DMLS. Une revue des propriétés mécaniques du Ti-6Al-4V suivant le procédé de fabrication est aussi présentée.

Le chapitre 2 présente « les outils » utilisés dans le cadre de cette thèse pour réaliser les différentes études expérimentales. Afin de caractériser mécaniquement les échantillons fabriqués, trois moyens d'essais sont utilisés : essais de traction, de dureté et de fatigue. Pour l'étude du recyclage, des analyses microstructurale et chimique par diffraction des rayons X et microanalyse X sont réalisées. L'analyse morphologique des particules est faite par imagerie électronique à balayage. Les propriétés macrostructurales sont caractérisées au moyen de la tomographie X pour la quantification des porosités présentes et des mesures de rugosité de surface ont été réalisées par interférométrie optique. Enfin, les différentes microstructures, les pourcentages de phase et les taux de porosité des pièces en alliage de titane Ti-6Al-4V sont également évalués à partir de micrographies optiques et électroniques associées à des mesures de diffraction des rayons X. La méthodologie des plans d'expérience ainsi que le logiciel statistique ELLISTAT utilisé sont également présentés.

Le chapitre 3 présente les résultats expérimentaux. Les différents cas d'étude rencontrés par INITIAL sont analysés. Une attention particulière est portée à l'étude de l'uniformité d'impression sur une plateforme de production, l'effet sur les propriétés mécaniques d'un arrêt de production et l'effet des différents traitements thermiques réalisés. Les résultats expérimentaux et les analyses statistiques réalisées pour améliorer la maîtrise du procédé DMLS à l'aide du plan d'expériences sont détaillés dans une seconde partie.

Le dernier chapitre de la thèse propose différentes études permettant de mieux appréhender l'effet intrinsèque des paramètres de fabrication. Ainsi, les différents paramètres d'impression étudiés sont analysés plus en détail en regard des résultats expérimentaux du chapitre 3 afin de mener finalement au lien unissant les propriétés mécaniques aux paramètres d'impression retenus et étudiés dans le cadre de cette thèse.

Chapitre **1**

Fabrication additive métallique : Aspects généraux

Sommaire

1.1	La fabrication additive	6
1.1.1	Développement de la fabrication additive	6
1.1.2	La fabrication additive métallique	11
1.2	Le procédé DMLS - METAL LASER SINTERING	13
1.2.1	Introduction au procédé DMLS	13
1.2.2	Matière première : la poudre de titane Ti-6Al-4V	14
1.2.3	Description du procédé DMLS	20
1.2.4	Défauts engendrés par le procédé DMLS	26
1.3	Matériau étudié : l'alliage de titane Ti-6Al-4V	31
1.3.1	Du titane Ti à l'alliage Ti-6Al-4V	31
1.3.2	Microstructures de l'alliage de titane Ti-6Al-4V	33
1.3.3	Microstructure des alliages de Ti-6Al-4V élaborés par le procédé de fabrication DMLS	35
1.3.4	Post-traitements thermiques : optimisation de la structure après fabrication	37
1.4	Propriétés mécaniques de l'alliage Ti-6Al-4V obtenues par le procédé de fabrication DMLS	40
1.4.1	Propriétés mécaniques en traction	40
1.4.2	Propriétés mécaniques en dureté HV	44
1.4.3	Propriétés mécaniques en fatigue	46
1.5	Conclusion du premier chapitre	50

Le premier chapitre est dédié à l'état de l'art sur la fabrication additive métallique. Le paragraphe 1.1 détaille les développements technologiques de la fabrication additive depuis le premier brevet déposé en 1984. Dans le contexte de la thèse, le procédé de fabrication DMLS - DIRECT METAL LASER SINTERING est ensuite détaillé plus précisément. Les paragraphes 1.3 et 1.4 fournissent respectivement un ensemble d'informations sur les aspects métallurgiques de l'alliage de titane Ti-6Al-4V et les propriétés mécaniques du matériau par le procédé DMLS. Enfin, le dernier paragraphe vient conclure ce premier chapitre rappelant les informations primordiales issues de la littérature.

1.1 La fabrication additive

1.1.1 Développement de la fabrication additive

1.1.1.1 Développement d'une économie industrielle

A partir de 1970, avec le développement de l'informatique, de nouvelles technologies ont connu un véritable essor. La CAO - CONCEPTION ASSISTÉE PAR ORDINATEUR [1], issue du développement informatique, a permis d'accélérer la conception et le développement de produits. Dans ce développement continu, une nouvelle technologie est apparue en 1984, la photopolymérisation. Il s'agit du premier procédé de fabrication additive, déposé par Hull [2]. De 1984 à 1993, sept grandes familles de fabrication additive sont apparues et sont définies comme étant « l'ensemble des procédés permettant de fabriquer couche par couche, par ajout de matière, un objet physique à partir d'un objet numérique » [3]. Le développement de la fabrication additive a permis entre autres l'émergence de nouvelles applications :

- l'impression 3D (3DP) pour la réalisation de petits objets,
- l'outillage rapide (RT) pour la création d'outils spécifiques comme par exemple des moules à cire perdue,
- la fabrication de formes libres solides (SFF) permettant la création d'objets avec des géométries théoriquement sans restriction,
- la fabrication rapide (RM) [4] permettant de créer des pièces de petite série beaucoup plus rapidement que via les cycles d'industrialisation classique en réduisant les étapes de validation, de prototypage, et de design détaillé (Figure 1.1) [5].

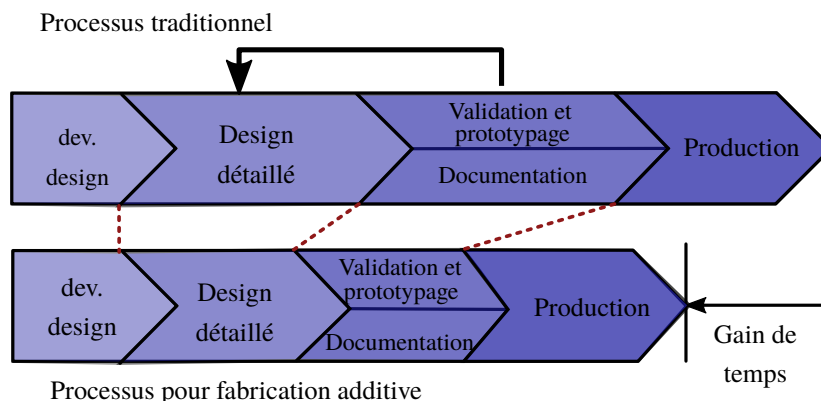


FIGURE 1.1 – Gain de temps sur l'industrialisation des produits grâce à la FA.

Plus récemment, la norme ISO/ASTM 52900 (révisée en 2018) [3] a été rédigée afin d'harmoniser les termes linguistiques liés à la fabrication additive. Elle propose également diverses classifications distinguant les procédés de fabrication additive selon la présence ou non de post-traitements importants et par classes de matériaux imprimables.

1.1.1.2 Développement des technologies de fabrication additive

La Figure 1.2 présente les sept grandes familles de fabrication additive.

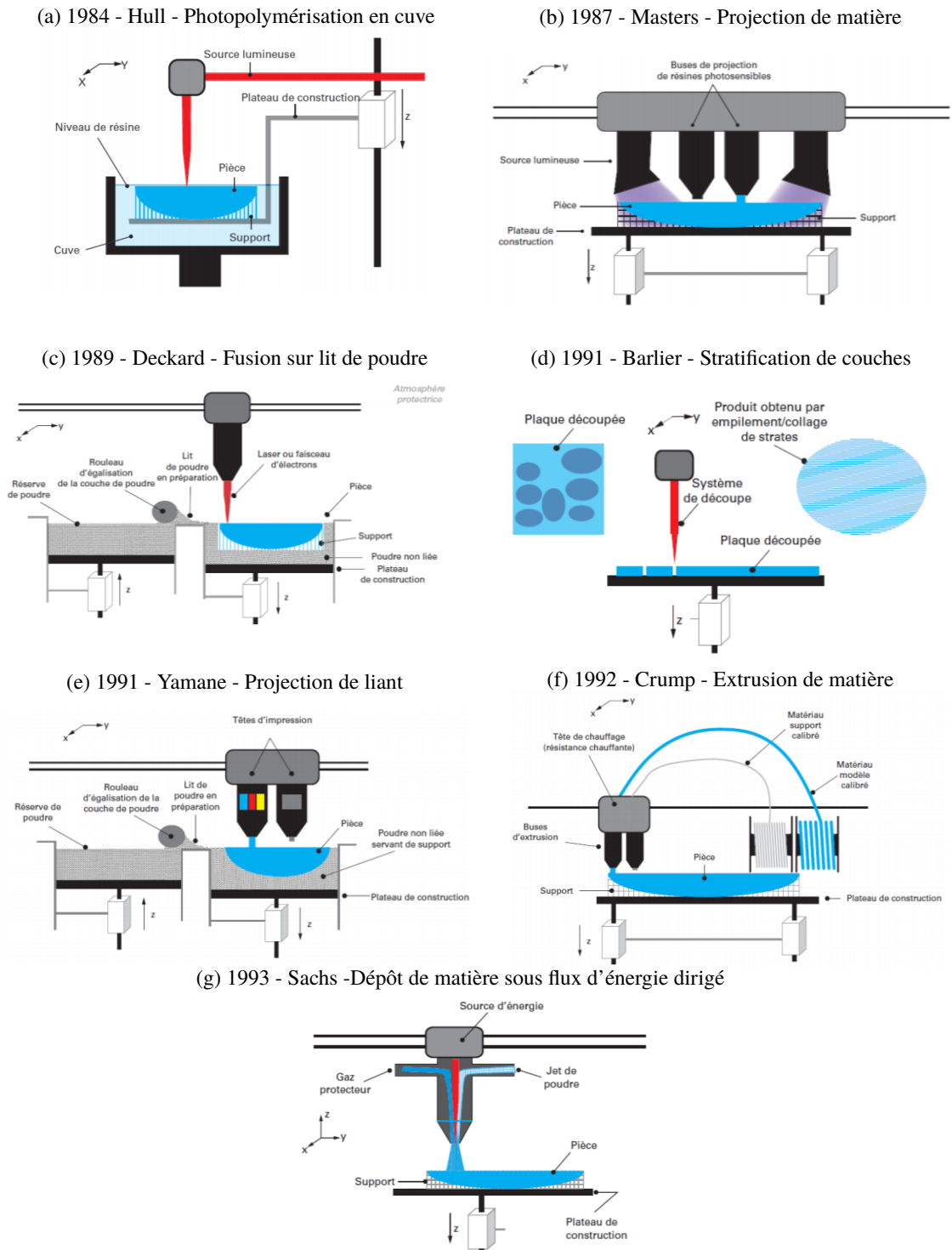


FIGURE 1.2 – Représentation schématique du développement des sept grandes familles de la fabrication additive. Schéma des procédés issues de [6].

Elles sont succinctement décrites dans les sous-paragraphe suivants avec les principales caractéristiques de chacun des procédés [7].

Photopolymerisation en cuve, Figure 1.2 (a) : le principe de ce procédé réside dans la réticulation d'une résine photosensible. Dans son fonctionnement, une plateforme de construction est immergée dans une cuve de plastique liquide photosensible. Une source lumineuse est focalisée par un système de lentilles et orientée par un miroir sur la résine photosensible en décrivant la section de la pièce à élaborer. Cette étape terminée, la plateforme de construction s'abaisse d'une hauteur de couche d'impression. Une plaque vient égaliser l'épaisseur de plastique liquide pour ajuster le niveau de plastique en tout point et le faisceau laser réalise à nouveau un cycle de lasage [2].

Projection de matière, Figure 1.2 (b) : la projection de matière est une famille de procédés dans laquelle des gouttelettes de résine photosensible sont déposées selon le modèle de la pièce à fabriquer via une tête de dépose. Une source lumineuse permet ensuite la réticulation de la résine. À la fin de chaque couche, une fraise permet d'uniformiser l'épaisseur déposée et de préparer l'état de surface pour le dépôt de la couche suivante. La fabrication de pièces par ce procédé nécessite des supports de fabrication. Cette famille de procédé fait partie des procédés de fabrication additive à étape unique [8].

Fusion sur lit de poudre, Figure 1.2 (c) : les procédés de fusion sur lit de poudre constituent l'une des familles les plus utilisées dans l'impression de métaux. Dans un premier temps, la poudre est étalée à l'aide d'un rouleau (ou racloir selon les machines de fabrication) sur la plateforme de fabrication. À la suite de cela, un faisceau d'énergie (laser ou faisceau d'électron) provoque la fusion de la poudre selon le tracé de la pièce [9].

Cette famille est composée de trois grands procédés. Les procédés EBM, SLM/DMLS qui sont des procédés de fabrication additive à étape unique et le procédé SLS qui est multi-étapes car un post-traitement est nécessaire pour assurer la cohésion des pièces fabriquées. Une explication plus précise des trois procédés de fusion sur lit de poudre est donnée dans le paragraphe 1.1.2 et une description paramétrique du procédé DMLS est donnée dans le paragraphe 1.3 puisqu'il s'agit du procédé de fabrication utilisé dans le cadre de cette thèse.

Stratification de couches, Figure 1.2 (d) : les procédés par stratification de couches reposent sur l'assemblage de couches de matériau sous forme de feuilles. Dans cette famille de procédé, deux technologies prédominent, le procédé LOM (Laminated Object Manufacturing) et le procédé de stratoconception¹. Dans le procédé LOM, la matière première est déplacée sur la plateforme de fabrication où un faisceau laser vient découper la feuille selon la géométrie souhaitée. Puis, un rouleau chauffant vient assurer la cohésion de la nouvelle couche déposée avec la précédente. Le procédé de stratoconception utilise la CAO de manière optimisée. L'objet de départ est numériquement découpé en tranches dont l'épaisseur correspond à l'épaisseur de la plaque de fabrication. À la suite de la stratification, l'objet est mis en panoplie, c'est-à-dire que chacune des strates est répartie sur la plateforme de fabrication. Ensuite, un laser ou une fraise vient découper les différents éléments. Les strates sont ensuite retirées de la plaque de fabrication puis les éléments sont imbriqués afin de former la pièce finale [10]. Les procédés LOM et de stratoconception font partie des procédés à étape unique.

Projection de liant, Figure 1.2 (e) : la matière première utilisée est exclusivement sous forme de poudre. Cette dernière, contenue dans un réservoir est étalée à l'aide d'un rouleau. Lorsque la poudre est uniformément répartie sur la plateforme de fabrication, une buse d'injection équipée d'un réservoir d'adhésif vient déposer le liant sur la couche supérieure de poudre afin d'assurer sa cohésion [11]. Ce procédé de fabrication peut être utilisé sur différents matériaux (plastique, céramique ou métaux). En fonction des besoins sur la pièce fabriquée et du matériau utilisé, des étapes de déliantage, frittage et préparation des surfaces peuvent être nécessaires, ce qui classe cette technologie dans les procédés à étape unique ou multi-étapes [12].

1. développé par Claude Barlier avec la création du CIRTES

Extrusion de matière, Figure 1.2 (f) : l’extrusion de matière est aussi connue sous le nom de fusion de fil au travers d’une buse chauffante. Cette technologie utilise de la matière plastique sous forme de fil comme matière première. A chaque couche de fabrication, le fil est chauffé au-dessus de sa température de transition vitreuse puis déposé sur le plateau de fabrication selon le trajet défini par le fichier de fabrication. Une fois l’épaisseur de fil déposée, le plateau de fabrication s’abaisse (ou suivant les technologies la tête d’impression s’élève) d’une hauteur correspondant à l’épaisseur de couche et une nouvelle couche est déposée. Il est possible à l’aide de cette technologie d’utiliser plusieurs matériaux de fabrication afin d’avoir un matériau d’apport servant à la réalisation de support et un second à la fabrication de la pièce. Cette technologie de très bas coût a permis de rendre accessible et de faire connaître l’impression 3D au grand public. Cependant, la résistance des pièces fabriquées est assez faible mais permet la réalisation d’une multitude d’objets notamment pour des preuves de concept [13]. Cette technologie est classée parmi les procédés à étape unique.

Dépôt de matière sous flux d’énergie dirigé, Figure 1.2 (g) : le dépôt de matière sous énergie concentrée est une famille de procédés qui consiste à amener la matière première sous forme de poudre sous un faisceau d’énergie (laser, plasma, arc électrique, ...) afin de la faire fondre puis de la projeter à l’état liquide sur la plateforme de fabrication [14]. Deux systèmes de détection des géométries créées ont été insérés dans le procédé afin de pouvoir réaliser des boucles de rétroaction pour corriger le manque de précision géométrique de ce procédé. Il existe de nombreux procédés dans cette famille tel le procédé DMD (Direct Metal Deposition) ou le procédé CLAD (Construction Laser Additive Direct). Ce dernier est très utilisé pour faire du dépôt de matière sur des pièces en réparation [15].

Conclusion sur les différentes familles de la fabrication additive : le classement des procédés de fabrication additive est issu de la normalisation international des procédés. Cependant, d’autres organisations sont proposées [7] en fonction de l’état de la matière première (liquide, solide ou poudre) [16].

Dans son livre, Claude Barlier propose un comparatif des procédés en mettant en parallèle cinq facteurs orientant le choix d’un procédé [7] : la taille des pièces, la réalisation d’outillages, le nombre de matériaux accessibles par la technologie, la qualité de la finition et les spécificités du procédé (Tableau 1.1).

Les technologies de fabrication additive ne cessent de s’améliorer et d’être de plus en plus innovantes. L’impression 3D permet maintenant la fabrication de pont [17, 18], et les gammes de matériaux sont de plus en plus vastes (céramique, béton, alliage de titane, cuivre, nickel, magnésium, papier, sable, bois, ...). De grandes perspectives pour la fabrication additive sont envisageables. L’avancée dans la maîtrise des procédés permet aujourd’hui l’impression d’implants de toutes formes et applications comme des oreilles synthétiques [19]. Des études portent également sur le développement de techniques optimisées pour exploiter les ressources de la Lune [20].

1.1.1.3 Fonctionnement général de la fabrication additive

La définition de la fabrication additive citée précédemment permet de mettre en évidence la présence d’un objet numérique, généralement issu d’un fichier CAO et défini comme étant la base de l’objet fabriqué. La Figure 1.3 présente la chaîne numérique permettant la création d’un tel objet. Tout d’abord, l’objet est créé par simulation numérique (CAO) ou par rétro-conception². Le fichier CAO est alors converti en format STL³ pour être envoyé vers un logiciel de préparation à la fabrication additive pour définir la stratégie d’impression (orientation de la pièce, support de fabrication, ...). La pièce est ensuite imprimée [21].

2. Cette dernière consiste à scanner un objet physique pour le numériser.

3. Le format STL est un format de fichier développé pour l’impression 3D. La première technologie de FA est celle de la stéréolithographie d’où vient le nom STL (STereoLithography) [6]. Une autre source [3] indique que STL provient de Standard Triangulation Language.

Procédé FA	Taille pièces	Outillage	Nombre de matériaux	Qualité finition	Originalité / Point fort
Photopolymérisation en cuve	Majoritairement petites et moyennes	non	limité	très élevé	Précision des détails, transparences
Projection de matière	Majoritairement moyenne et grande	non	limité	élevé	Précision des détails
Fusion sur lit de poudre	Majoritairement petites et moyennes	oui	varié	moyenne	Procédé mature matériau dense
Stratification de couches	Moyenne et majoritairement grande	OUI	très varié	très élevé	Nb de matériaux, très grand volume
Projection de liant	Majoritairement petites et moyennes	non	limité	faible	Rapidité, gamme de couleurs
Extrusion de matière	Petite et majoritairement moyenne	non	limité	faible	Prix faible, grand public
Dépôt de matière sous énergie concentré	Majoritairement moyennes et grande	OUI	peu varié	très élevé	Réparation de pièce, grande pièce

Tableau 1.1 – Comparaison des sept grandes familles de la fabrication additive [7].

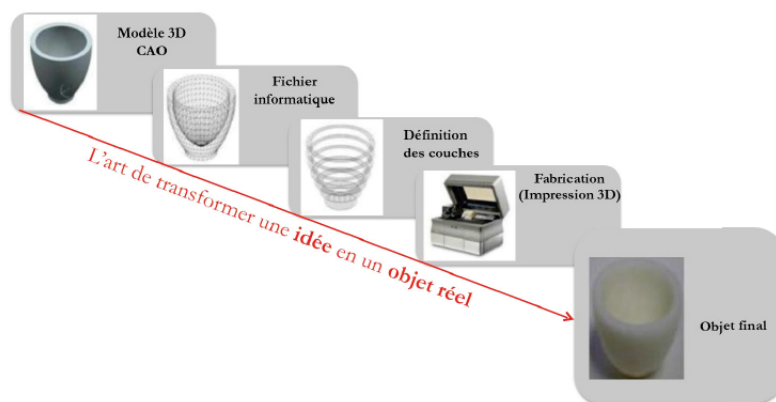


FIGURE 1.3 – Chaîne numérique pour la fabrication d'un objet en FA [21].

1.1.2 La fabrication additive métallique

1.1.2.1 Les procédés en fabrication additive métallique

La Figure 1.4 montre parmi les sept familles de la fabrication additive celles permettant l'impression de métal avec les principales technologies associées.

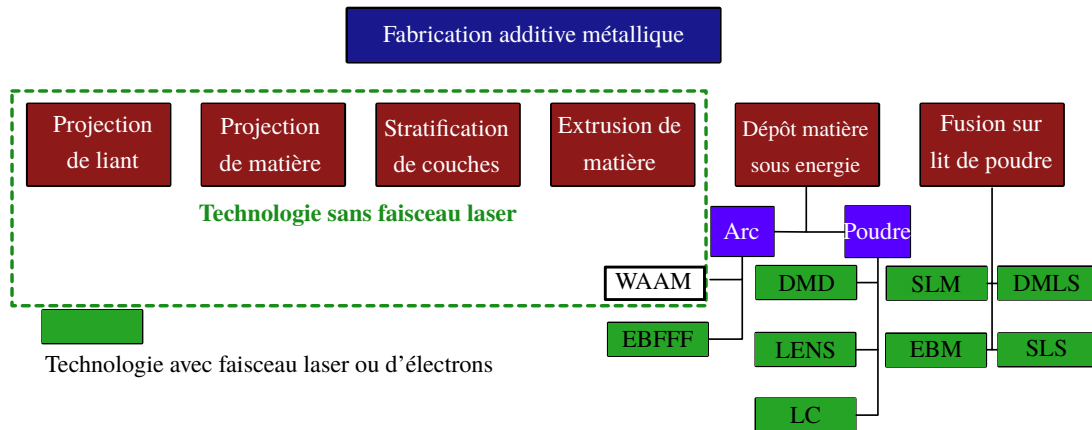


FIGURE 1.4 – Classification des procédés de fabrication additive métallique [22].

Deux catégories sont mises en avant, celle utilisant un faisceau d'énergie pour l'élaboration et celle utilisant une autre méthode. Dans la première catégorie, se trouvent deux familles de procédés, la DÉPOSITION DE MATIÈRE SOUS ÉNERGIE et la FUSION SUR LIT DE POUDRE où quatre-sous familles de procédés sont présents. Le procédé SLS (Selective Laser Sintering), SLM (Selective Laser Melting), EBM (Electron Beam Melting) et DMLS (Direct Metal Laser Sintering).

1.1.2.2 Fusion sélective sur lit de poudre

La fusion sélective sur lit de poudre est une famille de procédé qui permet de faire fondre (procédés EBM, SLM et DMLS) ou fritter (procédé SLS) de la poudre à l'aide d'un laser (procédés SLS, SLM et DMLS) ou d'un faisceau d'électrons (procédé EBM). Le procédé SLS fut le premier à être inventé. Puis vint en 1989 le procédé DMLS (Fritage laser direct de métal) et en 1997 le procédé SLM. Le plus récent des procédés de fusion sur lit de poudre est le procédé EBM [23, 24, 9].

Procédé SLS La technologie de fusion sur lit de poudre SLS (Selective Laser Sintering) a été inventée pour des matériaux polymère dont le nylon [24]. Ce procédé s'est rapidement orienté vers les matériaux métalliques. Aujourd'hui, il s'agit du procédé ayant la plus grande gamme de matériaux métalliques imprimables [25,26,27,28,29,30,31,32,33,34]. La Figure 1.5 expose le principe de fonctionnement du procédé SLS.

Une épaisseur de poudre est déposée sur la plateforme de construction puis un laser permet le frittage de cette dernière. Afin d'assurer la cohésion des couches d'impression entre elles, la puissance du laser est choisie pour que le frittage affecte la couche inférieure précédemment lasée. Des particules de poudre de forme sphérique sont à privilégier afin de maximiser la densité du lit de poudre et d'améliorer le frittage des particules [36, 37]. Les pièces obtenues par ce procédé ont une densité approximative de 70 %. En raison de nombreux défauts liés à la fabrication [37], des étapes de post-traitements s'avèrent nécessaires tels que des recuits de détente pour la relaxation des contraintes résiduelles [37] ou bien encore le traitement dit HIP (Hot Isostatic Pressuring) [34] pour assurer la densité finale des pièces fabriquées et un polissage pour les aspects de surface.

Procédés SLM et DMLS Les procédés de fabrication SLM et DMLS reposent sur le même principe que le procédé SLS, mais avec la fusion des particules de poudre. Ces procédés permettent d'obtenir

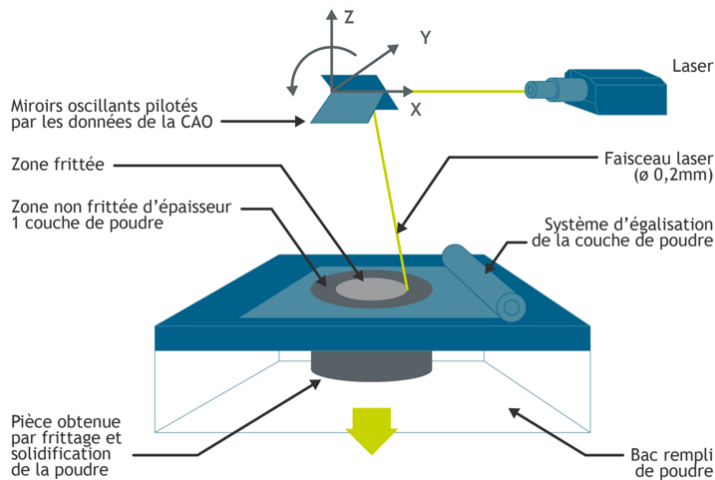


FIGURE 1.5 – Schéma du principe de fabrication du procédé SLS [35].

directement des pièces avec une densité supérieure à 99,9 % [38]. Le paragraphe 1.2 décrit en détail le procédé DMLS, procédé utilisé dans le cadre de cette thèse. Dans le procédé DMLS (METAL LASER SINTERING - FRITPAGE LASER DIRECT DE MÉTAL) le terme SINTERING - FRITPAGE est ici employé de manière abusive par rapport à sa signification en métallurgie des poudres [24]. La différence de nom entre ces deux procédés est liée aux différentes institutions ayant déposé les brevets.

Procédé EBM La technologie de fusion sur lit de poudre EBM (Electron Beam Melting) utilise un faisceau d'électrons de haute énergie pour faire fondre les particules de poudre métalliques [39, 40]. Il permet la conception de pièces fonctionnelles de haute densité [41, 42] avec de nombreux matériaux métalliques (inconel, aciers inoxydables, alliage de titane, ...) [42, 43]. Le fonctionnement de la technologie EBM est présenté sur la Figure 1.6.

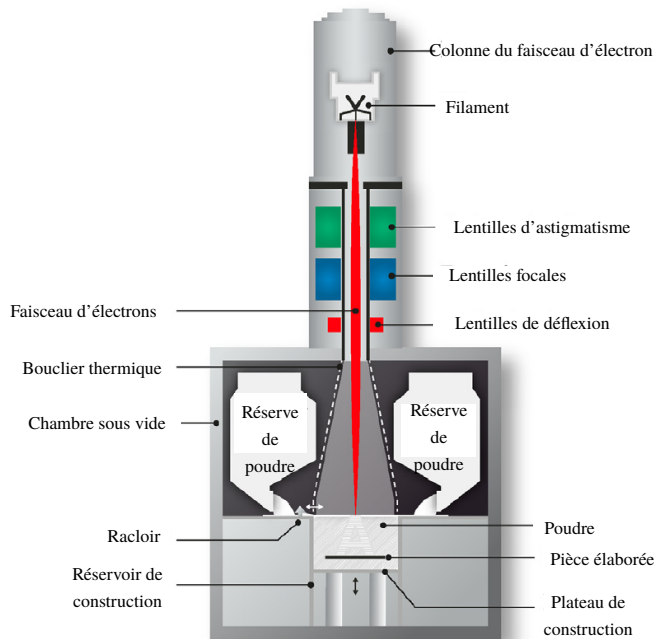


FIGURE 1.6 – Schéma du principe de fabrication du procédé EBM [44].

Les trois principaux secteurs industriels utilisant cette technologie sont le domaine médical (création d'implant biocompatible sur mesure [45]), le secteur automobile (injecteur [46]) et l'industrie aérospatiale (aube de turbine [47]). Il nécessite la mise sous vide de l'équipement à 10^{-3} Pa [42]. La création du faisceau d'électrons se fait à partir d'un filament situé dans la colonne avec une tension de 60 kV [48] puis les électrons sont accélérés entre 0,1 et 0,4 fois la vitesse de la lumière [49]. Un système de lentilles permet la focalisation et l'orientation du faisceau [50]. Dans la chambre de fabrication, les particules de poudre utilisées sont sphériques avec un diamètre variant de 45 à 100 μm [51]. Le plateau de fabrication sur lequel les particules sont étalées est monté en température permettant ainsi de faciliter la fusion des particules de poudre et de réduire les contraintes résiduelles liées au procédé de fabrication [52]. La fabrication des pièces se déroule sous une atmosphère contrôlée d'hélium permettant d'éviter l'accumulation de charges électroniques et d'assurer la stabilité thermique du milieu [53]. Ce procédé succite toujours de nombreuses études [54, 55].

1.2 Le procédé DMLS - METAL LASER SINTERING

1.2.1 Introduction au procédé DMLS

La fabrication DMLS repose sur un grand nombre d'interactions à des niveaux différents du procédé influençant les propriétés mécaniques des pièces. La Figure 1.7 expose ce principe.

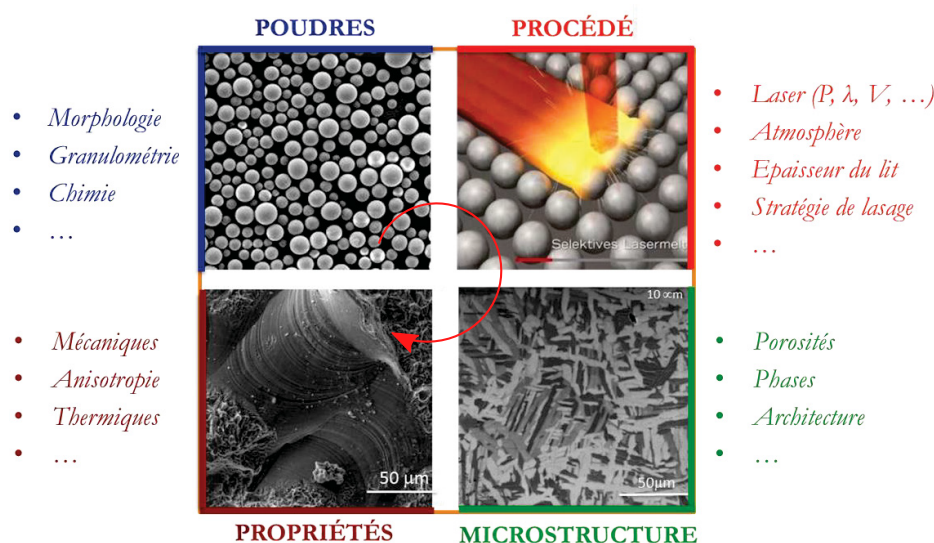


FIGURE 1.7 – Représentation des quatre catégories influençant l'élaboration des pièces par le procédé DMLS avec les poudres (en bleu), les paramètres d'impression (en orange), les propriétés microstructurales (en vert) et les propriétés mécaniques (en rouge foncé) [56].

La qualité de la poudre et les paramètres liés à la machine de fabrication (paramètres intrinsèques) du procédé DMLS définissent la microstructure des pièces fabriquées (étudiée dans le paragraphe 1.3) ainsi que les propriétés mécaniques obtenues (étudiées dans le paragraphe 1.4). Pour les particules de poudre, quatre caractéristiques importantes sont décrites dans le paragraphe suivant à savoir : leur morphologie, leur distribution, leur propriétés chimiques et leurs caractéristiques microstructurales. Ces quatre paramètres évoluent en fonction du recyclage des poudres, c'est-à-dire leur utilisation sur plusieurs cycles de fabrication. Les paramètres de fabrication du procédé DMLS sont ensuite abordés : les différentes stratégies de lasage, l'importance de la puissance et de la vitesse de balayage du laser, l'épaisseur du lit de poudre, la stabilité du bain liquide et quelques autres paramètres sont détaillés afin de mettre en évi-

dence la complexité du procédé DMLS. Les principaux défauts engendrés par ce procédé sont finalement abordés ainsi que certains post-traitement courants pour contrer leurs effets néfastes sur les propriétés mécaniques des pièces élaborées. Le matériau de l'étude étant l'alliage de titane Ti-6Al-4V, les effets des différents paramètres sont étudiés pour celui-ci.

1.2.2 Matière première : la poudre de titane Ti-6Al-4V

1.2.2.1 Production des poudres

Il existe trois principaux procédés pour la fabrication de poudre d'alliage Ti-6Al-4V pour la fabrication additive métallique. Le procédé d'atomisation sous gaz neutre (Figure 1.8 (a)), le procédé d'atomisation plasma (Figure 1.8 (b)) et le procédé d'atomisation sous électrode tournante (Figure 1.8 (c)) [57].

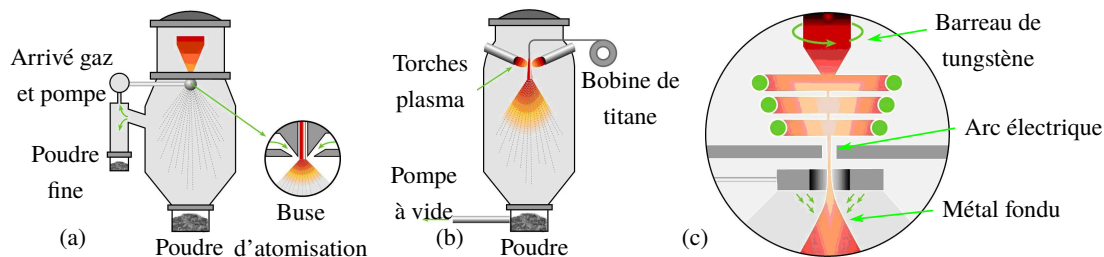


FIGURE 1.8 – Schémas des principes de fabrication de poudre de Ti-6Al-4V pour la fabrication additive, (a) procédé d'atomisation par un gaz, (b) procédé d'atomisation plasma et (c) procédé d'atomisation par électrode tournante [57].

Les principales caractéristiques suivies pour évaluer la pertinence de ces procédés de fabrication de poudre pour une application à la fabrication additive métallique sont :

- La teneur en oxygène des poudres car celle-ci impacte la stabilité du bain liquide lors de la fusion des poudres par le laser et modifie la composition chimique de l'alliage ayant pour conséquence une modification des propriétés mécaniques.
- Le taux de porosité interne des particules car celui-ci influe sur la porosité finale des pièces fabriquées.
- La taille et la sphéricité des particules car elles participent activement à la densité du lit de poudre et de la pièce élaborée.

Pour le procédé d'atomisation sous gaz neutre, la matière première est un bain fondu d'alliage Ti-6Al-4V à une température de 1720 °C (température de fusion + 60 °C) s'écoulant à travers une filière de diamètre 2 mm. Le métal est ensuite atomisé par un flux de gaz neutre (N, He ou Ar) sous une pression de 3 MPa [58, 57]. Les particules obtenues ont une taille inférieure à 250 µm, sont de forme sphérique et contiennent quelques porosités internes [59]. Leur teneur en oxygène résiduel est de 0,12 %wt, 0,14 %wt et 0,15 %wt pour des tailles de particules respectivement inférieures à 250 µm, comprises entre 74 et 150 µm, et inférieures à 47 µm. Le pourcentage massique d'oxygène contenu dans les poudres de titane est donc plus important pour des particules de petites tailles [60]. Pour le procédé de fabrication d'atomisation plasma, la matière première se présente sous forme de fil d'alliage de titane Ti-6Al-4V. Celui-ci est porté sous une torche plasma permettant de faire fondre le matériau massif et un flux de gaz (air, He, N ou Ar) est utilisé afin d'atomiser le métal liquide. Les particules obtenues sont principalement sphériques (bien que légèrement asymétriques) avec une taille de particules variant de 0 µm à 500 µm. Ce procédé génère la présence de satellites collés aux particules [57]. Le pourcentage massique d'oxygène résiduel contenu dans les poudres élaborées par ce procédé est plus faible que par le procédé précédent et est de l'ordre de 0,08 %wt [61]. Dans le cas du procédé d'atomisation par électrode tournante, la matière première se présente sous la forme de barreau massif servant d'anode et mis en rotation. Un arc électrique

est produit entre l'anode et la cathode en tungstène. Ce dernier permet de faire monter la température de l'anode et ainsi de faire fondre le barreau. Sous l'effet centrifuge, le métal liquide est expulsé sous forme de gouttelettes. Ce procédé permet de fabriquer des particules d'alliage de titane dont la taille varie de 0 μm à 500 μm pour une morphologie similaire à celle obtenue par atomisation sous flux gazeux [57].

Ces trois procédés sont qualifiés pour la production de particules de poudre de Ti-6Al-4V pour la fabrication additive métallique [61]. Le Tableau 1.2 récapitule les principales caractéristiques des poudres élaborées.

		Atomisation sous gaz neutre	Électrode tournante	Atomisation par plasma
Porosité	Vol. (%)	0,2	0,07	0,15
Composition chimique	Ar (ppm)	0,75	0,15	0,7
	% wt O	0,12	0,10	0,08

Tableau 1.2 – Tableau comparatif des taux de porosités volumiques et de la composition chimique des particules de poudre élaborées par les trois procédés d'atomisation [61].

Les poudres ayant le plus grand volume de porosités internes et celles dont la composition chimique en éléments non souhaités (argon et oxygène) est la plus importante proviennent du procédé d'atomisation sous gaz neutre. Pourtant, les poudres utilisées dans les études proviennent essentiellement de ce procédé en raison de la maturité industrielle de ce dernier et des faibles coûts de production de la poudre au regard des deux autres procédés.

1.2.2.2 Caractéristiques morphologiques de la poudre

Pour l'obtention de pièces denses, la densité du lit de poudre doit être la plus élevée possible. Pour cela l'utilisation de poudre à particules sphériques est recommandée [62]. La Figure 1.9 montre l'impact de la morphologie des particules de poudre sur la densité du lit de poudre.

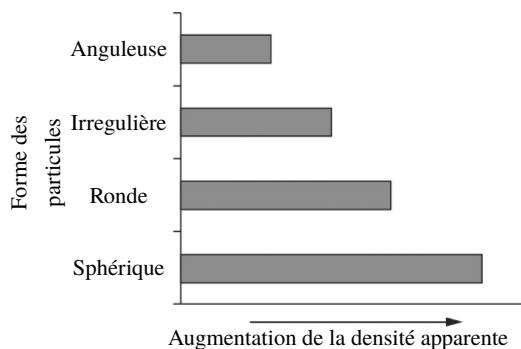


FIGURE 1.9 – Représentation graphique qualitative de la densité apparente en fonction de la forme des particules.

Pour caractériser la sphéricité des particules, différents facteurs de forme peuvent-être utilisés. Ils sont récapitulés dans le Tableau 1.3 [63].

La présence de particules de poudre sphérique permet d'obtenir une densité apparente nettement plus élevée que celle ayant une forme irrégulière ou simplement ronde. Dans ce tableau, A et P représentent respectivement l'aire et le périmètre des particules. L et l sont respectivement la longueur maximale de la particule et la longueur minimale perpendiculaire. a et b sont les longueurs maximale et minimale de la particule issue de l'ellipse de Legendre. r_1 et r_2 sont respectivement les rayons de courbure de la partie la plus pointue et la plus convexe de la particule. Enfin, R est le rayon moyen de la particule.

Nom du facteur de forme	Équation	Référence
Circularité	$\frac{4\pi A}{p^2}$	[64]
Rapport d'aspect	$\frac{l}{L}$	[65]
Allongement	$\log_2\left(\frac{a}{b}\right)$	[66]
Dispersion	$\log_2(\pi ab)$	[66]
Rondeur	$\frac{r_1}{R}$	[67]
Planéité	$\frac{r_2}{R}$	[67]
Rapport périmètre sur aire	$\frac{p^2}{A}$	[68]

Tableau 1.3 – Les différents facteurs de forme. Extrait de [63].

Dans le cadre de cette étude, le facteur de forme choisi est la circularité car il est communément utilisé dans la littérature pour caractériser la sphéricité des particules de poudre. Ce paramètre représente le rapport au carré du rayon d'une particule obtenu par l'estimation de son aire (r_A) par celui obtenu par l'estimation de son périmètre (r_P) (Équation 1.1).

$$C = \frac{4\pi A}{p^2} = \frac{4\pi(\pi r_A^2)}{(2\pi r_P)^2} = \frac{4\pi^2 r_A^2}{4\pi^2 r_P^2} = \frac{r_A^2}{r_P^2} \quad (1.1)$$

Une particule avec une sphéricité parfaite aura un facteur de forme égal à 1 alors qu'une particule allongée aura un facteur de forme largement inférieur à 1.

1.2.2.3 Caractéristiques microstructurales de la poudre de Ti-6Al-4V

Deux caractéristiques microstructurales sont évaluées sur les poudres de Ti-6Al-4V en sortie de fabrication, leur microstructure et leur taux de porosité.

La vitesse de refroidissement des poudres par l'atomisation est comprise entre 10^3 et 10^5 K.s⁻¹ [69]. En raison de cette vitesse de refroidissement, la microstructure de l'alliage de Ti-6Al-4V est de type martensitique comme de nombreuses analyses le montrent [59, 70]. Cependant, comme le procédé de fabrication DMLS induit ultérieurement la fusion des particules, ce critère importe peu puisque la structure martensite des poudres est perdue lors de la fusion.

La quantification des porosités internes est par contre un paramètre important car une partie des gaz emprisonnés dans les particules de poudre se retrouvent dans la pièce élaborée en fin de fabrication. En effet, lorsque la particule contenant une porosité avec du gaz fond sous l'effet du faisceau laser, la bulle de gaz se retrouve dans le bain liquide et avec les vitesses de refroidissement extrêmement rapides, cette dernière s'y retrouve piégée [61].

1.2.2.4 Effets du recyclage des poudres

Le recyclage des poudres est un enjeu économique important en fabrication additive par fusion sur lit de poudre. Après chaque cycle de production, une grande quantité de poudre n'a pas été utilisée. Cette dernière peut alors être réutilisée dans un nouveau cycle de production. La Figure 1.10 schématise le principe du recyclage [71].

Une poudre neuve est utilisée pour un premier cycle de production pour la fabrication de pièces. La poudre restante est alors tamisée et séchée avant d'être stockée sous air, le plus souvent en entreprise. Cette poudre est ensuite réutilisée dans une nouvelle itération de production un nombre n de fois. Le

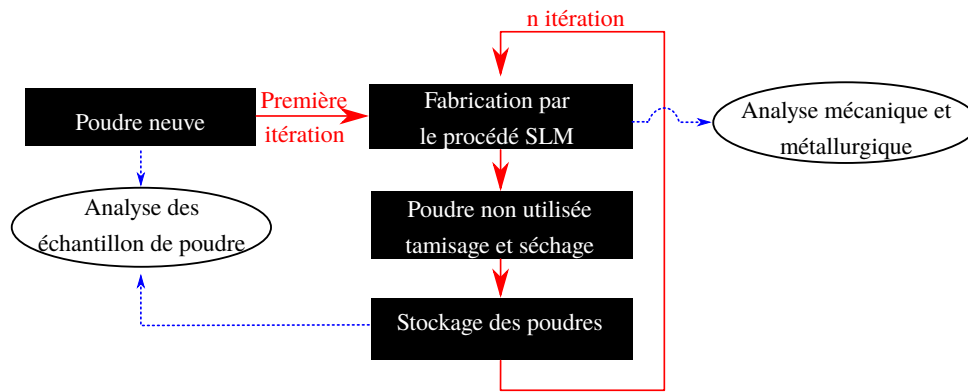


FIGURE 1.10 – Schéma de principe du recyclage des poudres [71].

nombre n correspond alors au nombre de recyclages. Au cours du recyclage, trois paramètres principaux des particules varient : la distribution de taille, le facteur de forme et la teneur en oxygène. Ces variations sont dues aux nombreuses interactions entre les particules pendant leurs manipulations ainsi que leur exposition à l'air.

1.2.2.4.1 Distribution des particules de poudre : La Figure 1.11 met en évidence le resserrement de la distribution des particules de poudre [72] avec le nombre de recyclages sur de la poudre de titane Ti-6Al-4V dans le procédé EBM.

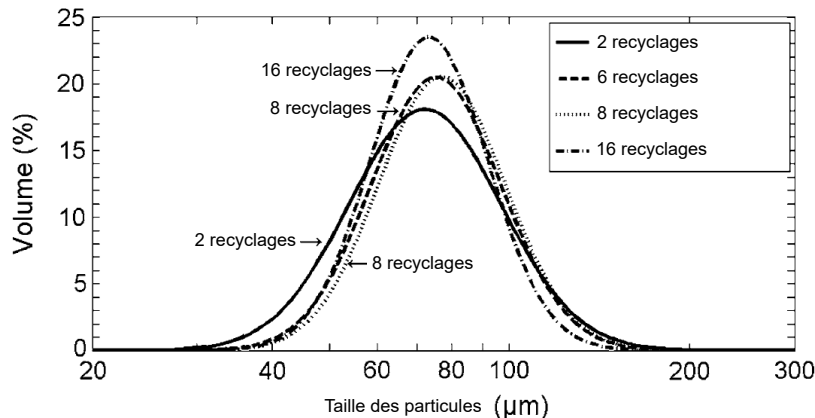


FIGURE 1.11 – Evolution de la distribution en taille des particules de poudre de Ti-6Al-4V par le procédé EBM en fonction du nombre de recyclages [72].

L'évolution de la répartition de la taille des particules de poudre suit une courbe de type « loi normale » où la largeur à mi-hauteur se resserre lorsque le nombre de recyclages augmente indiquant une légère homogénéisation de la taille des particules de poudre au fur et à mesure des recyclages. La Figure 1.12 montre quant à elle l'évolution de la taille des particules à 10 %, 50 % et 90 % de l'effectif cumulé total (D_{10} , D_{50} et D_{90}) sur une poudre d'acier inoxydable 17-4SS en fonction du nombre de tamisages [73].

Cette évolution des paramètres D_{10} , D_{50} et D_{90} en fonction du nombre de recyclages est aussi remarqué sur des poudres d'inconel par le procédé SLM [71] et sur des poudres de Ti-6Al-4V par le procédé EBM [74]. La consommation préférentielle des petites particules est mise en évidence par l'augmentation de ces trois indicateurs.

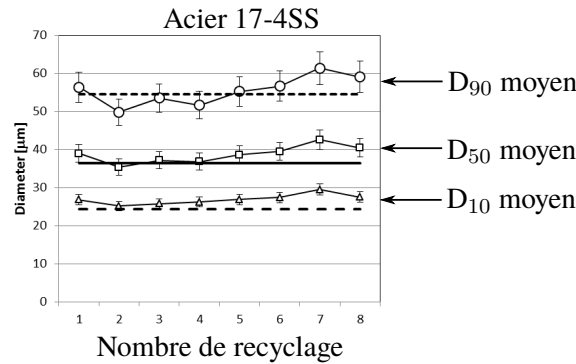


FIGURE 1.12 – Evolution des paramètres D_{10} , D_{50} et D_{90} en fonction du nombre de recyclages sur une poudre d'acier inoxydable [73].

1.2.2.4.2 Facteur de forme des particules : L'évolution du facteur de forme d'une poudre de Ti-6Al-4V [74] en fonction du recyclage dans le cas du procédé EBM a tout d'abord montré que, même dans une poudre neuve, des particules de forme irrégulière sont présentes mais en faible quantité (Figure 1.13).

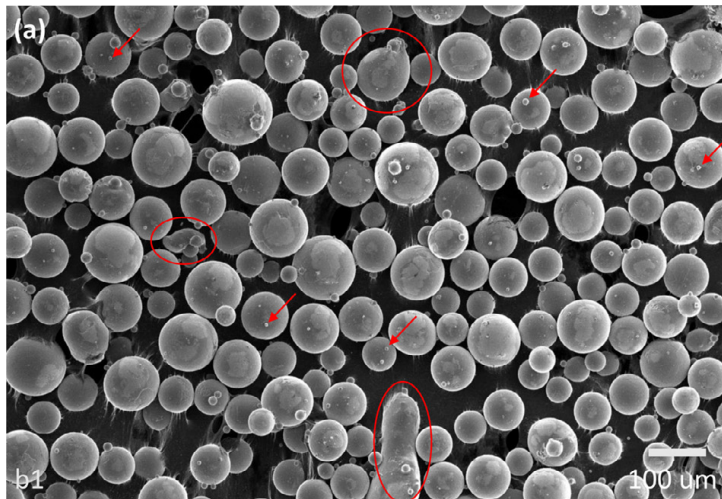


FIGURE 1.13 – Image en microscopie électronique à balayage montrant la présence d'hétérogénéités (entourée en rouge) dans une poudre neuve de Ti-6Al-4V [74].

Puis, avec le recyclage des particules de poudre, la présence de particules non sphériques a tendance à devenir plus fréquente. En effet, de nombreuses interactions entre les particules ont lieu et génèrent des déformations à la surface des particules (Figure 1.14), conduisant à une forme facettée.

Outre le facettage, les interactions entre les particules peuvent également conduire à des particules fracturées [74] ou partiellement frittées [73] les unes aux autres pour former des agglomérats lors du passage du laser ou alors avec des morphologies quelconques.

1.2.2.5 Contamination par l'oxygène des particules

Lors du recyclage, la poudre d'alliage de titane Ti-6Al-4V est exposée à l'air (remplissage des réservoirs de poudre, nettoyage des pièces élaborées, tamisage, stockage sous air) ; l'oxygène de l'air réagit alors avec les particules de poudre pour former une couche d'oxyde TiO_2 à la surface de ces dernières [75, 76]. Lors de la fusion des particules de poudre, cette couche d'oxyde perturbe l'interaction entre le faisceau laser et génère des instabilités du bain liquide (paragraphe 1.2.3) pouvant conduire à la formation de porosités. Elle modifie également les propriétés mécaniques des pièces élaborées (voir paragraphe 1.4).

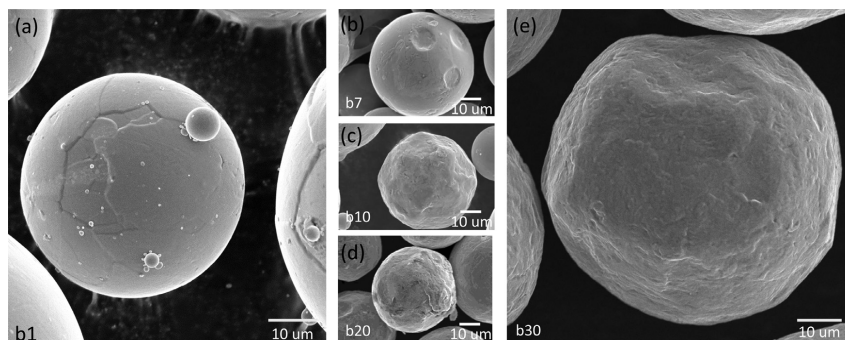


FIGURE 1.14 – Images en microscopie électronique à balayage montrant la perte de sphéricité d’une particule de poudre en fonction du nombre de recyclages (a) 1 recyclage, (b) 7 recyclages, (c) 10 recyclages, (d) 20 recyclages et (e) 30 recyclages [74].

Pour ces raisons, l’évolution du taux d’oxygène est un paramètre suivi avec le recyclage des poudres d’alliage Ti-6Al-4V. Les Figures 1.15 (a) et (b) montrent l’évolution du taux d’oxygène contenu dans les particules de poudre utilisées avec le procédé EBM.

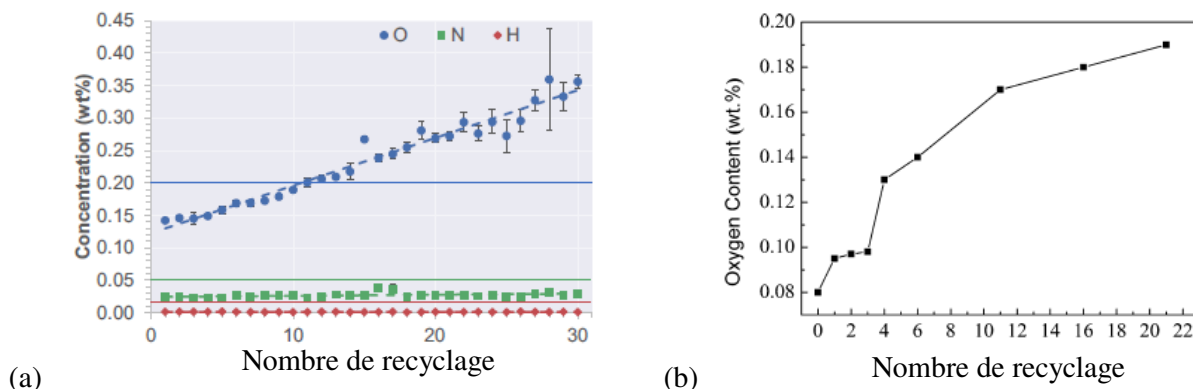


FIGURE 1.15 – (a) Evolution du pourcentage massique d’oxygène (bleu), d’azote (vert) et d’hydrogène (rouge) en fonction du nombre de recyclages [74] mesurée par fluorescence X et (b) évolution du pourcentage massique d’oxygène en fonction du nombre de recyclages [72] mesurée par fusion sous gaz inerte.

Pour un nombre de recyclages variant respectivement de 0 à 30 [74] et de 0 à 22 [72], la prise d’oxygène est différente puisqu’elle augmente linéairement en passant de 0,15 à 0,35 %wt dans la première et logarithmiquement dans le second cas laissant penser qu’à partir d’un certain niveau de recyclages, la composition chimique en oxygène arrive à saturation. Dans le cas du procédé SLM, la Figure 1.16 montre l’évolution massique de la concentration en oxygène et en azote en fonction du nombre de recyclages.

En adéquation avec Ghods, la teneur en azote ne varie pas alors que la proportion en oxygène augmente mais cette fois-ci très faiblement en passant de 0,10% wt à 0,13% wt avec 32 recyclages.

1.2.2.6 Bilan sur la poudre de titane Ti-6Al-4V

La poudre de titane Ti-6Al-4V pour la fabrication additive métallique est fabriquée par atomisation sous gaz neutre bien que ce soit le procédé entraînant la moins bonne qualité de particules de poudre. Les particules sont sphériques, mais avec un taux de porosité volumique de 0,2 % et une contamination en argon de 0,75 ppm et de 0,12 %wt en oxygène. Les particules de poudre utilisées doivent être sphériques pour permettre d’obtenir une densité de lit de poudre la plus élevée possible pour réduire au maximum la présence de porosités dans les pièces fabriquées. La poudre non utilisée dans le procédé DMLS lors d’une fabrication est recyclée, engendrant de nouvelles problématiques liées à l’évolution des paramètres physico-chimiques des particules de poudre. La littérature scientifique montre qu’avec le recyclage des

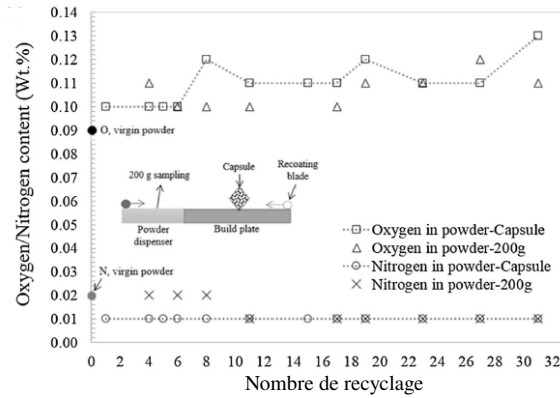


FIGURE 1.16 – Evolution du pourcentage massique d’oxygène et de d’azote en fonction du nombre de recyclages sur le procédé SLM [77] mesurée par fusion sous gaz inerte.

poudres, la distribution de celle-ci se resserre, que les petites particules sont préférentiellement consommées, que les particules de poudre se déforment par leurs interactions entre-elles. Enfin, la composition chimique en oxygène augmente dans la poudre avec le nombre de recyclages.

1.2.3 Description du procédé DMLS

1.2.3.1 Description générique du procédé

La Figure 1.17 expose le principe de fabrication du procédé DMLS (DIRECT METAL LASER SINTERING) [78].

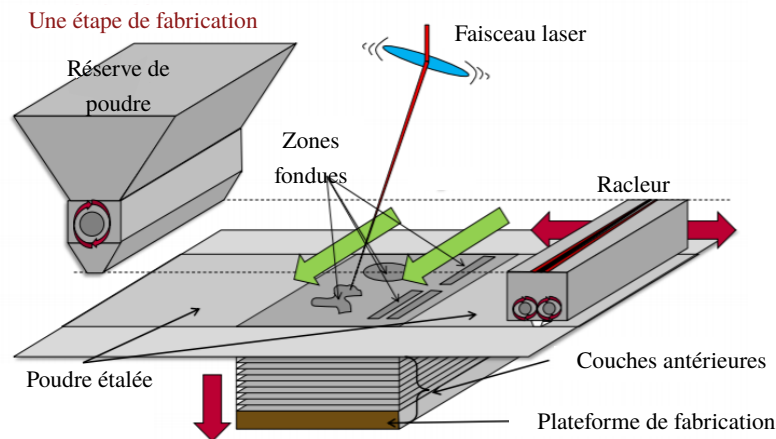


FIGURE 1.17 – Exposition des paramètres du procédé SLM [78].

Les paramètres intrinsèques de fabrication mis en évidence sont : le faisceau laser, le racleur et le flux de gaz neutre (ici de l’argon) pour réaliser la fabrication sous atmosphère contrôlée. La poudre est d’abord étalée et son épaisseur est ajustée grâce à un racleur (ou rouleau suivant les machines). Une fois l’égalisation réalisée, un faisceau laser vient faire fondre sélectivement la poudre suivant la géométrie du fichier de fabrication. Lorsque l’ensemble des sections des différentes pièces à imprimer sont lasées, une nouvelle itération est réalisée permettant, couche après couche, de fabriquer une pièce en trois dimensions. La Figure 1.18 expose plus en détail d’autres paramètres de fabrication entre le laser et le lit de poudre [79].

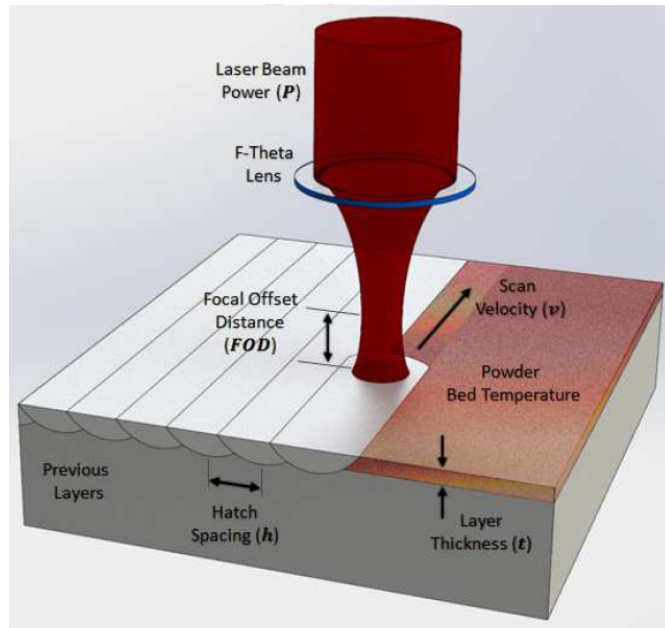


FIGURE 1.18 – Exposition des paramètres du procédé SLM liés au faisceau laser [79].

Parmi ces paramètres, il y a : la puissance du laser, la vitesse de son balayage, la stratégie de lasage, le recouvrement entre deux passages juxtaposé du laser et la profondeur du bain liquide assurant ainsi la cohésion de la fabrication entre deux couches superposées.

1.2.3.2 Stratégie de lasage

Les stratégies de lasage les plus couramment utilisées sont présentées en Figure 1.19 [58].

Bien que théoriquement libres car il suffit d'établir une trajectoire, les stratégies exposées ici sont les plus courantes pour assurer la fusion correcte des particules de poudre et la construction de la pièce que ce soit dans le plan de fabrication ou bien dans l'épaisseur de la pièce.

Première stratégie (a) : elle consiste à réaliser de petits îlots avec un balayage linéaire désorienté de 90° entre chaque îlot puis de désorienter de 90° le passage du laser sur la couche suivante de fabrication.

Stratégies (b) et (c) : elles consistent à réaliser des balayages linéaires parallèles sur l'ensemble de la pièce dans un sens puis dans le sens opposé sur le lasage juxtaposé. Il en est de même pour la stratégie (c) dont le balayage linéaire forme un angle de 45° par rapport à la pièce.

Stratégies (d), (e), (f) : elles utilisent des lasages linéaires et opposés entre deux lasages juxtaposés. Entre deux épaisseurs de couche une rotation (respectivement de 45° , 90° et 67°) est réalisée.

Stratégies (g) et (h) : elles utilisent un lasage partant du centre vers l'extérieur de la pièce ou de l'extérieur vers l'intérieur.

Pour chacune de ces stratégies, le faisceau laser passe systématiquement à côté du lasage précédent. Afin d'assurer la cohésion d'une couche et de minimiser les porosités, il est important qu'une partie du faisceau permette de refondre partiellement le précédent lasage afin d'assurer une cohésion ; c'est le paramètre dit de recouvrement. Ce paramètre de recouvrement est un facteur très important car en cas de recouvrement insuffisant des zones de poudre non fondues ou des porosités peuvent être présentes dans les pièces en fin de fabrication et affecter leur tenue mécanique [80].

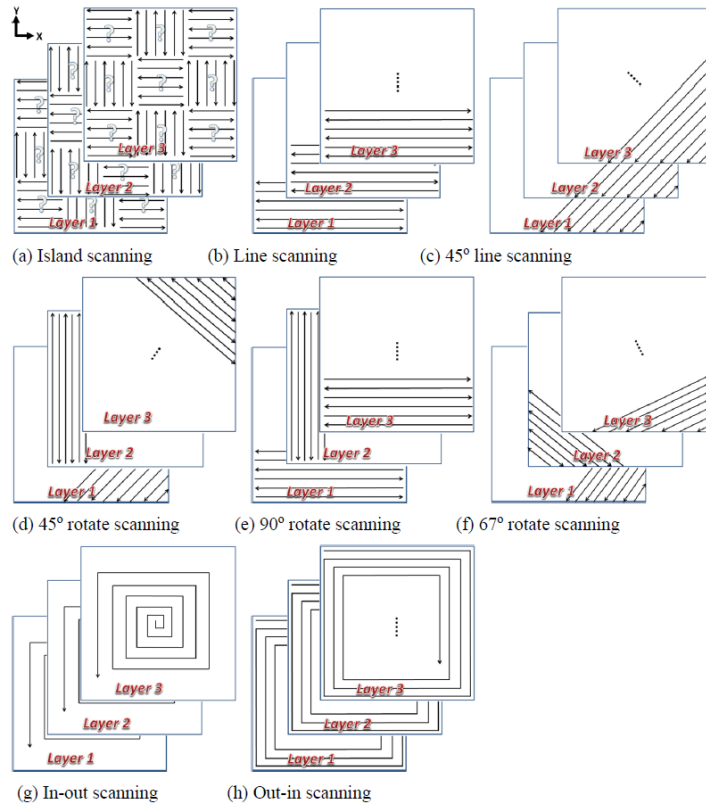


FIGURE 1.19 – Schéma des principales stratégies de lasage [58].

1.2.3.3 Couple puissance laser/vitesse de balayage

Le couple {Puissance laser - Vitesse de balayage} (P-V) est l'association de deux paramètres importants qui assurent l'apport énergétique nécessaire à la fusion des particules de poudre et sont responsables des propriétés du bain liquide et de leurs conséquences sur les défauts générés a posteriori au cours du refroidissement [56]. A vitesse de balayage constante, la profondeur du bain liquide est plus importante avec une puissance laser élevée. A puissance laser constante, la profondeur du bain est plus importante à vitesse faible. La profondeur de lasage la plus importante est donc atteinte pour la puissance maximale et la vitesse de balayage la plus faible [81]. La Figure 1.20 (a) permet de mieux spécifier l'état thermique des couches en fonction du couple (P-V).

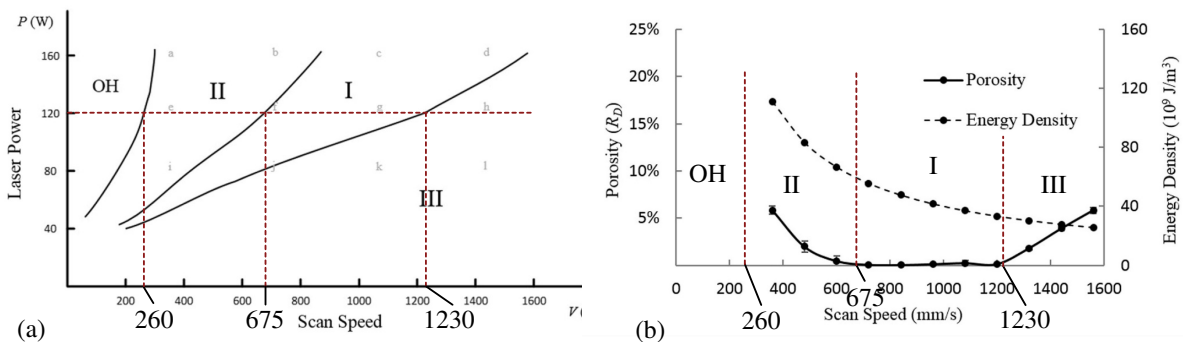


FIGURE 1.20 – (a) Graphique schématisant les différents états du bain lié au couple (P,V) et (b) évolution du taux de porosité au regard de la densité d'énergie apportée en fonction de la vitesse de balayage pour une puissance laser de 120 W sur le procédé SLM avec de la poudre de Ti-6Al-4V [82].

Quatre zones d'état thermique du bain liquide sont mises en évidence sur le graphique $P = f(V)$: OH, I, II et III. La zone OH est la zone de surchauffe liée à une puissance laser importante et une faible vitesse de déplacement du laser. Les particules de poudre fondues sont dans un état de surchauffe entraînant une instabilité du bain liquide et conduisant à la formation de porosités. La zone I correspond à la zone dense (couple (P-V) optimisé) et permet d'obtenir le plus faible taux de porosités. La zone II est la zone de surfusion (l'apport énergétique est encore trop important) et la zone III à la zone de fusion partielle (manque d'énergie empêchant la fusion totale des particules). Dans ces deux zones, le taux de porosités est élevé et peut dépasser les 5 %. La Figure 1.20 (b) montre le taux de porosités observé sur des pièces des zones précédemment décrites pour une puissance laser de 120 W. L'apport énergétique idéale pour limiter le taux de porosité est compris entre 35 et 50.10^9J.m^{-3} [82].

1.2.3.4 Épaisseur de couche

L'épaisseur des couches lasées joue également un rôle sur les propriétés des pièces fabriquées. La Figure 1.21 présente le taux de porosités surfacique (associé à des micrographies électroniques à balayage) en fonction de l'épaisseur des couches [83].

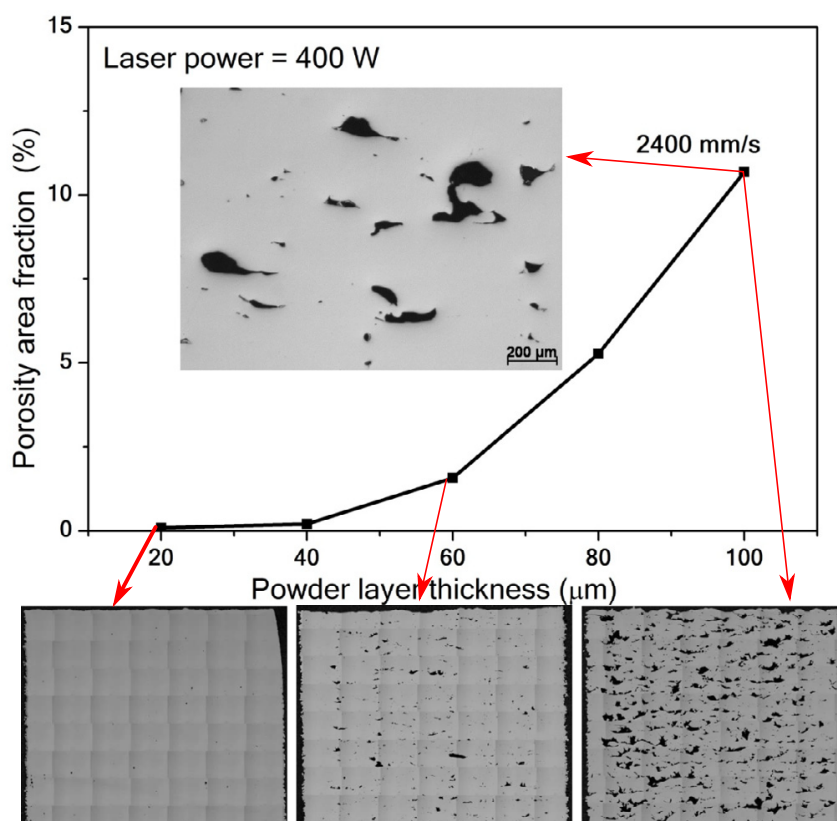


FIGURE 1.21 – Représentation graphique du taux de porosités en fonction de l'épaisseur de couche lasée avec les micrographies MEB associées [83] pour une puissance laser de 400 W.

Il ressort une forte dépendance de la densité finale des pièces selon l'épaisseur de couche lasée. En effet, pour une épaisseur de poudre de Ti-6Al-4V de 20 µm, la porosité finale est de 0,09 %, pour une épaisseur de 40 µm elle passe à 1,58 %, puis successivement à 2 %, 5 % et 11 % pour des épaisseurs de 60 µm, 80 µm et 100 µm. Ainsi, plus l'épaisseur lasée est faible, plus la densité des pièces fabriquées est importante.

1.2.3.5 Densité du lit de poudre

La densité du lit de poudre est un paramètre extrinsèque (hors procédé DMLS) influençant la présence de porosités dans les pièces fabriquées. Plus le lit de poudre est dense, plus les pièces fabriquées le sont. Dans une étude théorique sur la relation entre densité du lit de poudre et porosités (poudres de cuivre et procédé SLS), Zhu [84] explique l'importance de la pluri-modalité des poudres pour augmenter la densité du lit de poudre. La Figure 1.22 expose quatre situations théoriques de modalité, représentée en deux dimensions.

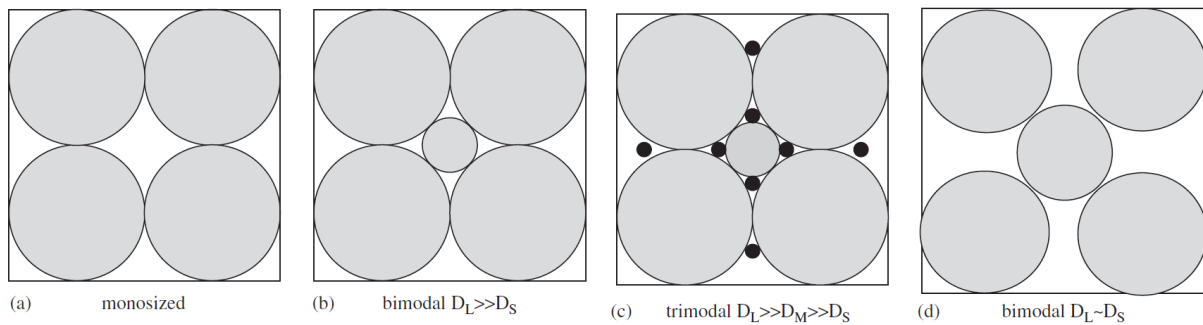


FIGURE 1.22 – Schéma représentant l'agencement optimisé de particules de poudre pour une poudre (a) mono-modale, (b) bi-modale avec $D_L \gg D_S$, (c) tri-modale avec $D_L \gg D_M \gg D_S$ et (d) bi-modale avec $D_L \sim D_S$ [84].

Dans le cas d'une poudre mono-modale (a), l'aire occupée par les quatre cercles est au maximum de 74,05 %. Dans le cas d'une poudre bi-modale (b) où la taille des grosses particules D_L est largement supérieure à la taille des petites particules D_S (avec D_L et D_S représentant le diamètre respectivement des grosses et des petites particules), l'aire occupée par cette association de taille de particules est plus importante que dans le cas (a) car la particule de petite taille vient s'insérer entre les plus grosses. Si des particules de poudres d'un diamètre encore plus petit sont ajoutées pour les insérer dans les derniers espaces vides (poudre tri-modale) (c) la densité théorique maximale atteint 95,7 %. Le dernier cas (d) illustre l'effet d'une poudre bi-modale mais dont le diamètre des sphères est proche ne permettant pas d'augmenter la densité. Ainsi, Zhu montre l'importance de choisir correctement les diamètres de la bi-modalité des poudres en expliquant qu'un ratio $D_L/D_S=1/0,41$ (pour $D_L=10 \mu\text{m}$ alors $D_S=4,1 \mu\text{m}$) permet d'obtenir la densité de lit de poudre la plus élevée.

La coulabilité de la poudre est un facteur permettant aussi d'optimiser la densité d'un lit de poudre métallique. Il s'agit de la capacité de la poudre à s'étaler correctement. Une manière classique et simple de caractériser la coulabilité est la technique dite AOR (Angle Of Repose) qui consiste à mesurer l'angle α d'écoulement de la poudre. Deux familles de caractérisation existent. La première consiste à faire écouler la poudre à travers un cône situé à une hauteur fixe et de mesurer l'angle α à la base du talus de poudre. La seconde consiste à mettre la poudre sur un plateau et d'incliner ce dernier jusqu'à un angle α qui caractérise l'angle à partir duquel la poudre commence à s'écouler sur le plateau [85].

Les facteurs influençant la coulabilité d'une poudre sont essentiellement : sa sphéricité, sa modalité et la présence d'hétérogénéités. La sphéricité des poudres est un paramètre facilitant son écoulement. Par contre, une forte différence de modalité [86] et la présence d'hétérogénéités diminuent la coulabilité [87]. Ces phénomènes sont très marqués sur les poudres de Ti-6Al-4V utilisés dans le procédé EBM. En effet, les poudres neuves contiennent généralement beaucoup de satellites qui disparaissent après une première utilisation et une augmentation de la coulabilité des poudres est alors remarquée [72]. La coulabilité d'une « bonne » poudre est comprise entre un angle α de 30° et 40° [72].

1.2.3.6 Caractéristiques du bain liquide

Le bain liquide est le résultat de la fusion de la poudre métallique sous l'action du faisceau laser qui lui transmet une importante quantité d'énergie. La température du bain liquide issue de la fusion des particules de poudre est liée au couple (P-V). Si ce rapport est faible ou trop élevé, il conduit soit à une fusion partielle des particules, soit à des phénomènes de surfusion du bain liquide pouvant entraîner une vaporisation de certains éléments chimiques et/ou à la formation de porosités par manque de fusion [88, 89]. En début d'élaboration, la poudre est en contact avec le support de fabrication possédant ses propres caractéristiques physiques (conductivité, émissivité, ...) différentes de celle de la poudre, ce qui entraîne un phénomène de dénudation. La puissance thermique apportée doit tenir compte de ce phénomène et être plus faible en début de fabrication. Pendant l'élaboration de la pièce, le bain liquide doit avoir une largeur suffisante pour assurer un recouvrement entre deux lasages juxtaposés et également une profondeur assez importante pour provoquer la fusion entre deux couches [90, 91, 89, 92]. De manière générale, lorsque la puissance du laser augmente, la température du bain liquide augmente (augmentation de la quantité d'énergie apportée). Par ailleurs, lorsque la vitesse de balayage augmente, la température du bain liquide a plutôt tendance à diminuer (baisse de la quantité d'énergie apportée) [4, 93]. La durée de vie du bain liquide (et donc sa vitesse de refroidissement) varie de 1,41 ms à 4,02 ms [94] avec une vitesse de refroidissement du bain liquide de l'ordre de 2 à $3 \cdot 10^6$ °C/s pour des puissances lasers variant de 150 à 300 W [90]. Afin d'assurer le recouvrement entre deux lasages juxtaposés et entre deux épaisseurs successives, la morphologie du bain liquide est un paramètre à maîtriser. Le paramètre dictant sa morphologie est la tension de surface dépendant de la température liée au couple (P-V) [95] mais aussi à l'oxydation de la matière fusionnée [96]. Le bain liquide est de forme radiale (Figure 1.23 (a)) si la tension de surface au centre du bain de fusion (point C) est plus faible que sur la périphérie.

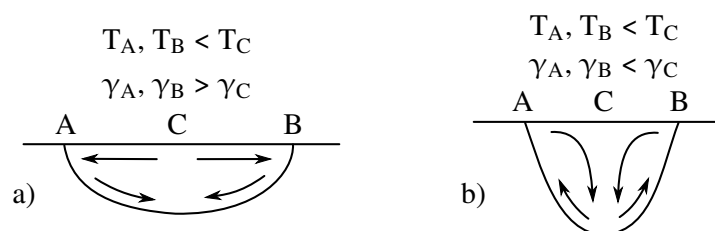


FIGURE 1.23 – Schéma représentant le mouvement du bain liquide en fonction de la tension de surface de ce dernier [96].

Dans ce cas, le recouvrement entre deux lasages juxtaposés est assuré mais ce n'est pas le cas entre deux épaisseurs de couches. Dans le cas où la tension de surface est plus élevée au centre du bain par rapport à la périphérie (Figure 1.23 (b)), le bain liquide a une morphologie plutôt transversale ce qui favorise la cohésion entre deux épaisseurs au détriment du recouvrement entre deux lasages juxtaposés [96].

1.2.3.7 Rôle de l'atmosphère protectrice

Lorsque le faisceau laser provoque la fusion de la poudre, le métal se retrouve à l'état liquide et la haute réactivité de l'oxygène avec le métal en fusion favorise le phénomène d'oxydation modifiant les propriétés finales des pièces fabriquées. Afin de minimiser l'effet de l'oxydation, les technologies de fusion sur lit de poudre se sont dotées d'atmosphère protectrice pour l'élaboration des pièces. La Figure 1.24 (a) est une simulation numérique du bain liquide à l'interface de l'atmosphère de protection.

Les fluctuations surfaciques du bain liquide à son interface avec le gaz protecteur sont comparées avec l'état de surface obtenu sur la fabrication d'échantillons comme le montre Figure 1.24 (b) [97]. Ces simulations montrent que la surface du bain liquide est beaucoup plus irrégulière avec l'hélium et l'azote qu'avec l'argon. Cela se confirme sur les micrographies présentées où les défauts à la surface de l'échantillon sont moindres sous une atmosphère d'argon. De ce fait, la rugosité de surface des échantillons

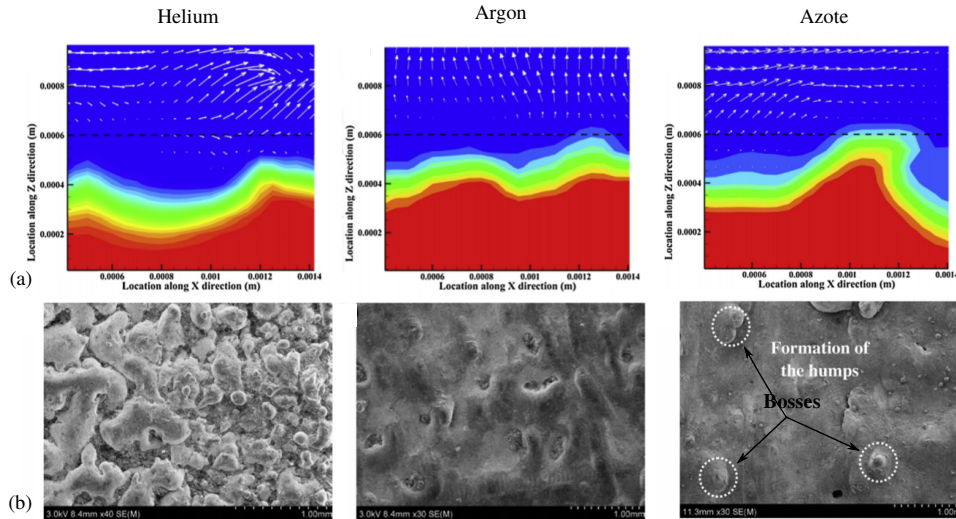


FIGURE 1.24 – (a) Aspect de surface du bain liquide et champs de déplacement de l’atmosphère de fabrication en (a) He, (b) Ar et (c) N₂, (b) Aspect de surface d’échantillon élaborés sous atmosphère protectrice en (a) He, (b) Ar et (c) N₂ [97].

élaborés avec l’argon en gaz protecteur est plus faible qu’avec les deux autres gaz.

1.2.3.8 Bilan sur les paramètres d’impression

En conclusion, l’optimisation des paramètres de fabrication permet d’assurer la qualité des pièces produites en diminuant la présence de défauts.

- La stratégie de lasage doit assurer un recouvrement entre deux lasages juxtaposés, afin d’assurer la fusion d’un cordon de matière déjà fondue avec les poudres attenantes.
- Le couple { puissance laser - vitesse de balayage (P,V) } doit apporter une énergie suffisante, mais pas excessive, au bain liquide afin d’assurer que ce dernier soit assez large et profond pour éviter la présence de porosités.
- L’épaisseur des couches lasées doit être suffisamment faible pour limiter la présence des porosités.
- L’utilisation d’une poudre bi-modale est conseillée pour obtenir un lit de poudre dense et limiter également les porosités. De plus, il faut s’assurer que la poudre ait une coulabilité suffisante pour s’étaler de manière homogène sur la zone de fabrication.
- Le comportement du bain liquide, lié aux différentes tensions de surface, permet de maîtriser le déplacement du métal en fusion dans le cordon de fabrication assurant ainsi la fusion avec les lasages antérieurs et les couches inférieures.
- L’atmosphère de fabrication influe sur l’interface avec le métal liquide. Suivant les gaz utilisés, l’aspect de surface des pièces fabriquées est grandement influencé, l’argon étant le gaz assurant les meilleurs propriétés.

1.2.4 Défauts engendrés par le procédé DMLS

De nombreux paramètres de fabrication du procédé DMLS affectent les propriétés des pièces fabriquées et engendrent généralement trois types de défauts : la présence des porosités, la rugosité de

surface et les contraintes résiduelles générées par la fabrication. L'optimisation des paramètres de fabrication est nécessaire pour obtenir une pièce de la meilleure qualité possible, c'est-à-dire, sans porosité qui la fragilise, avec un état de surface limitant l'apparition de fissures et qui contient le minimum de contraintes résiduelles. Ces défauts et leurs conditions d'apparition sont décrits ci-dessous ainsi que les post-traitements thermo-mécaniques pouvant limiter leurs effets.

1.2.4.1 Création de porosités

La présence de porosités dans les pièces fabriquées à l'aide du procédé DMLS, affectent les propriétés en traction et en fatigue (voir paragraphe 1.4). Ces porosités ont plusieurs mécanismes de formation. Quatre sources sont mises en évidence : les porosités provenant des particules de poudre, les effets « key-hole » et « balling », et la dénudation.

1. La présence des porosités internes dans les particules sphériques de poudre sont issues de leur procédé de fabrication, l'atomisation sous gaz neutre [59]. Les grandes particules d'un diamètre d'environ 220 μm ont une porosité de 1,1 % alors que celles de 50 μm ont une porosité de 0,08 %. Lors de la fusion (Figure 1.25), la bulle de gaz contenue dans les particules (en violet) se retrouve dans le bain liquide.

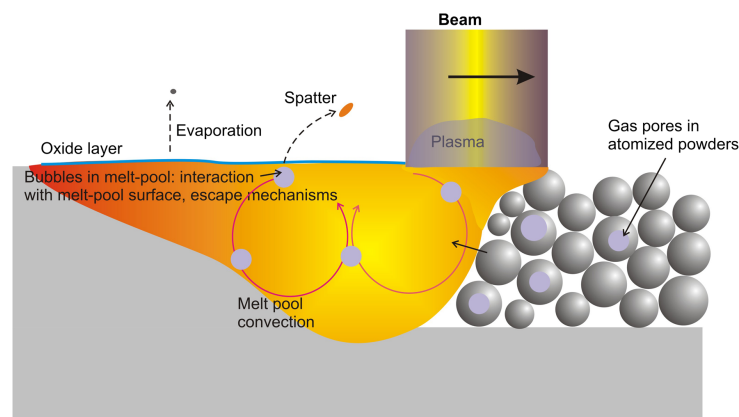


FIGURE 1.25 – Génération des porosités liées aux porosités internes de particules de poudre dans le bain liquide. Les porosités sont représentées en violet [98].

En raison de la vitesse de refroidissement élevée, de l'ordre de 10^7 K/s, le gaz reste bloqué dans le bain lors de la solidification [98].

2. L'effet « keyhole » Figure 1.26 est un défaut qui se forme en raison d'une surfusion du bain liquide entraînant une instabilité de sa surface liée à des variations de pression [99]. Dans ce dynamisme complexe, une partie du métal se vaporise sous la puissance du laser [101] et génère une instabilité du bain liquide, entraînant l'emprisonnement du gaz de l'atmosphère protectrice dans le bain liquide lorsque le bain liquide se solidifie [102]. Lorsque le faisceau s'enfonce dans la zone à fondre trop profondément une cavité se forme emprisonnant ainsi du gaz dans la pièce formée [103, 104], qu'on appelle défaut « keyhole ».
3. Le phénomène de dénudation est décrit comme étant un mécanisme entraînant la poudre vers ou hors du bain liquide [56]. Ainsi, l'épaisseur de poudre des deux côtés de la ligne laserée va s'atténuer, pouvant mettre à nu l'épaisseur de la couche du cycle de fabrication précédent. Matthews [105] précise que ce phénomène de dénudation est conduit par l'écoulement du gaz autour de la zone de fusion et la vaporisation du métal sous l'effet Bernoulli. Sous l'action des flux gazeux, des particules peuvent alors être éjectées et se retrouver ailleurs dans le lit de poudre ou alors être entraînées dans celui-ci. La Figure 1.26 (b) illustre le phénomène de dénudation. Il est directement

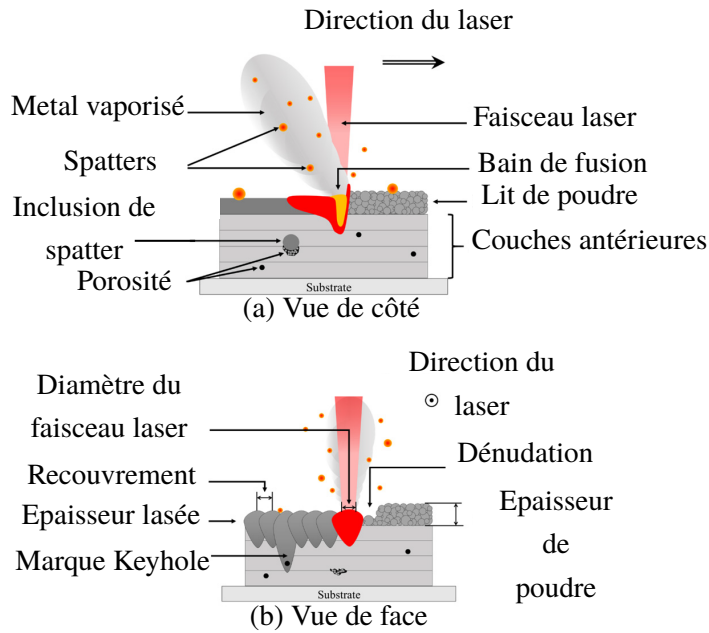


FIGURE 1.26 – Représentation (a) de côté et (b) de face du faisceau laser sur le lit de poudre [100].

lié au nombre de Knudsen, Kn , qui détermine le régime d'écoulement d'un fluide. Dans le cas de pression élevée ($Kn < 1$), une dépression locale peut conduire à l'arrachement de particules du lit de poudre à proximité direct du bain et à leur projection dans le bain et hors du bain. C'est l'effet « spatter » (Figure 1.26 (a)) [106]. Dans le cas de pression faible ($Kn > 1$), la projection est radiale les particules sont éjectées loin du bain.

- Enfin, l'effet « balling » est une autre source de porosités liée à une non-fusion de la poudre par le faisceau laser. Il se situe généralement à l'interface de deux couches lasées si l'apport énergétique du laser est insuffisant [82]. Li [107] a mis en évidence que, si le passage du laser est rapide ou si la mouillabilité du liquide est faible, le métal liquide se solidifie sous forme de sphères par rétractation volumique, ce qui génère des pores [108, 109]. Cela conduit à l'effet « balling » [107, 110]. Lorsque la fusion des poudres entraîne la formation de sphères au refroidissement, l'étalement de la couche de poudre suivante laisse des pores apparents qui se retrouvent dans la pièce fabriquée comme l'expose la Figure 1.27.

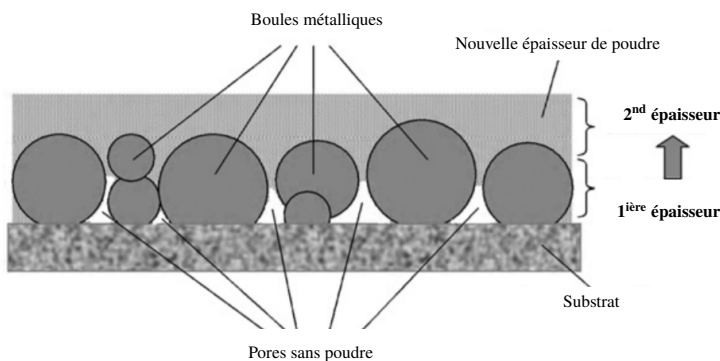


FIGURE 1.27 – Apparition de porosités à la suite de l'effet balling [110].

1.2.4.2 État de surface

L'état de surface des pièces fabriquées a un réel impact sur les propriétés mécaniques. Les principaux phénomènes influençant la rugosité de surface sont l'effet « balling », le recouvrement entre deux lignes de lasages juxtaposés, la vitesse de lasage et l'orientation de fabrication [111, 112, 113]. La Figure 1.28 permet de suivre le niveau de rugosité de la surface en fonction de l'interaction entre la puissance laser (P) et la vitesse de balayage (V).

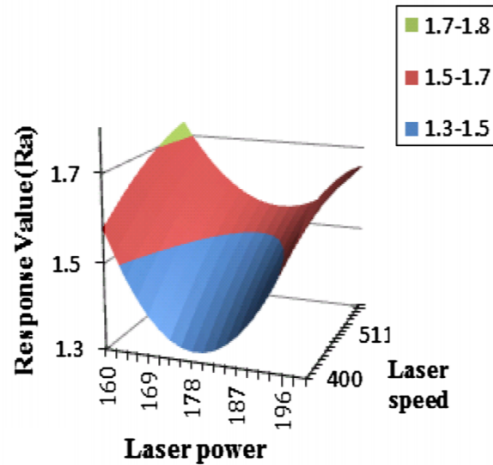


FIGURE 1.28 – Rugosité optique en fonction de la puissance laser (W) et de la vitesse de balayage (mm/min). [111].

Selon le couple choisi, la rugosité varie de 1,3 μm à 1,8 μm pour une vitesse de lasage allant de 400 mm/min à 500 mm/min. Une rugosité élevée peut entraîner une fragilisation des pièces fabriquées (voir paragraphe 1.4.1) Dans la gamme de puissance utilisée, une vitesse de balayage de 400 mm/min et une puissance laser modérée de 178 W permet d'obtenir une rugosité minimisée. Pour améliorer un aspect de surface, dégradé par l'effet balling, la technique de « re-melting » ou « re-fusion » est possible [111]. Elle consiste à faire repasser le laser sur le métal une seconde fois après la première fusion de la poudre. Comme le montre La Figure 1.29 (a), la surface initiale est rugueuse, puis suite au second passage du laser, cette dernière devient plus lisse.

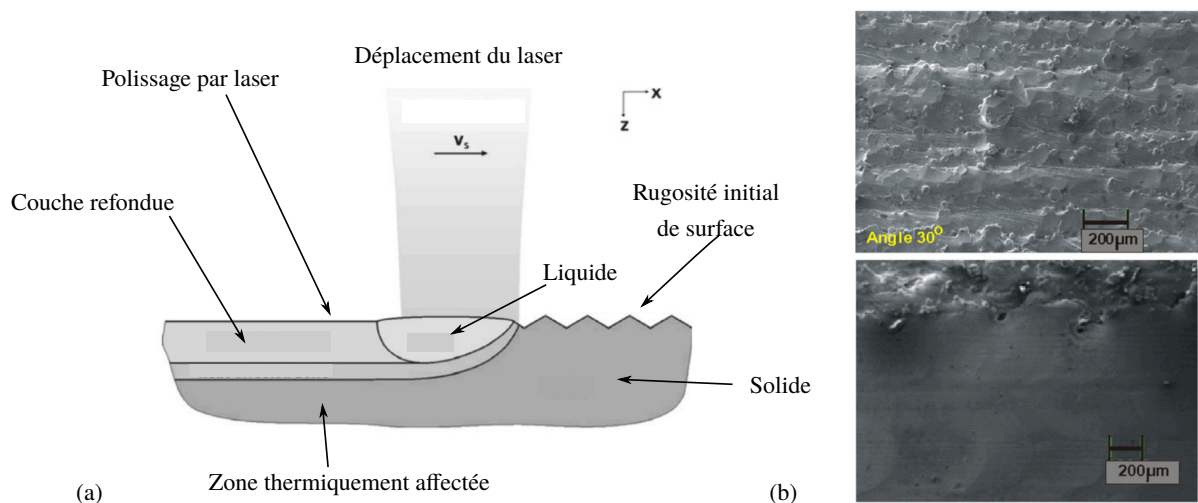


FIGURE 1.29 – (a) Schéma de principe sur l'effet du re-melting et (b) effet sur l'état de surface par imagerie MEB [111].

La Figure 1.29 (b), représente deux micrographies optiques d'un acier 316L, la première sans re-

fusion et la seconde avec refusion, sur un échantillon imprimé à 30°. Lorsque le traitement « re-melting » n'est pas réalisé, une manière plus conventionnelle de réduire la rugosité de surface est de réaliser un post-traitement de polissage.

1.2.4.3 Présence de contraintes mécaniques résiduelles

La fabrication de pièces par fusion laser engendre de fortes sollicitations thermiques au sein des pièces, qui engendrent de fortes déformations plastiques [114] liées au gradient thermique et à la vitesse de refroidissement [115]. Les contraintes résiduelles varient en fonction de la hauteur de la pièce fabriquée et ne sont pas uniformes [116,88]. La Figure 1.30 représente la contrainte longitudinale d'un acier maraging en fonction de la hauteur de l'échantillon pour trois conditions de fabrication (nommé support).

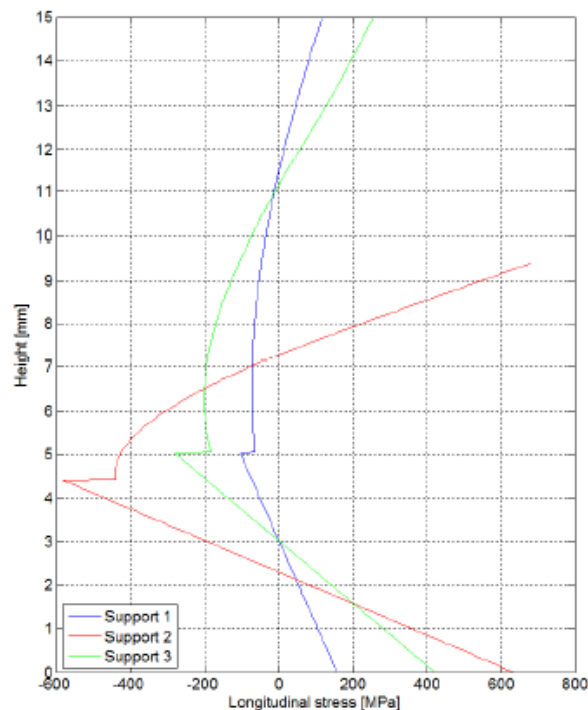


FIGURE 1.30 – Représentation graphique des contraintes résiduelles en fonction de la hauteur de la pièce fabriquée [116].

Le support 1 correspond à une épaisseur de couche de 40 μm , un temps de refroidissement entre deux couches de 8 secondes et une hauteur fabriquée de 10 mm. Le support 2 correspond à une hauteur de couche de 20 μm , un temps de refroidissement entre deux couches de 34 secondes et une hauteur fabriquée de 5 mm et enfin le support 3 à une épaisseur de couche de 40 μm , un temps de refroidissement entre deux couches de 34 secondes et une hauteur fabriquée de 10 mm (avec une correction liée à la hauteur pour le support 2).

A l'interface entre la plateforme de fabrication et le début de la pièce fabriquée, la contrainte longitudinale est systématiquement positive. Il en est de même pour les surfaces libres sur la dernière couche lasée. Cependant, dans la hauteur de l'échantillon, la contrainte interne varie de manière importante (de 600 MPa à -600 MPa) pour les épaisseurs lasée de 20 μm alors que pour les épaisseurs de 40 μm la variation est moins importante (400 MPa à -300 MPa). Enfin, le temps de refroidissement entre deux lasages a aussi un effet sur la variation des contraintes résiduelles. Pour un temps de refroidissement de 8 secondes entre deux couches la contrainte résiduelles varie de 190 MPa à -100 MPa alors que pour un temps de 34 secondes, la variation est plus importante de 400 MPa à -300 MPa.

En conclusion, la minimisation des contraintes résiduelles est favorisée dans les pièces d'épaisseur d'impression élevée et avec un temps de lasage entre deux couches faible. De plus, afin de diminuer les contraintes résiduelles à l'interface entre la plateforme de fabrication et la base des pièces imprimées, le chauffage de la plateforme est généralement une solution [117, 118] qui est adoptée. Afin de pallier la présence des contraintes résiduelles, des solutions résident donc dans le pré-chauffage du substrat ou dans une stratégie de lasage par ilots pour limiter les contraintes thermiques [119]. Une autre voie maîtrisée aujourd'hui consiste à réaliser un post-traitement thermique de détente permettant le relâchement des contraintes résiduelles [120]. Les conditions de températures et de temps dépendent du matériau utilisé.

1.2.4.4 Bilan des défauts engendrés par le procédé DMLS

L'utilisation du procédé DMLS peut engendrer trois types de défauts : la présence de porosité, la rugosité de surface et la présence de contraintes résiduelles. Pour l'essentiel, la présence des porosités est due à une mauvaise association entre les paramètres de puissance laser et de vitesse de balayage ayant pour conséquence des surfusions ou des manques de fusion entraînant des irrégularités microstructurales. La présence d'une rugosité de surface est liée aux interactions physiques aux abords du bain de fusion et de l'atmosphère protectrice. Enfin, le paramètre d'impression à contrôler afin de diminuer les contraintes résiduelles est l'épaisseur des couches lasées. Plus cette dernière est importante, plus la contrainte résiduelle est basse ainsi que le temps entre chaque passage du laser.

1.3 Matériau étudié : l'alliage de titane Ti-6Al-4V

1.3.1 Du titane Ti à l'alliage Ti-6Al-4V

Le titane est un métal présentant une transformation allotropique à 882 °C : sa structure cristalline change avec la température. A température ambiante, sa maille cristalline est la maille hexagonale compact (HC) (Figure 1.31 (a)).

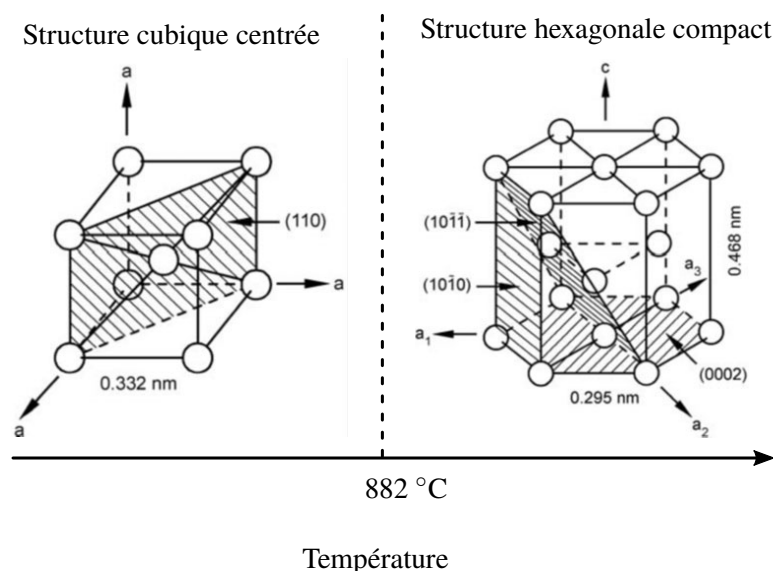


FIGURE 1.31 – Représentation schématique de la transformation allotropique du titane à 882°C de la phase α hexagonale compact à la phase β cubique centrée [121, 122].

La phase associée est dite « phase α ». Ses paramètres de maille sont $a_1 = a_2 = a_3 = 0,295$ nm et $c = 0,468$ nm. A une température supérieure à 882 °C, la structure cristalline du titane devient cubique centrée

(CC). La phase associée est dite « phase β ». Son paramètre de maille est $a = 0,332 \text{ nm}$ [123, 124]. La transformation allotropique se réalise par les deux relations d'orientation données dans l'Équation (1.2) [125, 126].

$$\begin{aligned} [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\beta} \parallel [11\bar{2}0]_{\alpha} \\ (110)_{\beta} \parallel (0002)_{\alpha} \end{aligned} \quad (1.2)$$

La direction $[11\bar{2}0]$ de la phase α se réoriente pour devenir la direction $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ de la phase β . Par conséquent, le plan (0002) de la phase α devient le plan (110) de la phase β .

Dans le cas du titane pur, l'allotropie se fait à température constante de 882°C . Lorsque les alliages de titane sont créés, quels que soient les éléments d'alliage utilisés, l'existence des deux phases α et β du titane conduit à l'existence de deux solutions solides de titane (αTi) et (βTi) et à la coexistence de ces deux solutions solides (domaine biphasé (αTi) + (βTi)) sur une plage de température et de pression. Selon les éléments d'alliage ajoutés, les phases (αTi) ou (βTi) sont stabilisées, c'est-à-dire que leur domaine d'existence s'accroît en fonction de la température et de la composition chimique à pression fixée. Les éléments d'alliages influent également fortement sur la stabilité du domaine biphasé ($\alpha + \beta$). Il existe ainsi deux catégories d'éléments d'alliage : (i) les éléments dits « alphaséens » qui stabilisent la phase hexagonale (αTi) et (ii) les éléments « bêtaséens » qui stabilisent la phase cubique centrée (βTi) haute température. Parmi les éléments alphaséens se trouvent l'aluminium, l'oxygène, l'azote ou encore le carbone alors que les éléments vanadium, molybdène, tantale et niobium sont bêtaséens [123, 127]. Il existe aussi certains éléments comme l'étain ou le zirconium qui ont la particularité de renforcer les propriétés mécaniques mais sans pour autant modifier la stabilité des domaines (αTi) et (βTi) bien qu'un léger domaine de stabilité biphasé apparaisse. La Figure 1.32 schématise l'effet des éléments alphaséens et bêtaséens sur la stabilité de leurs domaines respectifs.

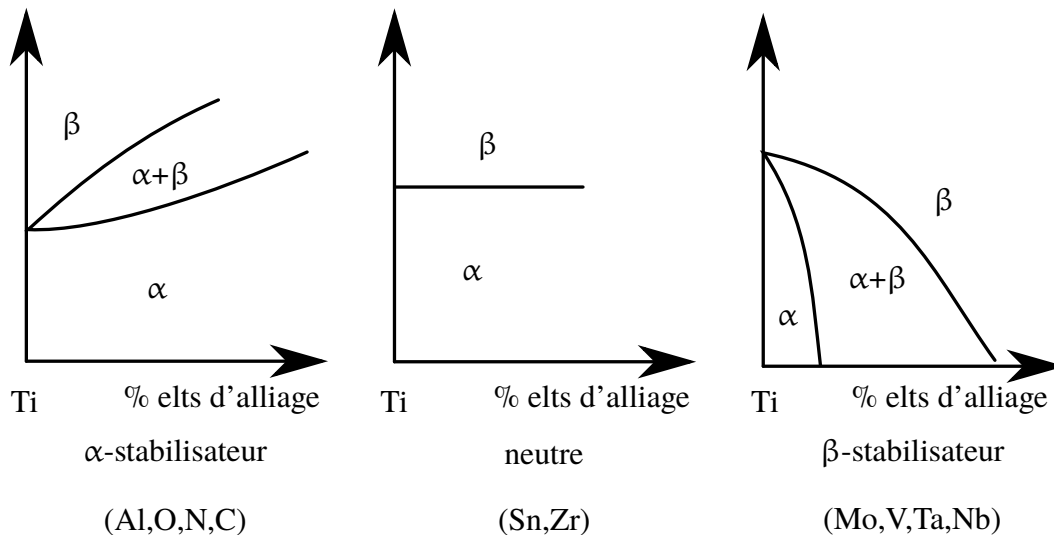


FIGURE 1.32 – Effets des différents éléments alphaséens et bêtaséens sur la stabilité des domaines (αTi) et (βTi) [127].

L'alliage de titane Ti-6Al-4V utilisé dans le cadre de la thèse est un alliage contenant deux éléments d'additions, l'aluminium (6 wt%) alphaséen et le vanadium (4 wt%) bêtaséen. Le Figure 1.33 présente le diagramme de phase binaire Ti-Al [128].

Sur le côté riche en titane, les deux solutions solides αTi et βTi sont présentes. L'aluminium est hautement soluble dans les deux phases puisque les solubilités maximales sont respectivement de 16,5 wt% à 1170°C et 30 wt% à 1475°C .

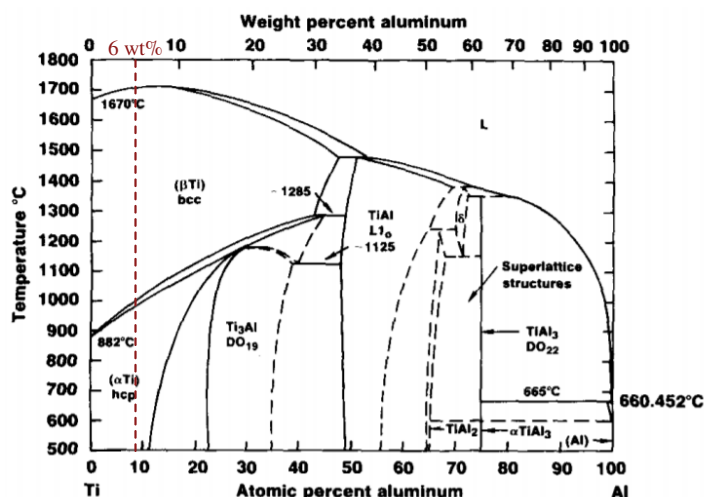


FIGURE 1.33 – Diagramme binaire de l'alliage Ti-Al [128].

A 6 wt% d'aluminium, l'alliage binaire est donc selon la température, soit monophasé α , soit biphasé $\alpha + \beta$ soit monophasé β avant d'atteindre l'état liquide à haute température. La zone biphasée $\alpha + \beta$ est extrêmement fine puisqu'elle n'existe que dans une plage de température de 10°C. L'ajout de vanadium conduisant au ternaire Ti-6Al-4V impacte les domaines de stabilité précédemment cités, α , β et $\alpha + \beta$. La Figure 1.34 est une coupe isoplète du diagramme ternaire Ti-Al-V à 6 wt% d'aluminium permettant de suivre l'étendue de ces trois domaines en fonction de la teneur en vanadium.

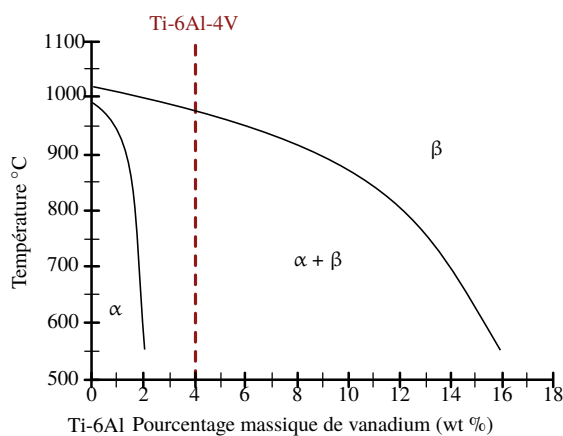


FIGURE 1.34 – Coupe isoplète du diagramme d'équilibre Ti6Al-V [129].

Le vanadium étant betagène, il favorise la phase β qui devient stable jusqu'à basse température pour des teneurs supérieures à 16 wt%. Dès lors, même pour de plus faible teneur, la stabilité de la phase β conduit à une forte extension du domaine biphasé ($\alpha + \beta$) qui demeure stable sur une grande plage de température. A 4 wt% de vanadium, correspondant à la teneur de l'alliage de titane Ti-6Al-4V, la coupe isoplète permet de conclure que seuls les domaines ($\alpha + \beta$) et β (à une température supérieure à 995°C) sont stables à cette composition. L'alliage Ti-6Al-4V est donc constitué, dans des conditions d'équilibre, soit d'un domaine biphasé $\alpha + \beta$ à une température inférieure à 995°C soit de la phase β à une température supérieure à 995°C [129, 130].

1.3.2 Microstructures de l'alliage de titane Ti-6Al-4V

Dans l'hypothèse d'un refroidissement infiniment lent, l'alliage obtenu est dit dans un état d'équilibre en relation avec le diagramme de phases, c'est-à-dire que la diffusion s'opère à l'état liquide et à l'état

solide. Mais, dès lors que les conditions de refroidissement s'accroissent, des freins à la diffusion apparaissent conduisant à des morphologies et phases différentes adaptées au mode de refroidissement. Dans le cas de l'alliage de titane Ti-6Al-4V, il existe plusieurs microstructures liées à la vitesse de refroidissement, contrôlées par la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ qui s'opère spontanément au refroidissement. La microstructure obtenue à l'équilibre est résumée sur la Figure 1.35 pour l'alliage de Ti-6Al-4V.

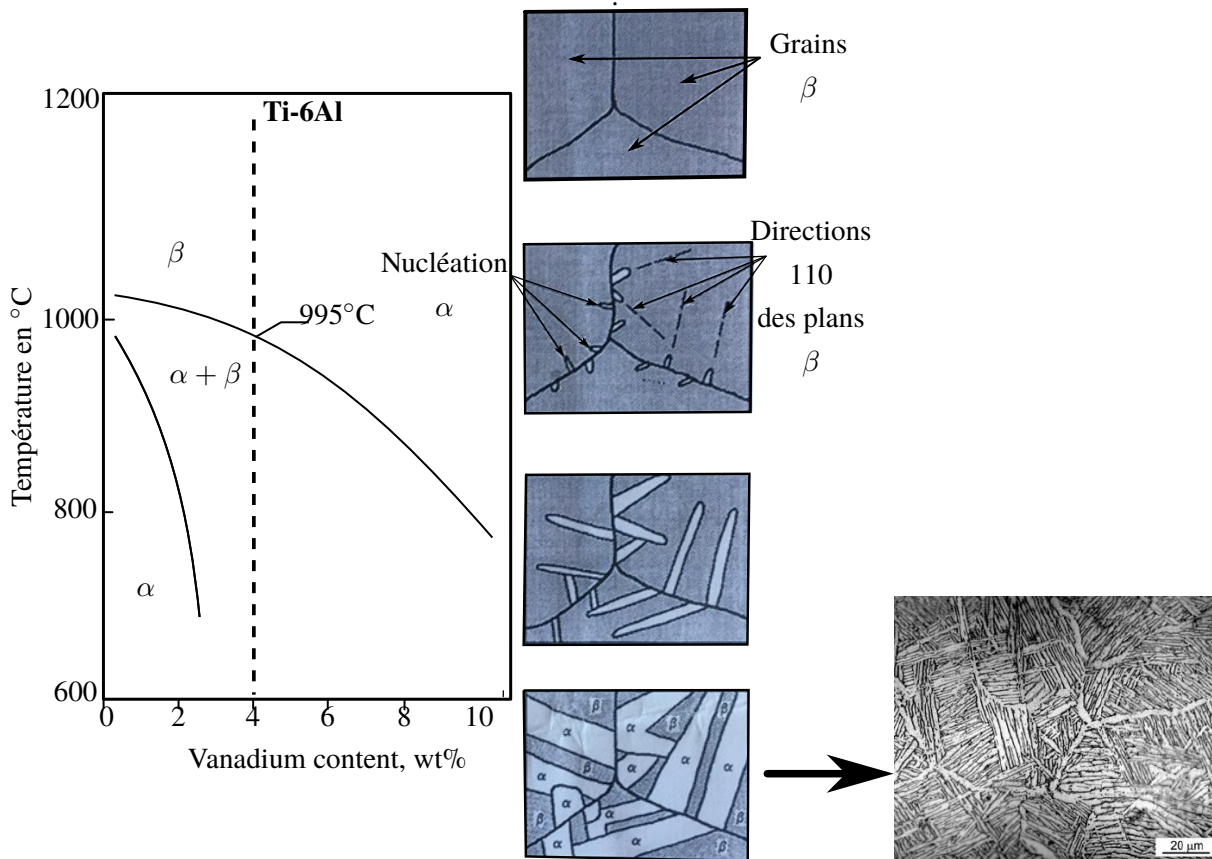


FIGURE 1.35 – Principe de nucléation de la α à partir de la phase β sur un alliage de Ti-6Al-4V [131]. La phase α apparaît en clair et la phase β sombre.

Dans la première phase de refroidissement, le liquide démarre sa solidification à une température $T_L = 1660^\circ\text{C}$ en phase β et finit sa solidification à une température $T_S = 1160^\circ\text{C}$ [132]. À $T < T_S$, la phase β est totalement formée et forme un pavage continu de grain (Figure 1.35). Lorsque la température atteint la température de transition allotropique, la phase α germe à partir de la phase β aux joints de grains selon les plans $(110)_\beta$. La phase α croît au détriment de la phase β au fur et à mesure que la température diminue. Puisque la nucléation de la phase α est hétérogène, la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ est diffusive (dans des conditions d'équilibre), la microstructure biphasée obtenue est de type lamellaire comme l'illustre l'image en microscopie électronique à balayage de la Figure 1.35 [124, 133].

Si la vitesse de refroidissement s'accroît, alors cette dernière ne correspond plus aux conditions d'équilibre et d'autres microstructures peuvent se former. L'appréhension des différents types de microstructures formées selon la vitesse de refroidissement se réalise par l'analyse du diagramme TRC, dit de trempe anisotherme, de l'alliage de titane Ti-6Al-4V (Figure 1.36). D'après le diagramme TRC à partir de la phase β , plusieurs transformations de phases sont possible :

1. Pour les vitesses de refroidissement lente, la phase β peut se transformer partiellement en α et donner la microstructure finale ($\alpha + \beta$).
2. Pour des vitesses rapides, la phase β se transforme en phase α'' à 850°C dite température M_S

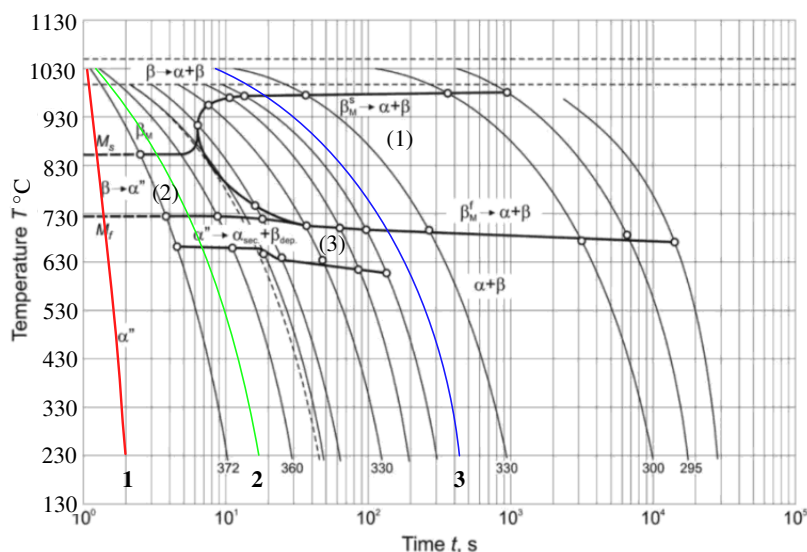


FIGURE 1.36 – Diagramme TRC du Ti-6Al-4V [134].

(Martensite Start) de structure hexagonale compact et jusqu'à la température de 725°C dite M_f (Martensite Finish).

3. Dans certaines conditions de refroidissement il est aussi possible que la phase α'' se décompose au refroidissement en deux phases ($\alpha + \beta$).

Finalement à température ambiante en fonction des conditions de refroidissement, la microstructure finale est soit biphasée ($\alpha + \beta$) ou soit monophasée martensitique α'' [134]. Le diagramme TRC permet donc de suivre la microstructure en fonction de la courbe de refroidissement. Dans la situation n°1, la vitesse de refroidissement est rapide. A partir de la température M_s , la phase β se transforme en martensite α'' . Comme la température de M_f est franchie, la transformation est totale et la microstructure est entièrement martensitique. La microstructure obtenue est semblable à celle des aciers avec une structure en aiguilles très fines liées au besoin d'évacuer rapidement la chaleur mise en jeu lors de cette transformation de phase displacive. Les aiguilles formées sont de taille différentes et hiérarchisées (Figure 1.37 (b) et (c)) car chacune d'elle se forme spontanément par paquet avec leur taille définitive à une température donnée. Dans la situation n°2, la vitesse de refroidissement est modérée. La phase β se transforme tout de même en phase α'' . Cependant, cette dernière est instable et se décompose pour redonner une phase α . Comme il y a une différence de teneur en élément d'addition dissous dans les phases, la transformation α'' en α conduit également à la formation de β ($\alpha'' \rightarrow \alpha_{\text{sec}} + \beta_{\text{sec}}$). Dans la situation n°3, la faible vitesse de refroidissement permet d'éviter la formation de martensite. La transformation diffuse $\beta \rightarrow \alpha$ se réalise et permet donc la structure finale biphasée ($\alpha + \beta$) [135, 124].

En conclusion, à partir de la phase β , deux microstructures de l'alliage de Ti-6Al-4V sont possibles en fonction de la vitesse de refroidissement. Si cette dernière est lente, alors la microstructure finale est ($\alpha + \beta$) et si elle est rapide, la microstructure finale est martensitique α'' .

1.3.3 Microstructure des alliages de Ti-6Al-4V élaborés par le procédé de fabrication DMLS

Les paramètres de fabrication du procédé DMLS impliquent la fusion des particules de poudre d'alliage Ti-6Al-4V pour atteindre un état liquide puis une vitesse de refroidissement extrêmement rapide de cette zone avec des vitesses allant de 10^6 à 10^7 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Dans ces conditions, la microstructure obtenue est de type martensitique α'' [136]. La transition entre la phase $\beta \rightarrow \alpha''$ est régie par les relations de Burgers

mais la germination et la précipitation de la phase α'' à partir de la phase β est directement corrélée à l'espacement de lasage [137, 138, 139] et a lieu de manière aléatoire dans les grains de la phase β [140].

La phase martensitique α'' apparaît en plusieurs étapes est conduit à une hiérarchisation de cette dernière [136] (Figure 1.37).

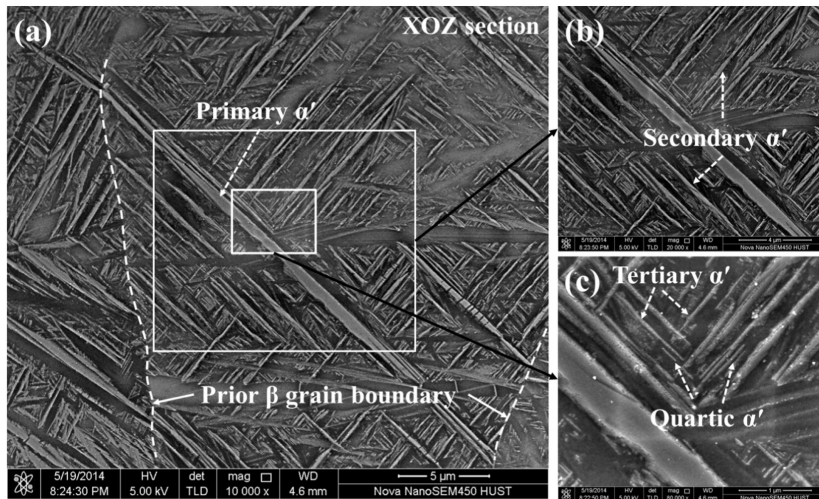


FIGURE 1.37 – Structure martensitique hiérarchisée de l’alliage Ti-6Al-4V élaboré par le procédé de fabrication DMLS [136] et (b) schéma explicatif de la structure hiérarchique [141].

La phase α'' peut-être primaire (α''_{prim}), secondaire (α''_{sec}), tertiaire (α''_{ter}) voir quaternaire (α''_{qua}), selon la taille des aiguilles formées. Les trois microscopies électronique à balayage montrent la taille des aiguilles de martensite primaire (30 μm) par rapport à celles de martensite secondaire (6 μm). Ces dernières sont aussi plus grandes que les ternaies (1 à 2 μm), plus grandes que les quaternaires (inférieur à 1 μm). L’origine de la hiérarchisation [141] est expliquée par la Figure 1.38.

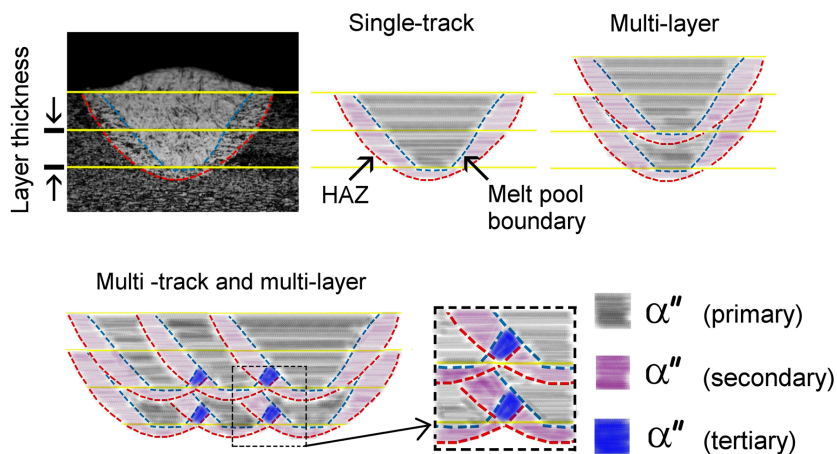


FIGURE 1.38 – Schéma explicatif de la hiérarchisation d’apparition de la martensite [141].

Lors du passage du laser, la matière touchée est divisée en deux zones spécifiques : la zone fondue et la zone thermiquement affectée (HAZ), zone dans laquelle l’alliage de Ti-6Al-4V ne passe pas à l’état liquide. Lorsque le bain liquide se solidifie, la phase martensitique primaire apparaît car la vitesse de refroidissement est très élevée. Au second passage du laser, la nouvelle zone thermiquement affectée se superpose à la précédente zone fondue. C’est dans cette zone de superposition de l’ancien bain liquide et de la nouvelle zone thermiquement affectée que la phase martensitique dite secondaire apparaît conduisant à une taille d’aiguille plus faible car la vitesse de refroidissement est rapide mais à moins haute

température. Dans le cas de superposition de zones affectées couplées à plusieurs passages de laser, le recouvrement des zones affectées est multiple et l'apparition de la martensite se réalise à chaque cycle, chacun ayant sa propre taille d'aiguilles α'' . La microstructure de solidification de l'alliage de Ti-6Al-4V par le procédé DMLS est observée (Figure 1.39) dans une section parallèle à l'axe de fabrication et dans une section perpendiculaire à l'axe de fabrication [142].

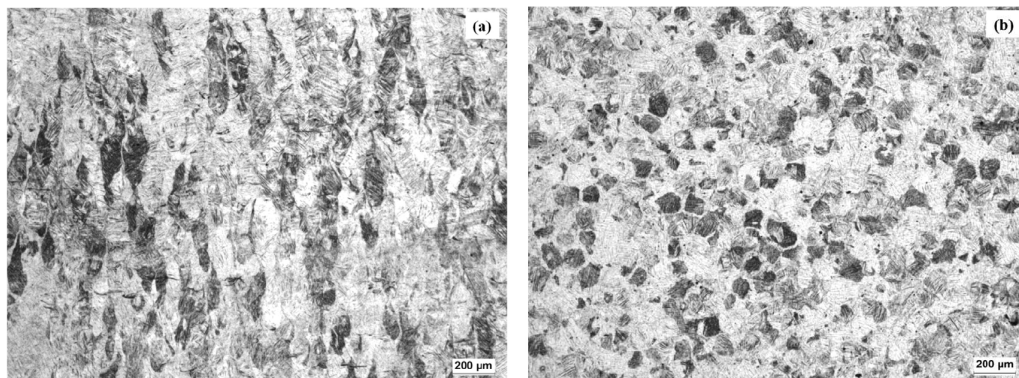


FIGURE 1.39 – Microstructure martensitique d'une section (a) parallèle et (b) perpendiculaire à l'axe de fabrication issue des grains β antérieures et equiaxes sur un alliage de titane Ti-6Al-4V eli [142].

Dans le plan longitudinal, la microstructure observée est colonnaire selon l'axe de fabrication. Il s'agit des grains de phase β formés à la solidification [143]. Dans la section perpendiculaire à l'axe de fabrication, les grains sont équiaxes issus de la phase β antérieure (Figure 1.39) [144, 142]. Dans les deux cas, l'observation des grains montre la présence d'aiguilles de martensite formés par la décomposition de la phase β lors du refroidissement. Quand un métal en fusion se solidifie suite au passage du laser, il va adopter la même orientation cristallographique que la structure sous-jacente (Figure 1.40).

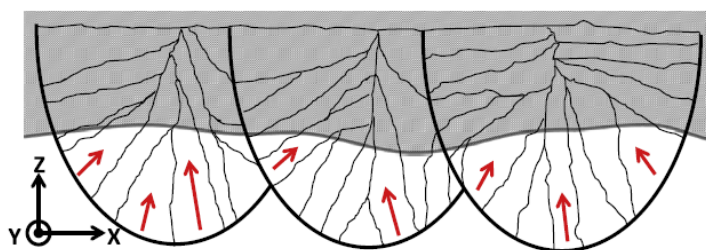


FIGURE 1.40 – Origine de la structure colonnaire due au phénomène d'épitaxie [145].

De ce fait, les grains de phase β formés s'agencent parallèlement les uns aux autres et la microstructure colonnaire a une hauteur bien supérieure à l'épaisseur de poudre lasée. C'est à partir de ces grains de phase β colonnaire, que la martensite α'' se forme. Ainsi, la microstructure finale est totalement martensitique mais conserve la macrostructure colonnaire antérieure de la phase β [136, 146, 147].

1.3.4 Post-traitements thermiques : optimisation de la structure après fabrication

Sur les pièces fabriqués par le procédé DMLS, de nombreux traitements thermiques peuvent être envisagés. Sur une pièce ayant une microstructure brute, c'est-à-dire qui n'a subi aucun traitement thermique post-fabrication (As-Built, AB), il est possible de réaliser (i) des traitements de détente (Stress Release, SR) afin de diminuer les contraintes internes liées au procédé de fabrication et (ii) des traitements thermiques modifiant la microstructure. Ces derniers peuvent être réalisés de part et d'autre de la température de transus β ($T_\beta = 995^\circ\text{C}$) qui correspond à la température théorique de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ dans l'alliage de titane Ti-6Al-4V. Selon la température choisie, des temps de maintien différents sont appliqués, généralement variant de une à deux heures. Le Tableau 1.4, synthétise les traitements thermiques

couramment réalisés sur des échantillons de Ti-6Al-4V et les microstructures associées.

Température (°C)	Temps (min)	Microstructure	Références
As-Built (AB)	-	martensitique aciculaire α'	[142, 148, 149]
Stress Relieving (SR) - 650	180	martensitique aciculaire α' + phase β par DRX	[142]
700	60	martensitique aciculaire α'	[149]
780	120	martensitique aciculaire α' + phase β	[150]
850	60	α/α' aciculaire + β	[142]
850	120	$\alpha+\beta$ lamellaire	[150]
900	120	$\alpha+\beta$ lamellaire	[149]
950	60	α/α' aciculaire + β	[142]
1050	60	$\alpha+\beta$ lamellaire	[142]
1050	120	$\alpha+\beta$ lamellaire	[148]
HIP - 900°C + 1000 bars	120	$\alpha+\beta$ lamellaire	[149]
HIP - 920°C + 1000 bars	120	majoritairement α + cluster de β	[148]

Tableau 1.4 – Tableau récapitulatif des différents traitements thermiques et des microstructures associées pour une vitesse de refroidissement de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

- La littérature s'accorde pour dire que les pièces brutes (sans traitement thermique) issues du procédé de fabrication DMLS ont une structure martensitique [142, 148, 149].
- La réalisation des premiers traitement de détente aux températures de 650°C, 700°C et 780°C montre que la structure martensitique aciculaire est toujours présente mais celle-ci commence à se modifier à très fine échelle. La phase β commence à apparaître sur des temps de traitement de détente important, notamment mis en évidence par des mesures de diffraction des rayons X.
- Les traitements thermiques à 850°C soulignent l'effet du temps de traitement. En effet, pour un temps de traitement d'une heure, la microstructure reste très proche de la microstructure post-fabrication avec la présence de la phase α'/α sous forme aciculaire et l'apparition de la phase β . Par contre, pour une durée de traitement de deux heures, la microstructure a complètement changé puisqu'elle est devenue ($\alpha + \beta$) lamellaire.
- Les traitements thermiques compris entre 900°C et 1050°C permettent l'obtention d'une microstructure biphasée ($\alpha + \beta$) si le temps de maintien à la température de revenu est de deux heures.
- Pour terminer, les microstructures obtenues par les traitements HIP à 900° [149] et 920° [148] sous 1000 bars de pression pendant deux heures montrent la même microstructure lamellaire $\alpha + \beta$. L'effet de la pression permet de résorber des micro-fissures ainsi que les porosités internes [151].

Enfin, une étude publiée par Zhang en 2018 [152] résume l'ensemble des traitements thermiques proposés dans la littérature dans le cas d'un refroidissement contrôlé en four sur une gamme de température s'étendant de 600°C à 1000°C. Dans un premier temps, il illustre l'effet de la température T_{β} sur la microstructure. Pour un revenu à 1000°C (Figure 1.41 (a)) la microstructure colonnaire a entièrement disparu alors qu'elle était encore présente pour un revenu à 950°C (Figure 1.41 (b)). Zhang explique plus finement le processus de décomposition de la phase martensitique en fonction des différents traitements thermiques. A partir de 400 °C la martensite commence à se décomposer [153]. La phase α germe aux

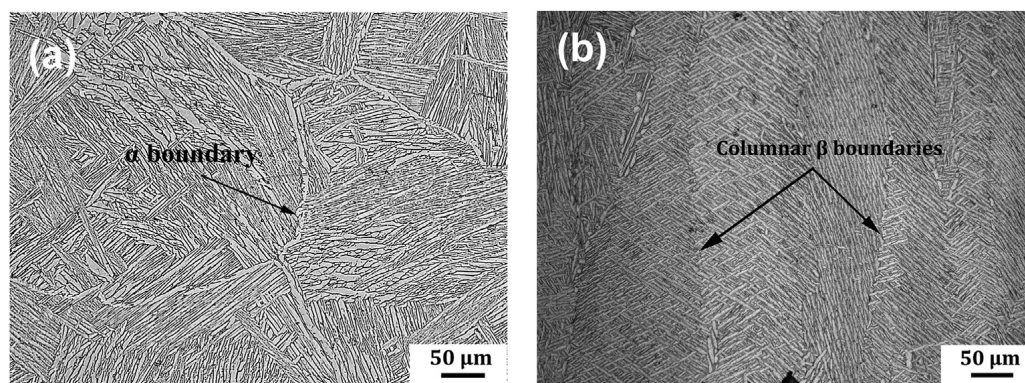


FIGURE 1.41 – Microstructures de l'alliage de Ti-6Al-4V obtenues pour un revenu de 2 heures (a) à 1000°C et (b) à 950°C.

jointes de grains de la phase α'' en poussant le vanadium vers les joints de grains de la phase α nouvellement apparue. Cette zone riche en vanadium (élément betagène) va donc favoriser l'apparition de la phase β entre les aiguilles de la phase α . À la suite d'un traitement thermique à 600°C, la phase α'' est partiellement décomposée mais les principales aiguilles de martensite restent visibles (Figure 1.42 (a) et (b)).

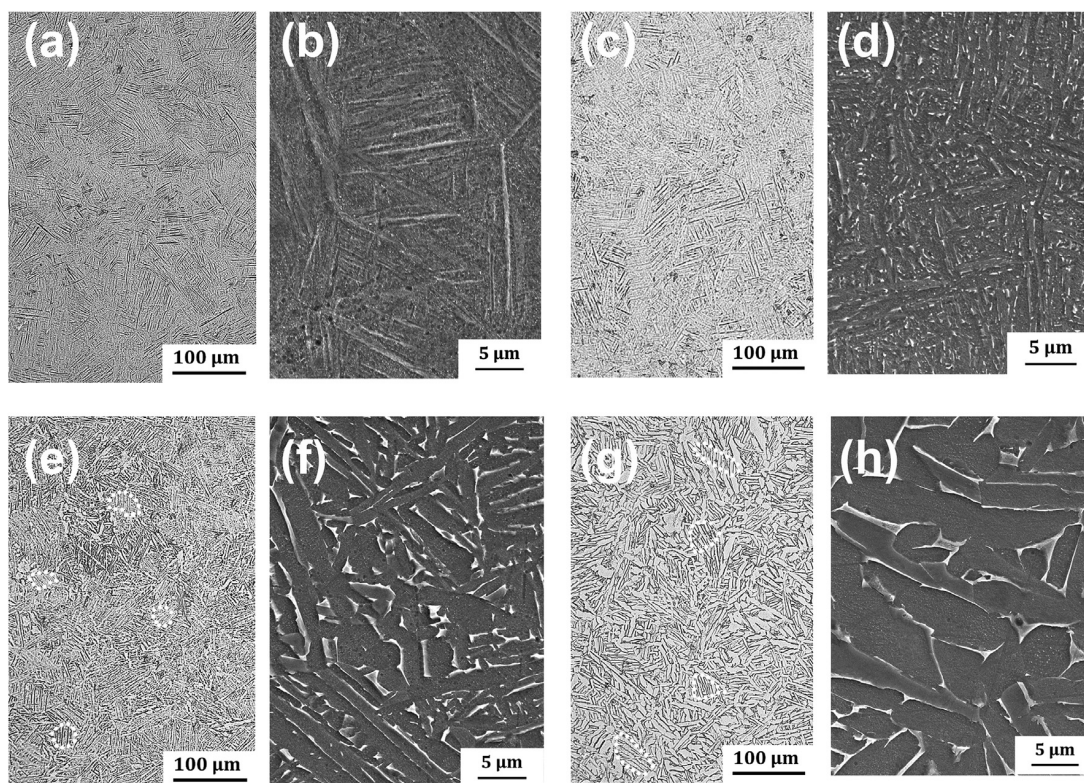


FIGURE 1.42 – Micrographies optique (a), (c), (e) et (g) et électronique (b), (d), (f) et (h) pour les traitements thermiques à 650°C (a) et (b), 730°C (c) et (d), 850°C (e) et (f) et 950°C (g) et (h) pendant deux heures [152].

A 730°C la martensite se décompose, cependant la température étant trop basse, pour un traitement thermique de deux heures, la structure aciculaire de la martensite α'' est toujours présente (Figure 1.42 (c) et (d)). Par conséquent, les phases α et β commencent à apparaître mais la structure α'' prédomine toujours. A partir de 850°C la structure ($\alpha + \beta$) croît lentement en conservant une morphologie lamellaire

issue de la phase α'' car la phase α croit à partir de la phase α'' initiale et la phase β à partir de la ségrégation du vanadium à l'extérieur de la phase α'' (Figure 1.42 (e) et (f)). Enfin à 950 °C, la microstructure ($\alpha + \beta$) est complètement apparue comme le montre la Figure 1.42 (f) et (g). Pour terminer, à 850 °C et 950 °C des colonies de grains α commencent à apparaître (cerclé en pointillé blanc), influençant grandement la ductilité du Ti-6Al-4V [154].

1.4 Propriétés mécaniques de l'alliage Ti-6Al-4V obtenues par le procédé de fabrication DMLS

Le présent paragraphe a pour objectif de décrire les propriétés mécaniques en traction, dureté et fatigue d'échantillons de Ti-6Al-4V fabriqués par le procédé DMLS. Ces caractéristiques mécaniques sont évaluées essentiellement en fonction des paramètres décrits précédemment, à savoir la rugosité, les porosités et la microstructure. Un autre paramètre lié à l'impression vient s'ajouter à la discussion à savoir l'orientation de fabrication des pièces sur leur support.

1.4.1 Propriétés mécaniques en traction

1.4.1.1 Effet des traitements thermiques

Le Tableau 1.5 présente les variations de la limite d'élasticité à 0,2% de déformation ($Re^{0,2\%}$), de la limite à rupture (R_m), du module d'élasticité (E) et de l'allongement à rupture ($A\%$) issues de différentes références bibliographiques en fonction du traitement thermique réalisé.

Les tendances observées pour la limite d'élasticité et la limite à rupture sont identiques. Les traitements thermiques diminuent la résistance des échantillons et augmentent leur ductilité lorsque la température du traitement augmente. En effet, la limite d'élasticité est d'environ 1050 MPa pour les revenus inférieurs à 540°C, puis avoisine 950 MPa pour les revenus inférieurs à 850°C et enfin passe sous les 900 MPa pour les revenus à des températures supérieures à 950°C. La réalisation d'un traitement HIP permet cependant une augmentation de la limite d'élasticité, notamment grâce à la résorption des porosités liée à ce type de traitement thermique. Pour la limite à rupture, cette dernière est d'environ 1150 MPa pour des traitements thermiques inférieurs à 540°C, puis aux alentours de 1050 MPa pour des traitements thermiques inférieurs à 850°C et enfin inférieure à 950 MPa pour des traitements thermiques à des températures supérieures à 950°C. Comme pour la limite d'élasticité, la réalisation du traitement HIP permet l'augmentation de la limite à rupture.

L'effet sur l'allongement à rupture est plus difficile à évaluer. En effet, cette dernière propriété mécanique présente une grande variabilité. Pour les échantillons AB (bruts de fabrication), elle varie de 1,6 % à 8,1 %. Cependant, une tendance peut être observée à partir de 850°C. En dessous de cette température, l'allongement est toujours inférieur à 8,1 % alors qu'il est supérieur à 10 % au dessus. Cette caractéristique est due à l'apparition de la phase β pour les traitements thermiques supérieurs à 850°C et connue pour sa ductilité accrue par rapport aux phases α'' et α . Enfin, pour le module d'élasticité, une augmentation très légère est constatée en fonction des traitements thermiques puisqu'il passe d'environ 110 GPa pour les échantillons bruts et à 114 GPa. Plus la température du revenu est importante, plus le module d'élasticité augmente. Mais le gain, faible, est aussi comparable à la dispersion de mesures. Le module d'élasticité est insensible aux traitements thermiques.

La Figure 1.43 présente les courbes de traction des pièces en Ti-6Al-4V en fonction de trois états thermiques AB, SR et HT (Haute température) [157].

Sur ce graphique, le régime élastique est confondu quel que soit l'état même si on décèle une légère

Condition	Re ^{0,2%} (MPa)	Rm (MPa)	A% (%)	E (GPa)	Référence
AB	1015 ± 10	1218 ± 2	5,9 ± 1,0	109 ± 4	[142]
AB	1008	1080	1,6	-	[155]
AB	990 ± 5	1095 ± 10	8,1 ± 0,3	110 ± 5	[120]
AB	1110 ± 9	1267 ± 5	7,28 ± 1,12	109,2 ± 3,1	[150]
SR	1040 ± 7	1101 ± 5	7,8 ± 0,7	111 ± 1	[142]
540°C	1118 ± 39	1223 ± 53	5,36 ± 2,02	112,6 ± 30,2	[156]
750°C	-	1062	3,7	-	[155]
800°C	962	1040	5	-	[155]
850°C	945 ± 6	1003 ± 4	8,1 ± 0,3	114 ± 1	[142]
950°C	860 ± 5	926 ± 3	10,5 ± 0,6	114 ± 2	[142]
1050°C	787 ± 4	869 ± 3	11,5 ± 1,0	114 ± 1	[142]
1050°C	912	1005	11,6	-	[155]
HIP (920°C - 1000 bars)	912	1005	8,3	-	[155]

Tableau 1.5 – Propriétés mécaniques en traction de pièces en Ti-6Al-4V en fonction des traitements thermiques. AB As-BUILT - sans traitement thermique, SR STRESS RELIEVING - traitement de détente, traitement de détente et HIP HOT ISOSTATIC PRESSING - compression isostatique à chaud.

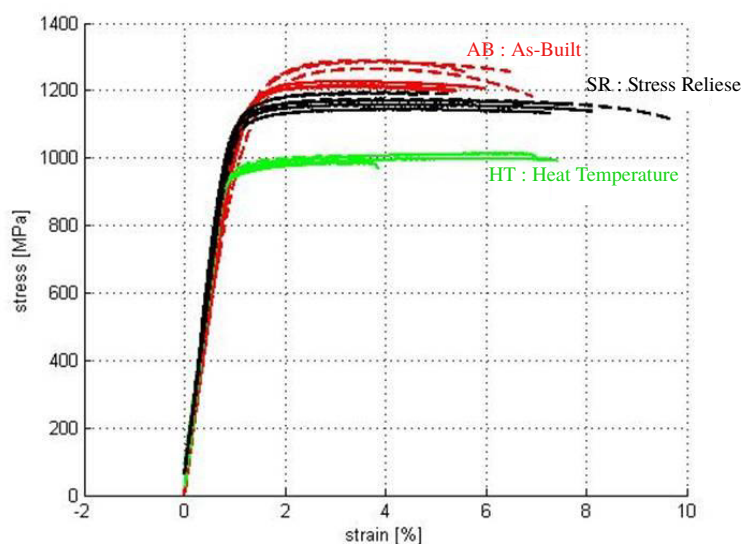


FIGURE 1.43 – Variation des propriétés mécaniques en traction d'échantillons en Ti-6Al-4V issue du procédé SLM en fonction des traitements thermiques. AB - As-Built, SR - Stress reliese (650°C, 4h) et traitement thermique Haute Température - HT (890°C, 2h) [157].

augmentation pour les traitements thermiques. La réalisation d'un traitement thermique haute température (HT) abaisse sensiblement la limite d'élasticité (1150 MPa à 980 MPa) ainsi que la limite maximale à rupture (1200 MPa à 1000 MPa) par rapport au traitement thermique SR de détente. La limite d'élasticité et la limite à rupture sont aussi plus faibles pour ce dernier traitement thermique par rapport à des échantillons bruts puisque les deux limites sont abaissées d'environ 100 MPa. La variabilité de l'effet des traitements thermiques sur l'allongement à rupture est de nouveau mise en évidence puisque l'allongement à rupture est plus important pour le traitement SR à 650°C que pour le traitement thermique HT à 850°C. Cependant, le temps du traitement thermique influe sur la microstructure et donc sur les propriétés mécaniques puisque le temps de traitement à 650°C est de quatre heures, contre deux heures pour le traitement à 850°C [158, 159, 120].

1.4.1.2 Effet de l'orientation

La Figure 1.44 montre l'orientation des grains colonnaire en fonction de l'orientation d'impression (représentée par la flèche).

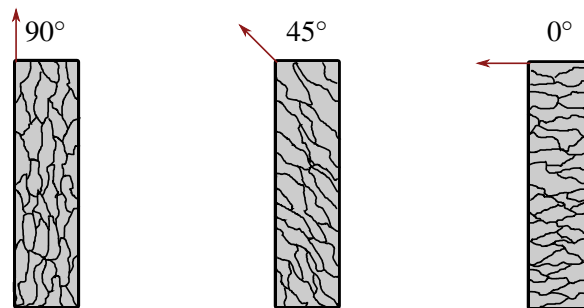


FIGURE 1.44 – Effet de l'axe de fabrication sur la microstructure.

Pour les trois situations, les grains colonnaires sont bien parallèles à l'axe de fabrication. Cependant, en projetant verticalement les schémas, la microstructure d'impression s'incline de l'angle de fabrication. Lors d'un essai de traction la microstructure va donc réagir différemment.

L'impact de l'orientation sur les propriétés mécaniques d'un alliage Cobalt-Chrome (MP1) [160] pour des orientations de fabrication 0°, 45° et 90° est présenté sur la Figure 1.45.

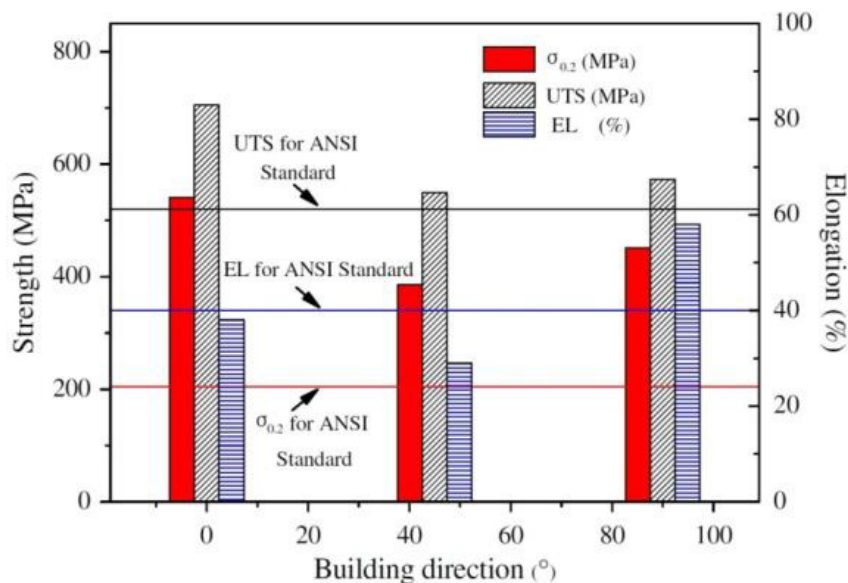


FIGURE 1.45 – Impact de l'orientation de fabrication sur un alliage cobalt-chrome [160].

Les limites d'élasticité et à rupture sont plus élevées à 0° (respectivement 500 MPa et 700 MPa) qu'à 90° (respectivement 450 MPa et 600 MPa), elles mêmes plus élevées qu'à 45° (respectivement 400 MPa et 550 MPa). L'allongement à rupture est plus important à 90° puis 0° et plus faible à 45° (respectivement 55 %, 38 % et 30 %). Cet effet de l'orientation sur les propriétés mécaniques est aussi mis en évidence sur l'alliage de Ti-6Al-4V [161] pour les orientations 0° (horizontale) et 90° (verticale) comme le montre la Figure 1.46 pour deux états thermiques, à savoir sans traitement (AF - As fabricated, correspondant au traitement AB- As-Built vu précédemment) et avec un traitement HIP. Pour l'état thermique AF, les limites d'élasticité et à rupture sont supérieures pour l'orientation 0°. Pour l'allongement à rupture, il est supérieur à 90° (7 %) par rapport à 0° (5 %), comme logiquement attendu. Après le traitement HIP, les tendances à 0° et 90° sont identiques pour la limite d'élasticité, la limite à rupture et l'allongement à rupture [162, 115, 163, 164, 157, 165]. Le traitement thermique a donc tendance à masquer les effets de l'orientation.

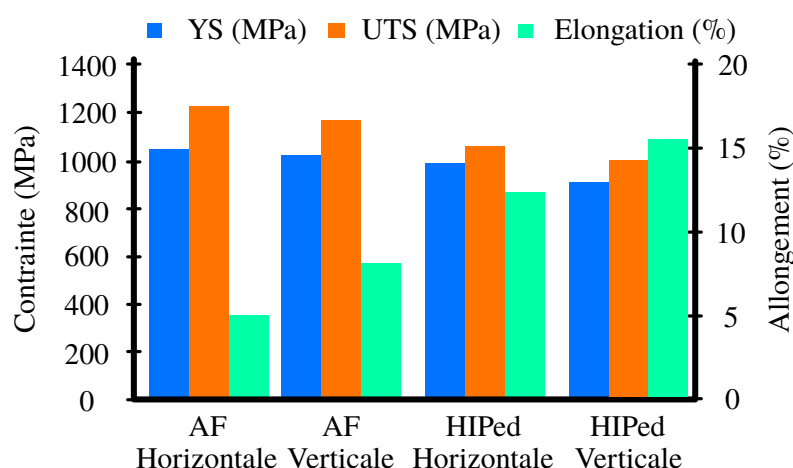


FIGURE 1.46 – Effet de l'orientation couplé à deux traitements thermiques (AB et HIP) sur un alliage de Ti-6Al-4V élaboré par le procédé SLM [161].

1.4.1.3 Effet de la rugosité

La rugosité de surface a un effet sur la tenue mécanique des pièces lors d'essais de traction [166]. Palanivel montre l'impact du polissage sur des pièces en alliage de Ti-6Al-4V. En comparant un échantillon de rugosité de surface égale à 35 μm avec un échantillon ayant subi un polissage, l'auteur constate que la limite d'élasticité et l'allongement à rupture augmentent passant respectivement de 896 à 978 MPa et 6,24 à 9,12 % sur des éprouvettes polies. La Figure 1.47 illustre les résultats de l'étude.

Les échantillons préalablement polis (courbes noire et rouge) ont une meilleure limite d'élasticité, limite à rupture (environ 200 MPa) et allongement à rupture (environ 3 %). Cela s'explique par la réduction d'amorces de fissures liée à la diminution de la rugosité induite par le polissage. Mais les propriétés mécaniques sont aussi sensibles à la méthode utilisée lors du polissage. En effet, en cas de grenailage, un effet d'érouissage vient s'ajouter (cf paragraphe 1.4.2).

1.4.1.4 Bilan sur les propriétés mécaniques en traction

Les propriétés mécaniques en traction d'un alliage de Ti-6Al-4V issu d'un procédé de fusion sur lit de poudre DMLS ou SLM varient en fonction de plusieurs éléments :

- l'état microstructural de la matière dépendant des traitements thermiques réalisés,
- l'orientation d'impression des échantillons,
- la rugosité de surface des pièces fabriquées.

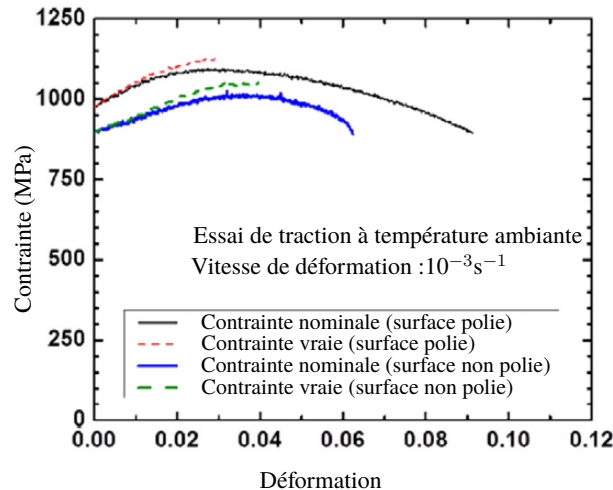


FIGURE 1.47 – Effet de la rugosité sur le comportement en traction d'échantillon en Ti-6Al-4V élaboré par le procédé DMLS [166].

Trois phases microstructurales sont généralement répertoriées.

- La phase martensitique α'' qui possède une très forte résistance mécanique et une faible ductilité. Cette phase se retrouve dans les échantillons qui n'ont pas subi de revenu, ou alors des revenus à basse température (inférieurs à 800°C) sur des temps de traitement allant jusqu'à deux heures.
- Le domaine biphasé ($\alpha + \beta$) qui possède des propriétés mécaniques de résistance plus faible que la phase α'' mais qui est plus ductile et plus stable. Ces propriétés s'obtiennent pour des traitements thermiques supérieurs à 950°C pendant deux heures.
- Le cas intermédiaire à savoir une microstructure duale $\alpha/\alpha'' + \beta$ possédant des propriétés intermédiaires aux deux états explicités précédemment.

L'effet de l'orientation des échantillons montre que les limites d'élasticité et à rupture sont plus importantes à 0° qu'à 90° . L'inverse se produit pour l'allongement à rupture. La réalisation de traitement thermique HIP ne permet pas de s'affranchir, malgré la remise en solution complète de la microstructure, de l'effet de l'orientation. Enfin, la rugosité de surface est un paramètre qui influe sur la tenue mécanique des pièces. Plus la surface d'un échantillon est rugueuse, plus la résistance mécanique de ce dernier est faible.

1.4.2 Propriétés mécaniques en dureté HV

Comme le paragraphe 1.4.1 l'a exposé, les traitements thermiques modifient les propriétés mécaniques en traction. Il en est de même pour la dureté des matériaux. La Figure 1.48 [167] expose l'évolution de la dureté Vickers en fonction de la température du traitement thermique sur un alliage de Ti-6Al-4V élaboré par fusion sur lit de poudre SLM.

Plusieurs températures de revenus sont testées entre 700°C et 950°C avec deux méthodes de refroidissement par trempé à l'air et en four. Ainsi, le lien entre la dureté et la microstructure du Ti-6Al-4V est exposé :

- Pour des températures de traitement inférieures à 800°C la microstructure des échantillons obtenue est de type $\alpha''/\alpha + \beta$.
- Dans le cas du refroidissement à l'air, la dureté augmente quand la température de traitement augmente et passe de 335 HV à 350 HV.

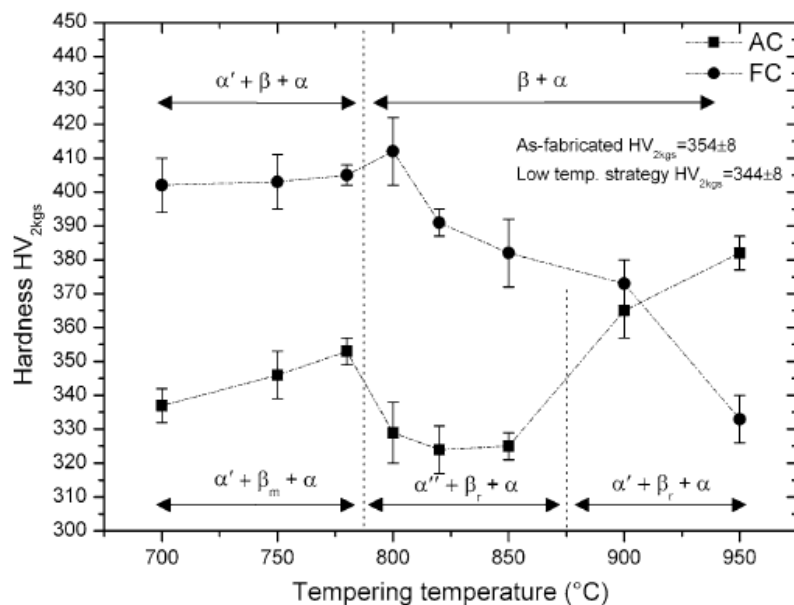


FIGURE 1.48 – Graphique représentant l'évolution de la dureté HV en fonction de la microstructure et des températures de traitements thermiques [167] (AC : Air Cooling, FC : Furnace cooling).

- Pour les échantillons ayant subi un traitement à une température supérieure à 800°C et refroidis en four, la microstructure obtenue est biphasée ($\alpha + \beta$) et la dureté décroît de 410 HV pour le traitement à 800°C jusqu'à 340 HV pour le traitement à 950°C.
- Pour les échantillons refroidis à l'air, la microstructure est $\alpha'/\alpha + \beta$ pour des traitements thermiques compris entre 800°C et 875°C. La dureté est constante autour de 330 HV.
- Enfin, pour des températures de traitement supérieures à 875°C, les échantillons ont encore la même microstructure, et la dureté augmente à 380 HV. À la suite d'une température de traitement élevée, le refroidissement à l'air entraîne une augmentation très significative de la dureté.

Le Tableau 1.6 résume le lien entre la baisse de la dureté et la réalisation d'un traitement thermique à haute température [149].

Température de traitement	AB	700°C	900°C	HIP-900°C-1000 bars
Microdureté HV	360	351	324	321

Tableau 1.6 – Evolution de la micro-dureté Vickers réalisée sur des échantillons de Ti-6Al-4V élaborés par le procédé DMLS pour une moyenne de 100 mesures sous une charge de 100 g [149].

La micro-dureté Vickers chute progressivement de 360 HV, pour un traitement à 700°C, à 324 HV pour un traitement à 900°C. Ces analyses mettent aussi en évidence, qu'à température équivalente, le traitement thermique qu'il soit HIP ou non n'influe pas sur la dureté. Des observations plus fines permettent aussi de montrer une hétérogénéité de distribution de la dureté dans l'ensemble de la pièce. En effet, celle-ci est en générale plus élevée dans la partie supérieure des pièces car le haut des échantillons sont moins soumis à la dissipation de chaleur. La vitesse de refroidissement y est moins élevée et cela impacte la microstructure [166]. La dureté des échantillons d'alliage de Ti-6Al-4V en fabrication additive est aussi impactée par la réalisation d'un traitement de polissage à la surface des pièces. La réalisation d'un profil de dureté est effectué à la suite d'un polissage laser sur un échantillon de Ti-6Al-4V réalisé par fusion sur lit de poudre [168]. La Figure 1.49 expose le profil de dureté dans l'épaisseur de l'échantillon.

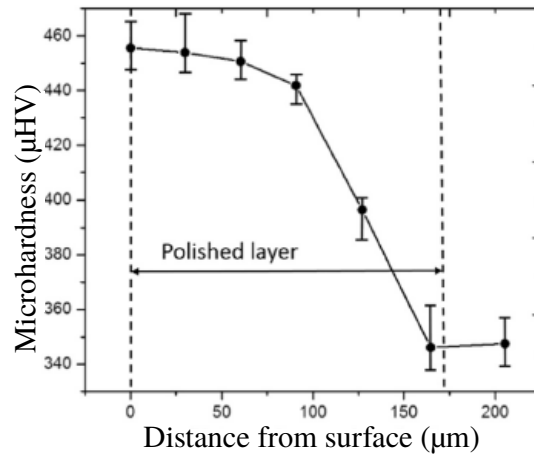


FIGURE 1.49 – Évolution de la dureté à partir de la surface d'un échantillon à la suite d'un polissage [168]

Pour une distance inférieure à 75 µm de la surface, la dureté est supérieure à 440 HV puis est de 400 HV à 125 µm de la surface avant d'atteindre 345 HV pour une distance supérieure à 150 µm, dureté commune pour le Ti-6Al-4V élaboré par un procédé de fusion sur lit de poudre. L'écrouissage dû au polissage se réalise donc sur une épaisseur de 125 µm.

1.4.3 Propriétés mécaniques en fatigue

Les essais de fatigue sont utilisés afin de pouvoir déterminer la tenue des échantillons sous sollicitations dynamiques. La tenue en fatigue des échantillons fabriqués par les procédés de fusion sur lit de poudre DMLS et SLM varie en fonction de plusieurs paramètres, notamment : la microstructure de l'échantillon, l'orientation de fabrication ainsi que la rugosité de surface.

La Figure 1.50 met en évidence ces différents comportements [169].

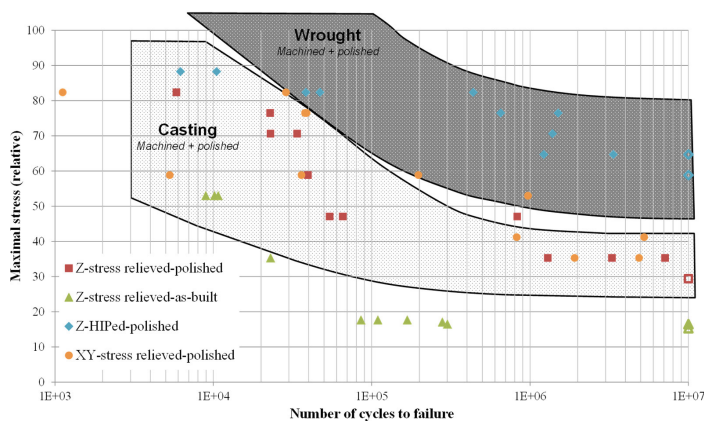


FIGURE 1.50 – Tenue mécanique d'échantillons en Ti-6Al-4V en fonction de leurs états de surface et orientation par rapport à des échantillons forgés (wrought) et issus de fonderie (casting) [169].

Dans un premier temps, la tenue en fatigue des échantillons est illustrée sur des échantillons issus de fonderie ou forgés (aire gris claire et gris foncée). La tenue mécanique d'échantillons obtenus par le procédé DMLS à 90° et 0°, avec et sans traitement thermique HIP et polissage est superposée. Il en ressort que les échantillons à 0° ont une meilleure tenue en fatigue que ceux élaborés à 90°. Les échantillons polis et ceux ayant subi un traitement thermique HIP sont aussi ceux ayant la meilleure tenue en fatigue.

1.4.3.1 Effet de la microstructure

La microstructure a un effet important sur la tenue en fatigue, comme pour les essais de dureté et de traction, les trois mêmes états microstructuraux sont comparés dans la littérature. Il ressort de la littérature que la limite d'endurance augmente avec la température du traitement thermique (et donc des changements de phases) [164, 170, 171]. Cette dernière varie de 210 MPa [172] pour des échantillons sans traitement thermique à 375 MPa avec un traitement HIP. La Figure 1.51 expose la tenue en fatigue d'échantillons en Ti-6Al-4V élaborés par le procédé SLM.

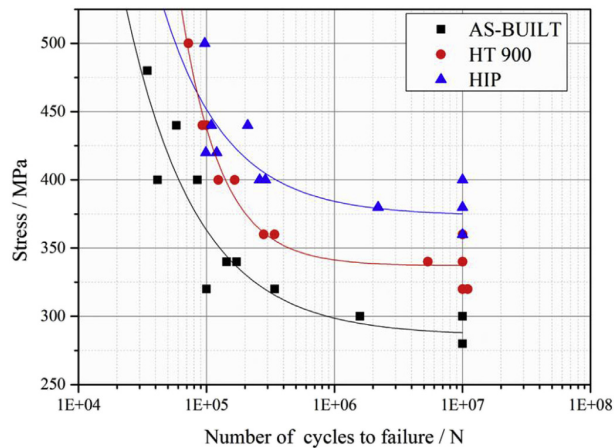


FIGURE 1.51 – Effet des traitements thermiques sur la tenue en fatigue d'échantillons bruts d'élaboration, après un traitement thermique de 900°C et après un traitement HIP [164].

L'augmentation de la limite d'endurance est très marquée puisqu'elle passe de 290 MPa à 330 MPa et enfin à 375 MPa pour, respectivement, aucun traitement, avec un traitement à 900°C et avec un traitement HIP [164].

1.4.3.2 Effet de la rugosité

La rugosité est un facteur très influent sur la tenue en fatigue d'échantillons fabriqués par fusion sur lit de poudre. Les études comparant des échantillons polis et/ou usinés avec une faible rugosité de surface ($\approx 1 \mu\text{m}$) à des échantillons non polis, avec une rugosité de surface (supérieure à $10 \mu\text{m}$) montrent que le nombre de cycles à rupture et la limite d'endurance sont nettement supérieurs pour les échantillons avec une faible rugosité de surface [173, 163, 170]. La Figure 1.52 expose les courbes de Wohlers pour des échantillons polis (a) et non polis (b) [174] ainsi que pour deux orientations de fabrication à 45° et 90°.

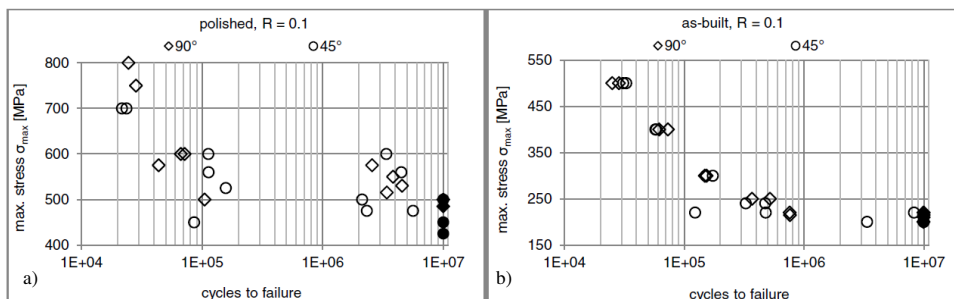


FIGURE 1.52 – Courbes de Wohlers sur des échantillons de Ti-6Al-4V fabriqués par fusion sur lit de poudre (a) avec polissage et (b) sans polissage [175].

Il ressort de ces deux graphiques que la limite d'endurance pour les échantillons polis est de 425 MPa contre 200 MPa pour les échantillons bruts de fabrication. En se focalisant sur l'effet de la rugosité couplée

aux deux orientations de fabrication, 90° et 45°, les mesures de fatigue sur les échantillons non polis sont identiques quelle que soit l'orientation de fabrication. Cependant, pour les échantillons polis, une dispersion des résultats entre les deux orientations est observée et la tenue en fatigue à iso-contrainte est plus importante pour les échantillons à 45°. La Figure 1.53 compare deux procédés de fusion sur lit de poudre, EBM et SLM, pour des échantillons usinés et non polis.

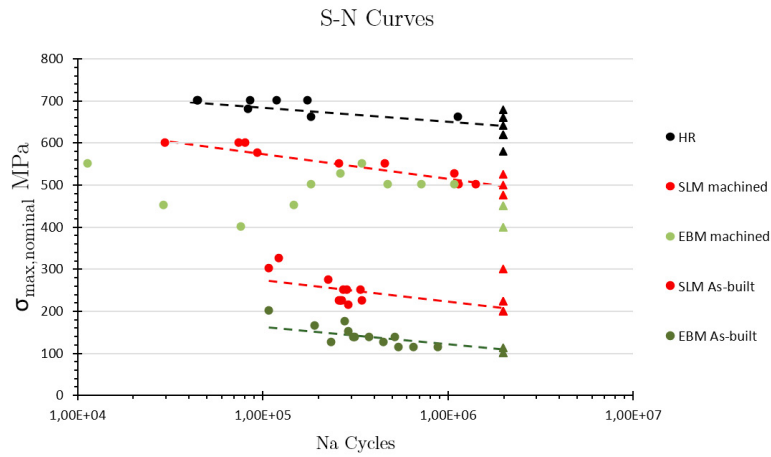


FIGURE 1.53 – Effet de la rugosité sur la tenue en fatigue d'échantillons fabriqués par les procédés SLM et EBM [176].

La limite d'endurance est comparée à des échantillons laminés à chaud [176]. Les procédés de fusion sur lit de poudre supportent une contrainte nominale inférieure aux échantillons élaborés par un procédé classique. Les échantillons fabriqués par EBM et SLM, les échantillons usinés ont une contrainte nominale plus importante que les échantillons non polis, respectivement de 350 MPa et 300 MPa après 300 000 cycles.

1.4.3.3 Effet de l'orientation

L'orientation est aussi un paramètre influent sur la tenue mécanique en fatigue. La Figure 1.54 présente l'impact de l'orientation sur des éprouvettes à 0° et 90° lors d'essais de fatigue à 600 et 700 MPa pour les échantillons en Ti-6Al-4V élaborés par fusion sur lit de poudre.

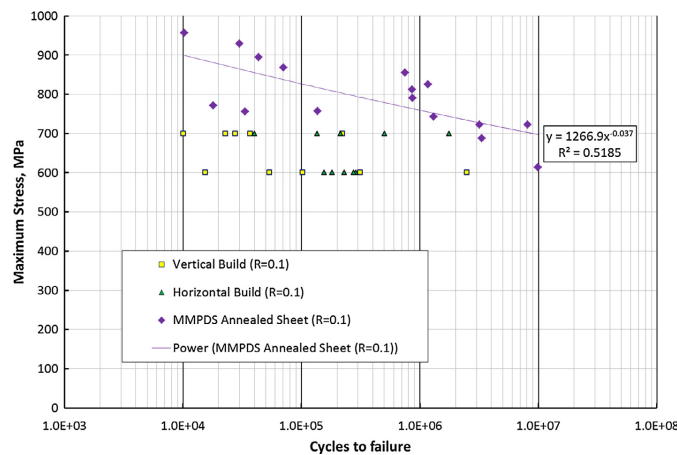


FIGURE 1.54 – Effet de l'orientation de fabrication sur la tenue en fatigue d'échantillons fabriqués horizontalement et verticalement puis usinés [174].

Il en ressort que le nombre de cycles à rupture des éprouvettes est dix fois plus grand pour les éprouvettes à 0° (imprimées horizontalement) par rapport aux éprouvettes à 90° (imprimées verticalement), pour les deux contraintes testées [174, 177, 169, 157]. La raison de cette différence de tenue en fatigue est due aux porosités. En effet, lors de la fabrication, les porosités créées sont plutôt radiales et par conséquent leur géométrie est plus néfastes sur des éprouvettes fabriquées à 90° comme l'expose la Figure 1.55 [177].

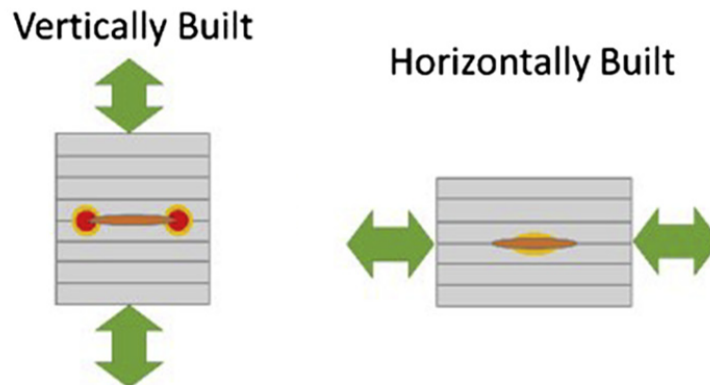


FIGURE 1.55 – Localisation d'un défaut dans un échantillon de fatigue et sollicitation de ce dernier lors d'essais mécaniques. [177].

Enfin, Agius [165] montre que les comportements de durcissement et d'adoucissement microstructuraux sont dépendants de l'orientation des échantillons. La Figure 1.56 montre qu'en fonction de l'orientation (horizontale - 0°, diagonale - 45° et verticale - 90°), des adoucissements et durcissements cycliques sont observables et il est à noter que le comportement peut varier pour deux échantillons pourtant réalisés dans des conditions identiques.

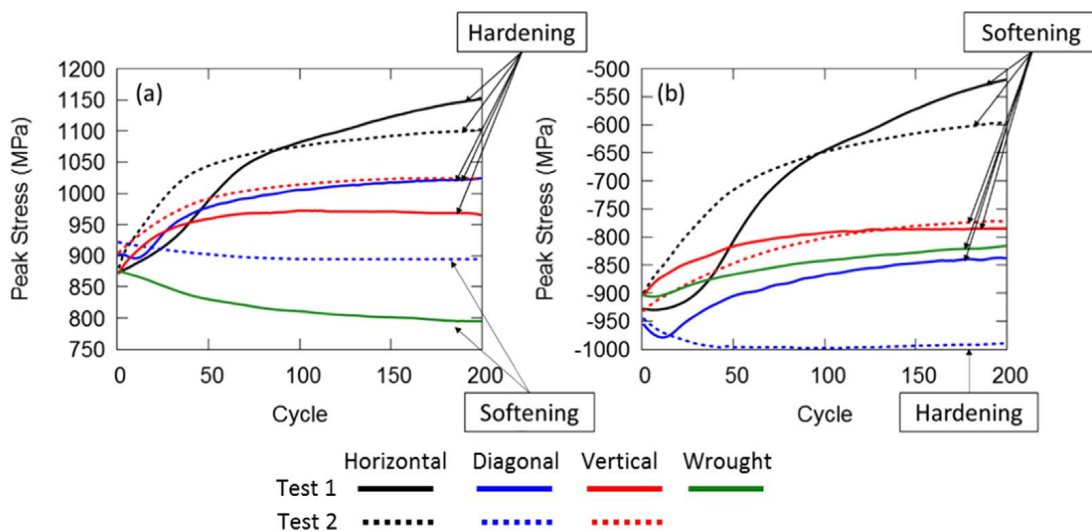


FIGURE 1.56 – Mise en avant des adoucissements et durcissements cycliques liés à l'orientation de fabrication [165].

1.5 Conclusion du premier chapitre

Ce premier chapitre a permis de situer le contexte socio-économique de la fabrication additive et notamment de la fabrication additive métallique. Les rapports de WOHLERS ASSOCIATE mettent en avant que la fabrication additive, et plus spécialement la fabrication additive métallique, est un secteur en constante croissance, notamment grâce à son grand nombre de procédés permettant l'impression d'un grand nombre de matériaux métalliques. La technologie utilisée dans le cadre de cette thèse est le procédé de fabrication DMLS (DIRECT METAL LASER SINTERING), qui est un procédé comparable au procédé SLM (SELECTIVE LASER MELTING), du fait qu'il est issu des procédés de fabrication sur lit de poudre, impliquant un faisceau laser afin d'entraîner la fusion complète des particules de poudre.

La fusion sur lit de poudre consiste à utiliser un faisceau laser (ou d'électrons dans le cas de la technologie EBM) afin de faire fondre la matière première sous forme de poudre pour fabriquer, par addition de couches, une pièce en trois dimensions.

Le procédé DMLS doit être appréhendé sur deux niveaux. Le premier est intrinsèque à la machine de fabrication au niveau de l'enceinte de fabrication, où un grand nombre de paramètres tels que la puissance du laser, la vitesse de balayage de ce dernier, l'atmosphère de l'enceinte et l'épaisseur des couches de poudre conditionnent la qualité des pièces imprimées. L'optimisation de ces paramètres permet notamment de minimiser la formation de porosités dans les pièces élaborées, notamment par l'ajustement du couple {puissance du laser - vitesse de balayage}, couplée à une épaisseur de couche de poudre la plus minime possible.

Le second niveau est extrinsèque à la machine de fabrication; l'utilisation de poudre à particules sphériques permet l'augmentation de la densité du lit de poudre, la réalisation de post-traitements de polissage permet de diminuer la rugosité de surface et ainsi améliorer les propriétés mécaniques, et enfin la réalisation de post-traitements thermiques assure la modification des microstructures mises en jeu et, dans le cas du traitement thermique dit HIP, de réduire les porosités présentes.

Beaucoup d'articles de la littérature traitent de l'effet de tel ou tel paramètre sur le procédé de fabrication par le suivi des propriétés mécaniques et/ou microstructurales. Cependant, le besoin d'un regard plus global afin de permettre des applications industrielles manque. Pour cela, l'utilisation des plans d'expériences est une technique de plus en plus utilisée [178, 179] afin de mieux comprendre l'effet d'un ensemble de paramètres sur des propriétés.

Chapitre 2

Matériau et techniques expérimentales

Sommaire

2.1	Introduction	52
2.2	Matériau et échantillons élaborés	52
2.2.1	Caractéristiques de la poudre d'alliage Ti-6Al-4V	52
2.2.2	Echantillons Ti-6Al-4V élaborés par fabrication additive	53
2.3	Élaboration des plateformes expérimentales au sein de la société INITIAL	54
2.3.1	Principe de fabrication des échantillons	54
2.3.2	Les machines de fabrication	55
2.3.3	Les post-traitements	56
2.4	Caractérisation de la poudre Ti-6Al-4V	57
2.4.1	Protocole expérimental	57
2.4.2	Post-traitement des images avec le logiciel IMAGEJ	58
2.4.3	Facteur de forme, modalité et distribution en taille	59
2.5	Caractérisation microstructurale	62
2.5.1	Préparation des échantillons massifs élaborés par fabrication additive	62
2.5.2	Microscopie optique	62
2.5.3	Microscopie électronique à balayage	63
2.5.4	Diffraction des rayons X	64
2.6	Caractérisation macrostructurale	66
2.6.1	Tomographie par rayons X	66
2.6.2	Rugosimétrie	67
2.7	Outils de caractérisation des propriétés mécaniques	68
2.7.1	Essais de traction	68
2.7.2	Essais de fatigue	70
2.7.3	Essais de dureté	71
2.8	Méthodologie du plan d'expériences	72
2.8.1	Construction du plan d'expériences	72
2.8.2	Descriptions des effets principaux et des interactions	76
2.8.3	Analyse de la variance	77
2.8.4	Utilisation du logiciel ELLISTAT	79
2.9	Conclusion du deuxième chapitre	81

2.1 Introduction

Ce chapitre présente le matériau et les techniques expérimentales utilisés dans le cadre de cette étude. La poudre d'alliage Ti-6Al-4V et les échantillons élaborés à partir de celle-ci par le procédé de fabrication DMLS sont présentés dans le paragraphe 2.2. La méthodologie utilisée pour la caractérisation de la poudre est détaillée dans le paragraphe 2.4. Les méthodologies expérimentales mises en œuvre pour caractériser les échantillons massifs de Ti-6Al-4V sont décrites dans le paragraphe 2.5. Un premier focus sur les préparations micrographiques des pièces pour les microscopies optique et électronique à balayage est réalisé. Le second point est orienté sur la caractérisation structurale du matériau par analyse en diffraction des rayons X. Les analyses macrostructurales non destructives utilisées pour la quantification des porosités et la détermination de la rugosité sont réalisées d'une part avec des essais de tomographie par rayons X et d'autre part avec des mesures de rugosité optique (paragraphe 2.6). Enfin, les échantillons élaborés par fabrication additive sont caractérisés mécaniquement à l'aide d'essais de traction, de fatigue et de dureté. Ces techniques sont présentées dans le paragraphe 2.7. La stratégie mise en place dans la thèse repose sur la réalisation d'un plan d'expériences dont l'objectif est d'extraire l'influence de certains paramètres industriels sur les propriétés mécaniques des échantillons élaborés. Le paragraphe 2.8 est dédié à la description de la théorie des plans d'expériences, de la méthodologie choisie et des critères d'analyse utilisés pour extraire les résultats. Le plan d'expériences est exploité par le logiciel d'analyse ELLISTAT, également présenté dans ce paragraphe.

2.2 Matériau et échantillons élaborés

2.2.1 Caractéristiques de la poudre d'alliage Ti-6Al-4V

Le matériau utilisé dans le cadre de la thèse est un alliage de titane de désignation Ti-6Al-4V. Il est fourni sous forme de poudre micrométrique par l'entreprise EOS. La délivrance des poudres à l'entreprise INITIAL, est accompagnée d'un certificat de conformité dont le Tableau 2.1 en présente les principales caractéristiques.

La première spécification porte sur la taille des particules mesurées par diffraction laser [180]. Les caractéristiques suivies sont les tailles des particules en μm à 10, 50 et 90 % de l'effectif cumulé croissant, notés D_{10} , D_{50} et D_{90} [181]. La valeur du critère D_{10} indique que le diamètre des particules à 10 % de l'effectif cumulé total doit être compris entre 23,5 et 27,4 μm . De même, à 50 % et 90 % de l'effectif cumulé total, le diamètre des particules doit être respectivement compris d'une part entre 34,5 et 38,4 μm et d'autre part, 48,5 et 51,4 μm . La seconde spécification concerne la composition chimique de la poudre de Ti-6Al-4V où chaque élément d'addition et chaque impureté est donnée en pourcentage massique (wt %). Les éléments d'addition d'aluminium et de vanadium sont dosés par spectroscopie plasma à couplage inductif (ICP) et les pourcentages massiques de ces deux éléments doivent être respectivement compris entre 5,50 et 6,50 wt% pour l'aluminium et 3,50 et 4,50 wt% pour le vanadium. La quantification maximale des impuretés est aussi réalisée. Elle doit être de 0,150 wt% pour l'oxygène, 0,040 wt% pour l'azote, 0,012 wt% pour l'hydrogène, 0,250 wt% pour le fer, 0,080 wt% pour le carbone et 0,005 wt% pour l'yttrium. L'ensemble des spécifications est résumé dans le Tableau 2.1. Il est important de préciser que les particules qui n'ont encore jamais été utilisées en fabrication sont stockées sous argon. Cependant, une fois la première utilisation faite lors d'un procédé de fabrication additive, les poudres sont stockées sous air et soumises à une prise d'oxygène.

Propriétés	Méthode d'analyse	Unité	Spécification
Taille des particules			
D ₁₀			23.5 - 27.4
D ₅₀	Diffraction laser selon [180]	µm	34.5 - 38.4
D ₉₀			48.5 - 51.4
Composition chimique			
Al	ICP	wt %	5.50 - 6.50
V	ICP	wt %	3.50 - 4.50
O	Fusion	wt %	<0.150
N	Fusion	wt %	<0.040
H	Fusion	wt %	<0.012
Fe	ICP	wt %	<0.250
C	Combustion	wt %	<0.080
Y	ICP	wt %	<0.005

Tableau 2.1 – Tableau récapitulatif des spécifications de la poudre de Ti-6Al-4V du fournisseur EOS.

2.2.2 Échantillons Ti-6Al-4V élaborés par fabrication additive

Dans le cadre de cette étude trois types d'échantillon ont été fabriqués par le partenaire industriel en utilisant le procédé DMLS. Le premier est une éprouvette de traction (Figure 2.1 (a)). Elle présente une zone utile de 63,29 mm de longueur pour une section de 5×5 mm². La géométrie de ces

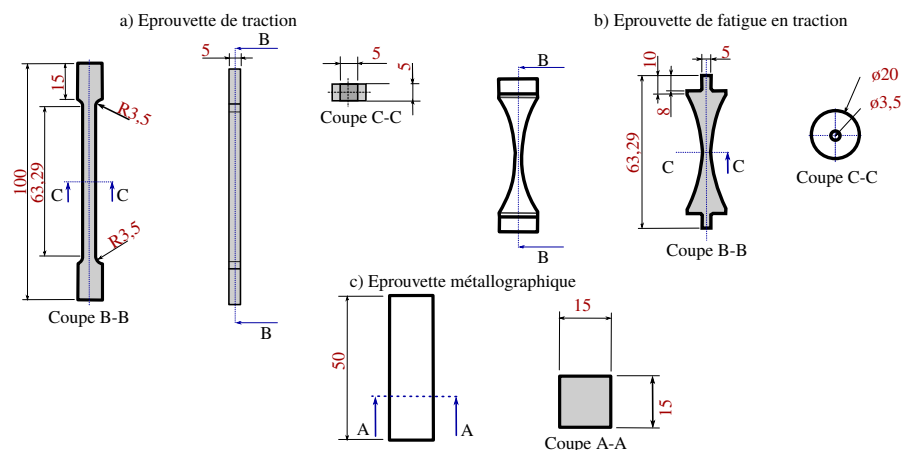


FIGURE 2.1 – Géométrie des différents échantillons de Ti-6Al-4V élaborés. (a) Eprouvette de traction uniaxiale, (b) éprouvette de fatigue et (c) bloc métallographique.

éprouvettes n'est pas normalisée par rapport à la norme ISO 6892-1 [182]. Le respect de cette norme aurait induit un dimensionnement des éprouvettes qui aurait impliqué un dépassement de la charge maximale du capteur de force de la machine de traction utilisée. Les essais de traction monotone sont utilisés pour l'obtention de données mécaniques en traction uniaxiale (E , $Re^{0,2\%}$, R_m et $A\%$). La seconde éprouvette est de forme toroïdale (destiné à des essais de fatigue (Figure 2.1 (b)). La surface de la section utile est

de 9,6 mm². Ces éprouvettes sont utilisées pour la caractérisation en fatigue uniaxiale (comportement, nombre de cycles à rupture). Cependant, bien que la forme des éprouvettes toroïdales soient explicitées dans la norme ISO 1099, une géométrie spécifique n'est pas donnée. Sa forme toroïdale permet de mieux comprendre le comportement d'un « élément planaire de matériau à la section transversale minimale » [183]. C'est-à-dire, que le comportement en fatigue est évalué sur la section plane à l'endroit où cette dernière est la plus petite. Enfin, des blocs métallographiques parallélépipédiques (Figure 2.1 (c)) de section 15×15 mm² et de hauteur 50 mm sont élaborés pour caractériser les microstructures et les duretés associées aux différents traitements thermiques de l'alliage Ti-6Al-4V.

2.3 Élaboration des plateformes expérimentales au sein de la société INITIAL

2.3.1 Principe de fabrication des échantillons

La Figure 2.2 expose le principe général de la fabrication, par le procédé DMLS, d'échantillons au sein de l'entreprise INITIAL.

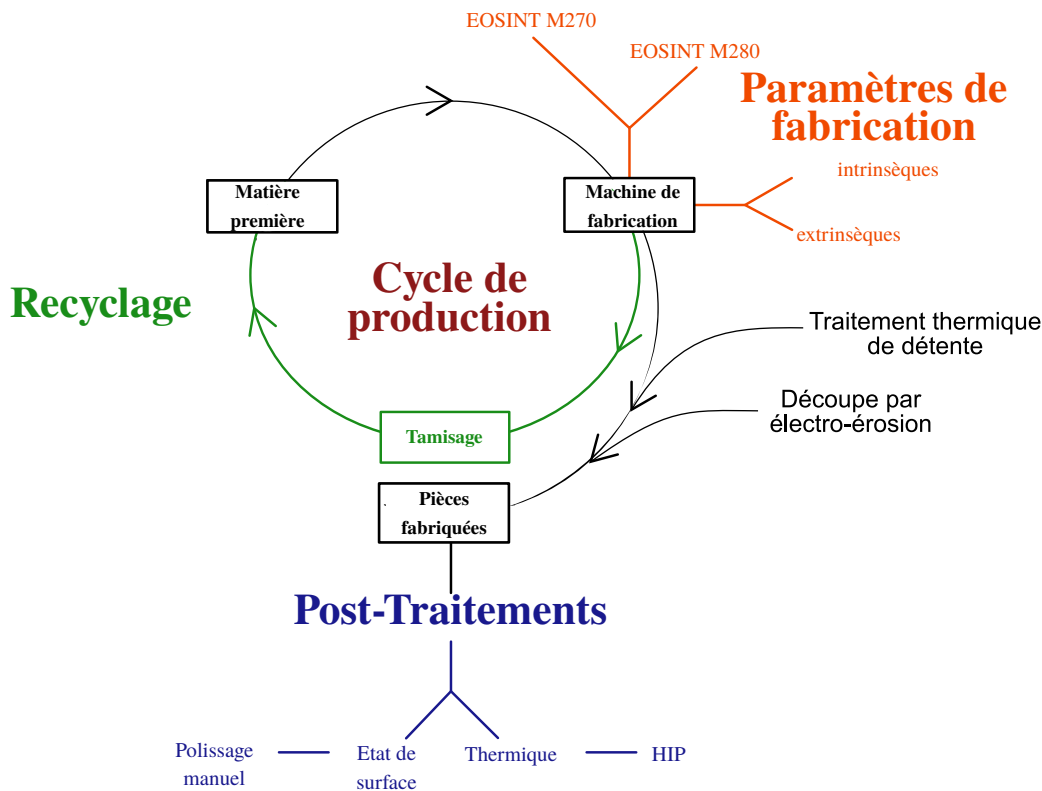


FIGURE 2.2 – Schéma du cycle de production des pièces par le procédé DMLS au sein de l'entreprise Initial.

La matière première (de la poudre de Ti-6Al-4V), neuve ou recyclée, est insérée dans une machine de fabrication. L'entreprise dispose pour cette étude de deux machines EOSINT nommées M270 et M280. La fabrication des pièces par le procédé de fabrication DMLS est régie par deux catégories de paramètres, les paramètres intrinsèques et les paramètres extrinsèques. Les paramètres intrinsèques de fabrication sont la puissance et la vitesse de balayage du laser ainsi que la stratégie de lasage. Ces paramètres de fabrication sont déterminés par les programmes de fabrication vendus par l'entreprise EOS à INITIAL lors de l'achat

d'une machine de fabrication. Ils sont automatiquement ajustés en fonction des épaisseurs lasées. Le premier paramètre extrinsèque de fabrication est l'épaisseur des couches d'impression, à savoir 30 μm ou 60 μm . Les paramètres liés à ces deux épaisseurs (voir paragraphe 1.2.3) ont été optimisés afin de réduire les défauts des pièces. Le second paramètre extrinsèque de fabrication est l'orientation des pièces imprimées à savoir 0°, 45° ou 90°. A l'issue de l'impression, les pièces présentes dans l'enceinte de fabrication sont nettoyées de la poudre non fondue (Figure 2.3 (a)).

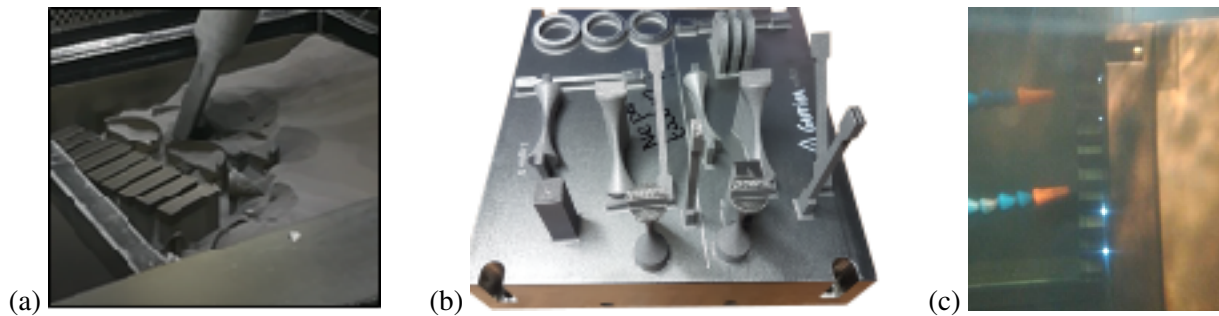


FIGURE 2.3 – (a) Retrait de la poudre en excès, (b) plateforme de fabrication extraite de la machine avec les pièces fabriquées et (c) découpe fil par électro-érosion pour désolidariser les pièces de la plateforme de fabrication.

La poudre retirée est alors tamisée à un maillage de 63 μm pour éliminer les scories, particules frittées et agglomérées. La poudre est ensuite réutilisée en tant que matière première dans une nouvelle production avec un nombre de recyclages incrémenté de un. La plateforme de production est ensuite extraite de l'enceinte de fabrication (Figure 2.3 (b)). Celle-ci est envoyée en sous-traitance au sein de l'entreprise BODYCOTE pour la réalisation d'un traitement de détente à 730°C pendant deux heures avant la séparation des échantillons de la plateforme, permettant la relaxation des contraintes résiduelles liées au procédé de fabrication. Ainsi, l'éventuelle détérioration des pièces fabriquées par la relaxation soudaine de contraintes résiduelles lors de la découpe, pouvant irrémédiablement endommager les pièces, est évitée. La dernière étape de production est la séparation des pièces de leur plateforme de fabrication (Figure 2.3 (c)). Les pièces sont immergées verticalement dans de l'eau puis un fil de découpe dans lequel circule un courant électrique vient séparer les échantillons de leur plateforme. La zone en cours de séparation est visible sur la photo par la présence des étincelles liées à l'interaction entre le fil électrique et la pièce. Une fois les pièces désolidarisées de leur plateforme, deux post-traitements sont éventuellement réalisables. Le premier est un post-traitement thermique HIP (*Hot Isostatic Pressuring*) permettant une optimisation de la microstructure par transformation de phases et une résorption des porosités. Le second est un post-traitement de polissage permettant de réduire la rugosité de surface des pièces fabriquées.

2.3.2 Les machines de fabrication

Dans le cadre des différentes fabrications réalisées dans le cadre de cette étude, deux machines de fabrication de la gamme EOSINT ont été utilisées. Tout d'abord la machine M280 utilisée pour la fabrication de pièces en titane Ti-6Al-4V peut travailler à deux puissances lasers. À la puissance laser de 200 W est associé un programme de fabrication nommé PERFORMANCE pour fabriquer des pièces avec des couches d'impression de 30 μm . À la puissance laser de 400 W le programme de fabrication associé à nos études est nommé SPEED. Il est utilisé pour une épaisseur d'impression de 60 μm . Puis la machine M270 possède une seule puissance laser de 200 W associée à un programme de fabrication PERFORMANCE. Comme pour la M280, ce programme est utilisé pour une épaisseur de couche de 30 μm . Il s'agit des épaisseurs les mieux maîtrisées pour minimiser la rugosité de surface (programme PERFORMANCE) ou augmenter la rapidité de fabrication (programme SPEED) au détriment de la rugosité de surface. Le Tableau 2.2 donne les trois programmes de fabrication associés aux puissances lasers, épaisseurs de couches imprimées et machines de fabrications.

Machine	Puissance Laser	Programme d'impression	Épaisseur de couche
EOSINT M 270	200 W	Performance	30 μm
EOSINT M 280	400 W	Performance	30 μm
EOSINT M 280	400 W	Speed	60 μm

Tableau 2.2 – Tableau récapitulatif des machines de fabrication associées aux différentes puissances lasers et épaisseurs des couches de poudres.

Derrière ces programmes de fabrication fournis par EOS, se cachent les paramètres intrinsèques de fabrication dont l'accès n'est pas permis pour INITIAL. Bien que ces paramètres ne soient pas accessibles, l'ajustement du couple {puissance laser - vitesse de balayage} ainsi que la stratégie de lasage est optimisée par l'entreprise EOS.

2.3.3 Les post-traitements

2.3.3.1 Les traitements thermiques

Dans le cadre des essais menés dans cette étude, quatre états thermiques différents sur les échantillons sont évalués. Le Tableau 2.3 récapitule les quatre états microstructuraux étudiés.

Nom	Acronyme	Plateforme	Conditions
Sans traitement / Brut d'élaboration	AB	×	×
Traitement de détente 1	SR ₁	Pièces sur les PF de de fabrication pendant le traitement	730 °C, 2 heures
Traitement de détente 2	SR ₂	Pièces séparées des PF avant le traitement thermique	730 °C, 2 heures
Hot Isostatic Pressure	SR ₁ + HIP	(SR ₁ +) traitement HIP après la découpe des pièces	920 °C 2 h , 1000 bars

Tableau 2.3 – Tableau récapitulatif des différents états microstructuraux étudiés sur les pièces élaborées en Ti-6Al-4V. PF : Plateforme, AB : As-Built, SR : Stress Relieving, HIP : Hot Isostatic Pressuring.

Le premier est l'état brut d'élaboration nommé AB, pour *As-Built*. Le second état microstructural nommé SR₁, pour *Stress-Relieving*, correspond à l'état microstructural après un traitement de détente à 730°C pendant deux heures. Ce traitement thermique est réalisé sur les échantillons avant leur séparation de la plateforme de fabrication. Une variante de ce traitement thermique, nommé SR₂, est étudié lorsque ce dernier est réalisé après la séparation des échantillons de leur plateforme de fabrication. Le troisième traitement thermique étudié est un traitement HIP qui consiste en un maintien des pièces à 920 °C pendant 2 heures sous une pression de 1000 bars. Préalablement à ce traitement HIP, le traitement SR₁ est toujours appliqué.

2.3.3.2 Le polissage manuel

Après la séparation des échantillons de la plateforme de fabrication, les éventuels supports de fabrication sont ôtés manuellement à l'aide de la gamme d'outils JOKE. Cette même gamme d'outils est utilisée pour la réalisation du polissage manuel des échantillons.

2.4 Caractérisation de la poudre Ti-6Al-4V

2.4.1 Protocole expérimental

L'objectif de ce paragraphe est de se doter d'un protocole expérimental pour la caractérisation morphologique des poudres utilisées. Pour la réalisation des différentes éprouvettes, des lots de poudre différents sont utilisés. La caractérisation morphologique des particules de poudre est alors nécessaire pour corrélérer d'éventuels écarts de comportement en tenue mécanique des pièces à une éventuelle variation de la morphologie des poudres ou de leur composition. Il s'agit d'ailleurs d'un paramètre de fabrication qui est particulièrement suivi dans cette étude (voir paragraphe 2.8). Les paramètres suivis sont la distribution en taille des particules (D_{10} , D_{50} et D_{90}), la forme des particules (circularité) et la bi-modalité d'un lot de poudre. Le suivi morphologique est réalisé à partir de l'acquisition d'images en microscopie électronique à balayage montrant une population statistique de particules. Ces dernières sont dispersées sur un scotch conducteur en les répartissant au mieux pour obtenir une répartition homogène des particules sur le scotch (Figure 2.4 (a)) tout en évitant les amas de particules (Figure 2.4 (b)) qui vont gêner l'exploitation par analyse d'images.

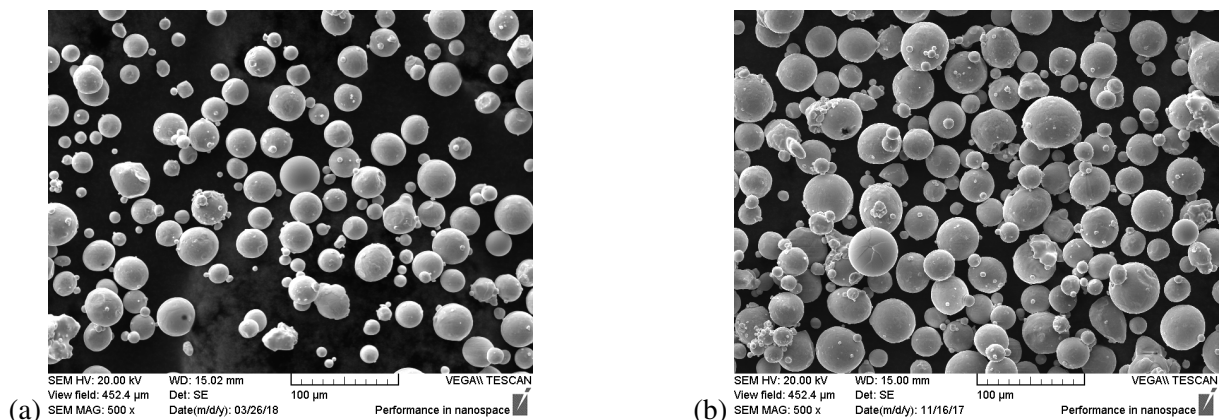


FIGURE 2.4 – (a) Image MEB montrant une distribution uniforme et plane des particules et (b) une image MEB montrant une distribution non uniforme avec un fort recouvrement des particules.

Pour obtenir des informations topologiques, les images sont réalisées en mode électrons secondaires. Trois types d'images sont réalisées pour les besoins de l'étude :

1. Un faible grossissement ($\times 150$) (Figure 2.5 (a)) est utilisé pour interpréter la distribution des particules de poudre sur le scotch.
2. Un grossissement intermédiaire ($\times 500$) (Figure 2.5 (b)) est utilisé en vu du post-traitement par analyse d'images. Ce grossissement permet un bon compromis entre le nombre de particules par image (moins de quatre-vingt) et la résolution spatiale des images qui est de $0,6 \mu\text{m}/\text{px}$. Quinze images sont réalisées à ce grossissement pour chaque lot de poudre afin d'obtenir une statistique sur environ mille particules.

3. Un fort grossissement (entre $\times 700$ et $\times 5500$) est réalisée afin d'accéder à des détails plus fins sur les particules tels que l'aspect de surface ou la présence de petits satellites (Figure 2.5 (c))

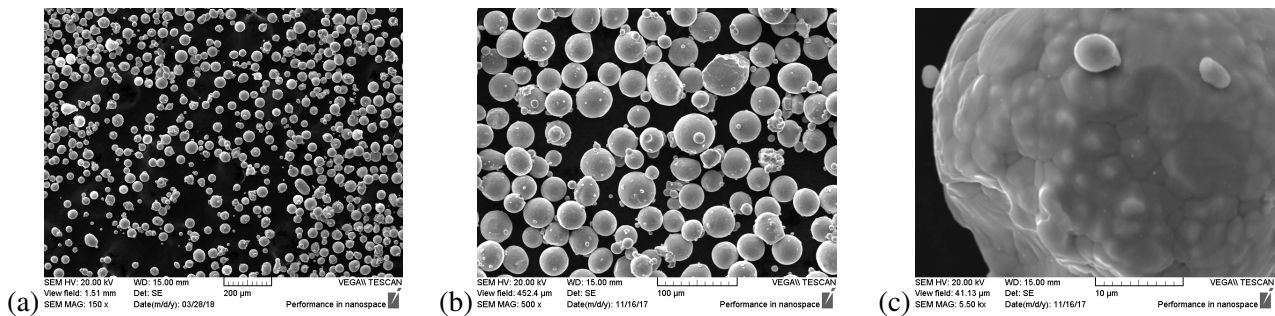


FIGURE 2.5 – Images MEB en électrons secondaires montrant des poudres de Ti-6Al-4V réalisées à (a) $\times 150$, (b) $\times 500$ et (c) $\times 5500$.

2.4.2 Post-traitement des images avec le logiciel IMAGEJ

Le logiciel d'analyse IMAGEJ est utilisé pour le post-traitement sur les images MEB des particules de poudre afin d'accéder à leurs paramètres morphologiques. Pour cela, il faut binariser l'image MEB en nuance de gris comme l'illustre le passage de la Figure 2.6 (a) et la Figure 2.6 (b).

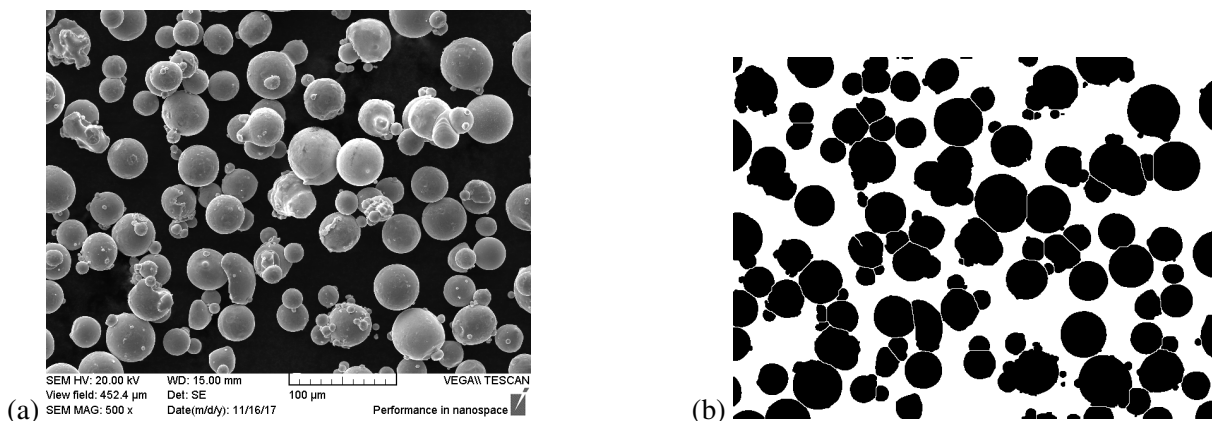


FIGURE 2.6 – Traitement initial de l'image : (a) image brute en nuance de gris et (b) image binarisée.

Cinq étapes sont nécessaires :

1. Il faut définir l'échelle des images qui constitue l'unité de travail et permet d'obtenir la résolution en μm des pixels à partir de l'échelle indiquée dans le cartouche (Figure 2.6 (a)). L'image est ensuite extraite de son cartouche (la résolution spatiale étant fixée) pour la réalisation des post-traitements numériques.
2. La brillance et le contraste de l'image sont ajustés afin d'isoler au mieux les particules du scotch conducteur et d'éliminer les artefacts liés au scotch.
3. L'image en nuances de gris (8 bits) est binarisée ; le premier niveau est en blanc (la valeur du pixel est 0) et le second niveau en noir (la valeur du pixel est 255).
4. Malgré les deux précédentes étapes, il est possible que certains points noirs (de la taille du pixel) originaire du scotch soient présents. Pour les enlever, une érosion et une dilatation sont appliqués aux images. Une précaution est à prendre ici car l'utilisation abusive de ces deux fonctions arrondissent les particules de poudre.

5. Enfin dans le cas d'un recouvrement de particule, elles sont séparées les unes aux autres par une fonction WATERSCHED.

Le post-traitement des images permet finalement d'extraire la circularité des particules de poudre par la détermination de l'aire et du périmètre de ces dernières. A partir de ces données, le calcul du diamètre des particules de poudre est possible. Les coordonnées de leur centre géométrique sont également obtenus afin d'effectuer des corrections de bord. Lors du post-traitement des images, un biais de mesure est présent. Les particules touchant le bord ne sont pas comptabilisées par le logiciel et les grosses particules sont statistiquement plus au bord de l'image (de part leur aire) que les petites. Afin d'éviter cette sous-représentation des grosses particules, il faut appliquer une méthode dite "de point associé" [184] où l'on ne sélectionne pour la mesure que les objets dont le centre géométrique fait partie d'une "région de garde" plus petite que l'aire de l'image de départ comme illustré sur la Figure 2.7.

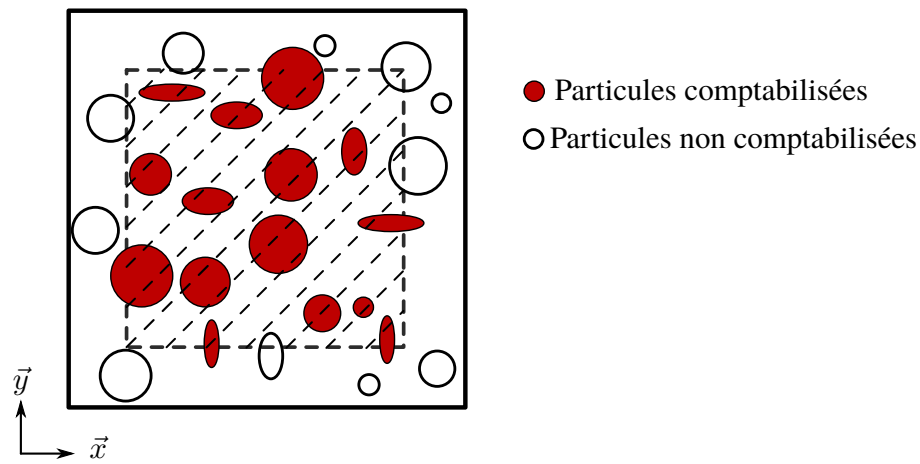


FIGURE 2.7 – Schéma de la "région de garde" appliquée sur les images de particules de poudre.

A titre d'exemple, si les plus grosses particules mesurées ont un diamètre d'environ 50 μm , alors, la taille totale de l'image analysée est celle de l'image acquise rétrécie sur les quatre bords d'une distance de 25 μm (un demi-diamètre). Les images acquises par microscopie électronique étant toutes de mêmes dimensions ($452,4 \times 338,7 \mu\text{m}^2$), l'aire finale mesurée de la "région de garde" est de $402,4 \times 288,7 \mu\text{m}^2$. Les coordonnées des objets recensés (X;Y) sont données en μm et le centre du repère se trouve en bas à gauche de l'image (Figure 2.7). Il est donc possible d'éliminer toutes les particules dont les coordonnées au centre n'appartiennent pas aux intervalles $X=[25 : 427,4] \mu\text{m}$ et $Y=[25 : 313,7] \mu\text{m}$.

2.4.3 Facteur de forme, modalité et distribution en taille

Afin de caractériser la morphologie des particules de poudre, le facteur de forme des particules, la modalité des poudres et la distribution en taille des particules sont évalués. Comme évoqué dans le chapitre 1, plusieurs facteurs de forme existent dans la littérature pour caractériser la sphéricité des particules de poudre. Celui utilisé dans le cadre de cette étude est la circularité régie par l'équation (2.1) avec A et P représentant respectivement l'aire et le périmètre projetée (en 2D) des particules. r_A et r_P sont les rayons des particules déterminés respectivement à partir de l'aire et le périmètre des particules.

$$FF = \left(\frac{4 \cdot A \cdot \pi}{P^2} \right) = \left(\frac{4 \cdot r_A^2 \cdot \pi^2}{4 \cdot r_P^2 \cdot \pi^2} \right) = \left(\frac{r_A^2}{r_P^2} \right) \quad (2.1)$$

Plus la valeur de ce facteur tend vers 1, plus la particule est sphérique. Plus la valeur tend vers 0, plus la particule est déformée. La Figure 2.8 (a) présente le cas d'une particule sphérique ayant un facteur de forme proche de 1 et la Figure 2.8 (b) présente le cas d'une particule non sphérique ayant un facteur de forme largement inférieur à 1.

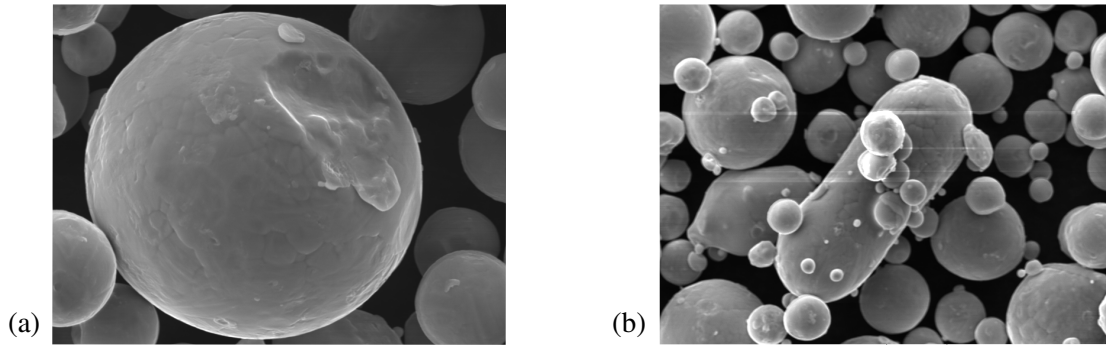


FIGURE 2.8 – Image MEB d’une particule de poudre Ti-6Al-4V (a) sphérique ($FF \approx 1$) et (b) de forme ellipsoïde ($FF \ll 1$).

Le deuxième critère suivi est la répartition des particules de poudre en fonction de leur diamètre. La Figure 2.9 montre la distribution en taille du diamètre des particules d’un lot de poudre utilisé dans le cadre de cette étude. Les diamètres des particules sont regroupés par classe de $5 \mu\text{m}$ et la fréquence d’apparition est normalisée par rapport au nombre total de particules mesurées.

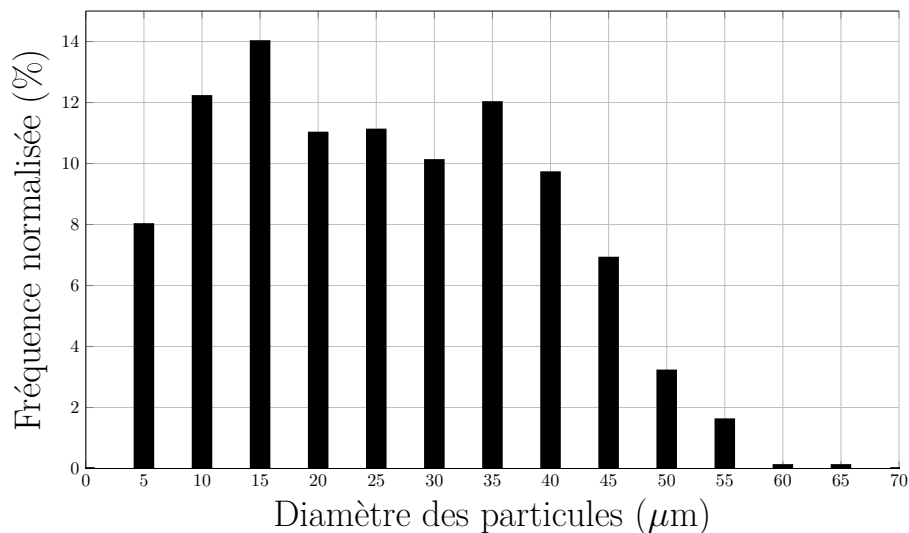


FIGURE 2.9 – Représentation graphique de la distribution en taille du diamètre des particules de poudre en fonction de leur fréquence d’apparition.

A partir de ce type de graphique, il est possible de détecter la présence d’une distribution bi-modale correspondant à une double population de particules centrée chacune sur deux diamètres bien différenciés (ici 15 et $35 \mu\text{m}$). La Figure 2.10 représente en complément de la Figure 2.9 la distribution lissée des particules obtenues par analyse d’images (courbe noire). La distribution en taille des particules étant bi-modale, la courbe $D(x)$ est représentée comme étant la somme de deux distributions gaussiennes représentant chacune l’une des modalités. Ainsi, il est possible de mettre en équation la courbe $D(x)$ comme étant la somme de ces deux distributions gaussiennes (équation 2.2). Le pic modal 1 (en rouge sur le graphique, premier terme de la somme), représente donc la distribution des particules du premier pic modal du lot de poudre. Le second pic modal (en bleu sur le graphique, second terme de la somme) représente la distribution des particules de plus grosses tailles. Ces deux pics modaux sont caractérisés par deux paramètres : μ_{PX}^2 et σ_{PX} (où X représente le pic modal 1 ou 2), μ le centrage de la distribution

gaussienne et σ l'écart-type associé.

$$D(x) = \underbrace{\frac{1}{\sigma_{P1}\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{x - \mu_{P1}^2}{2\sigma_{P1}^2}\right)}_{\text{Pic modal 1}} + \underbrace{\frac{1}{\sigma_{P2}\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{x - \mu_{P2}^2}{2\sigma_{P2}^2}\right)}_{\text{Pic modal 2}} \quad (2.2)$$

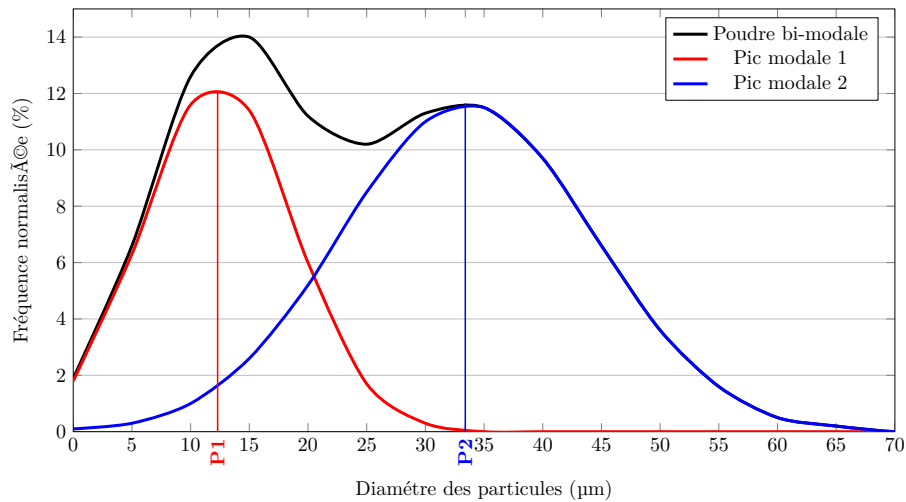


FIGURE 2.10 – Représentation graphique de la déconvolution de la distribution en taille des particules en deux sous-familles (pics modaux).

Enfin, la distribution en taille des particules est suivie d'un lot de poudre à l'autre par la réalisation de la courbe des effectifs cumulés croissants comme l'illustre la Figure 2.11. Grâce à cette courbe, les paramètres de distributions en taille D_{10} , D_{50} et D_{90} couramment utilisés sont suivis.

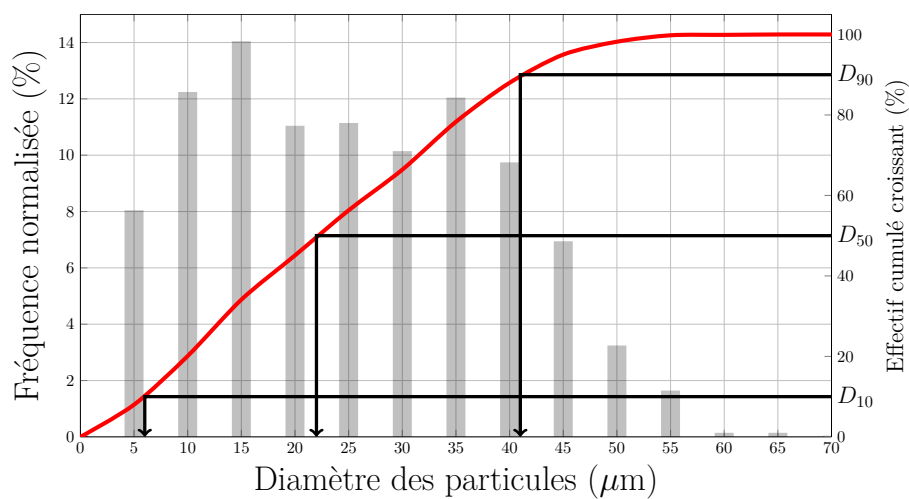


FIGURE 2.11 – Représentation graphique de l'effectif cumulé croissant (en rouge) pour la détermination des paramètres D_{10} , D_{50} et D_{90} .

2.5 Caractérisation microstructurale

L'observation de la microstructure des échantillons est indispensable pour obtenir une bonne compréhension des propriétés mécaniques. Pour réaliser ces observations, une préparation rigoureuse de la surface des échantillons est nécessaire. Elle est présentée en première partie de ce paragraphe. La seconde partie se focalise sur l'analyse des structures cristallines des phases présentes par mesure de diffraction des rayons X.

2.5.1 Préparation des échantillons massifs élaborés par fabrication additive

La caractérisation microstructurale est réalisée sur des blocs parallélépipédiques d'échantillons massifs. La préparation de surface nécessite quatre étapes en vue des observations et des mesures associées.

- Les échantillons sont d'abord découpés en suivant un protocole matérialisé par les axes pointillés de la Figure 2.12 à l'aide d'une tronçonneuse utilisant une lame en carbure de silicium. Après découpe, les échantillons obtenus sont enrobés dans une résine semi-conductrice afin de faciliter par la suite le polissage et les observations en microscopie électronique à balayage.

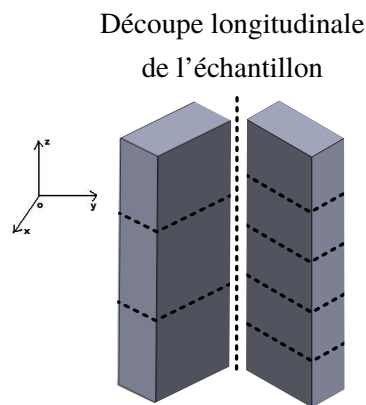


FIGURE 2.12 – Axes des coupes des échantillons en pointillés pour les observations dans le plan (\vec{x}, \vec{z}) (longitudinal) et dans le plan (\vec{x}, \vec{y}) (transversal).

- La surface est ensuite polie à l'aide de papiers en SiC de granulométrie croissante P80, P240, P600, P1200, P2400 et P4000. Ils permettent de passer d'une rugosité de surface de $200\ \mu\text{m}$ à $5\ \mu\text{m}$. Le polissage se réalise sous eau et les échantillons sont rincés entre chaque changement de disque abrasif.
- La superfinition conduisant à l'état miroir nécessaire aux observations microstructurales est réalisée au moyen d'un polissage mécano-chimique utilisant un papier feutré et d'une solution de silice colloïdale ($0,4\ \mu\text{m}$). L'échantillon est ensuite rincé dans un bac à ultrasons avec de l'éthanol puis séché.
- Pour finaliser la préparation, la surface subit une attaque chimique au réactif de Kroll ($3\ \%$ HF, $6\ \%$ HNO₃, eau désionisée) pour révéler les différentes phases présentes. L'attaque chimique provoque la dissolution de la phase β et ainsi par contraste de profondeur met la phase α ou α'' martensitique en évidence.

2.5.2 Microscopie optique

Un microscope AXIOTECH 100 de la marque ZEISS est utilisé pour la réalisation des micrographies optiques. Plusieurs grossissements sont utilisés : pour avoir une vue d'ensemble de la microstructure (grossissement faible, $\times 350$ à $\times 1400$) ou plus détaillée (grossissement moyen $\times 3500$). La microscopie optique

permet notamment de mettre en évidence la taille des grains et d'observer les morphologies (lamellaire, aciculaire, ...) des phases α , α' et β comme l'illustre la Figure 2.13 représentant une microstructure lamellaire ($\alpha + \beta$), typique d'un alliage de titane Ti-6Al-4V recuit à haute température.

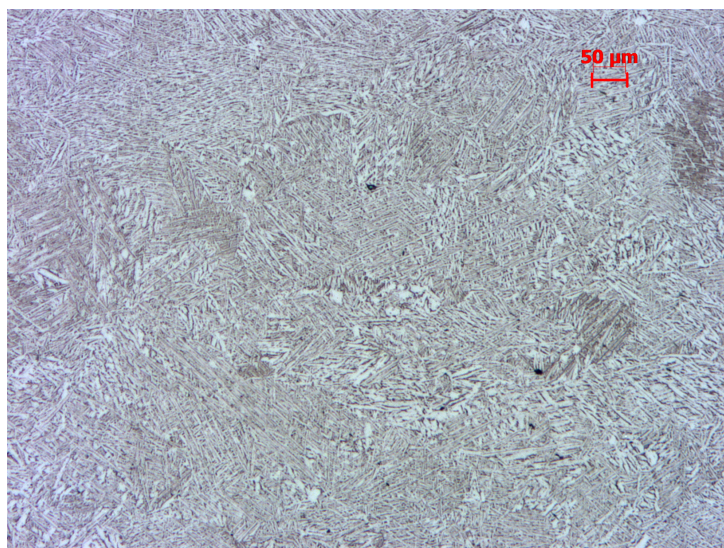


FIGURE 2.13 – Alliage de Ti-6Al-4V recuit (2h, 930°C, 1000 bars) élaboré par le procédé DMLS présentant une microstructure lamellaire biphasée ($\alpha + \beta$), après polissage et attaque chimique au réactif de Kroll dans une section normale à l'axe de fabrication.

2.5.3 Microscopie électronique à balayage

Un microscope électronique à balayage VEGA3 de la marque TESCAN est utilisé afin d'obtenir des micrographies avec un grossissement plus important. Ainsi, l'observation plus fine de certains détails vis à vis de la microscopie optique avec une résolution accrue est possible.

L'interaction électron-matière ayant lieu entre le faisceau incident d'électrons et le matériau permet l'obtention de plusieurs images de nature différente selon les particules émises détectées. La Figure 2.14 expose le schéma physique de l'interaction électron-matière. Le faisceau d'électrons arrive sur la surface du matériau et interagit, provoquant l'émission des particules suivantes :

- des électrons rétrodiffusés par choc élastique,
- des électrons secondaires émis par la matière, provenant du cortège électronique des atomes présents à la surface du matériau,
- des photons d'énergies $h\nu$ également émis par désexcitation électronique.

Les images conçues à partir des électrons rétrodiffusés offrent du contraste chimique, c'est-à-dire que les niveaux de gris observés sont directement liés au numéro atomique des éléments présents constitutifs du matériau. Plus l'élément est lourd, plus le contraste sera clair. Ainsi il est possible de déterminer des aires homogènes appartenant à une même phase et d'apprécier alors la morphologie et la distribution des phases présentes. Les images conçues à partir des informations extraites des électrons secondaires apportent des informations topologiques de la surface de l'échantillon. Il est préférentiellement utilisé pour observer des échantillons non plans pour lesquels une profondeur de champ est nécessaire. L'utilisation de la détection des photons émis apporte des informations sur la nature chimique des éléments présents dans le matériau caractérisé. Ainsi, dans la microanalyse X, les photons émis sont identifiés par leur longueur d'onde et comptabilisés. Cela permet de remonter à la teneur (en wt %) de chaque élément présent dans la zone analysée et d'accéder ainsi à la composition chimique du matériau caractérisé par

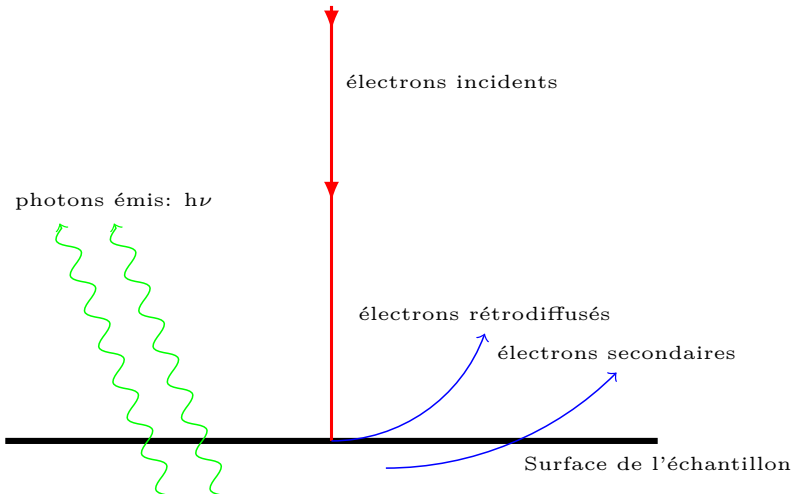


FIGURE 2.14 – Schéma de principe des interactions électrons-matière utilisées en microscopie électronique à balayage (en rouge le faisceau d'électrons incident, en bleu les électrons rétrodiffusés et secondaires et en vert les photons).

analyse semi-quantitative. Dans le cadre de la thèse, ces trois méthodes d'analyses sont utilisées afin de réaliser des observations microstructurales sur la morphologie et la nature des phases (en mode électrons rétrodiffusés), la quantification de porosités dans les pièces massives (en mode électrons secondaires) et de noter d'éventuelles variations de composition chimique (micro-analyse X).

2.5.4 Diffraction des rayons X

2.5.4.1 Moyens utilisés

L'analyse des structures cristallines permet l'identification des phases présentes dans l'alliage de Ti-6Al-4V sous forme de poudre ou sur les blocs métallographiques. Elle est réalisée par diffraction des rayons X. Premièrement, la poudre initiale fournie par EOS, servant à l'élaboration des pièces, est suivie en fonction du nombre de recyclages subis. Pour cela, un diffractomètre de laboratoire X'PERT POWDER (PANALYTICAL) utilisant la raie $K\alpha$ du cobalt (longueur d'onde $\lambda = 1,79 \text{ \AA}$) est utilisé. Dans ce modèle de diffractomètre, le faisceau incident et le détecteur se déplacent simultanément du même angle θ . Deuxièmement, les échantillons massifs élaborés par le procédé DMLS sont analysés à l'aide d'un diffractomètre installé sur un grand équipement, le synchrotron DESY (Hambourg - Allemagne). Outre les structures cristallines, les analyses des diffractogrammes permettent ici de remonter précisément à la fraction massique des phases en présence dans les échantillons testés. Pour ce faire, la ligne P07 du synchrotron DESY a été exploitée. La largeur du faisceau est de $300 \mu\text{m}$ pour une hauteur de $2 \mu\text{m}$. Pour chaque échantillon, 112 mesures ont été réalisées avec un déplacement en z et une hauteur scanner de $10 \mu\text{m}$. L'épaisseur des échantillons testés est de $4,6 \text{ mm}$. Le volume testé par échantillon est donc de $1,54 \text{ mm}^3$.

2.5.4.2 Principe de la diffraction sur poudre polycristalline

Dans la matière cristalline, les atomes sont positionnés sur des sites atomiques propres à la structure cristalline. Selon l'orientation de la phase, les atomes forment des plans denses séparés d'une distance interréticulaire d . Lorsque l'échantillon est bombardé par un faisceau de rayons X de longueur d'onde λ et d'angle incident θ , ce dernier est réfléchi par les plans cristallins selon la loi de Bragg (Équation (2.3)), avec le même angle θ que l'angle incident. La Figure 2.15 expose le schéma de fonctionnement de la loi de Bragg.

$$n * \lambda = 2 * d * \sin(\theta) \quad (2.3)$$

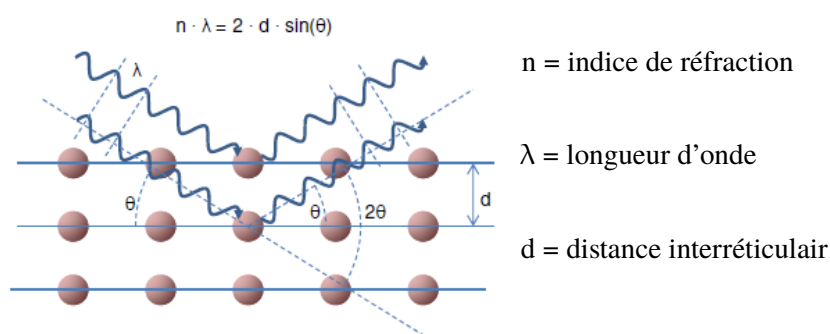


FIGURE 2.15 – Schéma du principe de fonctionnement de la diffraction [185].

L'analyse des rayons X réfléchis permet de construire le spectre de diffraction mettant en avant les intensités fortes de diffraction pour certaines valeurs de θ comme le montre la Figure 2.16.

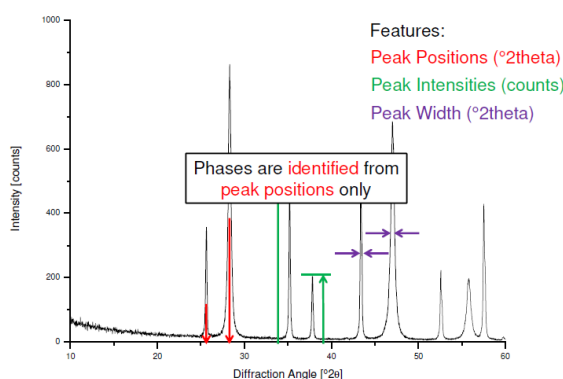


FIGURE 2.16 – Exemple de spectre de diffraction d'un matériau cristallin par diffraction des rayons X [185].

L'exploitation des spectres de diffraction donne accès à la position des pics de diffraction (en 2θ), l'intensité des pics de diffraction (en coups) et la largeur des pics (en 2θ). Les phases cristallines présentes sont identifiées à partir de la position (en 2θ) des pics de diffraction. Ces positions sont ensuite comparées à celles de phases référencées dans la base de données COD (Crystallography Open Database) permettant ainsi de les identifier. L'intensité des pics permet aussi de remonter aux proportions de phases et la largeur à mi-hauteur des pics à la présence d'éléments dissouts dans les mailles cristallines. En effet, la présence d'éléments dissouts entraîne une dilatation de la maille cristalline et une distorsion du réseau ayant pour conséquence un décalage des pics de diffraction. Le type d'analyse mis en place est de type LE BAIL pour les particules de poudre et RIETVELD pour les échantillons massifs. Il s'agit de méthodes de détermination des structures de type itératif comme l'expose la Figure 2.17.

A partir d'une structure connue (alliage Ti-6Al-4V contenant les phases α/α' et β dans le cadre de l'étude) un spectre théorique est calculé puis comparé avec le spectre expérimental. Les paramètres de maille et les pourcentages de phases sont alors ajustés pour que le spectre théorique corresponde au mieux au spectre expérimental, ce qui permet en plusieurs itérations de déterminer les pourcentages de phases et les paramètres de maille des échantillons analysés.

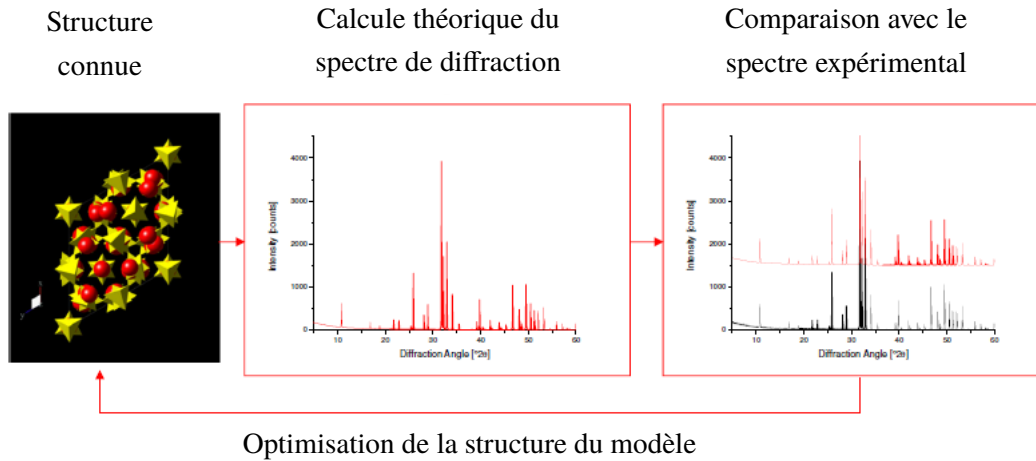


FIGURE 2.17 – Principe de l'itération pour l'affinement Rietveld [185].

2.6 Caractérisation macrostructurale

Préalablement à la réalisation des caractérisations mécaniques décrites dans le paragraphe 2.7, deux informations de type volumiques sont collectées sur les éprouvettes de traction, de fatigue et métallographique afin de mieux comprendre par la suite leur comportement mécanique. Il s'agit de la répartition des porosités internes résiduelles au sein de l'échantillon massif élaboré par fusion sur lit de poudre de Ti-6Al-4V et de la rugosité de surface sur les échantillons de traction et de fatigue. Deux techniques bien spécifiques sont utilisées pour les mettre en évidence, la tomographie par rayons X et la rugosimétrie optique.

2.6.1 Tomographie par rayons X

La tomographie par rayons X permet d'obtenir une représentation volumique en 3D d'un échantillon à partir d'un ensemble d'images 2D de ce dernier. Ainsi, il est possible d'explorer le cœur d'un échantillon sans atteindre à son intégrité. Le tomographe utilisé est le modèle XL-150 de la marque RX SOLUTIONS, équipé d'un générateur de rayons X fournissant une tension maximale de 150 kV. Dans les meilleures conditions de pénétration des rayons X dans la matière, la résolution maximale atteignable est de $3 \mu\text{m}^3$. Cependant, les échantillons de Ti-6Al-4V ont une densité de 4,4 et l'épaisseur à traverser varie de 3,5 mm à 5 mm. En raison des conditions expérimentales, la résolution obtenue est un compromis entre la tension (en kV) à appliquer qui va permettre aux rayons X de traverser la matière (transparence) et l'intensité à choisir qui va contribuer à la résolution des images. De ce compromis, la résolution obtenue des "voxels" (volume d'analyse) est de $8 \mu\text{m}^3$ dans cette étude. De plus, un filtre aluminium est apposé sur la fenêtre de sortie du générateur afin d'éliminer les rayons X dit "mous" ou "durs" (en dehors du spectre d'énergie du matériau), sources d'artefacts.

Le principe de fonctionnement d'un tomographe est présenté sur la Figure 2.18 [186]. Le capteur CCD compte les photons et les "attribue" à la matière analysée. Dans le cadre de l'étude, le nombre de radiographies 2D utilisé est de 1440 et chaque radiographie est la moyenne de 5 images. Grâce au logiciel de reconstruction X-AFT64, les radiographies sont reconstruites sous forme d'un volume 3D mais aussi sous forme d'images 2D dans le plan (\vec{x}, \vec{y}) . C'est à partir de ces images 2D et du logiciel IMAGEJ que l'analyse 3D des échantillons est effectuée. Pendant la phase de reconstruction avec X-AFT64, différents filtres de correction sont appliqués pour éliminer les photons faible énergie, les artefacts circulaires de reconstruction et pour corriger d'éventuelles dérives de positionnement de l'échantillon pendant l'acquisition.

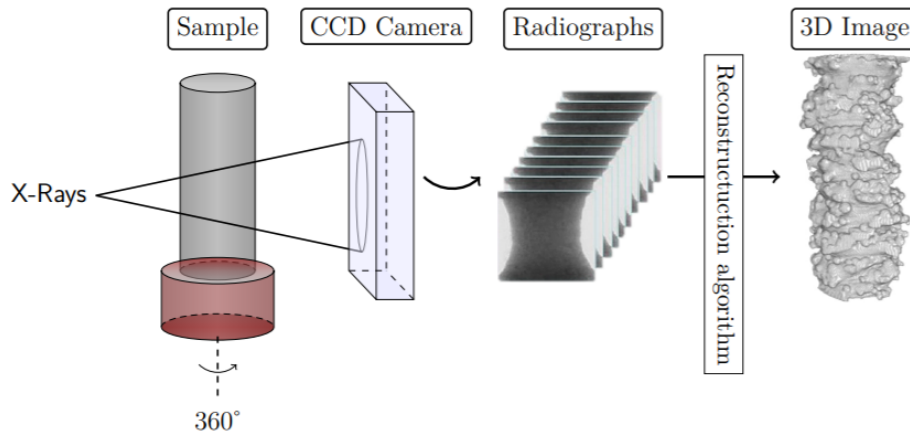


FIGURE 2.18 – Schéma du principe de fonctionnement de la tomographie par rayons X [186].

Les photons arrivent sur l'échantillon à caractériser avec une intensité I_{IN} et ressortent de la matière avec une intensité I_{OUT} . Lorsque le rayonnement pénètre la matière, son intensité diminue dans une proportion égale au coefficient d'absorption μ du matériau. Ainsi l'intensité I varie selon l'Équation (2.4) avec μ le coefficient d'absorption du Ti-6Al-4V et s l'épaisseur traversée :

$$I(s + ds) = I(s)(1 - \mu(s)ds) \quad (2.4)$$

Un milieu homogène est caractérisé par une absorption linéaire $\mu(s)$. La visualisation des hétérogénéités de la matière est due aux variations locales du coefficient d'absorption. En effet, lorsque le rayonnement traverse une hétérogénéité, l'intensité fluctue selon une loi différente, ce qui entraîne sur le capteur CCD une variation de nuance de gris [187] à l'image de l'hétérogénéité traversée. L'analyse des données par le logiciel IMAGEJ se fait à l'aide du module de reconstruction 3D VIEWER et du module d'analyse 3D OBJECTS COUNTER. Elle permet de répertorier spatialement les porosités dans le volume de l'échantillon analysé. Ainsi, la comptabilisation, le dimensionnement et la localisation des porosités est possible. Dans notre étude, seules les porosité de taille supérieure à $8 \mu\text{m}^3$ sont détectées.

2.6.2 Rugosimétrie

La rugosité est un facteur influençant fortement les propriétés mécaniques en traction et en fatigue. Afin de la caractériser sur les échantillons, un rugosimètre optique ALTISURF 520 de la marque ALTIMET est utilisé. Il fonctionne sur le principe de l'interférométrie en lumière visible (Figure 2.19) [188]. Un faisceau de lumière blanche est envoyé puis réfléchi par l'échantillon. Le trajet parcouru par le faisceau varie en fonction de la surface de l'échantillon. Lorsqu'un relief est rencontré par le faisceau incident, celui-ci se diffracte dans les couleurs du spectre optique. Les couleurs perçues par le capteur sont directement liées à l'aspect de la surface de l'échantillon. Leur traitement permet donc de remonter au profil de surface de l'échantillon et d'extraire la rugosité R_a pour calculer la rugosité moyenne d'un profil linéaire.

La rugosité R_a est donnée par l'Équation (2.5) avec l la longueur du profil et $Z(x)$ le profil de rugosité. R_a correspond donc à la moyenne des écarts [189].

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |Z(x)| dx \quad (2.5)$$

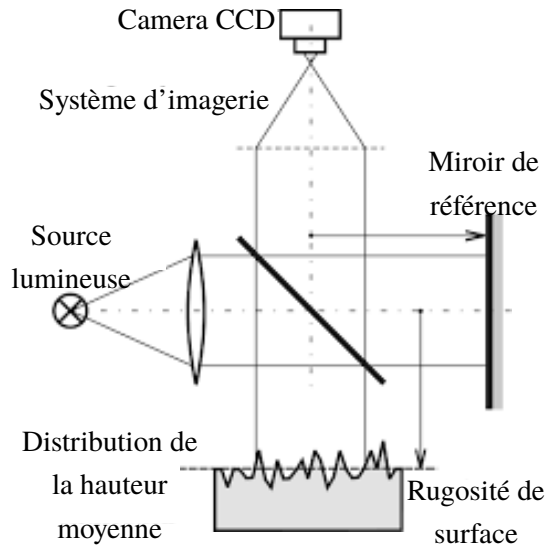


FIGURE 2.19 – Schéma du principe de fonctionnement de l'interférométrie optique [188].

2.7 Outils de caractérisation des propriétés mécaniques

Afin de caractériser les propriétés mécaniques d'éprouvettes de Ti-6Al-4V élaborées par le procédé DMLS, trois essais mécaniques différents sont réalisés. Le premier est un essai de traction uni-axial sur des éprouvettes plates, le second est un essai de fatigue uni-axial réalisé sur des éprouvettes toroïdales et le troisième est un essai de dureté Vickers sur des blocs métallographiques parallélépipédiques.

2.7.1 Essais de traction

La réalisation des essais de traction est faite au moyen d'une machine de traction INSTRON 5569 équipée d'une cellule de charge de 50 kN (précision à 0,5 % de la charge) et d'un extensomètre mécanique axial INSTRON 2620-601 de barre extensométrique 12,5 mm (précision à 0,15 % dans la zone élastique) illustré sur la Figure 2.20.

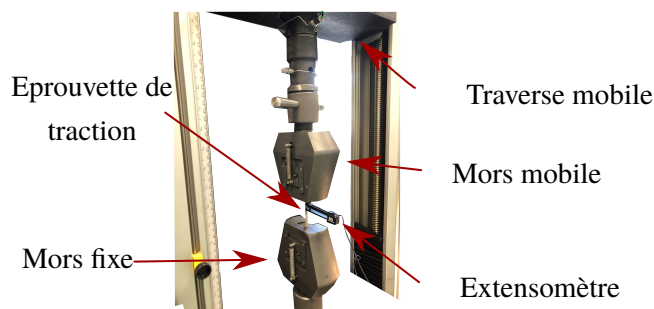


FIGURE 2.20 – Machine de traction Instron 5569

L'essai se déroule à vitesse de déformation constante (fixée à $2 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$) et à température ambiante. En fonction du temps, les données collectées sont la force appliquée (F - cellule de charge), la déformation (ϵ - extensomètre) et le déplacement de la traverse (mm - capteur de déplacement). Préalablement à l'essai de traction, la section des éprouvettes est mesurée à l'aide d'un pied à coulisse (résolution numérique $\pm 0,01$ mm). A partir de la relation (2.6) où σ représente la contrainte nominale, S la section de l'échantillon et F la force appliquée, il est possible de déterminer la contrainte à partir de la force F mesurée par le capteur. Une fois la contrainte obtenue, il est possible de passer de la courbe force-déplacement à la courbe de traction contrainte-déformation ingénieur (Figure 2.21) qui va permettre d'extraire les propriétés mécaniques suivantes : E (module d'élasticité), $Re^{0,2\%}$ (limite d'élasticité à 0,2 % de déformation),

Rm (limite maximale à rupture) et A% (allongement à rupture).

$$\sigma_{nom} = \frac{F}{S_0} \quad (2.6)$$

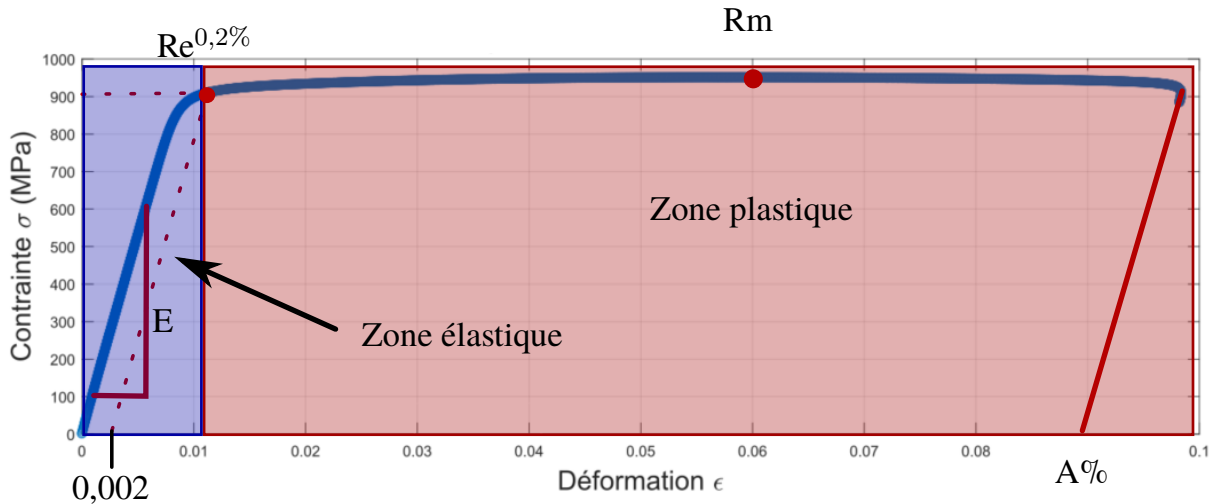


FIGURE 2.21 – Courbe typique de traction en contrainte-déformation.

L'obtention systématique des trois paramètres mécaniques (E , $Re^{0,2\%}$ et R_m) est réalisée via des scripts MATLAB. Le module d'élasticité qui correspond au coefficient directeur de la zone élastique est calculé par régression linéaire. La limite d'élasticité conventionnelle ($Re^{0,2\%}$) est calculée par une méthode offset. Une droite de coefficient directeur "E" est créée avec une abscisse à l'origine à 0,2% de déformation. Une soustraction est réalisée entre les valeurs de déformation de la courbe de traction et la droite de coefficient "E". La différence devient nulle à la valeur de la limite d'élasticité. Enfin, la limite à rupture R_m est définie comme la valeur maximale de l'ensemble des contraintes mesurées. La mesure de l'allongement à rupture s'est avérée problématique en raison de l'empiètement de l'extensomètre qui est de 12,5 mm pour une longueur utile d'éprouvette de 63,29 mm. La déformation mesurée par l'extensomètre pouvait s'avérer erronée. En effet, comme le montre la Figure 2.22, la barre extensométrique représentée par les traits rouges ne couvre qu'une fraction de la zone utile de l'éprouvette.

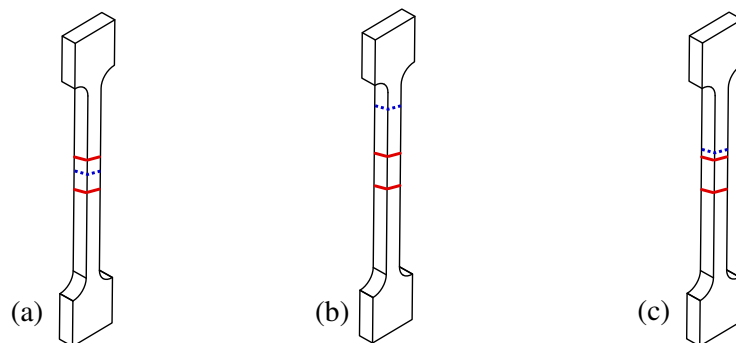


FIGURE 2.22 – Représentation schématisée des différentes zones de rupture observées.

La rupture de l'éprouvette représentée par les traits pointillés bleus peut avoir lieu, et de manière aléatoire, à trois endroits par rapport à cette zone de mesure extensométrique. Le premier endroit (a) se situe entre les pattes de l'extensomètre ce qui entraîne une mesure de déformation sur-évaluée par rapport à la déformation total de la longueur utile. Le second endroit de rupture (b) est proche de l'extrémité de la longueur utile ce qui conduit à une sous-évaluation de l'allongement à rupture. Le troisième cas (c) est intermédiaire au deux précédents, la rupture a lieu entre l'extrémité de l'éprouvette et l'une des pattes de

l'extensomètre. La Figure 2.23 expose et compare trois autres méthodes de mesure de l'allongement qui ont été testées avec comme avantage de mesurer l'allongement à rupture sur l'ensemble de la longueur utile de l'éprouvette.



FIGURE 2.23 – Représentation graphique des variations de mesures de l'allongement à rupture en fonction de la méthode choisie.

La première est réalisée par le déplacement de la traverse mais implique des corrections dues aux propriétés mécaniques même de la machine de traction. L'incertitude associée est très élevée. La seconde méthode est la mesure post-mortem des échantillons à l'aide d'un pied à coulisse. Cette méthode a l'inconvénient d'être peu précise à cause des nombreuses manipulations à réaliser. La troisième méthode, celle qui a été choisie, est appelée photométrie. Elle consiste à mesurer l'allongement à rupture des échantillons post-mortem à partir d'une photo des échantillons. Cette méthode a l'avantage d'être la plus précise parmi celles testées et elle utilise l'ensemble de la zone utile de l'éprouvette.

2.7.2 Essais de fatigue

Les essais de fatigue en traction dynamique sont réalisés à l'aide d'une machine BOSE 3520 possédant une cellule de charge de 12,5 kN équipée d'un extensomètre EPSILON 3542-025M-005-LHT. La barre extensométrique est de 25 mm avec une amplitude de fonctionnement de $\pm 1,25$ mm. L'essai de fatigue sur les éprouvettes toroïdales permet de tester le comportement du matériau en fonction de ses paramètres de fabrication et ainsi d'aider à la mise au point de simulation numérique basée sur un comportement physique du matériau. Les essais sont pilotés sous une charge variable allant de 80 N à 4080 N permettant de fournir une contrainte dans la section utile allant de 20 MPa à 425 MPa [176]. Le cycle de chargement est sinusoïdal et la fréquence appliquée est de 2 Hz. Les échantillons sont testés jusqu'à rupture. Le montage de l'essai est présenté sur la Figure 2.24.

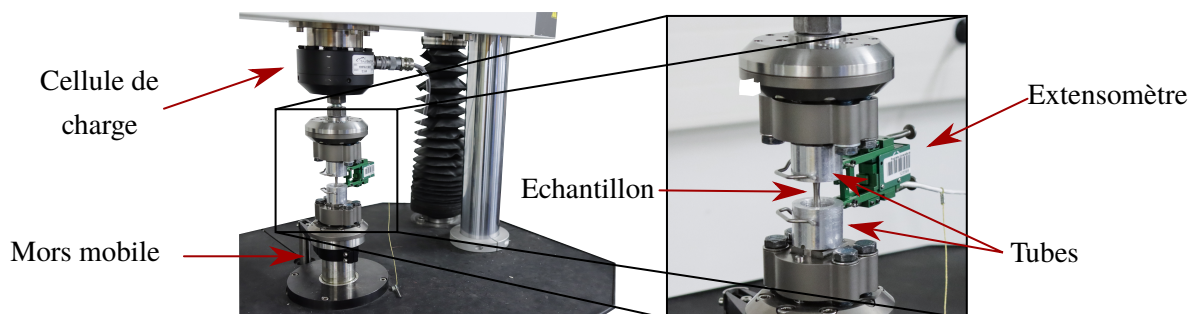


FIGURE 2.24 – Image de la machine de fatigue Bose 3520 montée avec un extensomètre mécanique uniaxiale.

L'échantillon est placé sous la cellule de charge. Deux tubes sont fixés sur les têtes d'éprouvettes permettant la mesure avec l'extensomètre. À la suite de l'acquisition des données, des bruits de mesure peuvent apparaître lors du tracé de la déformation maximale (courbe bleue) et minimale (courbe rouge) en fonction du nombre de cycles (Figure 2.25 (a)). Pour cela, un filtrage des données est réalisé pour en faciliter l'analyse. La dérivée des données (Figure 2.25 (b)) est tracée et l'ensemble des valeurs dépassant les seuils 0,05 et $-0,05$ sont supprimées. Cette méthode permet ainsi l'obtention de données expérimentales corrigées facilitant l'analyse (Figure 2.25 (c)).

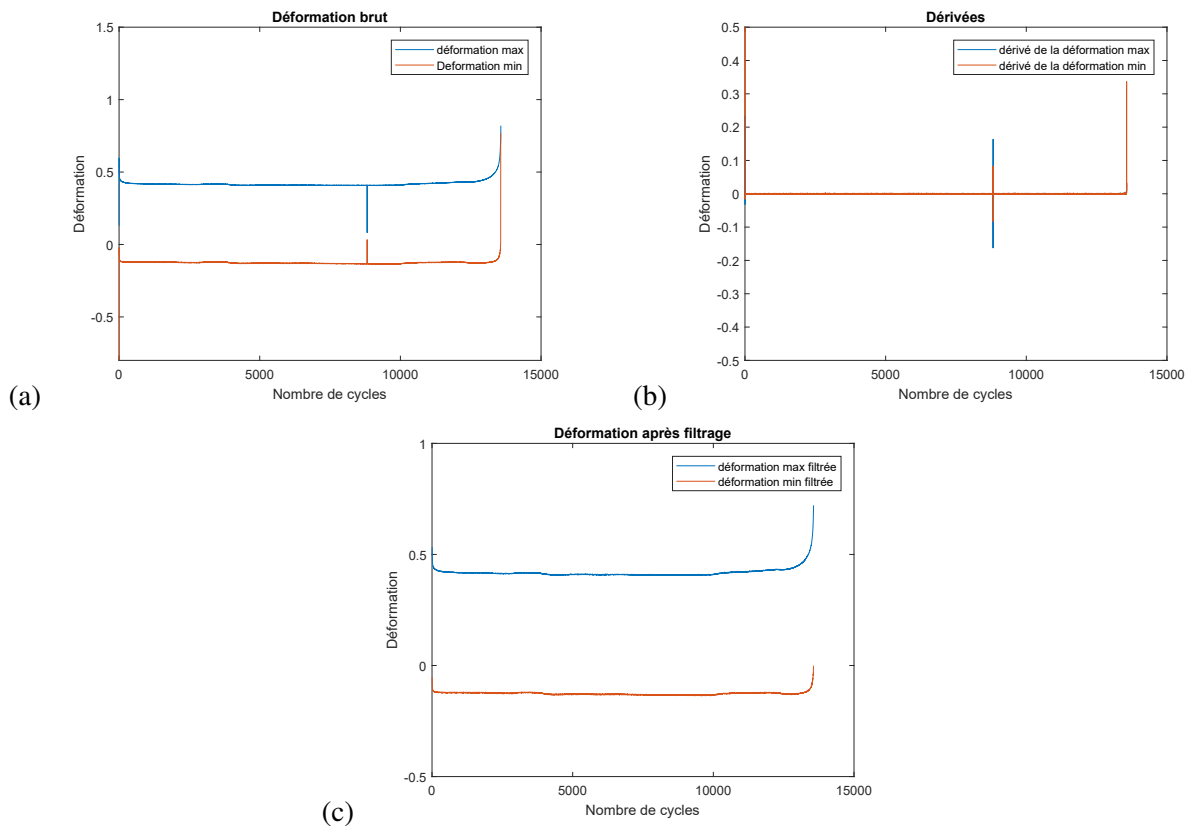


FIGURE 2.25 – Réalisation du filtrage des données. (a) Courbe brute expérimentale, (b) courbes brutes dérivées sur lesquelles le filtrage est appliqué et (c) courbes expérimentales corrigées (exemple donné sur la déformation maximale (bleue) et minimale (rouge) mesurée par extensométrie).

2.7.3 Essais de dureté

Des mesures de dureté sont réalisées sur les échantillons massifs de Ti-6A-4V élaborés en fabrication additive. Cet essai consiste à appliquer pendant un temps donné (10 s) un pénétrateur sous charge fixe à la surface d'un échantillon plan afin d'y laisser une empreinte correspondant à la trace de la déformation plastique du matériau. La mesure de l'empreinte permet d'évaluer la surface de contact entre le matériau et l'indenteur. Ainsi, la mesure de dureté, qui est homogène à une contrainte $\sigma = \frac{F}{S}$ avec F la force appliquée et S la surface de contact, dépend de la taille de l'empreinte. Plus celle-ci est petite, plus le matériau sera dur et inversement. Le duromètre utilisé est un FV-300 de type Vickers de la marque FUTURTECH. Les essais sont réalisés selon la norme ISO 6507-1 [190]. La machine utilise un indenteur en diamant de forme pyramidale à base carrée et d'angle $\alpha = 136^\circ$ à son sommet. La force appliquée est de 30 kgf pour une durée de 10 secondes. La mesure de dureté s'obtient à partir de l'Équation (2.7) suivante :

$$\text{Dureté Vickers} \approx 0,1891 * \frac{F}{d^2} \quad (2.7)$$

où d^2 est le produit des diagonales d_1 et d_2 de la trace de l'indenteur et F la force appliquée. Les valeurs de dureté obtenues fournies dans cette étude sont la moyenne de cinq mesures par échantillons et l'incertitude associée est donnée par l'écart-type des mesures.

2.8 Méthodologie du plan d'expériences

Avant les années 1920, l'expérimentation se déroulait sans formalisme statistique [191]. Cette dernière s'en est dotée avec les travaux de Fisher (1925) [192] qui s'appliquaient à l'agronomie. Par la suite, de nombreux travaux [193, 194] basés sur l'analyse statistique ont permis au fur et à mesure de renforcer les analyses statistiques des données expérimentales. Puis, avec le développement de l'ère industrielle et le besoin de plus en plus important de contrôler les procédés de fabrication, les travaux de Taguchi, ont permis la mise en place d'un formalisme allant de la construction à l'analyse des "plans d'expériences" au sens moderne du terme. De nombreuses publications existent sur l'histoire précise du développement des plans d'expériences [195].

L'objectif et l'utilisation des plans d'expériences en recherche pour la compréhension des procédés permet d'optimiser à l'aide d'une méthode moins coûteuse, une série d'analyses ayant pour finalité l'établissement de lois statistiques (et non physiques) permettant une maîtrise d'un procédé en déterminant les facteurs influents et leurs effets. Dans le cadre de cette étude, l'utilisation d'un plan Taguchi permet d'établir dans le cadre de notre étude les relations de cause à effet entre les facteurs contrôlables et non contrôlables du procédé DMLS avec les réponses souhaitées. La principale source bibliographique ayant permis l'analyse des plans d'expériences est le livre *Les plans d'expériences par la méthode TAGUCHI* [195].

2.8.1 Construction du plan d'expériences

La construction du plan d'expériences réalisé contient cinq paramètres d'entrée. Le matériau, à savoir la poudre de Ti-6Al-4V, est le premier paramètre d'entrée. Il sera évalué en fonction de son nombre de recyclages, c'est-à-dire du nombre de fois où la poudre est réutilisée après un passage dans la machine de fabrication. Les deux modalités de ce facteur sont un recyclage inférieur à 10 (poudre neuve ou quasi-neuve) avec un niveau de recyclage égale à 1 et 2, et un nombre de recyclage supérieur à 10 avec deux poudres dites "non-suivies". Il s'agit de différents lots de poudre qui ont été assemblés car les quantités de chacune d'entre elles sont insuffisantes pour réaliser un cycle de production. Le nombre précis de recyclage est par conséquent inconnu, mais dans ces lots, le nombre de recyclage est supérieur à 30.

Le second paramètre est l'épaisseur des couches d'impression. Les deux modalités de ce facteur sont une épaisseur d'impression de 30 μm et de 60 μm . Les épaisseurs de lasage choisies dépendent des programmes de fabrication.

Le troisième paramètre est l'orientation de fabrication des échantillons. Trois modalités sont évaluées, à savoir 0°, 45° et 90° par rapport au plateau de fabrication.

Le quatrième paramètre de fabrication évalué est l'éventuelle réalisation d'un post-traitement thermique dit HIP (Hot Isostatic Pressing) qui consiste à un maintien en température à 920°C sous 1 000 bars

de pression pendant deux heures. Ce traitement thermique permet l'optimisation microstructurale de l'échantillon et la résorption éventuelle des porosités (voir paragraphe 1.3.3).

Le cinquième et dernier paramètre est la réalisation éventuelle d'un polissage manuel de la surface des échantillons. Il permet la diminution de la rugosité de surface (voir paragraphe 1.4.1.3).

Le Tableau 2.4 récapitule l'ensemble des facteurs avec les modalités associées.

Paramètres	niveau 1	niveau 2	niveau 3
Recyclage (R)	R<10	R>10	-
Épaisseur (E)	30 μm	60 μm	-
Orientation (O)	0°	45°	90°
HIP (HIP)	Sans	Avec	-
Polissage (P)	Avec	Sans	-

Tableau 2.4 – Tableau récapitulatif des différents paramètres d'impression étudiés avec les niveaux caractérisés.

Selon la méthodologie des plans d'expériences (PE), le nombre total d'essais à réaliser pour la caractérisation de l'ensemble des combinaisons est de $2^4 \cdot 3 = 48$ essais. Le plan complet est alors constitué d'une table L_{16} pour les quatre facteurs à deux modalités où chaque ligne expérimentale est triplée par le facteur "Orientation". A partir du plan complet, il est possible de réaliser un plan semi-fractionnaire de 24 essais tout en gardant l'orthogonalité du plan, c'est-à-dire que le nombre d'essais du plan d'expériences est divisé par deux tout en s'assurant que l'effet des facteurs principaux peut-être exprimé indépendamment de l'effet d'un autre facteur [196]. Il s'agit donc d'un plan d'expériences issu de la table L_{16} (16 combinaisons de paramètres différents) divisé par deux (donc huit essais différents) où chaque ligne est triplée pour le paramètre orientation. Le Tableau 2.5 présente le plan d'expériences réalisé en accord avec l'entreprise INITIAL

Cependant, le plan d'expériences retenu est un plan semi-fractionnaire, ce qui a pour conséquence de générer des alias entre certains paramètres principaux de fabrication et des interactions de paramètres (effet conjoint de deux paramètres). Pour le paramètre « Orientation », chaque ligne du plan est triplée, impliquant l'absence d'alias entre les paramètres principaux et les interactions composées de l'« Orientation ». Pour déterminer les alias entre les quatre paramètres principaux à deux modalités et leurs interactions, le Tableau 2.6 est utilisé. Dans ce tableau, chaque modalité de niveau 1 est remplacée par le numéro 1 et chaque modalité de niveau 2 est remplacée par le numéro 2. Lorsque deux paramètres sont au même niveau, la modalité de leur interaction est au niveau 1, si leurs niveaux sont différents, leur interaction est au niveau 2. Par exemple, si la modalité de R est 1 et celle de P est 1 alors l'interaction $R \cdot P$ est au niveau 1 alors que si R est au niveau 2 et P au niveau 1 alors $R \cdot P$ est au niveau 2.

Le Tableau 2.6 permet donc de suivre le niveau des paramètres et celui de leurs interactions. En se focalisant sur les colonnes R et HIP · P, le changement de niveau du paramètre R se trouve être simultané avec celui de l'interaction HIP · P donc ces deux facteurs sont alias. Il en est de même pour le paramètre HIP qui est alias avec l'interaction $R \cdot P$ et pour le paramètre P qui est alias avec l'interaction $R \cdot \text{HIP}$. D'un point de vue statistique, les effets qui seront mesurés sur un alias (R ou HIP · P par exemple) ne pourront donc pas être imputés à R ou à HIP · P car il s'agit, statistiquement, du même élément. La dissociation des alias entre-eux se réalisera à l'aide de la littérature et des analyses complémentaires.

Après l'analyse des résultats expérimentaux, il est possible de définir un modèle statistique régissant le comportement de la réponse étudiée matérialisée par l'Équation (2.8) appelée modèle prévisionnel.

n° essais	Recyclage	Épaisseur	Orientation	HIP	Polissage
1	>10	30 µm	0°	Sans	Avec
2	>10	30 µm	45°	Sans	Avec
3	>10	30 µm	90°	Sans	Avec
4	>10	60 µm	0°	Sans	Avec
5	>10	60 µm	45°	Sans	Avec
6	>10	60 µm	90°	Sans	Avec
7	<10	30 µm	0°	Avec	Avec
8	<10	30 µm	45°	Avec	Avec
9	<10	30 µm	90°	Avec	Avec
10	<10	60 µm	0°	Avec	Avec
11	<10	60 µm	45°	Avec	Avec
12	<10	60 µm	90°	Avec	Avec
13	>10	30 µm	0°	Avec	Sans
14	>10	30 µm	45°	Avec	Sans
15	>10	30 µm	90°	Avec	Sans
16	>10	60 µm	0°	Avec	Sans
17	>10	60 µm	45°	Avec	Sans
18	>10	60 µm	90°	Avec	Sans
19	<10	30 µm	0°	Sans	Sans
20	<10	30 µm	45°	Sans	Sans
21	<10	30 µm	90°	Sans	Sans
22	<10	60 µm	0°	Sans	Sans
23	<10	60 µm	45°	Sans	Sans
24	<10	60 µm	90°	Sans	Sans

Tableau 2.5 – Plan d'expériences semi-fractionnaire retenu.

Paramètres principaux				Interactions					
R	E	HIP	P	R·E	R·HIP	R·P	E·HIP	E·P	HIP·P
2	1	1	1	2	2	2	1	1	1
2	2	1	1	1	2	2	2	2	1
1	1	2	1	1	2	1	2	1	2
1	2	2	1	2	2	1	1	2	2
2	1	2	2	2	1	1	2	2	1
2	2	2	2	1	1	1	1	1	1
1	1	1	2	1	1	2	1	2	2
1	2	1	2	2	1	2	2	1	2

Tableau 2.6 – Tableau des alias du plan d'expériences proposé.

Dans ce modèle, Y est la valeur de la réponse prévisionnelle, M la constante à partir de laquelle l'effet de chaque paramètre est ajouté. Dans un modèle prévisionnel, les alias ne peuvent apparaître simultanément. Ainsi, dans le modèle donné par l'Équation (2.8), les paramètres principaux ont été privilégiés plutôt que les interactions alias, plus difficile à interpréter scientifiquement.

$$Y = M + R + E + O + P + HIP + R \cdot E + R \cdot O + E \cdot O + E \cdot HIP + E \cdot P + O \cdot HIP + O \cdot P \quad (2.8)$$

Enfin, dans l'analyse par les plans d'expériences, l'une des conditions sine qua non est le respect du nombre de degrés de liberté (ddl) nécessaire à l'établissement du modèle statistique. Chaque ligne d'essai apporte un ddl ou autrement dit, une information. Il n'est donc pas possible de déterminer un modèle Y nécessitant plus d'informations que le plan d'expériences n'en fournit. Dans le plan d'expériences réalisé, le nombre total de ddl est de vingt-quatre. Le modèle proposé utilise quant à lui 18 ddl comme le montre le Tableau 2.7. Un paramètre à deux modalités utilise 1 ddl (nombre de ddl utilisé = nombre de niveaux du paramètre - 1) alors qu'un paramètre à trois niveaux utilise 2 ddl. Pour déterminer le nombre de ddl utilisé pour une interaction, il faut multiplier les nombres de ddl nécessaires pour établir l'effet des deux paramètres. Par exemple, E utilise 1 ddl et O en utilise 2, donc pour l'interaction $E \cdot O$, le nombre de ddl est de $1 \times 2 = 2$ ddl. Les ddl non-utilisés pour l'établissement du modèle sont utilisés dans l'analyse de variances explicitée dans le paragraphe 2.8.3.

Équation	M	R	E	O	P	HIP	R·E	R·O	E·O	E·HIP	E·P	O·HIP	O·P	total
DDL	1	1	1	2	1	1	1	2	2	1	1	2	2	18

Tableau 2.7 – Tableau comptabilisant les degrés de liberté minimum nécessaire à l'établissement du modèle.

Enfin, les équations sont également décrites avec trois indicateurs nommés R^2 , le $R^2_{\text{ajusté}}$ et le $R^2_{\text{prévu}}$. Le principe du R^2 est d'explicitier le pourcentage de réponse expliqué par le modèle par rapport aux résultats ayant servi à l'établir. Le $R^2_{\text{ajusté}}$ est un indicateur modifié du R^2 permettant de prendre en compte l'influence du nombre de prédicteurs (élément du modèle) et ainsi d'éviter une sur-évaluation du précédent paramètre. Enfin, le $R^2_{\text{prévu}}$ est un indicateur plus complexe permettant lui aussi de caractériser la correspondance entre un modèle et une expérimentation. Le logiciel de calcul "élimine" la donnée ayant servi à calculer le modèle théorique. Ce dernier paramètre est donc plus fiable pour la détermination et la prévision statistique car agit sans sur-évaluation. Par exemple, les données de la ligne 1 servent à établir le

modèle statistique, notamment pour le calcul des effets principaux. Afin d'évaluer la correspondance sur la ligne 1 entre le modèle théorique et l'observation réalisée, le calcul des effets est réalisé sans la donnée de la ligne 1. Ainsi, la correspondance entre le modèle statistique basé sur les mesures et les mesures n'est pas surévaluée. Ce dernier indicateur est utilisé pour décrire la confiance des lois statistiques établies.

2.8.2 Descriptions des effets principaux et des interactions

L'analyse des plans d'expériences se réalise par l'étude des impacts de chaque paramètre puis de chaque interaction [197]. La mesure d'un effet est donnée par l'équation (2.9). L'effet d'un paramètre A au niveau i est la moyenne des réponses lorsque le paramètre est au niveau i soustrait à la moyenne générale M . Il est important de préciser que la somme des effets d'un paramètre est nulle (équation (2.10)).

$$E_{Ai} = \text{Moyenne des reponses quand A est au niveau } i - \text{Moyenne generale} \quad (2.9)$$

$$\sum_i E_{Ai} = 0 \quad (2.10)$$

Afin d'illustrer les équations (2.9) et (2.10), le schéma présenté en Figure 2.26 (a), permet de visualiser en vert la valeur de la moyenne générale d'un paramètre et en couleur l'effet du changement de modalité d'un facteur.

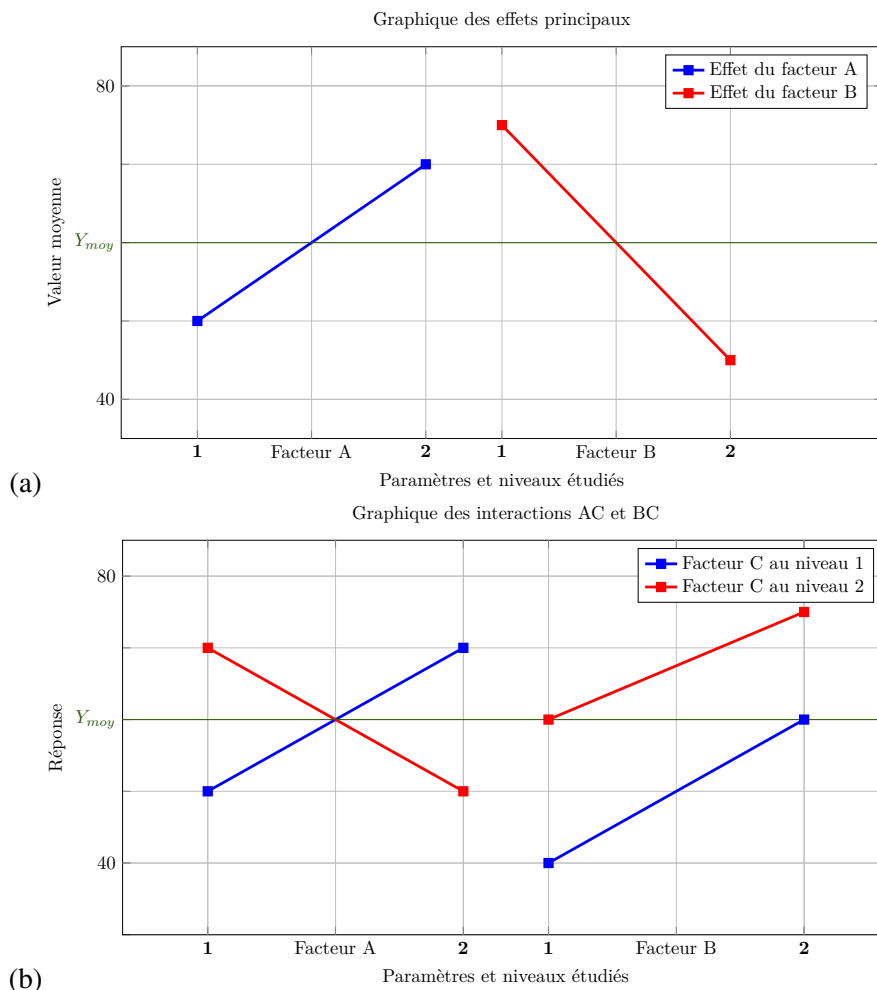


FIGURE 2.26 – Représentations graphiques de (a) l'effet principal d'un facteur et (b) d'une interaction entre deux paramètres.

Les interactions I_{AB} sont l'effet combiné de deux paramètres. Le calcul de l'effet d'une interaction entre les paramètres A et B aux niveaux i et j se réalise à l'aide de l'équation (2.11). De même que pour les effets principaux, la somme des effets des interactions est nulle comme l'indique l'équation (2.12).

$$EI_{AiBj} = \text{Moyenne des réponses quand A est au niveau } i \text{ et B au niveau } j - \text{Moyenne generale} \quad (2.11)$$

$$\text{et} \quad \sum_{ij} EI_{AB_{ij}} = 0 \quad (2.12)$$

La visualisation graphique des interactions est représentée en Figure 2.26 (b) avec en vert la valeur moyenne des résultats. Une interaction est significative si les deux segments ne sont pas parallèles comme c'est le cas pour l'interaction AC. Par contre, l'interaction est non significative lorsque les segments sont parallèle le long des niveaux étudiés comme c'est le cas pour l'interaction BC.

2.8.3 Analyse de la variance

L'analyse de la variance permet de mettre en avant la significativité d'un résultat par rapport à l'ensemble des mesures. Les variations mesurées lorsque un facteur A passe du niveau 1 à 2 sont dues soit à un réel effet du facteur (variance inter-échantillon entre les deux niveaux) soit à une variance de fond telles que des bruits de mesure (variance intra-échantillon). Trois types de variances peuvent être définies. Premièrement, la variance totale V_T , décrite par l'équation (2.13), caractérise l'ensemble des variations de mesure et se compose de deux variances ; la variance résiduelle (intra-échantillon) V_R , équation (2.14) et la variance inter-échantillon V_A due à l'effet du facteur A exprimé par l'Équation (2.15).

$$V_T = \frac{\sum (X_{ij} - \bar{X})^2}{N - 1} = \frac{Q_T}{v_t} \quad (2.13)$$

$$V_R = \frac{\sum (X_{ij} - \bar{X}_i)^2}{k(n - 1)} = \frac{Q_R}{v_R} \quad (2.14)$$

$$V_A = \frac{n \sum (\bar{X}_i - \bar{X})^2}{k - 1} = \frac{Q_A}{v_A} \quad (2.15)$$

Dans ces trois équations, V_T , V_R et V_A représentent les variances totale, résiduelle et du facteur A. $N - 1$, $k(n - 1)$ et $k - 1$ sont les degrés de liberté associés aux différentes variances. Enfin, $\sum (X_{ij} - \bar{X})^2$, $\sum (X_{ij} - \bar{X}_i)^2$ et $(\bar{X}_i - \bar{X})^2$ sont les écarts quadratiques moyens des différents effets par rapport à leurs moyennes respectives. La Figure 2.27 représente le lien entre ces trois variances avec, la variance inter-échantillon qui caractérise la variance entre les deux niveaux étudiés, la variance intra-échantillon qui caractérise la dispersion autour d'un niveau étudié et la variance totale qui évalue la totalité des dispersions.

A partir des calculs de variances, un facteur devient significatif lorsque la variance inter-échantillon V_A est supérieure à la variance résiduelle V_R . Pour cela, le ratio $F = \frac{V_A}{V_R}$ est introduit. De plus, dans un système avec un facteur contrôlé A, il faut également aborder l'absence d'influence de ce facteur. Cela passe par l'utilisation de l'outil statistique nommé "Hypothèse nulle" (H_0). Cette hypothèse consiste à dire que le paramètre n'est pas significatif et de vérifier la véracité de l'hypothèse avancée. Si l'hypothèse est vraie, alors le facteur A n'est pas significatif, si elle est fautive, alors le facteur est significatif. L'hypothèse nulle (H_0) se vérifie par le ratio F qui ne doit pas dépasser une certaine limite ($F_{\text{théo}}$). Cette valeur limite est fixée par le test de Snedecor qui consiste à déterminer une valeur théorique, tabulée, en fonction des degrés de liberté associé à V_A et V_R . Si la valeur F_{exp} obtenue par les mesures expérimentales est supérieure à la valeur $F_{\text{théo}}$ définie par le test de Snedecor, alors l'hypothèse nulle est fautive, ce qui implique que le facteur contrôlé A est significatif. Il existe plusieurs tables de Snedecor en fonction du risque " α " que l'on souhaite prendre pour dire qu'un facteur est significatif alors qu'il ne l'est en réalité pas. Plus la valeur du risque α est faible, plus la valeur de $F_{\text{théo}}$ est faible. De ce fait, le ratio F_{exp} a plus de chance d'être supérieur à $F_{\text{théo}}$ augmentant le risque de dire qu'un facteur A contrôlé est significatif alors qu'il

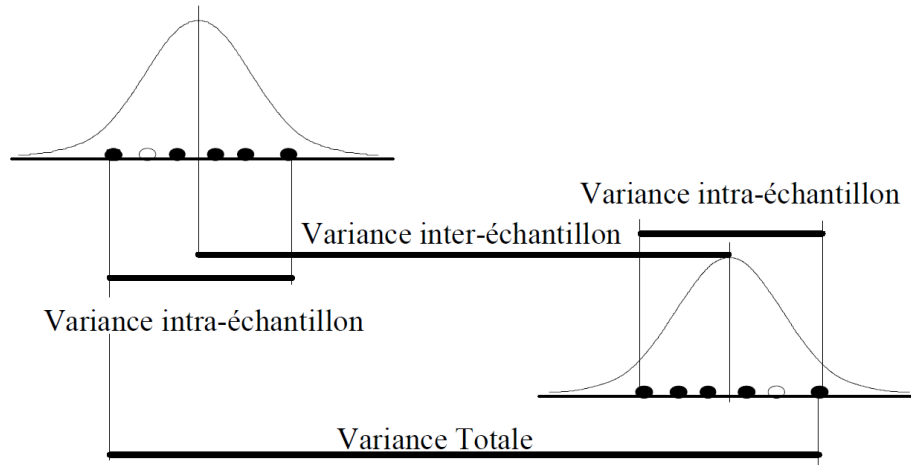


FIGURE 2.27 – Principe de l’analyse de la variance avec la variance inter-échantillon (V_A), la variance intra-échantillon (V_R) et la variance totale (V_T) [195].

ne l’est pas. Le risque choisi dans le cadre de cette étude est de 5 %.

Pour terminer l’analyse de variance, le Tableau 2.8 d’analyse des variances est réalisé en suivant un modèle standard [195]. Il permet la décomposition des calculs pour déterminer la valeur de F_{exp} et de la comparer à $F_{\text{théo}}$ afin de visualiser la significativité des facteurs principaux et des interactions.

source	somme des carrés	ddl	variances	F_{exp}	$F_{\text{théo}}$	Significativité
A	$S_A = \frac{N \sum E_A^2}{n_A}$	$v_A = (n_A - 1)$	$V_A = \frac{S_A}{n_A - 1}$	$\frac{V_A}{V_R}$	$v_1 = n_A - 1; v_2 = v_R$	O/N
B	$S_B = \frac{N \sum E_B^2}{n_B}$	$v_B = (n_B - 1)$	$V_B = \frac{S_B}{n_B - 1}$	$\frac{V_B}{V_R}$	$v_1 = n_B - 1; v_2 = v_R$	O/N
AB	$S_{AB} = \frac{N \sum I_{AB}^2}{n_A n_B}$	$v_{AB} = (n_A - 1)(n_B - 1)$	$V_{AB} = \frac{S_{AB}}{v_{AB}}$	$\frac{V_{AB}}{V_R}$	$v_1 = n_{AB} - 1; v_2 = v_R$	O/N
résidus	$S_R = \sum r^2$	$v_R = (N - \text{ddl}_{\text{modèle}})$	$V_R = \frac{S_R}{v_R}$			
total	$S_T = \sum (Y - \bar{Y})^2$	$N - 1$				

Tableau 2.8 – Tableau type d’analyse des variances.

Les notations utilisées dans le tableau sont :

- N : nombre d’essais dans le plan d’expériences,
- n_A : nombre de niveaux du facteur A,
- E_A : effet du facteur A,
- I_{AB} : effet de l’interaction AB,
- r : résidus,
- v_1 : premier degré de liberté de la table Snedecor,
- v_2 : second degré de liberté de la table Snedecor,
- v_R : nombre de degré de liberté des résidus,
- O/N : Oui ou Non,
- V_A : variance des effets de A,
- V_R : variance résiduelle.

2.8.4 Utilisation du logiciel ELLISTAT

Afin d'automatiser l'analyse du plan d'expériences (calcul des effets, des interactions et détermination des modèles statistiques) ainsi que celle des variances, le logiciel ELLISTAT [198] est utilisé. Ce logiciel d'analyse a été développé à l'origine au sein du laboratoire SYMME, très fonctionnel et adapté pour la création et l'analyse des plans d'expériences. Il se présente en premier lieu comme un classeur dans lequel il est possible de rentrer les données d'un plan d'expériences avec les réponses associées, comme le montre la Figure 2.28.

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
Nom	n° essai	R	E	O	HIP	P		E (Gpa)	Re 0,2 (Mpa)	Rm (Mpa)	A% PM IM
2	1	>10	30	0	sans	oui		114,005	1054	1110	15
3	2	>10	30	45	sans	oui		107,664	1064	1105	17,5
4	3	>10	30	90	sans	oui		114,436	1054	1103	18,5
5	4	>10	60	0	sans	oui		111,821	1099	1148	14,4
6	5	>10	60	45	sans	oui		112,848	1049	1097	12,5
7	6	>10	60	90	sans	oui		113,915	1070	1116	15,9
8	7	<10	30	0	avec	oui		119,673	924	989	11,2
9	8	<10	30	45	avec	oui		120,932	909	981	9,7
10	9	<10	30	90	avec	oui		122,741	900	965	11,1
11	10	<10	60	0	avec	oui		118,797	933	999	10
12	11	<10	60	45	avec	oui		119,659	924	1010	11,4
13	12	<10	60	90	avec	oui		118,647	936	1003	11,9
14	13	>10	30	0	avec	non		104,749	875	933	6,4
15	14	>10	30	45	avec	non		107,098	889	941	5,4
16	15	>10	30	90	avec	non		109,182	885	939	7,7
17	16	>10	60	0	avec	non		109,03	957	990	6
18	17	>10	60	45	avec	non		105,618	870	926	7,5
19	18	>10	60	90	avec	non		111,988	909	945	7,5
20	19	<10	30	0	sans	non		109,662	999	1055	11
21	20	<10	30	45	sans	non		107,349	959	1010	8,8
22	21	<10	30	90	sans	non		108,064	931	975	4,8
23	22	<10	60	0	sans	non		115,027	1000	1053	9,8
24	23	<10	60	45	sans	non		104,132	920	972	6,8
25	24	<10	60	90	sans	non		110,316	963	1011	8,3

FIGURE 2.28 – Interface du logiciel Ellistat.

Dans l'extrait présenté, la colonne A représente le numéro de l'essai, les colonnes B à E le niveau des paramètres indiqués dans la ligne Nom. Enfin, les réponses (ici celles obtenues sur les essais de traction) sont au nombre de quatre, une par paramètre mécanique issue d'un essai de traction uni-axial. Lorsque les entrées et les sorties du plan d'expériences sont définies, il est possible de lancer l'analyse avec le logiciel ELLISTAT. La Figure 2.29 décrit les différentes étapes réalisées.

La première étape consiste à sélectionner le type d'analyse souhaitée, à savoir PLAN D'EXPÉRIENCES dans notre cas (point numéro 1), et dans les possibilités sélectionner ANALYSER Y (point numéro 2) ce qui entraîne le démarrage automatisé de l'analyse des données du plan d'expériences. Les paramètres d'entrées, à savoir les facteurs contrôlés (point numéro 3) et les réponses à analyser, à savoir les résultats expérimentaux du plan d'expériences (point numéro 4) sont préalablement définis. Lorsque l'ensemble des entrées et des réponses est choisi, l'interface de la Figure 2.30 s'affiche et permet la gestion des données afin de commencer l'analyse des résultats.

La décomposition de l'interface se scinde en six parties pour l'analyse :

1. Choix du modèle théorique, dans le cadre de la thèse il s'agit de régression linéaire multiple pour permettre la réalisation des analyses de variances [199].
2. Meilleurs sous-ensembles : il s'agit d'un calcul des meilleures combinaisons possibles de modèle permettant de garder le maximum de facteurs significatifs tout en optimisant la donnée $R^2_{\text{prévu}}$. Le $R^2_{\text{prévu}}$ est un paramètre statistique permettant d'éviter la sur-évaluation entre le modèle théorique et les résultats expérimentaux en supprimant artificiellement l'observation dans l'établissement de l'équation statistique lors de la comparaison entre le modèle statistique et les résultats expérimentaux.

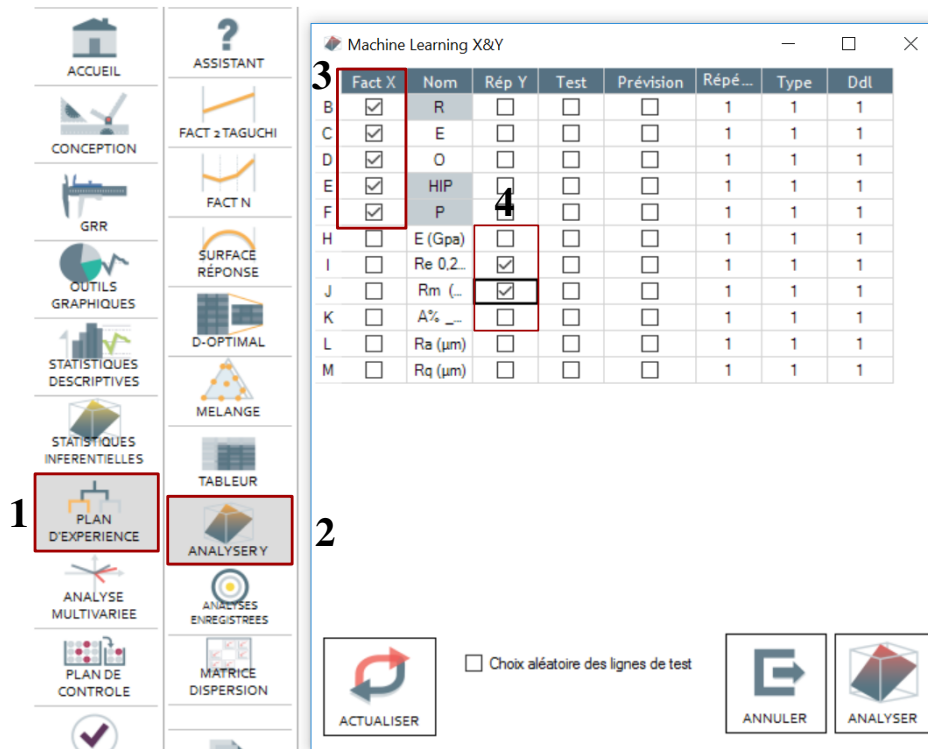


FIGURE 2.29 – Sélection des paramètres du plan d'expériences et choix des réponses.

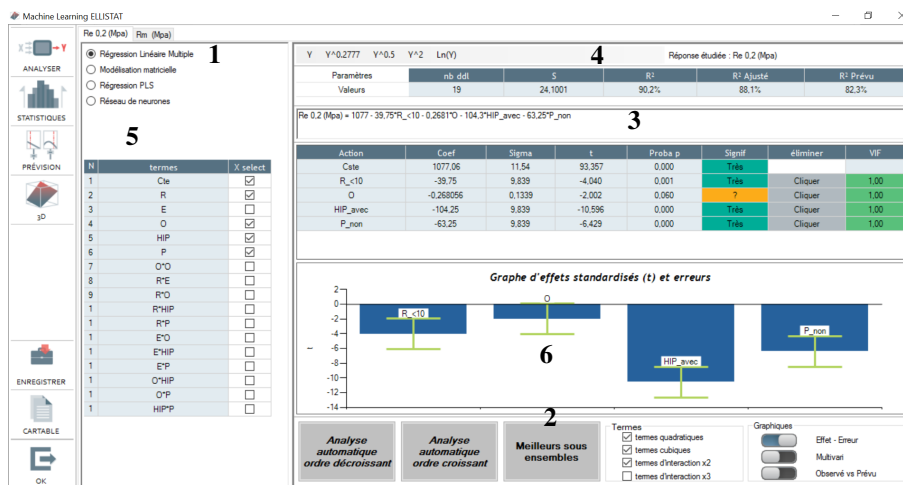


FIGURE 2.30 – Établissement du modèle statistique par le logiciel ELLISTAT.

3. Modèle linéaire obtenu à partir des meilleurs sous-ensembles.
4. Précision statistique du modèle par l'analyse de variance. Dans notre situation, le $R_{\text{prévu}}^2$ sera la donnée principale d'utilisation.
5. Liste des paramètres et interactions pouvant s'ajouter au modèle établi par les meilleurs sous-ensembles. Une prudence est de mise par rapport aux alias.
6. Visualisation graphique de l'effet des facteurs établis sur le modèle. Dans le chapitre 3, les analyses faites par ELLISTAT sont réalisées sous forme de graphiques tels que ceux présentés dans la Figure 2.26.

2.9 Conclusion du deuxième chapitre

Le chapitre 2 décrit l'ensemble des moyens mis en place afin de caractériser les pièces en alliage de Ti-6Al-4V fabriquées par le procédé DMLS pour faire le lien entre leurs propriétés mécaniques, leurs microstructures et leurs défauts en fonction des paramètres de fabrication. Les cinq paramètres d'impression retenus, car facilement ajustables pour l'entreprise INITIAL partenaire de l'étude, sont :

1. Un paramètre de « préfabrication », la matière première sous forme de poudre en alliage de Ti-6Al-4V.
2. Deux paramètres de fabrication, à savoir l'épaisseur des couches lasées et l'orientation des pièces fabriquées par rapport au plateau de fabrication.
3. Deux traitements de « post-fabrication » que sont le traitement thermique HIP et le polissage.

La matière première (poudre de titane Ti-6Al-4V) est suivie en fonction de son nombre de recyclages. Pour cela, la circularité qui caractérise la sphéricité des particules de poudre, la taille des particules de poudre et les variations de composition chimique sont étudiées. Les mesures réalisées sont essentiellement faites à l'aide de la microscopie électronique à balayage.

Le premier paramètre machine est l'épaisseur des couches lasées qui peut être de 30 μm ou 60 μm . L'effet de ces deux épaisseurs est évalué en fonction des variations de rugosité et de porosités que le changement de modalité entraîne. Le second paramètre machine est l'orientation d'impression des pièces fabriquées. Ce paramètre est également suivi en fonction des modifications de rugosité et de porosités ainsi que sur sa microstructure. Pour ces deux paramètres, le suivi est réalisé par rugosimétrie optique et tomographie à rayon X. Le premier post-traitement évalué est thermique avec la réalisation d'un traitement dit HIP (Hot Isostatic Pressing) qui contribue à modifier la microstructure de l'alliage et résorber les porosités. Ce paramètre est évalué par le suivi des microstructures de l'alliage de Ti-6Al-4V par microscopie optique et électronique à balayage sur la présence de porosités. Des mesures de pourcentage de phases sont également réalisées pour compléter l'étude. Le second post-traitement est le polissage manuel des échantillons où l'effet de ce dernier est suivi par tomographie à rayons X et rugosimétrie optique. Les différentes combinaisons de paramètres sont évaluées dans le cadre du plan d'expériences sur les propriétés mécaniques en traction, en fatigue ainsi qu'en dureté.

Afin de corrélérer l'ensemble de ces paramètres d'impression aux propriétés des pièces étudiées, l'utilisation de la méthodologie des plans d'expériences est réalisée. La finalité est de produire des modèles statistiques permettant de prédire les propriétés mécaniques des pièces fabriquées (chapitre 3). Enfin, l'effet isolé de chaque paramètre d'impression sur la structure des échantillons est évalué dans le chapitre 4.

Chapitre 3

Analyses industrielles du procédé DMLS

Sommaire

3.1	Introduction	84
3.2	Études de cas industriels propres à l'entreprise INITIAL	84
3.2.1	Présentation des cas d'étude	84
3.2.2	Uniformité d'impression (Cas #1)	85
3.2.3	Arrêt de production (Cas #2)	90
3.2.4	Effets des traitements thermiques (cas #3)	93
3.2.5	Evolution des propriétés mécaniques en traction au cours du temps, sur des pièces réalisées sur la machine M270	96
3.2.6	Bilan des analyses de cas spécifiques	98
3.3	Qualification du procédé DMLS au moyen d'un plan d'expériences	98
3.3.1	Construction du plan d'expériences	98
3.3.2	Réalisation des plateformes de fabrication	99
3.3.3	Analyse microstructurale	101
3.3.4	Analyse des propriétés mécaniques en traction	105
3.3.5	Analyse des éprouvettes de fatigue	120
3.4	Conclusion du troisième chapitre	126

3.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est d'établir le lien entre les paramètres de fabrication du procédé DMLS utilisé par l'entreprise INITIAL, les propriétés mécaniques des pièces fabriquées et la microstructure des échantillons. Dans cette optique, la caractérisation mécanique des échantillons est réalisée au moyen d'essais de traction, de fatigue et de dureté. Ces résultats sont ensuite corrélés avec la microstructure des échantillons et les paramètres extrinsèques du procédé DMLS, paramètres facilement contrôlables et modifiables dans un contexte industriel.

Pour répondre à cet objectif, le chapitre s'organise en deux parties. La première est orientée sur l'étude de trois cas d'études spécifiques survenant au sein d'INITIAL. Le premier cas d'étude concerne l'uniformité d'impression d'une machine de fabrication afin de vérifier si, sur une même plateforme, les fabrications sont identiques en tout point de celle-ci. Le deuxième cas d'étude porte sur les conséquences d'un arrêt de production en cours de fabrication. Pour répondre à cette situation industrielle, un arrêt volontaire est réalisé avec une remise à l'air de l'enceinte de production pendant six heures avant de reprendre la fabrication. Le troisième cas d'étude se focalise sur le comportement en traction d'échantillons en Ti-6Al-4V, après production, pour quatre états thermiques différents.

La seconde partie de ce chapitre est consacrée à l'exploitation d'un plan d'expériences réalisé sur les équipements de production DMLS de l'entreprise INITIAL. L'effet de cinq paramètres d'impression (recyclage des poudres de Ti-6Al-4V, épaisseur des couches lasées, orientation des pièces fabriquées, réalisation éventuelle d'un traitement thermique HIP et/ou d'un polissage) est analysé au regard des propriétés mécaniques et microstructurales des éprouvettes produites.

3.2 Études de cas industriels propres à l'entreprise INITIAL

3.2.1 Présentation des cas d'étude

Confrontée à des problématiques spécifiques mais récurrentes, l'entreprise INITIAL a besoin de recul sur certaines situations de production. Pour cela, trois problématiques industrielles sont étudiées dans le cadre de la présente étude. Le premier cas d'étude (cas #1) a pour but de vérifier l'uniformité d'impression de la machine M270 et de comparer les propriétés mécaniques en traction obtenues aux données certifiées par EOS ainsi qu'à la littérature. Le second cas d'étude (cas #2) porte sur l'effet d'un arrêt de production simulé avec l'utilisation de la machine M280. Le troisième cas d'étude (cas #3), réalisé sur les machines M280 et M270, consiste à évaluer l'effet de différents traitements sur les propriétés mécaniques en traction. Le Tableau 3.1 expose les conditions de fabrication des quatre plateformes.

Situation	Machine	Programme de lasage	Référence plateforme
Uniformité d'impression	M270	Performance	(cas #1)
Arrêt de production	M280	Performance	(cas #2)
Effets des TTH	M280	Speed	(cas #3)
Effets des TTH	M270	Performance	(cas #3)

Tableau 3.1 – Conditions de fabrication des plateformes liées aux problématiques industrielles (TTH : Traitements THermiques).

En complément de ces trois cas d'étude, une étude comparative entre les deux plateformes réalisées

sur la machine EOSINT M270 est menée. Les conditions de fabrication sont identiques entre les deux plateformes mais la première a été fabriquée en septembre 2017 et la seconde en décembre 2019. L'objectif de cette analyse est d'appréhender les évolutions de propriétés mécaniques en traction pour une même machine de fabrication, au cours du temps.

3.2.2 Uniformité d'impression (Cas #1)

Pour assurer une production de pièces de qualité et ce, de manière répétable, savoir si en tout point d'une plateforme de fabrication les pièces élaborées sont identiques par le procédé DMLS est une réelle problématique pour un industriel tel qu'INITIAL. Pour cela, cinq blocs métallographiques parallélépipédiques sont imprimés aux différents coins et au centre de la plateforme (Figure 3.1 (a)).

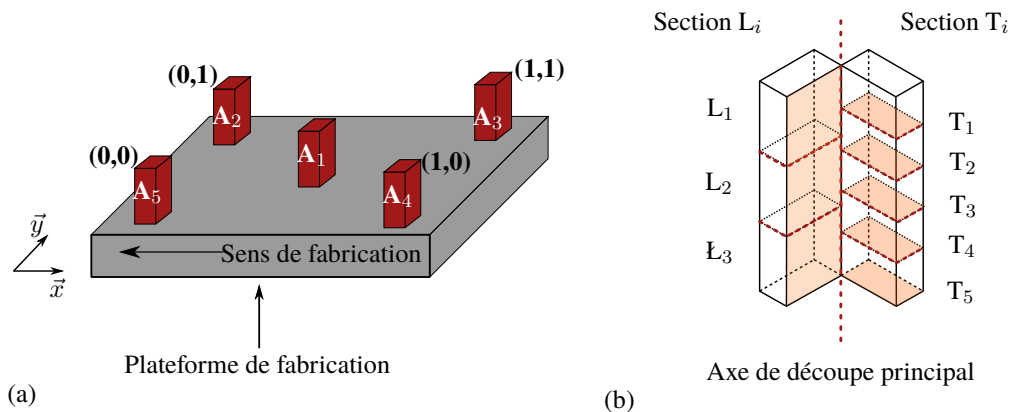


FIGURE 3.1 – (a) Schéma donnant la répartition des blocs métallographiques A_i sur la plateforme de fabrication et (b) découpe et numérotation des échantillons qui en sont issus.

Chaque échantillon est nommée A_i (avec $i = 1$ à 5) selon leur position par rapport au repère situé sur la plateforme. Par la suite, le positionnement "avant" fait référence aux échantillons élaborés pour $y = 0$ et le terme "arrière" de la plateforme fait référence aux échantillons élaborés pour $y = 1$. La Figure 3.1 (b) expose les plans de découpe des échantillons (pointillés rouges) permettant l'obtention de trois échantillons nommés L_i ($i = 1$ à 3) et cinq échantillons nommés T_i ($i = 1$ à 5) pour l'observation respective des sections longitudinales et transversales (en orange). Le taux de porosités surfacique a été mesuré à partir de l'analyse d'images réalisée sur les microscopies électronique à balayage (voir paragraphe 2.5) des cinq blocs métallographiques pour les sections longitudinales et transversales. Le Tableau 3.2 donne les différents taux de porosités mesurés.

Section	A_1	A_2	A_3	A_4	A_5
Longitudinale (%)	$0,086 \pm 0,027$	$0,107 \pm 0,027$	$0,029 \pm 0,025$	$0,144 \pm 0,043$	$0,123 \pm 0,095$
Transversale (%)	$0,094 \pm 0,087$	$0,068 \pm 0,0295$	$0,088 \pm 0,025$	$0,280 \pm 0,133$	$0,211 \pm 0,158$

Tableau 3.2 – Mesure du taux de porosités pour la moyenne des sections longitudinales et transversales des échantillons A_i . Pour chaque section L_i , quinze images sont analysées et pour chaque section T_i , dix images sont analysées (paragraphe 2.5).

Sur l'ensemble des résultats obtenus, le taux de porosités surfacique mesuré est globalement faible (inférieur à 0,3 %). Cependant la formation de porosités est inégalement répartie sur la plateforme de production. La Figure 3.2 représente graphiquement les données du Tableau 3.2 sur le taux de porosités surfacique des sections L_i et T_i pour les cinq échantillons.

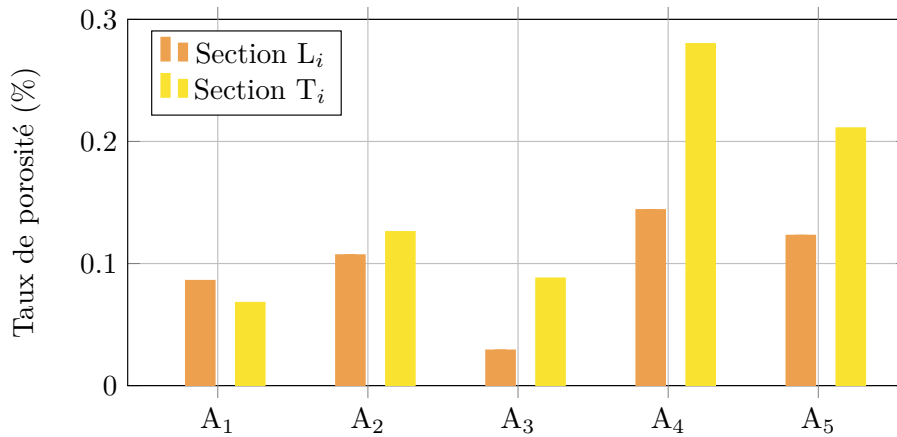


FIGURE 3.2 – Répartition des porosités par analyse MEB sur les sections longitudinales (orange) et les sections transversales (jaune) en fonction de leurs répartitions sur une plateforme de fabrication.

Les résultats permettent de classer les différents blocs métallographiques en deux catégories. La première avec les échantillons A₁, A₂ et A₃ où le taux de porosités est inférieur à 0,11 % et la seconde avec les échantillons A₄ et A₅ qui ont un taux de porosités supérieur à 0,12 %. Les incertitudes de mesure associées sont au minimum de ± 25 % de la valeur moyenne obtenue. Les taux de porosités surfacique mesurés sont du même ordre de grandeur que ceux spécifiés par le fabricant de machine EOS qui spécifie un taux de porosités à 0,1 %. Ces résultats permettent de dire que le taux de porosités est plus important sur l'avant (échantillons A₄ et A₅) de la plateforme ($y=0$) qu'en son centre ou à l'arrière (échantillons A₁, A₂ et A₃).

L'hypothèse permettant de l'expliquer est un effet des particules nommé "spatter" [100] qui correspond à des particules de poudre éjectées du lit de poudre lors du passage du faisceau laser. Ces particules en l'air sont ensuite amenées du fond de la plateforme de fabrication ($y=1$) vers l'avant ($y=0$) par le flux d'argon qui se déplace de l'arrière vers l'avant de celle-ci. Quand ces particules retombent sur l'avant de la plateforme ($y=0$), elles provoquent des hétérogénéités de la densité du lit de poudre entraînant localement, par manque de matière, de nouvelles porosités. La présence d'hétérogénéités sur une même plateforme de production a également été étudiée [200] et conclut à la présence de plus de porosités au centre de la plateforme par rapport à l'avant de celle-ci.

La Figure 3.3 illustre deux types de porosités détectées lors des micrographies électroniques à balayage sur les échantillons de Ti-6Al-4V élaborés par le procédé DMLS présentant des porosités (noires) typiques du procédé de fabrication.

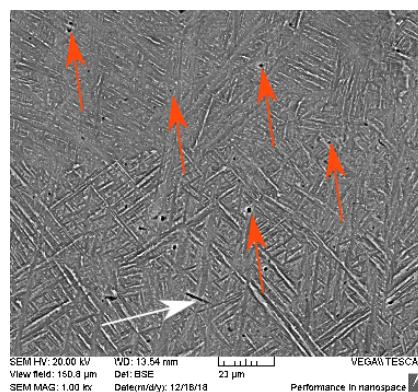


FIGURE 3.3 – Microstructure d'un échantillon de Ti-6Al-4V élaboré par le procédé DMLS présentant des porosités (noires) typiques du procédé de fabrication.

Les porosités observées les plus fréquentes sont des micro-porosités (flèches orange) liées au gaz dissous dans le lit de poudre (voir paragraphe 4.3). Leur taille varie de 1 à 2 μm . Les secondes porosités (flèche blanche) sont de forme longitudinale. Leur largeur varie de 1 à 2 μm pour une longueur variant de 5 à 15 μm lors des différentes observations réalisées. Ces porosités correspondent à des zones où la fusion des poudres n'est pas stable [82].

Pour compléter l'étude des taux de porosités surfaciques, le taux de porosités volumique des échantillons L_2 provenant des cinq blocs métallographiques A_i a été mesuré. La résolution du tomographe pour cette étude ne permet de visualiser que les porosités ayant un volume supérieur à 2147 μm^3 . Le Tableau 3.3 présente les résultats obtenus.

	A_1	A_2	A_3	A_4	A_5
Nb Porosité	2	3	4	3	5
Vol. tot. $\cdot 10^3 \mu\text{m}^3$	55	105	131	99	149
Vol. investigué $\cdot 10^9 \mu\text{m}^3$	836	1354	1654	1645	1210
Tx de por Tomo $\cdot 10^{-5} (\%)$	0,6	2,4	2,6	1,1	1,7
Tx de por. MEB sec. L2 $(\%)$	0,093	0,126	0,054	0,105	0,089

Tableau 3.3 – Volume des porosités mesurées par tomographie à rayon X sur les sections L2 des cinq échantillons A_i .

La première partie du tableau quantifie les porosités détectées ainsi que leur volume cumulé. Cette dernière valeur est ensuite comparée au volume total investigué. La seconde partie du tableau expose le taux de porosités volumiques obtenu par tomographie et le taux de porosités surfacique des échantillons L_2 . Les constats sont les suivants :

1. Le nombre de porosités détecté est faible.
2. La classification par ordre croissant du taux de porosités volumique des sections L_2 par tomographie donne $A_1 < A_4 < A_5 < A_2 < A_3$ (grosses porosités) alors que par microscopie électronique donne $A_3 < A_5 < A_1 < A_4 < A_2$ (petites porosités).

Dans le cas présent, la confrontation des données issues de deux méthodologies différentes pour évaluer les taux de porosités des échantillons n'amène pas aux mêmes conclusions. Par les mesures surfaciques l'échantillon A_3 est le moins poreux alors qu'il s'agit de l'échantillon le plus poreux pour les mesures volumiques. Bien que ces deux méthodes fournissent des résultats non comparables, les résultats obtenus sont complémentaires. L'étude par tomographie permet d'avoir une représentation globale de l'échantillon et de la quantification des porosités ayant un volume important. L'utilisation de la microscopie électronique à balayage permet de voir la présence des petites porosités non distinguables par tomographie. A contrario, la visualisation de porosités ayant un volume important est plus difficile par la microscopie électronique à balayage. En somme, les échantillons analysés dans le cadre de cette étude possèdent très peu de porosités avec un volume important mais de nombreuses micro-porosités.

Pour évaluer l'impact des porosités sur les propriétés mécaniques, des mesures de dureté sont réalisées sur les différentes sections L_i et T_i . La Figure 3.4 expose la moyenne des duretés Vickers des échantillons L_i et T_i pour les cinq blocs métallographiques.

Les duretés des échantillons A_4 (HV $L_i = 360$ et HV $T_i = 383$) et A_5 (HV $L_i = 372$ et HV $T_i = 379$) sont plus faibles que les mesures de dureté des échantillons A_1 (HV $L_i = 374$ et HV $T_i = 390$), A_2 (HV $L_i = 371$ et HV $T_i = 398$) et A_3 (HV $L_i = 367$ et HV $T_i = 402$). Cette légère tendance entre les

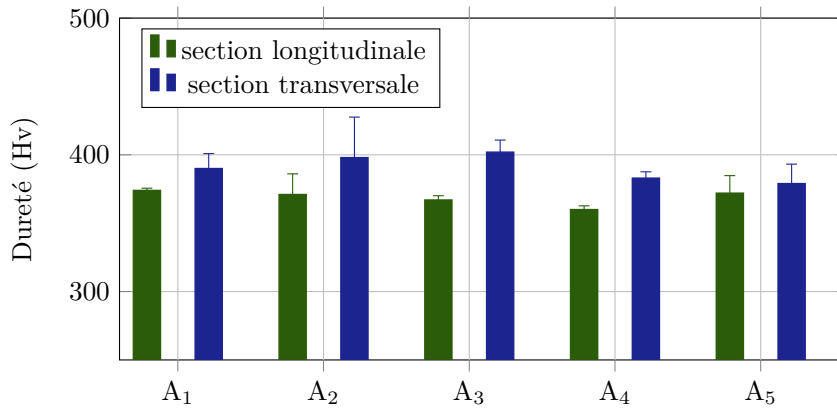


FIGURE 3.4 – Mesures de dureté Vickers sur les sections longitudinales et transversales des cinq blocs métallographiques.

échantillons A₄ et A₅ par rapport aux autres blocs métallographiques pourrait être liée aux variations de porosités présentées sur la Figure 3.2, comme le met en avant la littérature [201] qui démontre que plus les échantillons sont poreux, plus leur dureté diminue.

Les mesures de dureté sur les deux sections longitudinales et transversales montrent une différence de dureté systématique de l'ordre de 20 HV. Cette différence est expliquée par la microstructure des échantillons présentée sur les Figures 3.5 (a) et (b).

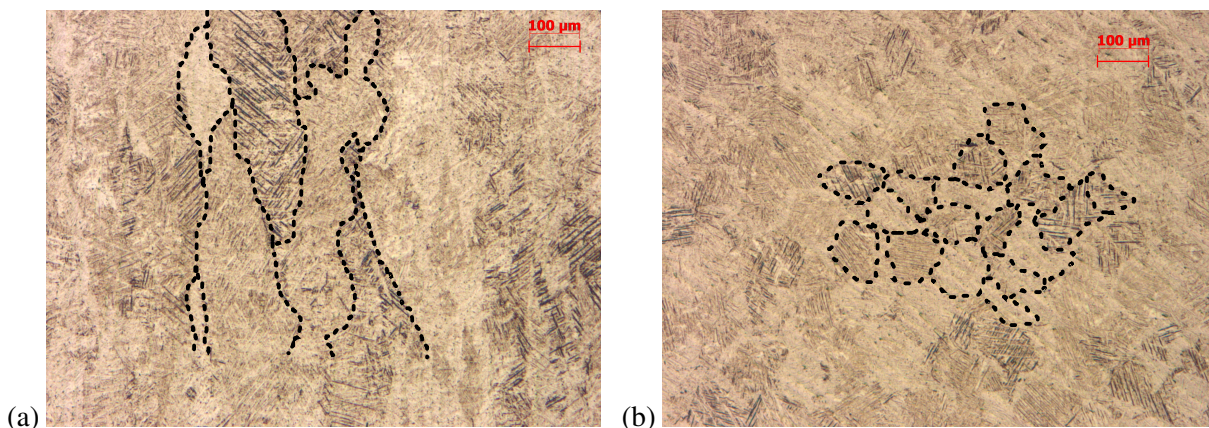


FIGURE 3.5 – Images en microscopie optique d'échantillon en Ti-6Al-4V élaboré par le procédé DMLS montrant (a) la microstructure colonnaire des grains β d'une section longitudinale et (b) la microstructure équiaxe d'une section transversale.

Dans la section L_i, la microstructure granulaire observée est de type colonnaire et le nombre de grains par unité de surface est faible. A l'inverse, dans les sections T_i, les grains sont plus petits et équiaxes. Par conséquent, le nombre de joints de grains étant plus important dans ces sections, il induit une dureté plus élevée.

Lors de l'élaboration des cinq blocs métallographiques, des éprouvettes de traction à 0°, 45° et 90° ont également été imprimées afin d'évaluer leurs propriétés mécaniques par rapport aux spécifications d'EOS sur la machine M270 (voir Tableau 3.4).

Les conditions expérimentales pour la caractérisation en traction des pièces issues de la machine M270 en provenance d'EOS ne sont pas connues. Ainsi, les détails (température, temps) du traitement thermique réalisé par EOS sur leurs éprouvettes ainsi que les incertitudes de mesure ne sont pas précisés.

Orientation (°)	E (GPa)	Re ^{0,2%} (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
90	110	965	1075	14
0	110	945	1055	14

Tableau 3.4 – Propriétés mécaniques garanties par le fabricant EOS sur la machine M270 pour des échantillons en alliage Ti-6Al-4V après un traitement thermique à 800°C pendant deux heures.

ment connues. Cependant, en extrapolant les données de leurs fiches techniques pour les machines M100, M280 et M290, nous pouvons dire que le traitement thermique est réalisé à 800°C pendant deux ou quatre heures et que les incertitudes de mesure sur les propriétés mécaniques en traction sont de :

- ± 15 GPa pour le module d'élasticité,
- ± 40 MPa pour la limite d'élasticité,
- ± 50 MPa pour la limite à rupture,
- ± 2 % pour l'allongement à rupture.

Le Tableau 3.5 récapitule les résultats expérimentaux en traction.

Orientation (°)	E (GPa)	Re ^{0,2%} (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
90	113,7	1000	1046	6,2
45	111,5	1010	1053	8,2
0	100,3	1000	1054	6,4
0	112,4	1040	1087	7,3
0	110,4	1040	1083	6,2

Tableau 3.5 – Propriétés mécaniques en traction obtenues sur un échantillon à 90° et 45° et trois échantillons à 0° pour le cas d'étude #1 avec un traitement thermique de détente à 730°C pendant deux heures.

Le module d'élasticité varie de 113,7 GPa à 90° à 107,7 GPa pour la moyenne des trois échantillons à 0°. Ce dernier est donc conforme aux spécifications d'EOS. La limite d'élasticité et la limite à rupture varient respectivement de 1000 MPa à 1040 MPa et de 1046 MPa à 1087 MPa. Elles sont donc également conformes aux spécifications d'EOS. Enfin, l'ensemble des allongements à rupture est non conforme puisqu'ils sont au moins inférieurs de 5,8 % à la spécification du fournisseur EOS. Ceci peut-être lié à la température de traitement thermique qui est réalisée à 800°C au sein d'EOS alors qu'il est réalisé à 730°C dans nos études. Comme le Tableau 1.4 l'expose, une température de traitement thermique plus élevée permet une modification de la microstructure plus importante et permet à la phase ductile β d'apparaître. Enfin, la méthode de contrôle est également différente. EOS réalise ses essais de traction selon la norme ISO 6892-1 et utilise un extensomètre ayant une jauge de 25 mm.

De manière générale, les propriétés mécaniques en traction des pièces en Ti-6Al-4V élaborées par la machine M270 semblent conformes aux spécifications. Cependant, certains éléments sont à prendre en compte et pourraient nuancer la conclusion :

- le manque de répétabilité pour les orientations à 90° et 45° avec seulement une seule éprouvette caractérisée,
- la différence entre les moyens de contrôle de l'allongement à rupture,

- l'absence des données mécaniques précises issues du fournisseur EOS.

3.2.3 Arrêt de production (Cas #2)

En production, il arrive que la machine de fabrication s'arrête en cours de production. Dans certaines situations, l'enceinte de fabrication est remise à l'air. À la suite de cela et par prudence, les pièces en cours d'élaboration sont jetées et la production entièrement recommencée. L'objet de cette étude est d'évaluer le risque de relancer la production après un arrêt. Pour cela, un arrêt de production est simulé à mi-hauteur de la fabrication d'éprouvettes de traction et de blocs métallographiques. Lors de cet arrêt, l'enceinte de fabrication est remise à l'air pendant six heures. Pour comprendre les conséquences de l'arrêt de production, deux axes sont étudiés :

- Le premier porte sur la caractérisation en traction d'éprouvettes et consiste à vérifier que les grandeurs mécaniques E , $Re^{0,2\%}$, Rm et $A\%$ respectent les spécifications minimales de fabrication fournies par EOS. L'effet de l'arrêt de production est également évalué en fonction des propriétés mécaniques de la littérature et également avec des éprouvettes élaborées dans des conditions similaires mais sans arrêt de production.
- Le second axe porte sur la microstructure des échantillons. Deux blocs métallographiques sont imprimés et observés par microscopie optique. L'un est dans un état microstructural brut d'élaboration (AB) et le second a subi le traitement de détente SR_1 ($730^\circ C$, 2h).

3.2.3.1 Propriétés mécaniques en traction

Pour une orientation d'impression à 90° , l'impact de l'arrêt de production se réalise vis-à-vis de la spécification d'EOS. Pour la machine de fabrication, la spécification est réalisée pour un traitement thermique de quatre heures à $800^\circ C$. Pour rappel, les éprouvettes réalisées au sein d'INITIAL ont subi quant à elles un traitement de détente SR_1 à 730° pendant deux heures. Les propriétés mécaniques issues de l'arrêt de production sont la moyenne de trois éprouvettes pour l'orientation 45° et de deux éprouvettes pour 90° . Les propriétés mécaniques de l'éprouvette sans arrêt de production sont extraites que d'un seul échantillon caractérisé. Le Tableau 3.6 présente les éprouvettes testées et les résultats expérimentaux.

Description	Orientation	E (GPa)	$Re^{0,2\%}$ (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
Spec EOS M280	90°	110 ± 15	860	930	10
Arrêt de	45°	108,6	903	961	7,7
Production	90°	110,2	915	1049	10,2
Sans arrêt de production	90°	103,6	1050	1202	2,3

Tableau 3.6 – Tableau des propriétés mécaniques contenant la spécification minimale d'EOS à la suite d'un traitement thermique de 4 heures à $800^\circ C$, les résultats expérimentaux des éprouvettes ayant subi l'arrêt de production et un échantillon élaboré dans des conditions similaires mais sans arrêt de production.

En comparant l'ensemble des résultats avec et sans l'arrêt de production par rapport à la spécification d'EOS, les observations sont les suivantes :

- l'ensemble des modules d'élasticité correspond à la spécification,
- l'ensemble des limites d'élasticité et à rupture est supérieur aux spécifications,
- les allongements à rupture sont inférieurs à la spécification. Cependant, la méthode de contrôle est différente.

Avec la prise en compte du traitement thermique différent et la méthode de mesure de l'allongement à rupture également différent, l'ensemble des propriétés mécaniques obtenues est en adéquation à la spécification d'EOS.

La comparaison de l'éprouvette sans arrêt de production avec celles l'ayant subi à 90° montre un allongement nettement supérieur dans le cas de l'arrêt de production. A contrario, les limites d'élasticité et à rupture sont inférieures avec l'arrêt de production. En croisant ces résultats avec ceux de la littérature (voir Tableau 1.5), on constate que les résultats expérimentaux obtenus pour l'éprouvette sans arrêt de production ne sont pas corrects. Le module d'élasticité et l'allongement sont grandement inférieurs aux données publiées et la limite à rupture beaucoup plus importante. Une des hypothèses explicatives est le manque de répétabilité sur ces conditions de fabrication (un seul test). En comparant les résultats de l'échantillon ayant subi l'arrêt de production aux données de la littérature, le module d'élasticité est en adéquation avec la littérature, les limites d'élasticité et à rupture y sont inférieures (d'environ 50 MPa) et l'allongement à rupture y est supérieur (3 %) [143]. Afin de confirmer la tendance observée, un nouveau comparatif devrait être réalisé pour voir si l'arrêt de production entraîne une modification des propriétés mécaniques. Pour cela, l'évaluation de la zone de rupture des éprouvettes a été mise en regard de la zone de l'arrêt de production. La Figure 3.6 présente une photo de la zone de rupture des éprouvettes de traction pour les deux orientations.

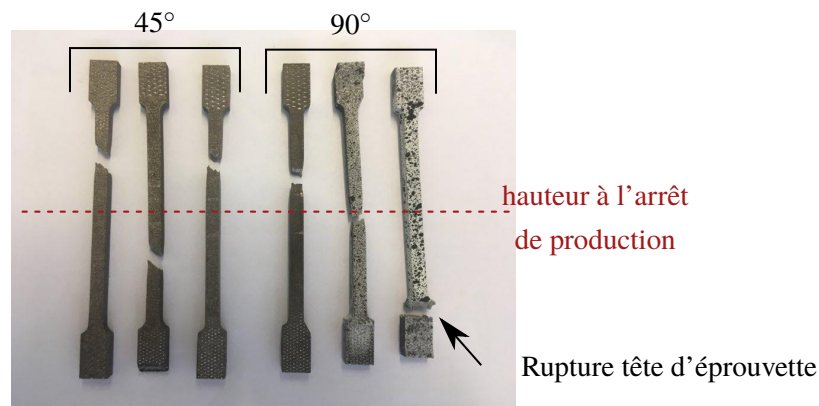


FIGURE 3.6 – Photographie des échantillons mettant en avant la zone de rupture par rapport à la localisation en \vec{z} de l'arrêt de production sur des éprouvettes non polies.

Dans le cas présent, excepté la seconde éprouvette à 90° qui rompt à hauteur de la zone d'arrêt de production, les autres éprouvettes n'ont pas rompu préférentiellement dans cette zone. Aucun comportement spécifique lié à l'arrêt de production n'a pu être mis en avant. La principale raison est évoquée dans les paragraphes 3.3 et 4.6 où l'effet du polissage est prépondérant sur les propriétés mécaniques. Ainsi, lorsqu'il n'est pas réalisé, il s'agit du paramètre influençant le plus les propriétés mécaniques. Les éprouvettes caractérisées ici n'ont pas été polies. La combinaison du manque de répétabilité et de l'effet du polissage empêche de conclure sur l'arrêt de production. Pour ces raisons, la réalisation d'une étude statistique des éprouvettes polies permettrait d'apporter plus d'informations pour choisir si le redémarrage de la production est réalisable ou non.

3.2.3.2 Étude microstructurale

Pour compléter l'étude sur l'arrêt de production, une investigation de la microstructure dans la section L_2 du bloc métallographique sans traitement thermique est réalisée. La Figure 3.7 présente la reconstruction des différentes micrographies réalisées verticalement sur la section L_2 du bloc métallographique, section où l'arrêt de production s'est produit.

Sur l'ensemble de la section, la microstructure consiste en des grains allongés colonnaires issus de la phase β , composées d'aiguilles de martensite α' . Ces aiguilles s'amorcent à partir des joints de grains



FIGURE 3.7 – Reconstruction par la superposition de 21 images en microscopie optique de la zone centrale (L₂) d'un bloc métallographique brut d'élaboration en vue d'observer un éventuel impact de l'arrêt de production.

de la phase β et sont issues du refroidissement extrêmement rapide lié au procédé de fabrication DMLS [145]. L'analyse de la section a été réalisée afin de détecter un éventuel impact de l'arrêt de production, notamment sur la présence de porosités. Aucun effet de l'arrêt de production n'a été détecté, les porosités n'étant pas plus nombreuses dans la zone de l'arrêt. Un complément d'informations a également été recherché en microscopie électronique à balayage afin de détecter une zone contenant des hétérogénéités dues à la présence d'impuretés éventuelles, mais rien n'a pu être observé. Un profil en microdureté Vickers montré sur la Figure 3.8 a également été réalisé mais n'a pas permis de corrélérer des variations de dureté avec l'arrêt de production.

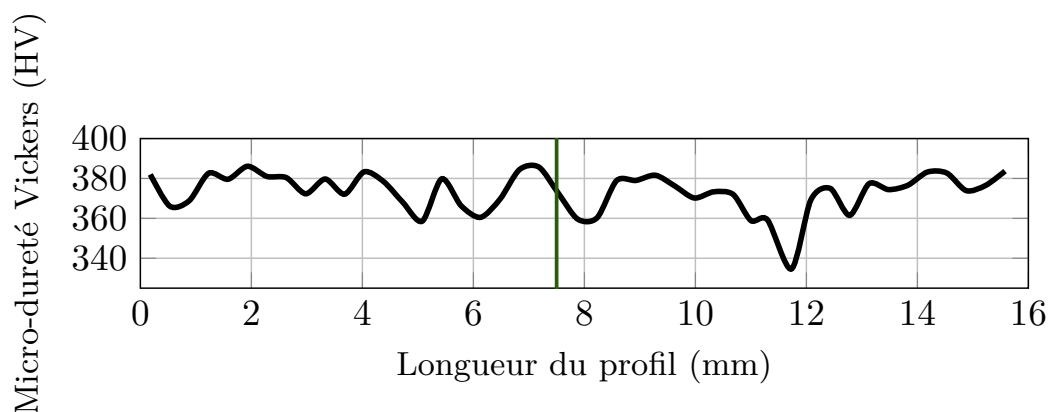


FIGURE 3.8 – Profil en microdureté Vickers le long de la section L_2 d'un bloc métallographique brut d'élaboration en vue d'observer un éventuel impact de l'arrêt de production.

3.2.3.3 Bilan de l'arrêt de production

La caractérisation d'éprouvettes en traction ayant subi un arrêt de production a permis de montrer que les propriétés mécaniques en traction pouvaient être affectées. En effet, par la comparaison des mesures réalisées avec les données de la littérature, les limites d'élasticité et à rupture sont plus faible, le module d'élasticité est équivalent et l'allongement à rupture est plus élevé. Afin d'évaluer l'impact de cet arrêt, une investigation sur la microstructure a été réalisée mais rien n'a été détecté. La comparaison des résultats avec les spécifications d'EOS n'est pas concluante en raison de la différence des traitements thermiques effectués.

La machine de fabrication utilisée est dédiée à la production et n'a pas pu être utilisée de nouveau pour réaliser des essais complémentaires. Cependant, si des essais doivent de nouveau être réalisés, l'étude comparative doit se faire dans les mêmes conditions que la spécification d'EOS pour être en accord avec la norme ASTM F1472-08 avec un traitement thermique de quatre heures à 800°C. La comparaison peut également s'effectuer en comparant deux plateformes de production dans des conditions d'impression similaire dont une avec un arrêt de production. Enfin, l'étude devra être plus statistique afin de quantifier l'effet de l'arrêt de production par rapport à la référence choisie. L'utilisation de techniques d'analyses plus fines devra également être envisagée.

3.2.4 Effets des traitements thermiques (cas #3)

Au sein de l'entreprise INITIAL, quatre états thermiques différents peuvent-être utilisés selon l'application ou non des différents traitements thermiques (voir Tableau 3.1). L'entreprise souhaite comparer pour l'alliage de titane Ti-6Al-4V l'effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques pour optimiser leurs applications en fonction des propriétés mécaniques souhaitées. Pour cela, les quatre états microstructuraux sont comparés en traction. En sortie de production, les pièces subissent le traitement

thermique de détente à 730°C pendant deux heures permettant la relaxation des contraintes résiduelles (SR₁). Cependant, dans certaines situations, il peut être plus rapide d'effectuer la séparation des échantillons de leur plateforme de fabrication avant la réalisation des traitements thermiques (SR₂). De plus, pour des pièces ne nécessitant pas de propriétés mécaniques spécifiques, aucun traitement thermique n'est parfois appliqué. L'objectif de cette étude est donc d'évaluer les propriétés mécaniques des pièces en fonction de ces différentes situations. Les deux machines de fabrication EOSINT M270 et M280 ont été utilisées pour la fabrication des échantillons.

3.2.4.1 Éprouvettes fabriquées sur la machine M280

Le Tableau 3.7 expose les résultats expérimentaux entre les traitements thermiques SR₁ et SR₂ sur les propriétés mécaniques en traction pour une seule éprouvette caractérisée dans chaque situation.

Réf. TTH	Orientation (°)	E (GPa)	Re ^{0,2%} (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
SR ₁	0	112,6	1125	1285	3,1
SR ₂	0	109,9	1175	1318	2,5
SR ₁	90	103,6	1050	1202	1,5
SR ₂	90	107,9	1100	1203	2,4

Tableau 3.7 – Résultats expérimentaux des propriétés mécaniques en traction à la suite de la réalisation d'un traitement thermique SR₁ ou SR₂ sur les orientations à 0° et 90° sur des éprouvettes non polies.

A partir de ces résultats, aucune variation sensible de propriété mécanique est à notifier, les variations étant dans l'incertitude de mesure. Ainsi, sur les propriétés mécaniques en traction, que le traitement thermique de détente soit réalisé avant (SR₁) ou après (SR₂) la séparation des échantillons de la plateforme de fabrication ne semble pas avoir d'influence.

Cependant, à la suite de cette observation, la réalisation d'une étude statistique permettrait de renforcer les conclusions. Aussi, comme le traitement thermique a pour but de relaxer les contraintes résiduelles des pièces fabriquées [117], suivre l'évolution de ces dernières au fur et à mesure des essais permettrait de mieux comprendre pourquoi les deux traitements thermiques ont le même effet.

3.2.4.2 Éprouvettes fabriquées sur la machine M270

Le Tableau 3.8 présente les résultats expérimentaux pour les quatre états thermiques obtenues sur des éprouvettes à 0° et 45°. Trois essais ont été faits par mesure. Les incertitudes données correspondent aux écart-types de mesure.

Les modules d'élasticité dans la littérature varient autour de 112 GPa [155] indiquant que ceux obtenus dans les résultats expérimentaux sont nettement supérieurs autour de 122 GPa. Par contre les limites d'élasticité et à rupture ainsi que les allongements à rupture sont en adéquation avec la littérature (voir Tableau 1.5). L'ensemble des propriétés mécaniques pour les éprouvettes à 45° sont aussi en adéquation avec les informations publiées. Les variations observées entre le Tableau 1.5 et l'orientation à 45° ont plusieurs origines, avec notamment l'orientation d'impression, le polissage des échantillons (parfois réalisé dans la littérature) et l'effet des paramètres intrinsèques de fabrication. La comparaison des propriétés mécaniques en fonction des traitements thermiques réalisés pour les éprouvettes à 0° et 45° indique que :

- Le module d'élasticité est toujours plus élevé avec le traitement thermique HIP. Les autres modules d'élasticité sont similaires.

Réf. TTH	Orientation (°)	E (GPa)	Re ^{0,2%} (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
AB	0	120,7 ± 2,4	1021 ± 4	1073 ± 6	9,3 ± 0,3
SR ₁	0	121,0 ± 1,6	1047 ± 11	1214 ± 7	5,9 ± 1,1
SR ₂	0	117,3 ± 5,0	997 ± 14	1053 ± 16	8,7 ± 1,7
HIP	0	128,1 ± 9,4	889 ± 11	941 ± 14	5,5 ± 1,8
AB	45	114,2 ± 5,7	1008 ± 8	1051 ± 15	9,5 ± 2,5
SR ₁	45	108,7 ± 1,6	1113 ± 15	1251 ± 14	5,2 ± 0,3
SR ₂	45	112,5 ± 1,2	994 ± 12	1034 ± 12	8,4 ± 0,7
HIP	45	117,2 ± 8,8	915 ± 23	988 ± 22	10,5 ± 1,7

Tableau 3.8 – Résultats expérimentaux des propriétés mécaniques en traction des éprouvettes fabriquées sur les machines M270 pour les quatre états thermiques sur des éprouvettes non polies.

- Les limites d'élasticité et à rupture les plus élevées sont obtenues à la suite de la réalisation du traitement thermique SR₁ puis ensuite à l'état thermique AB, puis SR₂ et enfin HIP. Donc pour les orientations à 0° et 45° le traitement thermique SR₁ a un effet par rapport au traitement thermique SR₂.
- Pour l'allongement à rupture, les résultats obtenus pour l'éprouvette à 0° avec le traitement HIP est anormalement la plus faible et dans l'état thermique AB la plus élevée ce qui est en contradiction avec la littérature (voir Tableau 1.5). En effet, la réalisation de ce traitement thermique entraîne l'apparition du domaine biphasé ($\alpha + \beta$) où la phase β est caractérisée par sa ductibilité. De plus, par la réalisation de ce traitement thermique, la phase martensitique α'' a complètement disparue. L'allongement à rupture est plus élevé pour le traitement thermique SR₂ par rapport au traitement SR₁. Il ne semble pas y avoir d'effet négatif sur cette propriété mécanique à séparer la pièce avant la réalisation du traitement thermique.
- Pour l'allongement à rupture des éprouvettes à 45°, celui du traitement HIP est plus important et en accord avec la littérature. La comparaison des allongements à rupture suite au traitement HIP entre les deux orientations souligne également la difficulté de mesurer cette propriété mécanique de manière fiable.

Mise à part l'allongement à rupture et le module d'élasticité des éprouvettes à 0°, l'ensemble des propriétés mécaniques sont en adéquation avec la littérature. La diminution des propriétés mécaniques observées avec l'augmentation de la température de traitement thermique est liée à l'apparition de la phase β (voir paragraphe 4.5).

3.2.4.3 Comparatif pour une fabrication à 0° sur les deux machines de fabrication DMLS

L'effet des deux machines de fabrication M270 et M280 est aussi évalué sur les traitements thermiques SR₁ et SR₂ pour l'orientation à 0°. Le Tableau 3.9 présente les résultats obtenus. Les observations suivantes sont extraites du tableau :

- Les modules d'élasticité et les allongements à rupture sont plus élevés pour les pièces issues de la M270.
- Les limites d'élasticité et à rupture sont plus importantes sur les pièces issues de la M280.
- À la suite de la réalisation du traitement thermique SR₁ par rapport au traitement thermique SR₂, les limites d'élasticité et à rupture sont plus importantes comme il l'a été observé préalablement.

Machine	Réf. TTH	E (GPa)	Re ^{0,2%} (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
M270	SR ₁	121,0 ± 1,6	1047 ± 11	1214 ± 7	5,9 ± 1,1
M270	SR ₂	117,3 ± 5,0	997 ± 14	1053 ± 16	8,7 ± 1,7
M280	SR ₁	112,6	1125	1285	3,1
M280	SR ₂	109,9	1175	1318	2,5

Tableau 3.9 – Résultats expérimentaux des propriétés mécaniques en traction des éprouvettes fabriquées à 0° sur les machines M270 et M280 pour les traitements thermiques SR₁ et SR₂.

- Il n’y a pas de comportement spécifique sur le module d’élasticité et l’allongement à rupture entre les deux traitements thermiques de détente.

Il semble y avoir une différence de propriétés mécaniques entre les deux machines utilisées. La machine M280 semble conduire à des éprouvettes plus résistantes mécaniquement. Si l’effet de la machine devient important pour l’entreprise INITIAL, la réalisation d’une étude statistique complémentaire est à réaliser.

Une différence notable a été observée entre la réalisation des deux traitements thermiques SR₁ et SR₂ sur les propriétés mécaniques en traction. En effet, le traitement thermique SR₂ semble permettre une meilleure tenue mécanique.

Enfin, les variations de propriétés mécaniques entre les états thermiques AB, SR et HIP sont également mis en évidence. Cela est corrélé (voir paragraphe 4.5.2) avec l’apparition de la phase β [120].

3.2.5 Evolution des propriétés mécaniques en traction au cours du temps, sur des pièces réalisées sur la machine M270

Dans ce paragraphe, les variations de propriétés mécaniques de pièces fabriquées sur un intervalle de temps et sur la même machine sont étudiés. Deux ans et demi sépare la fabrication de ces deux plateformes, réalisées dans les mêmes conditions de fabrication. Le partenaire industriel s’intéresse en effet à l’évolution de ses machines, puisqu’il est connu que la puissance du laser diminue avec le temps. La chute de la puissance laser peut conduire à une dégradation des pièces par l’augmentation du nombre de porosités (voir paragraphe 1.2.3.3). La comparaison se réalise sur des éprouvettes de traction fabriquées à 0° et 45°. Trois éprouvettes ont été fabriquées pour chaque orientation à l’exception de l’orientation à 45° de septembre 2017 où une seule éprouvette a pu être fabriquée.

La Figure 3.9 présente les propriétés mécaniques de (a) module d’élasticité, (b) limite d’élasticité, (c) limite à rupture et (d) allongement à rupture pour les éprouvettes à 0° et 45°.

De manière générale, les propriétés mécaniques sont meilleures pour les éprouvettes élaborées en décembre 2019 par rapport à celle de septembre 2017. Cependant, ces résultats ne restent qu’une tendance. En effet, pour les comparaisons à 45°, une seule éprouvette est utilisée pour l’analyse de la plateforme produite en septembre 2017. Ainsi, une prudence est de mise sur la moitié des comparaisons. Cette prudence est d’autant plus marquée que le module d’élasticité et l’allongement à rupture pour les pièces fabriquées à 0° sont similaires. Par conséquent, conclure sur un écart significatif avec des résultats non-significatifs à 45° et un manque de répétabilité n’est pas possible. Pour le module d’élasticité et la limite à rupture, les différences de propriétés mécaniques sont cependant bien significatives puisqu’elles sont respectivement de 13,3 GPa et 140 MPa. Afin de compléter ces mesures et d’expliquer les variations de propriétés mécaniques, un suivi strict de la puissance du laser permettrait d’apporter des pistes explicatives. Ces analyses pourraient également être couplées avec des analyses microstructurales pour évaluer l’effet de la diminution de la puissance du laser par une recherche comparative du taux de porosités volumique.

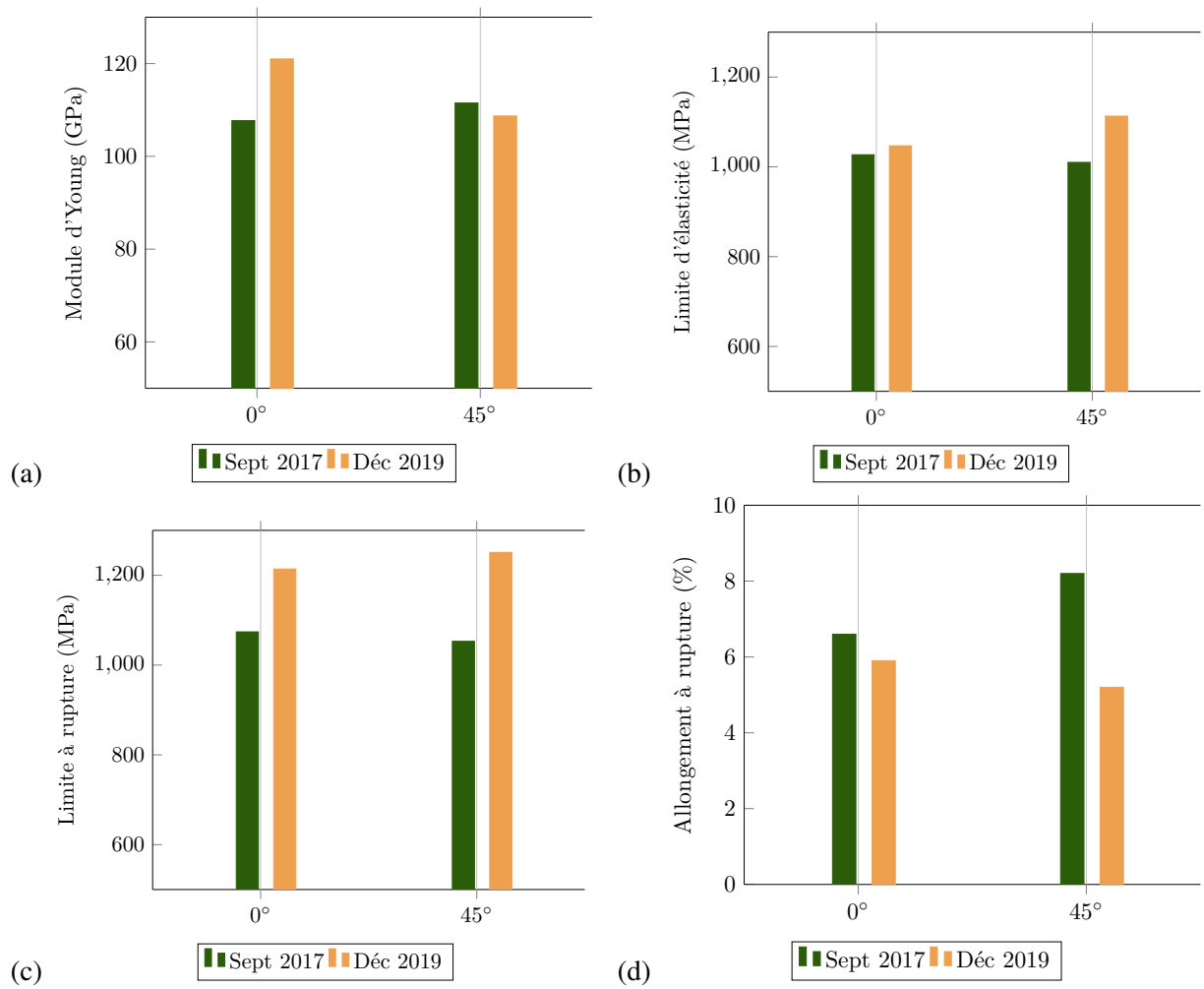


FIGURE 3.9 – Représentation graphique (a) du module d'élasticité, (b) de la limite d'élasticité, (c) de la limite à rupture et (d) de l'allongement à rupture.

3.2.6 Bilan des analyses de cas spécifiques

Les résultats exposés dans le paragraphe 3.2 sont liés à des problématiques industrielles spécifiques que rencontre l'entreprise INITIAL lors de ses différentes productions. En effet, que ce soit l'homogénéité de l'impression sur une plateforme de fabrication, un arrêt de production ou bien le choix des traitements thermiques à réaliser, ces différentes situations, bien qu'occasionnelles, sont récurrentes.

En considérant dans un premier temps les trois cas étudiés indépendamment, les observations et conclusions suivantes ont pu être réalisées :

- Les microstructures sont anisotropes ce qui explique les variations de propriétés mécaniques, notamment en dureté entre les différentes sections longitudinales et transversales observées.
- Le taux de porosités est plus élevé sur l'avant de la plateforme de production et cela est dû au flux d'argon qui déplace les particules (effet « spatters »).
- La réalisation d'un arrêt de production n'a pas d'effet sur la microstructure du matériau de Ti-6Al-4V fabriqué par le procédé DMLS. Cependant, en comparant les propriétés mécaniques en traction obtenues par rapport à la littérature, ces dernières sont plus faibles.
- L'effet des quatre traitements thermiques AB, SR₁, SR₂ et HIP ont pu être quantifiés et sont bien en adéquation avec la littérature malgré les quelques précautions d'analyses exposées.
- La réalisation des traitements thermiques SR₁ et SR₂ entraîne des propriétés mécaniques différentes en traction. Donc l'ordre de détente/découpe affecte les propriétés mécaniques.
- Les machines de fabrication ont une influence légère sur les propriétés mécaniques. Les pièces issues de la machine M280 ont une limite d'élasticité et une limite à rupture plus élevées que les pièces issues de la machine M270. L'inverse se produit pour le module d'élasticité et l'allongement à rupture.

La difficulté à conclure est issue du manque de répétabilité et de l'absence de certaines orientations dans le comparatif. En effet, la réalisation d'éprouvettes supplémentaires pour augmenter la précision des résultats a un coût important et mobilise une machine de production. L'insertion de nouvelle plateforme a été rendue très difficile à cause des cadences de production importante ; pour ces raisons, la fabrication d'échantillons s'est focalisée sur d'autres aspects de la thèse.

3.3 Qualification du procédé DMLS au moyen d'un plan d'expériences

L'objet de ce paragraphe est de réaliser une étude paramétrique du procédé DMLS à partir des paramètres extrinsèques d'impression facilement modifiables par l'entreprise INITIAL permettant in fine une meilleure maîtrise de son procédé de fabrication.

3.3.1 Construction du plan d'expériences

Les paramètres d'impression retenus par l'industriel sont :

- le recyclage des poudres utilisées noté R,
- l'épaisseur de la poudre lasée notée E,
- l'orientation des pièces fabriquées notée O,

- le traitement thermique HIP appliqué noté HIP,
- le polissage de la surface des pièces noté P.

Parmi ces cinq facteurs, l'orientation est le seul à posséder trois modalités correspondant aux orientations de fabrication 0°, 45° et 90° comme l'illustre la Figure 3.10.

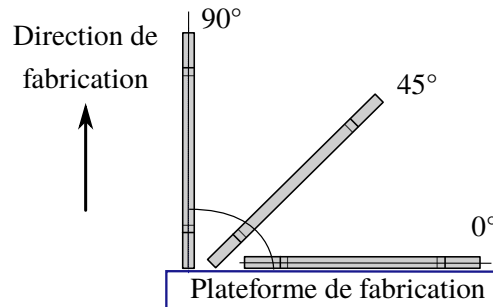


FIGURE 3.10 – Schéma représentant les trois orientations de fabrication par rapport à la plateforme de fabrication.

Les quatre autres paramètres d'impression sont testés sur deux modalités :

Recyclage : inférieur à 10 ($R < 10$) et supérieur à 10 ($R > 10$). Un recyclage $R < 10$ signifie que la poudre a été recyclée une ou deux fois seulement tandis que le recyclage $R > 10$ correspond à des lots de poudre non suivis. Il s'agit d'un mélange de différents lots de poudre lorsque les quantités de chaque lot sont insuffisantes pour réaliser une fabrication.

Épaisseur : 30 μm ou 60 μm . La machine utilisée pour le plan d'expériences est la EOSINT M280. Elle est classiquement utilisée par INITIAL avec les deux épaisseurs de couche citées.

HIP : Avec ou sans. Sa réalisation consiste en une montée en température à 920°C pendant deux heures sous 1000 bars.

Polissage : Avec ou sans. Sa réalisation est un polissage manuel de la surface des pièces.

L'ensemble des paramètres et des modalités est récapitulé dans le Tableau 3.10.

Paramètre	Recyclage 1	Épaisseur	Orientation	HIP	Polissage
Niveau 1	<10	30 μm	0°	Avec	Avec
Niveau 2	>10	60 μm	45°	Sans	Sans
Niveau 3			90°		

Tableau 3.10 – Tableau des cinq paramètres évalués et leurs modalités pour la qualification du procédé DMLS.

3.3.2 Réalisation des plateformes de fabrication

Pour limiter les coûts, quatre plateformes sont produites par INITIAL pour fournir les pièces destinées au plan d'expériences. Tous les échantillons ayant eu la même association de paramètres *Recyclage* et *Épaisseur* sont élaborés sur une même plateforme. Sur chaque plateforme élaborée, l'ensemble des échantillons subit le traitement thermique de détente SR₁ à 730°C pendant deux heures. Le Tableau 3.11 résume les différentes conditions de fabrication de chaque plateforme.

Plateforme	Référence	n° essai	Recyclage	Épaisseur de couche	Traitement HIP	Polissage
Plateforme 1	L ₁	[1-3]	R > 10	30 µm	sans	avec
	L ₅	[13-15]			avec	sans
Plateforme 2	L ₂	[4-6]	R > 10	60 µm	sans	avec
	L ₆	[16-18]			avec	sans
Plateforme 3	L ₃	[7-9]	R < 10	30 µm	avec	avec
	L ₇	[19-21]			sans	sans
Plateforme 4	L ₄	[10-12]	R < 10	60 µm	avec	avec
	L ₈	[22-24]			sans	sans

Tableau 3.11 – Plateforme de fabrication associée aux échantillons du plan d'expériences.

Chaque plateforme est donc composée de deux associations *Recyclage* et *Épaisseur*. Comme la photographie de la Figure 3.11 le présente, une éprouvette traction et une de fatigue sont présentes pour les trois orientations ainsi qu'un bloc métallographique.



FIGURE 3.11 – Plateforme élaborée dans le cadre du plan d'expériences composée des éprouvettes de traction, de fatigue et des blocs métallographiques.

Un total de vingt-quatre éprouvettes de traction et de fatigue sont donc testées ainsi que huit blocs métallographiques. Après le traitement de détente, les échantillons sont séparés des plateformes au moyen d'une découpe fil par électro-érosion puis les post-traitements de fabrication HIP et polissage sont éventuellement réalisés.

La finalité du plan d'expériences est la réalisation d'un modèle statistique permettant de prédire les propriétés mécaniques des pièces. Dans cet objectif, une cinquième plateforme a été réalisée avec des conditions de fabrication non testées par le plan d'expériences pour valider les modèles statistiques établis. Cette dernière a été réalisée sur une autre machine de fabrication (M270) pour des contraintes industrielles. Le Tableau 3.12 expose les conditions de fabrication des échantillons de la cinquième plateforme. Un total de cinq éprouvettes en traction a été testé à l'orientation de 0°¹.

1. À la suite d'un problème lors de la fabrication, les éprouvettes à 45° et 90° n'ont pas pu être caractérisées.

Recyclage	Épaisseur	Orientation	HIP	Polissage
R > 10	30 μm	0 °	sans	sans

Tableau 3.12 – Conditions d'impression de la plateforme de validation du plan d'expériences sur la machine M270.

3.3.3 Analyse microstructurale

Les échantillons dédiés à l'étude des microstructures obtenues selon les différentes conditions de fabrication du plan d'expériences sont les huit blocs parallélépipédiques notés L_i ($i=[1-8]$), fabriqués avec les conditions décrites dans le Tableau 3.13.

Référence	Recyclage	Epaisseur	HIP
L1	>10	30	sans
L2	>10	60	sans
L3	<10	30	avec
L4	<10	60	avec
L5	>10	30	avec
L6	>10	60	avec
L7	<10	30	sans
L8	<10	60	sans

Tableau 3.13 – Paramètres d'impression des blocs métallographiques imprimés.

La dureté Vickers, le taux de porosités et la microstructure des échantillons ont été déterminés à partir de ces échantillons. Pour cela, les sections longitudinales et transversales (voir Figure 3.1 (b)) ont été caractérisées sur le plan complet pour la dureté Vickers et sur un plan semi-fractionnaire pour le taux de porosités et la microstructure avec uniquement les références L_1 , L_3 , L_6 et L_8 .

3.3.3.1 Dureté des échantillons

Le Tableau 3.14 expose les résultats obtenus pour les huit blocs métallographiques pour les sections longitudinales et transversales.

Référence	L_1	L_2	L_3	L_4	L_5	L_6	L_7	L_8	
Dureté HV	L_i	367,5	372,0	323,9	325,7	339,4	344,1	340,5	346,6
	T_i	375,9	376,2	338,3	348,6	359,9	361,5	341,7	335,5

Tableau 3.14 – Résultats bruts des mesures de dureté sur les sections longitudinales et transversales.

La dureté des sections longitudinales L_i est la moyenne de quinze mesures et celle des sections transversales T_i est la moyenne de vingt-cinq mesures. À partir de ces données en accord avec la littérature [167], le graphique des effets principaux, montrant l'effet des niveaux d'un paramètre par rapport à leur moyenne, pour les trois paramètres d'impression sur la dureté Vickers, a été réalisé en Figure 3.12.

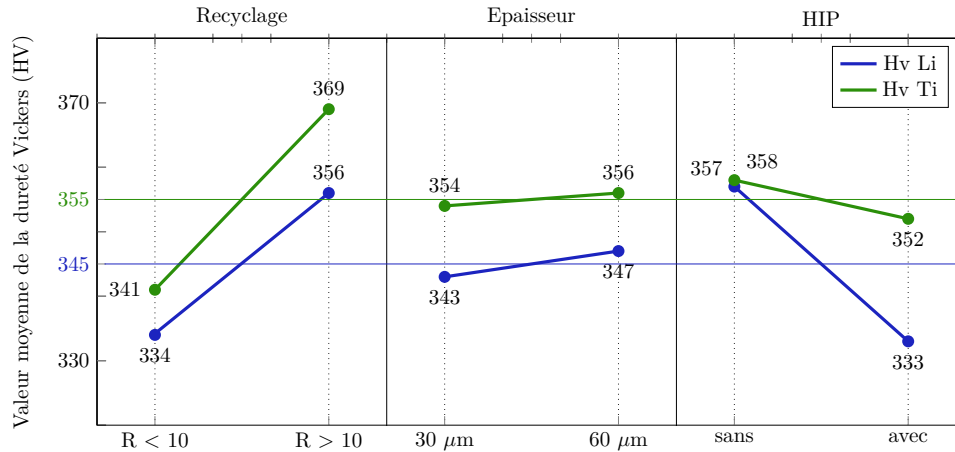


FIGURE 3.12 – Graphique des effets principaux sur les mesures de dureté sur les sections longitudinales et transversales.

À partir de ces graphiques, les observations suivantes ont pu être réalisées :

Section T_i : Paramètre influant R avec une variation de ± 14 HV. HIP et E ne sont pas influents, entraînant respectivement une variation de ± 3 HV et ± 1 HV.

Section L_i : Paramètres influant R et HIP avec une variation de ± 11 HV et ± 12 HV pour les deux paramètres. L'épaisseur de couche n'est pas significative avec une variation de ± 2 HV.

L'épaisseur des couches d'impression n'influe pas sur la dureté bien que les propriétés mécaniques semblent affectées par les épaisseurs de couche [202]. L'utilisation d'un recyclage élevé permet une augmentation de la dureté qui peut être liée à un effet de durcissement par solution solide de l'oxygène dissous dans les phases en présence [203]. Enfin, la transformation de phase $\alpha'' \rightarrow \alpha + \beta$ se produisant lors de l'application des traitements thermiques fait diminuer la dureté en raison de la disparition de la phase martensitique (dureté élevée) au profit de la phase β plus ductile [167].

À partir de ces résultats, les équations statistiques permettant de prévoir la dureté des sections longitudinales (Équation (3.1)) et transversales (Équation (3.2)) ont été établies.

$$HV Li = 367,6 - 26,2 R_{<10} + 4,3 E_{=60 \mu m} - 28,0 HIP_{avec} + 9,3 R \cdot HIP \quad (3.1)$$

$$HV Ti = 376,1 - 37,5 R_{<10} - 15,6 HIP_{avec} + 20,2 R \cdot HIP \quad (3.2)$$

Ces équations ont été déterminées avec un $R^2_{prévu}$ (voir paragraphe 2.8.1) de 98,4 % pour les sections L_i et 83,2 % pour les sections T_i .

3.3.3.2 Microstructure des échantillons du plan d'expériences

Deux microstructures types sont obtenues en fonction de la réalisation ou non du traitement HIP. En l'absence de HIP, la microstructure observée pour les échantillons est de type martensitique comme le montrent les deux images en microscopie optique de la Figure 3.13 illustrant une section longitudinale (a) et une transversale (b) d'un échantillon n'ayant pas subi le traitement HIP.

Sur la section L_i les grains sont colonnaires (anciens grains de phase β) suivant le sens de fabrication et contiennent la phase martensitique aciculaire. Sur la section transverse T_i perpendiculaire au sens de fabrication, la microstructure observée est équiaxe et les aiguilles de martensite α'' sont également révélées à l'intérieur des grains par l'attaque chimique. Ceci est conforme aux métallographies observées dans le chapitre 1 (paragraphe 1.3.3).

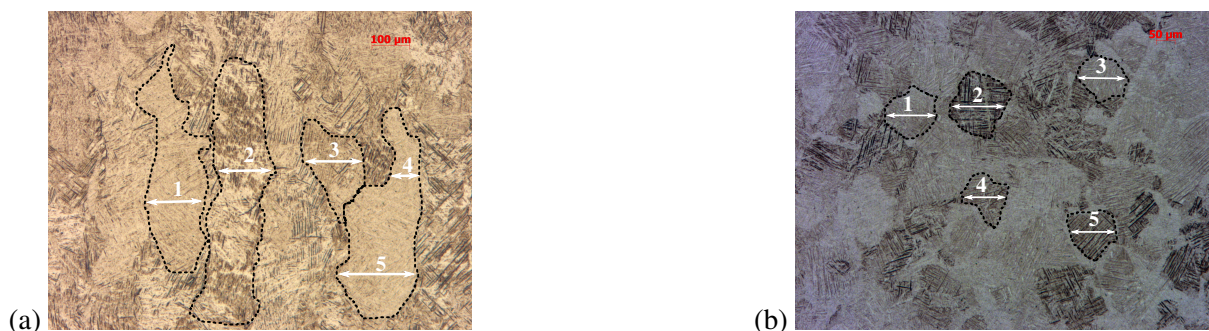


FIGURE 3.13 – Micrographies optiques d’alliage de Ti-6Al-4V issues des blocs métallographiques après attaque chimique : (a) section longitudinale et (b) section transversale. En pointillé noir, la limite des grains de phase β à partir de laquelle la structure martensite α'' croît.

La réalisation du traitement HIP (930°C, 2 h, 1000 bars) conduit à une transformation de phases. La phase martensitique α'' disparaît au profit d’une structure d’équilibre biphasée lamellaire ($\alpha + \beta$) typique de l’alliage de Ti-6Al-4V (voir paragraphe 1.3.4). La Figure 3.14 illustre la structure biphasée lamellaire ainsi obtenue dans les sections longitudinales (a), transversales (b) et focus sur la microstructure (c).

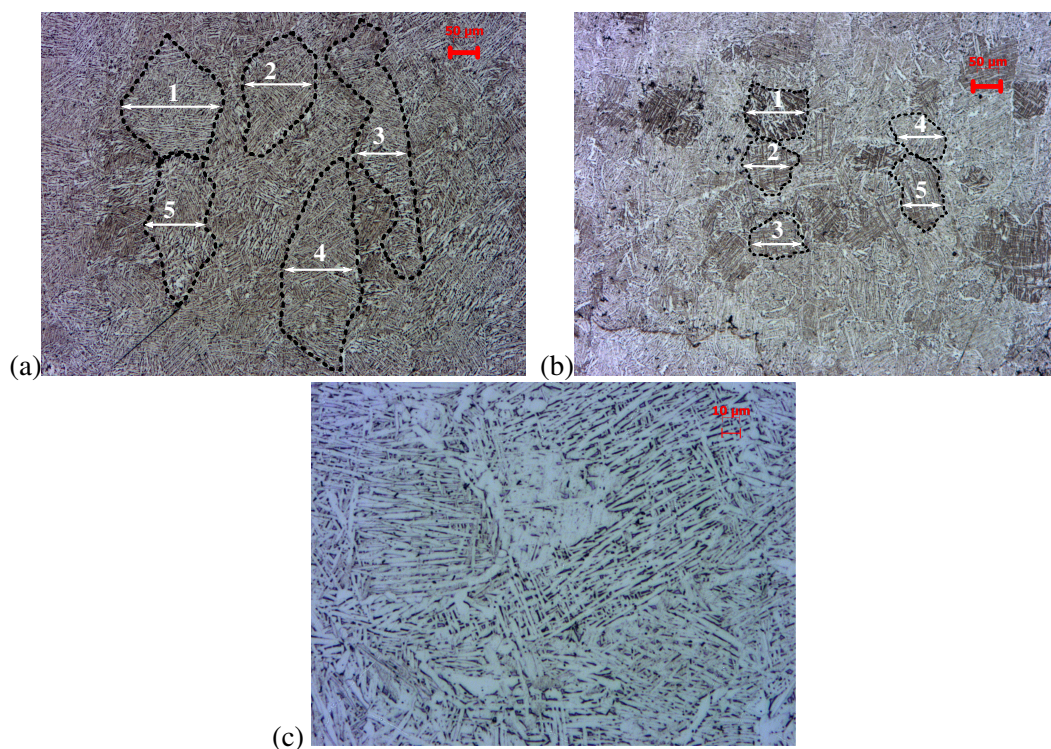


FIGURE 3.14 – Micrographies optiques d’une section longitudinale (a), d’une section transversale (b) et (c) zoom sur la microstructure biphasée lamellaire ($\alpha + \beta$) obtenue à la suite du traitement thermique HIP. En pointillé noir, la limite des grains de phase β à partir de laquelle la structure martensite α' croît avant de se transformer en phase α sous l’effet du traitement HIP.

Sur les quatre micrographies optiques précédentes, la taille des grains est mesurée par analyse d’images avec le logiciel IMAGEJ dans le sens transverse à l’axe de fabrication pour les sections longitudinales et arbitrairement horizontalement dans les sections transversales. Le Tableau 3.15 récapitule les valeurs obtenues.

Dans le cas des échantillons sans HIP, les grains colonnaires ont une largeur variable allant de 76 μm à 200 μm pour les grains mesurés. La taille des grains équiaxes dans la section transversale est uniforme

	Sans HIP Ti	Sans HIP Li	HIP Ti	HIP Li
1	129 μm	147 μm	136 μm	232 μm
2	138 μm	139 μm	108 μm	158 μm
3	124 μm	149 μm	116 μm	124 μm
4	108 μm	76 μm	106 μm	169 μm
5	117 μm	200 μm	91 μm	136 μm
moyenne	123 μm	142 μm	111 μm	163 μm

Tableau 3.15 – Taille des grains sur les sections longitudinales et transversales lors des traitements thermiques SR_1 et HIP.

autour d’une centaine de microns. Ces résultats obtenus sont en adéquation avec la littérature [204]. Pour les échantillons ayant subi le traitement HIP, la largeur des grains colonnaires est comprise entre 100 μm et 235 μm , soit du même ordre de grandeur que la microstructure sans HIP. La largeur de ces grains correspond à la section des grains de la phase transversale. Le traitement HIP n’affecte pas la taille des grains et ne produit pas une mise en solution complète de la microstructure.

L’analyse des porosités a également été menée sur les échantillons. Elle n’a pas permis de tirer de conclusion statistique pertinente mettant en évidence un lien entre le taux de porosités surfaciques et les paramètres d’impression R, E ou HIP. Cependant, une étude qualitative du taux de porosités en fonction de ces paramètres d’impression est tout de même présentée ci-dessous et apporte des informations intéressantes.

La Figure 3.15 présente le taux de porosités mesuré dans les sections longitudinale et transversale des échantillons L1, L3, L6 et L8.

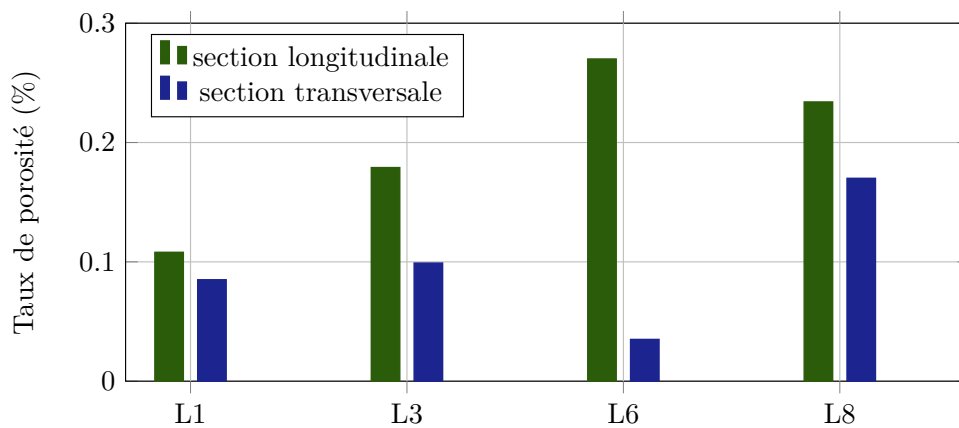


FIGURE 3.15 – Représentation graphique du taux de porosités des sections longitudinales et transversales des quatre échantillons analysés.

En fonction des différents paramètres d’impression, les observations suivantes ont pu être réalisées :

Épaisseur : Les éprouvettes L₁ et L₃ ont une épaisseur de couche de 30 μm et les éprouvettes L₆ et L₈ une épaisseur de 60 μm . Le taux de porosités des échantillons L₁ et L₃ est plus faible pour les sections longitudinales que celui des sections L₆ et L₈ et cela de manière marquée. L’épaisseur des couches lasées influe donc sur le taux de porosités en raison de l’augmentation de zone non fondues lors de couches d’impression plus épaisses [83] (voir paragraphe 1.2.3.4).

Recyclage : Le recyclage des poudres n'a pas d'effet sur les porosités, comparaison des échantillons L₁ et L₆ avec L₃ et L₈.

HIP : Paradoxalement, le HIP n'a pas d'effet sur la réduction des porosités. La comparaison des échantillons L₁ et L₈ avec L₃ et L₆ n'indique pas de variation des microporosités par des observations surfaciques en microscopie électronique à balayage contrairement à ce que la littérature indique [205]. À noter qu'une étude sur l'effet du HIP (paragraphe 4.5.1.3) par tomographie X expose la réduction des porosités.

3.3.4 Analyse des propriétés mécaniques en traction

Sur les quatre plateformes de fabrication, vingt-quatre éprouvettes de traction ont été imprimées et testées mécaniquement en traction. Chaque ligne a été évaluée une seule fois. Le Tableau 3.16 présente les valeurs des propriétés mécaniques obtenues pour les différentes associations de paramètres évaluées.

	R	E	O	HIP	P	E (Gpa)	Re 0,2% (Mpa)	Rm (Mpa)	A (%)
ligne1	>10	30	0	sans	oui	114,005	1054	1110	15
ligne2	>10	30	45	sans	oui	107,664	1064	1105	17,5
ligne3	>10	30	90	sans	oui	114,436	1054	1103	18,5
ligne4	>10	60	0	sans	oui	111,821	1099	1148	14,4
ligne5	>10	60	45	sans	oui	112,848	1049	1097	12,5
ligne6	>10	60	90	sans	oui	113,915	1070	1116	15,9
ligne7	<10	30	0	avec	oui	119,673	924	989	11,2
ligne8	<10	30	45	avec	oui	120,932	909	981	9,7
ligne9	<10	30	90	avec	oui	122,741	900	965	11,1
ligne10	<10	60	0	avec	oui	118,797	933	999	10
ligne11	<10	60	45	avec	oui	119,659	924	1010	11,4
ligne12	<10	60	90	avec	oui	118,647	936	1003	11,9
ligne13	>10	30	0	avec	non	104,749	875	933	6,4
ligne14	>10	30	45	avec	non	107,098	889	941	5,4
ligne15	>10	30	90	avec	non	109,182	885	939	7,7
ligne16	>10	60	0	avec	non	109,03	957	990	6
ligne17	>10	60	45	avec	non	105,618	870	926	7,5
ligne18	>10	60	90	avec	non	111,988	909	945	7,5
ligne19	<10	30	0	sans	non	109,662	999	1055	11
ligne20	<10	30	45	sans	non	107,349	959	1010	8,8
ligne21	<10	30	90	sans	non	108,064	931	975	4,8
ligne22	<10	60	0	sans	non	115,027	1000	1053	9,8
ligne23	<10	60	45	sans	non	104,132	920	972	6,8
ligne24	<10	60	90	sans	non	110,316	963	1011	8,3

Tableau 3.16 – Présentation des propriétés mécaniques en traction pour les différentes associations de paramètres évaluées dans le plan d'expériences.

La comparaison entre les résultats expérimentaux et le Tableau 1.5 indique que les propriétés mécaniques varient dans les mêmes proportions que la littérature. Cependant, en se focalisant sur des associations de paramètres bien spécifiques, à savoir les lignes 7 à 12 et 13 à 18, le module d'élasticité est respectivement plus élevé et plus faible que les données de la littérature.

3.3.4.1 Analyse qualitative

L'analyse qualitative des essais de traction est réalisée grâce au logiciel ELLISTAT qui permet de classer les mesures obtenues à l'aide d'un code couleur (voir paragraphe 2.8.4), les résultats du Tableau 3.16.

Polissage : L'effet du paramètre polissage sur l'ensemble des propriétés mécaniques est évalué par la comparaison des lignes 1 à 12 (avec P) aux lignes 13 à 24 (sans P). À quelques exceptions près,

les quatre propriétés mécaniques sont supérieures lors de la réalisation d'un polissage de surface des échantillons. Le module d'élasticité est peu affecté par le polissage, car il varie de 108 GPa à 123 GPa avec polissage et de 104 GPa à 115 GPa sans polissage. Pour la limite d'élasticité et la limite à rupture, la réalisation du polissage permet une augmentation d'environ 100 MPa. Enfin, l'allongement à rupture est la propriété mécanique la plus impactée par le polissage, car sa réalisation permet de passer d'un allongement de [4,8 % - 11 %] à [9,7 % - 18,5 %]. Les quatre propriétés mécaniques sont ainsi augmentées par la réalisation du polissage grâce à la baisse de la rugosité de surface limitant l'amorce de fissures, renforçant ainsi la tenue mécanique [173].

HIP : L'effet du paramètre HIP sur les propriétés mécaniques est évalué par la comparaison des lignes 7 à 18 (avec HIP) aux lignes 1 à 6 et 19 à 24 (sans HIP). Les variations du module d'élasticité s'étendent de 105 GPa à 123 GPa avec la réalisation du HIP et de 104 GPa à 114 GPa sans sa réalisation, montrant ainsi que sa réalisation permet d'augmenter cette propriété mécanique. Pour la limite d'élasticité et la limite à rupture, une baisse de ces propriétés d'environ 100 MPa est observée à la suite de la réalisation du traitement thermique. Enfin pour l'allongement à rupture, une baisse de 3 % à la suite de la réalisation du traitement HIP. Ce résultat paradoxal est lié à l'effet probant d'autres paramètres tels que le polissage qui a un effet non négligeable sur ce paramètre. La baisse des propriétés mécaniques à la suite de la réalisation du traitement HIP est documentée dans la littérature [120]. Elle s'explique par la transformation de phase $\alpha'' \rightarrow \alpha + \beta$.

Orientation : L'orientation est difficilement explicable de manière qualitative lorsque les lignes expérimentales sont analysées par groupe de trois (ligne 1 à 3, ligne 4 à 6 ...). Aucun comportement spécifique n'est mis en avant sur les propriétés mécaniques. Tantôt l'orientation à 0° a des propriétés plus élevées, puis sur un autre groupe analysé, c'est l'orientation 90° qui a les propriétés les plus élevées. En effet, entre les lignes 1 et 3 pour l'allongement à rupture, l'orientation à 90° a un allongement de 18,5 % alors qu'il est de 17,5 % à 45° et 15 % à 0°. Pour les lignes 19 à 21, l'orientation à 0° a un allongement de 11 % et diminue à 8,8 % à 45° et est de 4,8 % à 90°. Cette variabilité observée sur les mesures d'allongement est aussi observée sur le module d'élasticité et les limites d'élasticité et à rupture. De par l'influence des autres paramètres de fabrication, les variations observées ne peuvent pas être expliquées au regard de l'effet prépondérant du polissage et du HIP. Par conséquent, les observations qualitatives ne permettent pas de comparer l'effet de l'orientation à celle de la littérature [140].

Épaisseur : L'effet de l'épaisseur est évalué par l'analyse des lignes 1 à 3 avec 4 à 6, 7 à 9 avec 10 à 12, 13 à 15 avec 16 à 18 et 19 à 21 avec 22 à 24. Cette comparaison montre que les modules d'élasticité et l'allongement à rupture sont plus élevés pour une couche déposée de 30 μm . L'augmentation des propriétés pour l'épaisseur de 30 μm peut être recoupée avec la présence des porosités vue dans la Figure 3.15 qui montrait un plus faible taux de porosités avec une épaisseur de couche de 30 μm permettant d'améliorer les propriétés mécaniques en accord avec la littérature [206].

Recyclage : L'effet du recyclage est évalué en comparant les lignes 1 à 6 et 13 à 18 ($R > 10$) avec les lignes 7 à 12 et 19 à 24 ($R < 10$). Les variations mesurées sont faibles. De plus, par l'interaction entre les paramètres HIP · P (voir paragraphe 2.8.1), il est difficile d'analyser l'effet propre du recyclage. Malheureusement, cet alias empêche d'apporter des éléments à la littérature parfois en contradiction [77, 70].

3.3.4.2 Analyse des facteurs principaux

À la suite de l'analyse qualitative, l'analyse statistique du plan d'expériences est présentée ci-dessous. Pour cela, les graphiques des effets principaux pour le module d'élasticité, pour la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation, pour la limite à rupture et l'allongement à rupture sont exposés sur la Figure 3.16.

À partir des différents graphiques, la quantification des effets principaux des différents paramètres d'impression sur les quatre propriétés mécaniques est possible. Les effets sont toujours présentés dans le

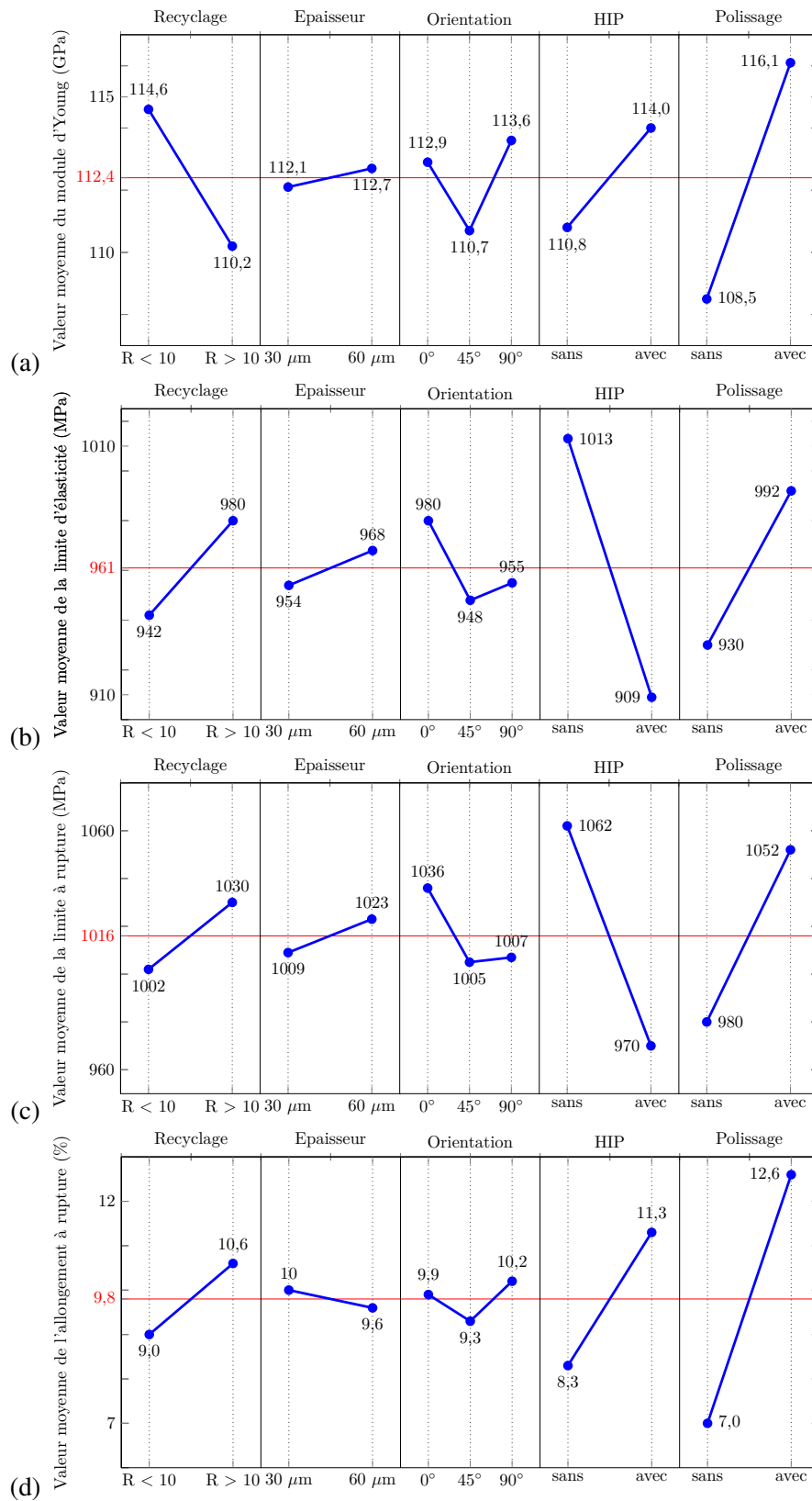


FIGURE 3.16 – Graphique des effets principaux mettant en avant l'effet des cinq paramètres d'impression sur (a) le module d'élasticité, (b) la limite d'élasticité, (c) la limite à rupture et (d) l'allongement à rupture. En rouge, la valeur moyenne de la propriété mécanique étudiée sur l'ensemble du plan d'expériences.

même ordre ; recyclage, épaisseur, orientation, HIP, polissage.

Module d'élasticité : l'effet des paramètres d'impression est [2,2 / -2,2] GPa, [-0,3 / 0,3] GPa, [0,5 / -1,7 / 1,2] GPa, [-1,6 / 1,6] GPa et [-3,9 / 3,9] GPa. Aucune de ces variations n'est significative.

Limite d'élasticité : l'effet des paramètres est respectivement [-19 / 19] MPa, [-7 / 7] MPa, [19 / -13 / -6] MPa, [52 / -52] MPa et [-31 / 31] MPa. Il y a donc un fort effet du traitement HIP et du polissage.

Limite à rupture : l'effet de ces cinq paramètres est respectivement [-14 / 14] MPa, [-7 / 7] MPa, [20 / -11 / -9] MPa, [46 / -46] MPa et [-36 / 36] MPa. Il y a également un effet important des paramètres HIP et polissage.

Allongement à rupture : l'effet de chacun des paramètres est [-0,8 / 0,8] %, [0,2 / -0,2] %, [0,1 / -0,5 / 0,4] %, [-1,5 / 1,5] % et [-2,8 / 2,8] %. Ici, les effets les plus importants sont également le polissage puis le HIP.

Des suites de la détermination des effets principaux pour les quatre paramètres mécaniques, les équations statistiques pour le module d'élasticité (Équation (3.3)), la limite d'élasticité (Équation (3.4)), la limite à rupture (Équation (3.5)) et l'allongement à rupture (Équation (3.6)) ont été obtenues à l'aide du logiciel ELLISTAT et sont présentées ci-dessous :

$$E \text{ (GPa)} = 112,6 + 4,387 R_{<10} + 0,5203 E_{60\mu\text{m}} - 2,183 O_{=45^\circ} + 0,8156 O_{=90^\circ} + 3,24 \text{ HIP}_{\text{avec}} - 7,744 \text{ P}_{\text{sans}} \quad (3.3)$$

$$Re^{0,2\%} \text{ (Mpa)} = 1076 - 39,75 R_{<10} + 15,58 E_{60\mu\text{m}} - 32,12 O_{=45^\circ} - 24,12 O_{=90^\circ} - 104,3 \text{ HIP}_{\text{avec}} - 63,25 \text{ P}_{\text{sans}} \quad (3.4)$$

$$Rm \text{ (Mpa)} = 1125 - 27,5 R_{<10} + 13,67 E_{60\mu\text{m}} - 29,37 O_{=45^\circ} - 27,5 O_{=90^\circ} - 94,5 \text{ HIP}_{\text{avec}} - 73 \text{ P}_{\text{sans}} \quad (3.5)$$

$$A \text{ (\%)} = 15,94 - 1,625 R_{<10} - 0,425 E_{60\mu\text{m}} - 0,525 O_{=45^\circ} + 0,2375 O_{=90^\circ} - 3,125 \text{ HIP}_{\text{avec}} - 5,758 \text{ P}_{\text{sans}} \quad (3.6)$$

Pour chacune des conditions de fabrication, le modèle statistique permet ainsi d'obtenir une valeur théorique pour chaque paramètre mécanique. En la comparant aux résultats expérimentaux, la valeur du résidu est obtenue. Le Tableau 3.17 associe pour l'ensemble des valeurs expérimentales obtenues la valeur statistique du modèle et le calcul du résidu pour discussion.

3.3. Qualification du procédé DMLS au moyen d'un plan d'expériences

Réf.	E (GPa)			Re ^{0,2%} (MPa)			Rm (MPa)			A (%)		
	Exp	Mod.	Res.	Exp	Mod.	Res.	Exp	Mod.	Res.	Exp	Mod.	Res.
L1	114,0	112,6	1,4	1054	1076	-22	1110	1125	-15	15,0	15,9	-0,9
L2	107,7	110,5	-2,8	1064	1044	20	1105	1096	9	17,5	15,4	2,1
L3	114,4	113,5	0,9	1054	1052	2	1103	1098	5	18,5	16,2	2,3
L4	111,8	113,2	-1,41	1099	1092	7	1148	1139	9	14,4	15,5	-1,1
L5	112,8	111,0	1,8	1049	1059	-10	1097	1110	-13	12,5	15,0	-2,5
L6	113,9	114,0	-0,1	1070	1067	3	1116	1112	4	15,9	15,8	0,1
L7	119,7	120,3	-0,5	924	932	8	989	1003	-14	11,2	11,2	0,0
L8	120,9	118,1	2,8	909	900	9	981	974	7	9,7	10,7	-1,0
L9	122,7	121,1	1,6	900	908	-8	965	976	-11	11,1	11,4	-0,3
L10	118,8	120,8	-2,0	933	948	-15	999	1017	-18	10,0	10,8	-0,8
L11	119,7	118,6	1,1	924	915	9	1010	988	22	11,4	10,2	1,2
L12	118,7	121,6	-2,9	936	923	13	1003	989	14	11,9	11,0	0,9
L13	104,8	108,1	-3,3	875	908	-33	933	958	-25	6,4	7,1	-0,7
L14	107,1	106,0	1,1	889	876	13	941	928	13	5,4	6,5	-1,1
L15	109,2	109,0	0,2	885	884	1	939	930	9	7,7	7,3	0,4
L16	109,0	108,7	0,3	957	924	33	990	971	19	6,0	6,6	-0,6
L17	105,6	106,5	-0,9	870	892	-22	926	942	-16	7,5	6,1	1,4
L18	112,0	109,5	2,5	909	900	9	945	944	1	7,5	6,9	0,6
L19	109,7	109,3	0,4	999	973	26	1055	1025	30	11,0	8,6	2,4
L20	107,4	107,1	0,3	959	941	18	1010	995	15	8,8	8,0	0,8
L21	108,1	110,1	-2,0	931	949	-18	975	997	-22	4,8	8,8	-4,0
L22	115,0	109,8	5,2	1000	989	11	1053	1039	14	9,8	8,1	1,7
L23	104,1	107,6	-3,5	920	956	-36	972	1009	-37	6,8	7,6	-0,8
L24	110,3	110,6	-0,3	963	964	-1	1011	1011	0	8,3	8,4	-0,1
	$\sum res^2 =$		104,9	$\sum res^2 =$		7431,7	$\sum res^2 =$		6644,6	$\sum res^2 =$		52,43

Tableau 3.17 – Tableau comparatif des résultats expérimentaux et théoriques pour les quatre propriétés mécaniques évaluées et pour les vingt-quatre éprouvettes testées. Pour une raison de clarté dans le tableau, les valeurs sont arrondies. Par contre, le calcul de la somme du carré des résidus ($\sum res^2$) est issu d'Ellistat et correspond à une valeur exacte.

Chacun des modèles expérimentaux utilise sept degrés de liberté pour être calculé. Ainsi le calcul des résidus s'établit sur dix-sept degrés de liberté (voir paragraphe 2.8.1). À partir de ces données et de la table de Snedecor [195], il est possible de réaliser les tableaux d'analyse de variance afin de comparer la significativité de chacun des paramètres d'impression par rapport à la variance résiduelle (voir paragraphe 2.8.3). L'analyse de variance sur le module d'élasticité est exposée dans le Tableau 3.18.

Propriété Mécanique	Paramètre d'impression	Variations	Fexp	Fthéo	Significativité
Module d'élasticité	Recyclage	115,48	18,72	4,45	oui
	Épaisseur	1,62	0,26	4,45	non
	Orientation	38,46	3,12	3,59	non
	HIP	62,97	10,21	4,45	oui
	Polissage	359,78	58,32	4,45	oui
Résidus		104,88		Vres = 6,17	
Limite d'élasticité	Recyclage	9480	21,69	4,45	oui
	Épaisseur	1457	3,33	4,45	non
	Orientation	4475	5,12	3,59	oui
	HIP	65208	149,16	4,45	oui
	Polissage	24003	54,91	4,45	oui
Résidus		7432		Vres = 437,2	
Limite à rupture	Recyclage	4538	11,61	4,45	oui
	Épaisseur	1121	2,87	4,45	non
	Orientation	4327	5,53	3,59	oui
	HIP	53581	137,09	4,45	oui
	Polissage	31974	81,80	4,45	oui
Résidus		7432		Vres = 390,9	
Allongement à rupture	Recyclage	15,84	5,13	4,45	oui
	Épaisseur	1,08	0,35	4,45	non
	Orientation	2,44	0,39	3,59	non
	HIP	58,59	18,99	4,45	oui
	Polissage	198,95	64,51	4,45	oui
Résidus		7432		Vres = 3,08	

Tableau 3.18 – Analyse de la variance pour les propriétés mécaniques de module d'élasticité, limite d'élasticité, limite à rupture et d'allongement à rupture.

Dans le cas du module d'élasticité, l'analyse de variance révèle la non significativité des paramètres épaisseur et orientation. La tendance est identique pour l'allongement à rupture. Par conséquent, les modèles statistiques de ces deux grandeurs mécaniques ont été ajustés et sont désormais :

$$E (Gpa) = 112,4 + 4,387 R_{<10} + 3,24 HIP_{avec} - 7,744 P_{sans} \quad (3.7)$$

$$A(\%) = 15,63 - 1,625 R_{<10} - 3,125 HIP_{avec} - 5,758 P_{sans} \quad (3.8)$$

Dans le cas de la limite d'élasticité et de la limite à rupture, seule l'épaisseur est non significative. Les modèles statistiques ont donc été ajustés comme suit :

$$Re^{0,2\%}(Mpa) = 1084 - 39,75 R_{<10} - 32,12 O_{=45^\circ} - 24,13 O_{=90^\circ} - 104,35 HIP_{avec} - 63,25 P_{sans} \quad (3.9)$$

$$Rm (Mpa) = 1132 - 27,5 R_{<10} - 29,37 O_{=45^\circ} - 27,5 O_{=90^\circ} - 94,5 HIP_{avec} - 73 P_{sans} \quad (3.10)$$

Le Tableau 3.19 présente alors le pourcentage de réponses expliqué par le modèle entre les équations statistiques établies et les résultats expérimentaux. Pour cela, l'indicateur $R^2_{prévu}$ (voir paragraphe 2.8.4) est utilisé.

Donnée en %	E	Re	Rm	A%
$R^2_{prévu}$	61,2	84,7	85,4	70,5

Tableau 3.19 – Proportion des variations expliquées par les modèles théoriques.

En se basant seulement sur les paramètres principaux d'impression, de 61 % à 85 % des résultats expérimentaux sont expliqués par les modèles statistiques. Afin de renforcer cette analyse, les interactions de paramètres vont être analysées.

3.3.4.3 Analyse des interactions entre les paramètres du plan d'expériences

Dans les modèles statistiques établis précédemment seuls, les paramètres R, HIP et P sont significatifs pour le module d'élasticité et l'allongement à rupture (équations 3.7 et 3.8), et les paramètres R, O, HIP et P sont significatifs pour les limites d'élasticité et à rupture (équations 3.9 et 3.10). Afin de respecter la hiérarchie des modèles statistiques, seules les interactions entre ces paramètres sont conservées pour l'analyse des interactions. Les différents graphiques d'interactions seront ensuite mis en regard de l'analyse de variance sur les interactions. La Figure 3.17 présente le graphique des interactions pour le module d'élasticité.

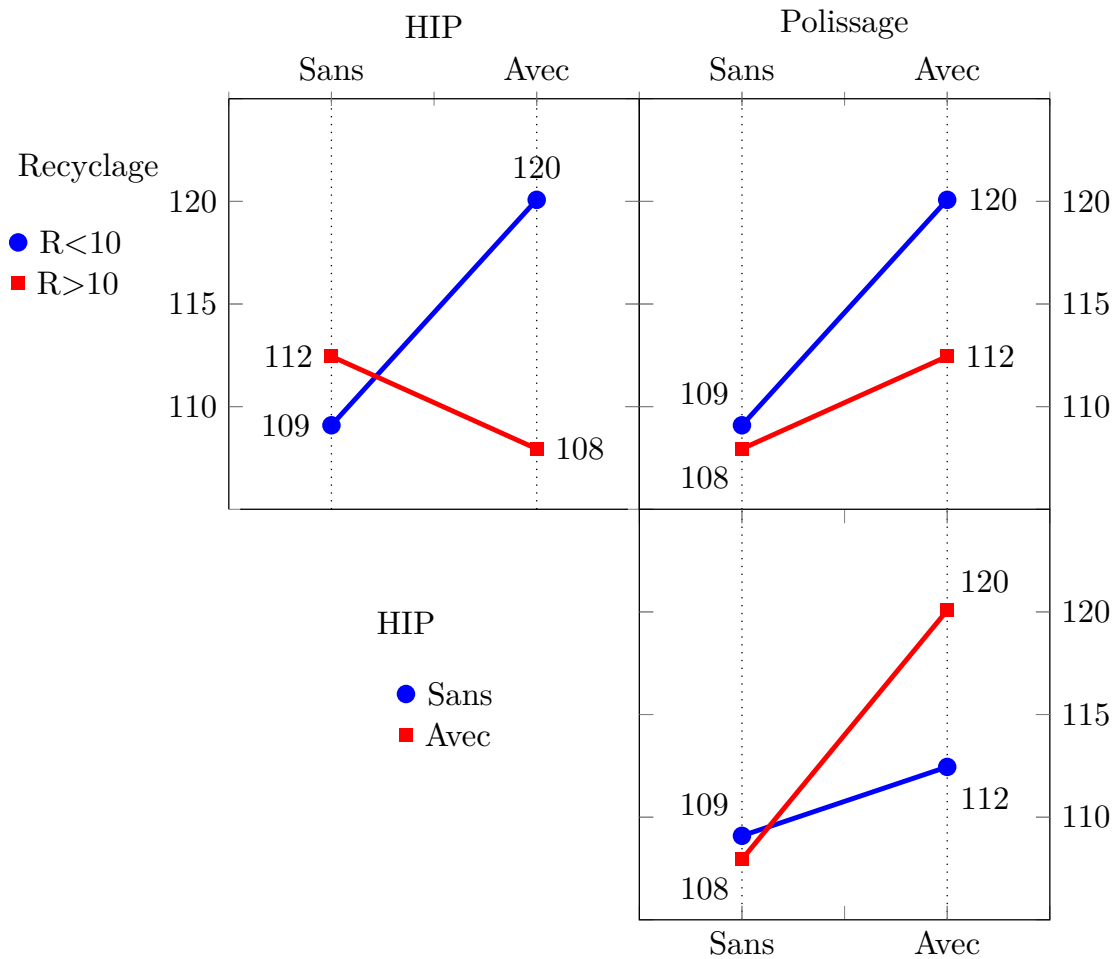


FIGURE 3.17 – Graphique représentant les interactions entre les paramètres principaux sur le module d'élasticité.

En regardant les trois graphiques d'interactions séparément et d'un point de vue purement visuel, les courbes pour chaque niveau du paramètre R ($R < 10$ et $R > 10$) et du paramètre HIP (sans et avec) ne sont pas parallèles entre elles, indiquant une interaction entre les paramètres étudiés.

La Figure 3.18 présente le graphique des interactions entre les paramètres R · O, R · HIP, R · P, O · HIP, O · P et HIP · P pour la limite d'élasticité.

D'un point de vue visuel, l'ensemble des interactions avec l'orientation d'impression semble non-significatif au contraire des trois autres interactions. Comme pour la limite d'élasticité, les interactions de la limite à rupture sont évaluées sur les mêmes interactions (Figure 3.19).

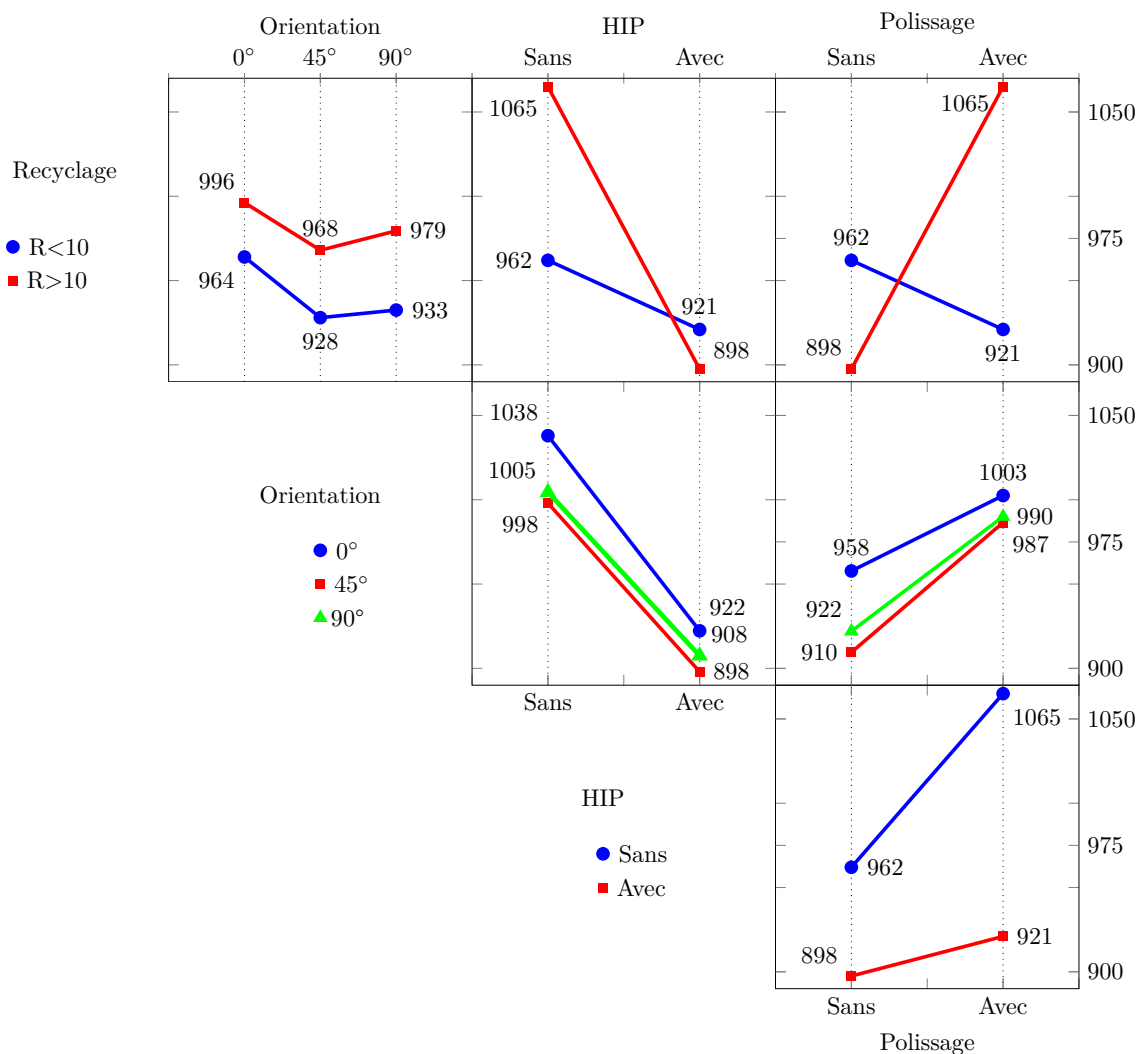


FIGURE 3.18 – Graphique représentant les interactions entre les paramètres principaux sur la limite d'élasticité.

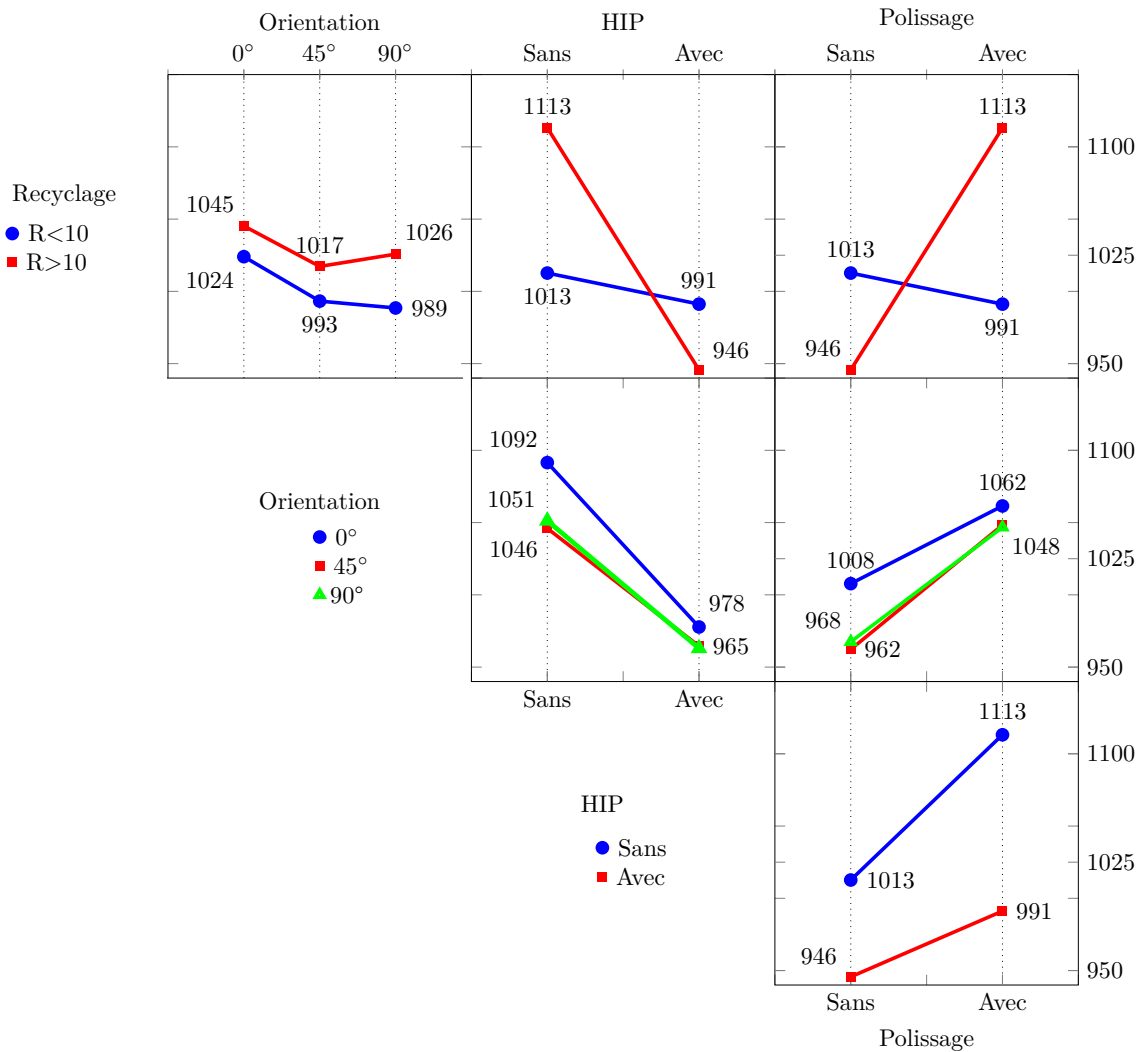


FIGURE 3.19 – Graphique représentant les interactions entre les paramètres principaux sur la limite à rupture.

Une nouvelle fois, les interactions avec l'orientation sont non significatives et les autres interactions le sont. Enfin, comme pour le module d'élasticité, le graphique des interactions pour l'allongement à rupture est réalisé pour R · HIP, R · P et HIP · P sur la Figure 3.20.

Les interactions entre les paramètres R · HIP et R · P sont significatives et HIP · P ne semble pas l'être.

À la suite de la description des graphiques d'interactions, ces dernières sont désormais évaluées par une analyse de variance présentée dans le Tableau 3.20.

Dans cette étude, les facteurs R · P, R · HIP et HIP · P respectivement alias avec les paramètres HIP, P et R sont analysés pour les propriétés mécaniques de module d'élasticité et d'allongement à rupture. Les facteurs R · O, O · HIP et O · P sont également évalués pour la limite d'élasticité et la limite à rupture. Deux facteurs alias ne pouvant être analysés simultanément (par l'exemple, R · P et HIP), trois modèles théoriques doivent successivement être réalisés, un par alias. Ainsi dans l'analyse de variance, pour chacun des alias présentés dans le tableau, les modèles statistiques sous-jacents sont adaptés en prenant en compte cette incompatibilité.

Le tableau d'analyse des variances montre que l'ensemble des interactions avec l'orientation n'est pas significatif au contraire des trois interactions alias (pour les quatre paramètres mécaniques). Ainsi, l'analyse purement visuelle des interactions ne peut pas être réalisée sans l'analyse de variance. En effet, les

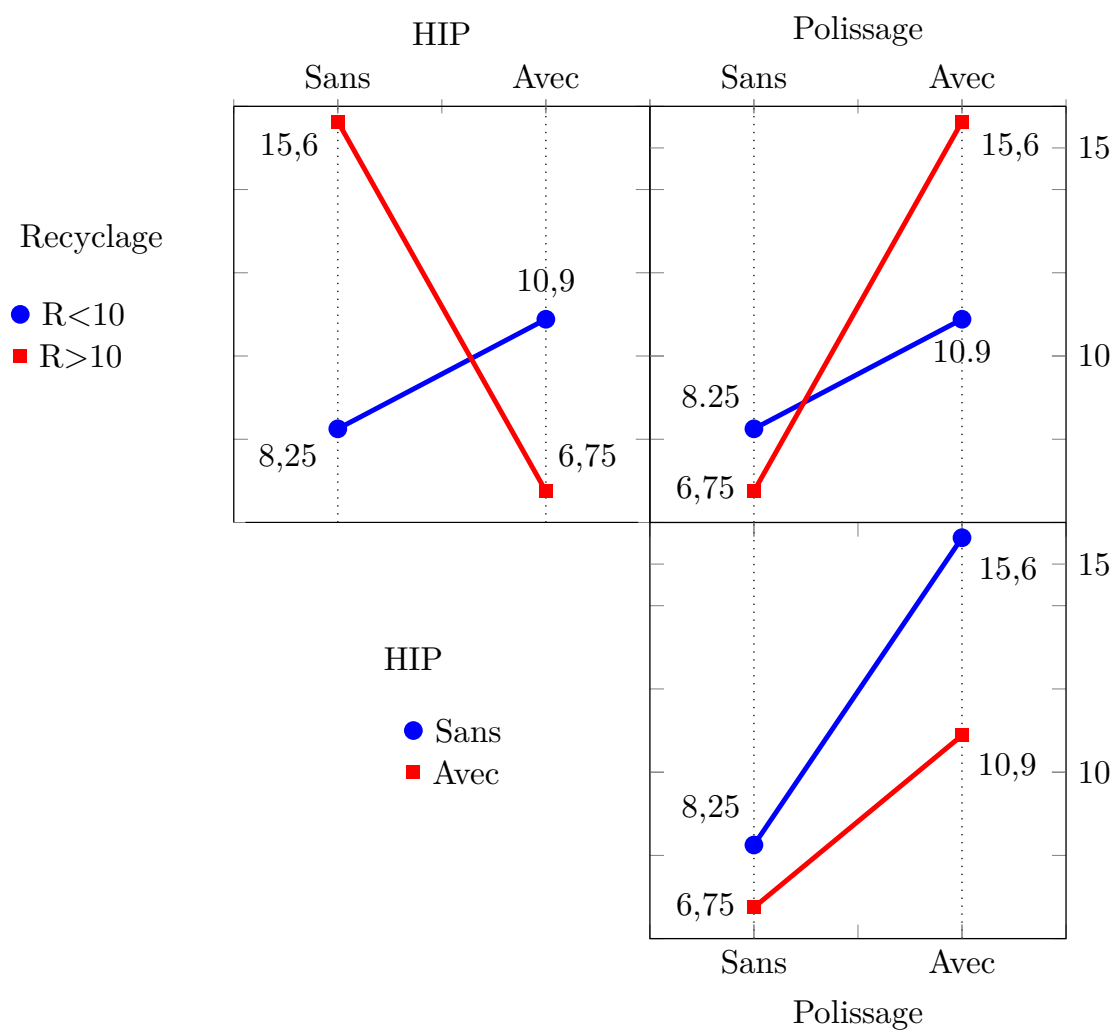


FIGURE 3.20 – Graphique représentant les interactions entre les paramètres principaux sur l'allongement à rupture.

Prop.Méca	Interaction	Variance	Vres	Fthéo	Fexp	Significativité
E	R · HIP	359,8	144,9	4,35	34,7	oui
	R · P	62,9	144,9	4,35	6,1	oui
	HIP · P	115,5	144,9	4,35	11,2	oui
Re ^{0,2%}	R · O	218	9926	3,89	0,3	non
	R · HIP	24003	11035	4,38	30,5	oui
	R · P	65208	11035	4,38	82,7	oui
	O · HIP	352	9926	3,89	0,4	non
	O · P	541	9926	3,89	0,7	non
	HIP · P	9480	11035	4,38	12,0	oui
Rm	R · O	256	7511	3,89	0,4	non
	R · HIP	31974	9067	4,38	49,4	oui
	R · P	53581	9067	4,38	130,0	oui
	O · HIP	650	7511	3,89	1,0	non
	O · P	650	7511	3,89	1,0	non
	HIP · P	4538	9067	4,38	7,0	oui
A	R · HIP	199,0	56,3	4,35	49,8	oui
	R · P	58,6	56,3	4,35	14,7	oui
	HIP · P	15,8	56,3	4,35	4,0	non

Tableau 3.20 – Tableau d'analyse de variance des interactions pour les quatre propriétés mécaniques étudiées. La colonne Vres correspond à la variance résiduelle pour chacun des modèles établis.

graphiques des interactions indiquaient la non-significativité de l'interaction HIP · P alors qu'elle l'est. Au final, seules les interactions R · P, R · HIP et HIP · P respectivement alias avec les paramètres principaux HIP, P et R sont significatives. Ceci ne permet donc pas de distinguer en l'état les termes à sélectionner dans les équations statistiques.

Le choix entre les termes alias pour l'insertion dans les modèles statistiques s'effectue donc à partir des observations de la littérature.

HIP et R · P : le choix entre le paramètre principal et l'interaction alias est fait en fonction des données fournies dans le paragraphe 1.4.1. Les propriétés mécaniques obtenues sont semblables à la suite de la réalisation du traitement thermique HIP [155] ou d'un traitement thermique haute température à 950° [142]. Ces propriétés mécaniques étant similaires et plus facilement explicables par l'action seule du HIP que de l'effet conjoint des deux autres paramètres, le paramètre principal HIP a été préféré à son alias dans les modèles statistiques finaux.

P et R · HIP : pour les mêmes raisons que le paragraphe précédent, le choix s'est porté sur le paramètre polissage plutôt que l'interaction R · HIP. La nette amélioration des propriétés mécaniques après un polissage est physiquement plus probable que l'interaction des paramètres R · HIP [166].

R et HIP · P : dans la littérature [77], la prise en oxygène avec le nombre de recyclages des poudres est souvent remarquée. Même si la déformation des particules n'a pas d'effet, la prise en oxygène modifie les propriétés mécaniques. Pour un nombre de recyclages variant d'un à trente, l'évolution du taux d'oxygène en pourcentage massique augmente de 0,03 % et entraîne une augmentation de la limite d'élasticité de 0,22 %, de la limite à rupture de 1,9 % et de l'allongement à rupture de 7 %. L'effet du recyclage est donc existant, mais très limité. Cependant, dans les mesures réalisées sur les éprouvettes de traction, l'augmentation du recyclage entraîne des modifications des propriétés mécaniques de 4 % pour la limite d'élasticité, 7 % la limite à rupture et 80 % pour l'allongement à rupture. En raison de l'importante différence entre la littérature et les résultats expérimentaux, le choix de conserver l'interaction HIP · P au lieu du paramètre principal R est retenu.

3.3.4.4 Modèles finaux

Sur la base des analyses précédentes, les modèles théoriques finaux obtenus sont ceux des équations (3.11) pour le module d'élasticité, (3.12) pour la limite d'élasticité, (3.13) pour la limite maximale à rupture et (3.14) pour l'allongement à rupture.

$$E \text{ (GPa)} = 112,4 + 7,6 \text{ HIP}_{\text{avec}} - 3,4 \text{ P}_{\text{sans}} - 8,8 \text{ HIP} \cdot \text{P} \quad (3.11)$$

$$Re^{0,2\%} \text{ (MPa)} = 1077 - 0,27 * O - 144 \text{ HIP}_{\text{avec}} - 103 \text{ P}_{\text{sans}} + 79,5 \text{ HIP} \cdot \text{P} \quad (3.12)$$

$$Rm \text{ (MPa)} = 1127 - 0,31 * O - 122 \text{ HIP}_{\text{avec}} - 101 \text{ P}_{\text{sans}} + 55 \text{ HIP} \cdot \text{P} \quad (3.13)$$

$$A \text{ (\%)} = 15,6 - 4,4 \text{ HIP}_{\text{avec}} - 7,4 \text{ P}_{\text{sans}} + 3,25 \text{ HIP} \cdot \text{P} \quad (3.14)$$

Une nouvelle analyse de variance est donc menée afin d'évaluer la significativité de l'interaction HIP*P et l'ensemble des modifications que cela a engendrées sur les modèles. Cette nouvelle analyse de variance est donnée dans le Tableau 3.21.

Prop.Méca	Paramètre	Variances	Fexp	Fthéo	Significativité
E	HIP	63	16,85	4,35	oui
	Polissage	360	3,26	4,35	non
	HIP · P	115	11,15	4,35	oui
	Résidus	145		Vres = 10	
Re ^{0,2%}	Orientation	2328	2,95	3,55	non
	HIP	65208	78,92	4,41	oui
	Polissage	24003	40,37	4,41	oui
	HIP · P	9480	12,03	4,41	oui
	Résidus	11035		Vres = 788	
Rm	Orientation	3025	4,67	3,55	oui
	HIP	53581	68,94	4,41	oui
	Polissage	31974	46,78	4,41	oui
	HIP · P	4537	7,00	4,41	oui
	Résidus	9067		Vres = 648	
A%	HIP	59	16,94	4,45	oui
	Polissage	199	40,92	4,45	oui
	HIP · P	16	3,96	3,59	oui
	Résidus	56		Vres = 4,0	

Tableau 3.21 – Analyse de variance finale incluant l’interaction HIP · Polissage au lieu du paramètre Recyclage.

Le paramètre de corrélation $R^2_{\text{prévu}}$ n’a donc pas varié sur les quatre modèles statistiques. L’utilisation de l’interaction HIP · P plutôt que le paramètre Recyclage n’a rien changé sur la significativité des autres paramètres d’impression pour les propriétés mécaniques Rm et A %. Cependant, pour le module d’élasticité, le paramètre principal Polissage devient statistiquement non significatif des suites de l’ajout de l’interaction. Cependant, pour respecter la hiérarchie des modèles, le paramètre est conservé. Pour la limite d’élasticité à 0,2 % de déformation, l’ajout de l’interaction a rendu non significatif le paramètre d’impression *Orientation*. Cependant, en enlevant ce paramètre de l’équation statistique, l’indicateur $R^2_{\text{prévu}}$ passe de 82,3 % à 80,5 %. Malgré la faible différence entre ces deux valeurs et au vu de l’apport, certes faible, de l’orientation sur l’anticipation des propriétés mécaniques et de l’effet beaucoup plus largement souligné de ce dernier dans la littérature, le paramètre *Orientation* est conservé dans l’équation statistique.

3.3.4.5 Validation des modèles statistiques

À la suite du développement des modèles statistiques pour prédire les caractéristiques mécaniques, une nouvelle série d’éprouvettes de traction sont imprimées afin de valider les différents modèles statistiques établis précédemment. Seules les éprouvettes à 0° ont pu être correctement fabriquées, limitant le nombre d’essais pour la validation. Le Tableau 3.12 présenté dans le paragraphe 3.3.1 donne les paramètres d’impression choisis. Les modèles établis se voulant être généraux par rapport aux différentes machines de production DMLS en possession d’INITIAL et en raison de la non-disponibilité de la machine

M280 prise par la production, la plateforme de fabrication a été réalisée cette fois sur la machine M270.

Le Tableau 3.22 présente les propriétés mécaniques attendues à partir des modèles statistiques ainsi que les résultats expérimentaux obtenus pour les cinq éprouvettes de traction caractérisées.

	E (GPa)	Re ^{0,2%} (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
Valeurs prévisionnelles	109,1	974	1026	8,3
1	116,9	1087	1133	7,4
2	114,9	1069	1118	6,7
3	113,1	1080	1129	6,7
4	124,2	1072	1120	3,9
5	121,1	1083	1130	5,2
Moyenne	118,0	1078	1126	6,0
Écart-type	4,6	8	7	1,4

Tableau 3.22 – Résultats expérimentaux d'essais de traction réalisés pour la validation des modèles expérimentaux à l'orientation de 0° et valeurs attendues.

La comparaison montre des écarts entre les résultats expérimentaux et les résultats prévisionnels supérieurs aux écarts-types mesurés. Le module d'élasticité expérimental est supérieur de 9 GPa aux prévisions. De même, la limite d'élasticité et la limite à rupture sont supérieures aux prévisions de 100 MPa et, par conséquent, l'allongement à rupture est inférieur à celui prédit de 2,3 %.

Pour rappel, une seule éprouvette a été réalisée pour chaque combinaison de paramètres du plan d'expériences en raison des contraintes de production. La réalisation de plusieurs éprouvettes par combinaison aurait permis une diminution du « bruit de fond » des mesures. De plus, la machine de fabrication de la plateforme de validation (M270) est différente de celle qui a servi à la réalisation des éprouvettes du plan d'expériences (M280). Ainsi, une source d'incertitude non négligeable n'a pas été prise en compte. Enfin, la présence des alias n'a pas permis d'évaluer l'impact de certains paramètres principaux ou interactions (R, HIP · R, R · P), ajoutant de nouvelles sources d'incertitude, cette fois sur les modèles établis. La mise en regard de ces observations avec les écarts mesurés, entre les résultats attendus et expérimentaux, indique qu'avec des informations complémentaires permettant de réduire les sources d'incertitudes citées ci-dessus, la correspondance entre les modèles théoriques et les résultats expérimentaux n'est pas si éloignée. Trois axes sont à privilégier pour renforcer l'étude :

1. réaliser une plateforme de validation sur la M280,
2. ajouter la machine M270 au plan d'expériences afin de réduire l'incertitude liée au changement de machine,
3. réaliser de nouvelles combinaisons de paramètres permettant de défaire les alias du plan d'expériences.

Malgré les incertitudes soulignées, le plan d'expériences a mis en évidence l'effet très important des deux post-traitements réalisés (HIP et polissage) sur les quatre propriétés mécaniques. La réalisation du polissage permet une très nette augmentation des quatre propriétés mécaniques et la réalisation du HIP permet un abaissement de la limite d'élasticité et de la limite à rupture pour stabiliser la microstructure des pièces ainsi qu'une augmentation du module d'élasticité. Pour rappel, dans le plan d'expériences réalisé,

le HIP entraîne une diminution de l’allongement, résultat aberrant, mais expliqué par les interactions avec les autres paramètres d’impression.

3.3.5 Analyse des éprouvettes de fatigue

Sur les quatre plateaux de fabrication, trois éprouvettes toroïdales ont été réalisées, une par orientation de fabrication, soit un total de vingt-quatre éprouvettes (voir Figure 3.11). Ces éprouvettes ont été caractérisées au moyen d’un essai de fatigue (voir paragraphe 2.7). Préalablement à leur caractérisation mécanique, une hauteur d’environ un centimètre a été caractérisée en tomographie X centrée sur la zone utile de l’éprouvette (voir paragraphe 2.5). Pour chaque éprouvette toroïdale, le nombre de cycles à rupture, la quantification des porosités et le comportement mécanique en fatigue ont pu être étudiés.

Le Tableau 3.23 expose les résultats bruts traités statistiquement sur le nombre de cycles à rupture et le nombre de porosités.

	R	E	O	HIP	P	Ncycles	Nb porosités
ligne1	>10	30	0	sans	oui	165792	119
ligne2	>10	30	45	sans	oui	100512	45
ligne3	>10	30	90	sans	oui	30500	57
ligne4	>10	60	0	sans	oui	402920	217
ligne5	>10	60	45	sans	oui	75780	329
ligne6	>10	60	90	sans	oui	150764	104
ligne7	<10	30	0	avec	oui	1300000	1
ligne8	<10	30	45	avec	oui	1300000	7
ligne9	<10	30	90	avec	oui	1300000	9
ligne10	<10	60	0	avec	oui	1300000	13
ligne11	<10	60	45	avec	oui	1300000	8
ligne12	<10	60	90	avec	oui	1300000	11
ligne13	>10	30	0	avec	non	75104	36
ligne14	>10	30	45	avec	non	50118	17
ligne15	>10	30	90	avec	non	27140	19
ligne16	>10	60	0	avec	non	27464	44
ligne17	>10	60	45	avec	non	14464	15
ligne18	>10	60	90	avec	non	29048	25
ligne19	<10	30	0	sans	non	57228	95
ligne20	<10	30	45	sans	non	43992	129
ligne21	<10	30	90	sans	non	56976	91
ligne22	<10	60	0	sans	non	67492	248
ligne23	<10	60	45	sans	non	30040	387
ligne24	<10	60	90	sans	non	30576	273

Tableau 3.23 – Résultats bruts de fatigue sur les mesures de porosités et le nombre de cycles à rupture.

Remarque : pour les lignes 7 à 12, les éprouvettes n’ont pas rompu donc le nombre de cycles à rupture est le nombre de cycles testés.

En raison de l’absence de rupture de six éprouvettes, de la variabilité des résultats et de l’absence de répétabilité, aucun lien statistique n’a pu être établi entre les paramètres d’impression et le nombre de cycles à rupture, mais également avec le nombre de porosités. Pour cette raison, l’analyse qualitative des données se réalise sans analyse statistique.

3.3.5.1 Analyse des porosités

L'objectif de ce paragraphe est de mettre en parallèle les paramètres d'impression avec la présence des porosités, ce qui permettra dans un second temps de mieux appréhender la tenue mécanique en fatigue.

HIP : L'analyse du HIP se réalise sur le comparatif entre les lignes 7 à 18 (avec HIP) avec les lignes 1 à 6 et 19 à 24 (sans HIP). L'effet du HIP sur le nombre de porosités est le paramètre le plus influent. Sa réalisation permet d'avoir un nombre de porosités variant de 1 à 44 alors qu'en l'absence de HIP le nombre de porosités varie de 45 à 387. Cela est dû à l'application de la pression ($P=1000$ bars) qui permet de résorber les porosités présentes [205].

Polissage : L'analyse du polissage se réalise sur le comparatif entre les lignes 1 à 12 (avec polissage) avec les lignes 13 à 24 (sans polissage). Le polissage est également un paramètre permettant de diminuer la présence des porosités, notamment celles de surface [207]. Dans le cas où le HIP est réalisé, l'ajout d'un polissage permet d'avoir un nombre de porosités variant de 1 à 13 alors qu'il varie de 15 à 44 sinon. Cette observation est aussi réalisée sans le HIP. Dans ce cas de figure, le nombre moyen de porosités avec le polissage (ligne 1 à 6) est de 145 alors qu'il est de 204 sans le polissage (ligne 19 à 24).

Recyclage : L'analyse du recyclage des poudres se réalise sur le comparatif entre les lignes 1 à 6 et 13 à 18 ($R > 10$) avec les lignes 7 à 12 et 19 à 24 ($R < 10$). Le recyclage semble également avoir un effet. Avec la réalisation du HIP, les variations du nombre de porosités entre les lignes 7 à 12 avec les lignes 13 à 18 diminuent avec le nombre de recyclages, en adéquation avec la littérature [87] mais cela correspond également à la réalisation du polissage de surface. Les autres associations de lignes pour évaluer le recyclage sont simultanées avec un changement de modalités du HIP qui a un effet prépondérant sur la présence des porosités.

Épaisseur : L'analyse de l'épaisseur d'impression se réalise sur le comparatif entre les lignes 1 à 3 ($30 \mu\text{m}$) avec les lignes 4 à 6 ($60 \mu\text{m}$), 7 à 9 avec 10 à 12, 13 à 15 avec 16 à 18 et 19 à 21 avec 22 à 24. L'épaisseur des couches lasées a un effet marqué sur la présence des porosités. En comparant les quatre associations citées, la diminution du nombre de porosités est de 66 % pour la première, 47 % pour la deuxième, 14 % pour la troisième et 65 % pour la dernière. La présence d'un plus grand nombre de porosités avec l'augmentation de l'épaisseur est une information régulièrement observée dans la littérature [83] et dépend de l'apport d'énergie du faisceau laser [82].

Orientation : L'analyse de l'orientation se réalise sur le comparatif entre chaque ligne successive par ensemble de trois, c'est-à-dire entre les lignes 1 (0°), 2 (45°) et 3 (90°) ... L'analyse du nombre de porosités en fonction de l'orientation indique une légère tendance, à savoir que les éprouvettes à 90° semblent contenir moins de porosités (74 en moyenne, tous les autres paramètres confondus) contre 97 à 0° et 117 à 45° . Cependant, ceci reste une observation.

En conclusion, l'ensemble des paramètres d'impression semble influencer sur la présence des porosités. Le paramètre le plus probant est le traitement thermique HIP qui réduit de manière importante la présence de porosités. Le polissage permet également d'éliminer les porosités de surface. L'épaisseur des couches d'impression influe également. Plus l'épaisseur est importante, plus le nombre de porosités l'est aussi en accord avec la littérature [83]. Un recyclage des poudres faible permet également d'obtenir un plus faible nombre de porosités, ce résultat a été complété à l'aide de la littérature. Enfin, l'effet de l'orientation, encore discutable, montrerait que l'orientation à 90° semble contenir moins de porosités que celle à 0° et 45° .

3.3.5.2 Analyse de la tenue en fatigue

L'objet de ce paragraphe est d'évaluer l'effet des différents paramètres de fabrication sur la tenue en fatigue des éprouvettes toroïdales.

Effet de l'orientation : La Figure 3.21 (a) à (f) présente les déformations minimales et maximales obtenues par extensométrie en fonction du nombre de cycles. Chaque graphique indépendant représente un même jeu de paramètres {recyclage - épaisseur de couche - HIP - polissage}. L'effet de l'orientation est évalué sur ces trois modalités : 0° , 45° et 90° .

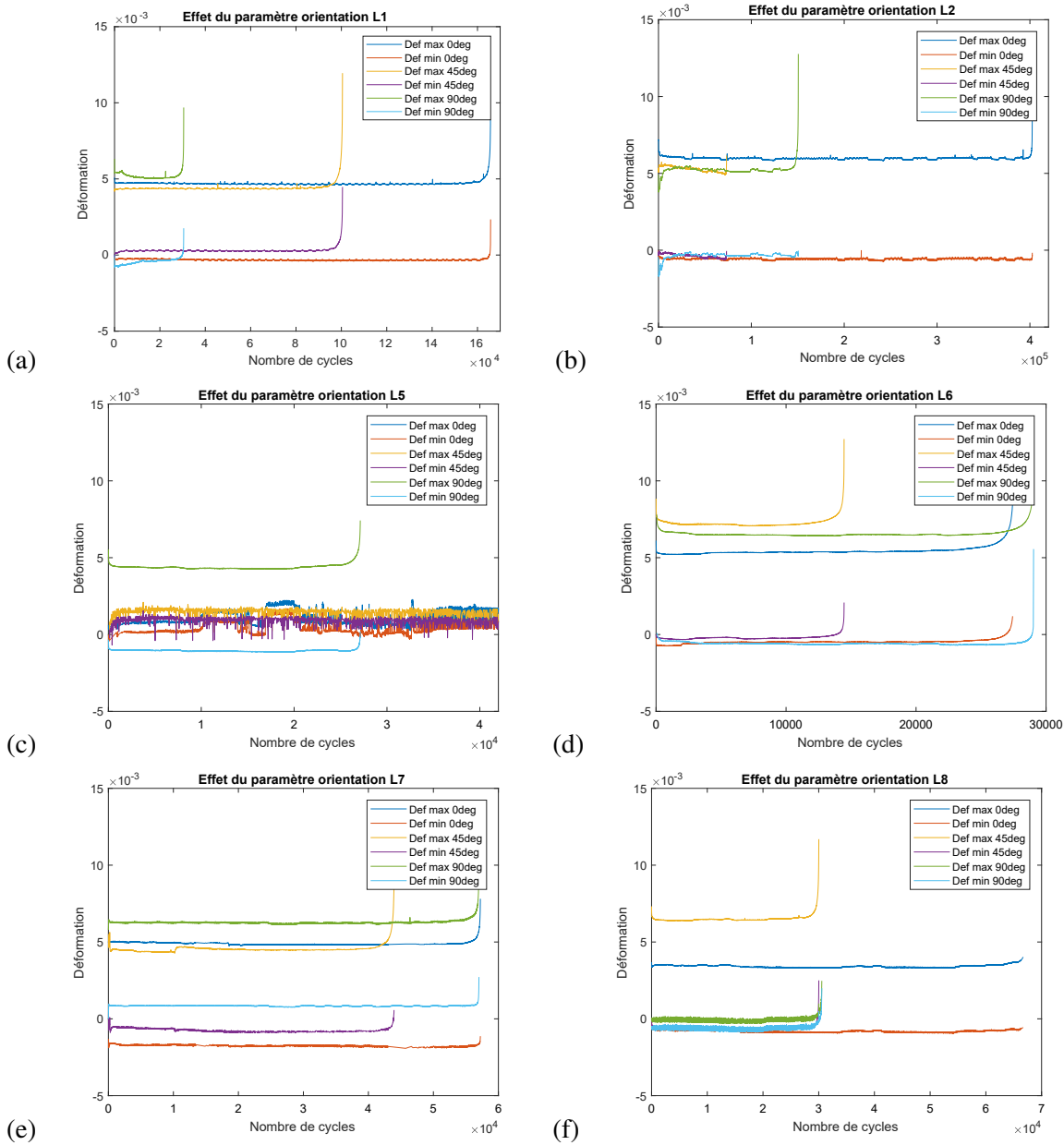


FIGURE 3.21 – Comportement en fatigue des échantillons en fonction de l'orientation d'impression.

- Pour la ligne 1 (Figure 3.21 (a)), l'association des paramètres de fabrication est $R > 10$, $E = 30 \mu\text{m}$, sans HIP et avec P. Tout d'abord, il est remarqué pour l'éprouvette à 90° que la déformation maximale diminue et que la déformation minimale augmente sur les premiers cycles évalués. C'est le signe d'un durcissement microstructural. Sinon, la tenue en fatigue à 0° est plus importante qu'à 45° elle-même plus importante qu'à 90° .
- Pour la ligne 2 (Figure 3.21 (b)), l'association des paramètres de fabrication est $R > 10$, $E = 60 \mu\text{m}$, sans HIP et avec P. Aucun comportement spécifique n'est observé. La tenue en fatigue à 0° est plus importante qu'à 90° , elle-même plus importante qu'à 45° .

- Pour la ligne 5 (Figure 3.21 (c)), l'association des paramètres de fabrication est $R > 10$, $E = 30 \mu\text{m}$, avec HIP et avec P. Aucun comportement spécifique n'est observé. Le nombre de cycles à rupture obtenu indique que la tenue en fatigue de l'éprouvette à 0° est plus élevée qu'à 45° elle-même plus élevée qu'à 90° .
- Pour la ligne 6 (Figure 3.21 (d)), l'association des paramètres de fabrication est $R > 10$, $E = 60 \mu\text{m}$, avec HIP et sans P. Aucun comportement spécifique n'est observé. La tenue en fatigue est maximale à 90° puis à 0° et est minimale à 45° . Le nombre de cycles à rupture pour les orientations 0° et 90° est similaire.
- Pour la ligne 7 (Figure 3.21 (e)), l'association des paramètres de fabrication est $R < 10$, $E = 30 \mu\text{m}$, sans HIP et sans P. Aucun comportement spécifique n'est observé. La tenue en fatigue est maximale à 0° puis à 90° et minimale à 45° . La tenue en fatigue des éprouvettes à 0° et 90° est similaire.
- Pour la ligne 8 (Figure 3.21 (f)), l'association des paramètres de fabrication est $R < 10$, $E = 60 \mu\text{m}$, sans HIP et sans P. La tenue en fatigue est minimale et similaire pour les orientations de 45° et 90° et maximale à 0° .

L'ensemble de ces analyses permet de souligner qu'à iso-paramètres de fabrication, une orientation à 0° a une meilleure tenue en fatigue que les orientations à 45° et 90° . Ceci est confirmé par Qian [208] qui explique que la tenue en fatigue diminue avec une orientation de 0° à 90° essentiellement, car les défauts présents sont plus importants à 90° .

À la suite de cette première analyse, les suivantes sont réalisées pour la déformation maximale obtenue avec une orientation de 90° (car il s'agit de la seule orientation sans problématique liée à l'acquisition des données). Elles concernent l'effet du recyclage, de l'épaisseur de couche, du HIP et du polissage. Sur les différentes analyses, l'éprouvette à 90° de la ligne 8 a été ajoutée manuellement en raison de son bruit de mesure.

Effet du recyclage : La Figure 3.22 montre l'effet du recyclage pour (a) $R > 10$ et (b) $R < 10$.

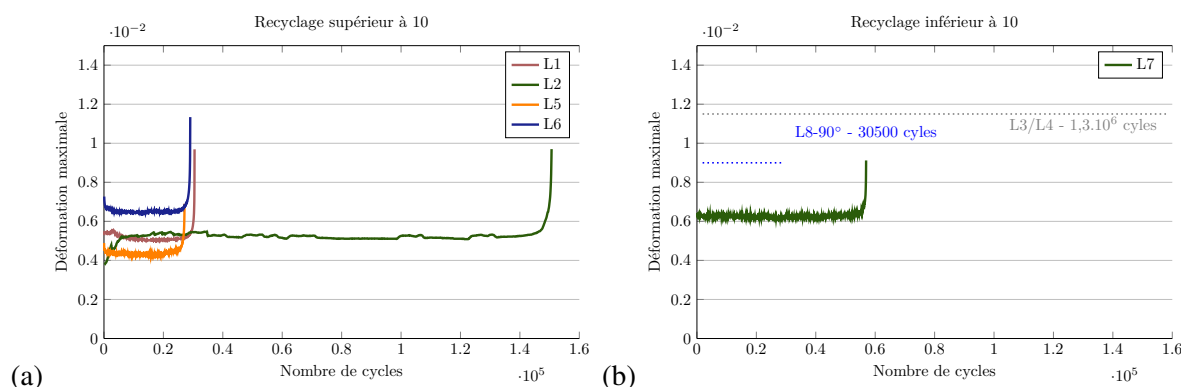


FIGURE 3.22 – Tenue en fatigue des échantillons à 90° pour un recyclage (a) inférieur à 10 et (b) supérieur à 10.

Pour $R > 10$, trois des quatre éprouvettes ont une tenue en fatigue similaire autour de $30 \cdot 10^3$ cycles. La quatrième éprouvette (Def - max L2-90deg) a une tenue en fatigue d'environ $150 \cdot 10^3$ cycles alors que, paradoxalement, il s'agit de l'éprouvette parmi les quatre ayant le plus de porosités (109). Au regard des autres paramètres de fabrication, cette différence n'est pas expliquée. Pour $R < 10$, la différence de tenue entre les deux éprouvettes est de $30 \cdot 10^3$ cycles. Cette différence pourrait être expliquée par l'effet de l'épaisseur de couche ; cependant, aucune variation liée à ce paramètre n'est observée dans les autres

résultats. Pour $R < 10$ la tenue en fatigue est inférieure à $60 \mu\text{m}$ alors que pour $R > 10$, l'épaisseur de $60 \mu\text{m}$ est celle ayant la tenue en fatigue la plus élevée (Def max L2-90deg).

Effet de l'épaisseur de couche : La Figure 3.23 montre l'effet de l'épaisseur pour (a) $E = 30 \mu\text{m}$ et (b) $E = 60 \mu\text{m}$.

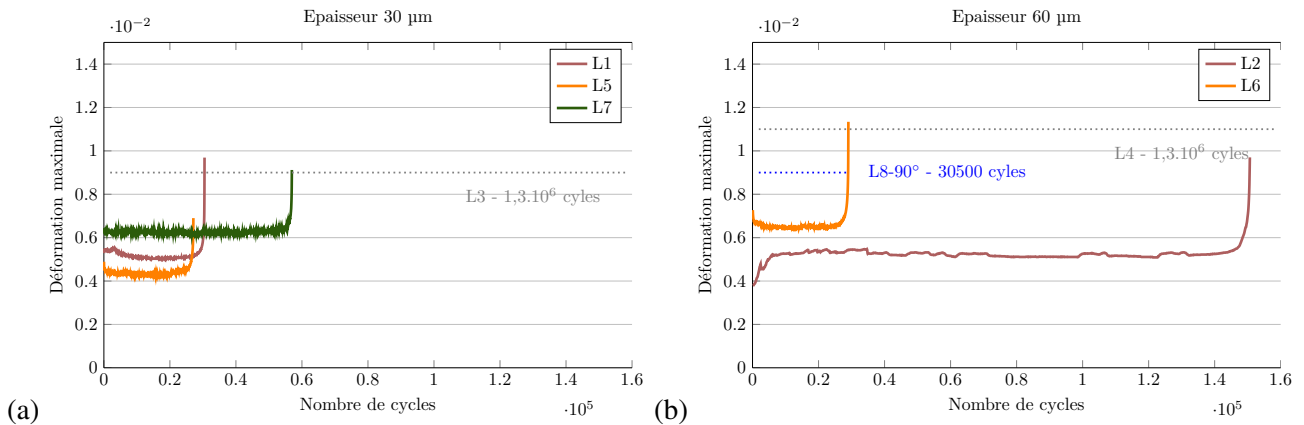


FIGURE 3.23 – Tenue en fatigue des échantillons à 90° pour une épaisseur de couche de (a) $30 \mu\text{m}$ et (b) $60 \mu\text{m}$.

Pour l'épaisseur de $30 \mu\text{m}$, les lignes 1 et 5 ont une tenue en fatigue respectivement de $30 \cdot 10^3$ cycles et $27 \cdot 10^3$ cycles, qui sont moins importante que celle de la ligne 7 ($57 \cdot 10^3$ cycles). Paradoxalement, la ligne 7 est celle pour laquelle le nombre de porosités est le plus important (109). De plus, l'éprouvette est non polie. Pour l'épaisseur de $60 \mu\text{m}$, il semble aussi ne pas y avoir d'influence de l'épaisseur des couches, car la tenue en fatigue pour les lignes 6 et 8 à 90° est respectivement $29 \cdot 10^3$ et $30 \cdot 10^3$ et pour la ligne 2, $151 \cdot 10^3$ cycles. La différence entre les lignes 6 et 8 avec la ligne 2 est liée à la réalisation du polissage. Aucun comportement spécifique ne peut être rapporté à la présence de porosités, car les lignes 6 et 8 ont respectivement 25 et 273 porosités pour une tenue en fatigue similaire et la ligne 2 en a 104. Un article basé sur le matériau CoCr étudie les épaisseurs $30 \mu\text{m}$ et $60 \mu\text{m}$ sur leur tenue en fatigue. Il en ressort une faible différence entre les deux épaisseurs, mais pour celle de $60 \mu\text{m}$, la tenue en fatigue augmente [209]. Résultat plutôt surprenant lorsque l'analyse des porosités en montre un nombre plus important à une épaisseur de $60 \mu\text{m}$.

Effet du HIP : La Figure 3.24 montre l'effet du HIP lorsque celui-ci est (a) réalisé et (b) non réalisé.

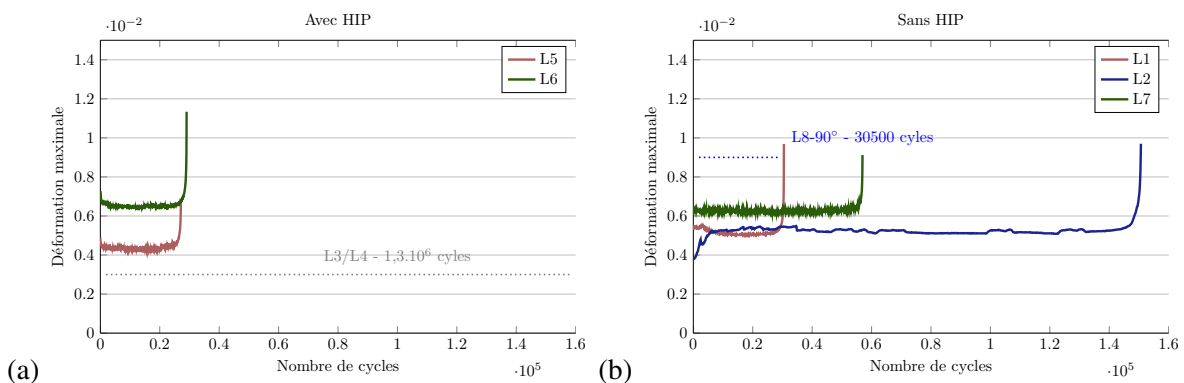


FIGURE 3.24 – Tenue en fatigue des échantillons à 90° (a) avec la réalisation du traitement thermique HIP et (b) sans sa réalisation.

Dans le cas où le HIP est réalisé, le nombre de cycles à rupture pour la ligne 5 est de $27 \cdot 10^3$ cycles

et de 29.10^3 cycles pour la ligne 6. Pour les deux échantillons non représentés dus à l'absence de rupture (L3 et L4), le nombre de cycles à rupture est supérieur à 1300.10^3 cycles. Cette différence est expliquée par la réalisation du polissage. En l'absence de HIP, la variation de la tenue en fatigue est importante puisque le nombre de cycles à rupture varie 30.10^3 à 151.10^3 . Cela est essentiellement lié à la réalisation ou non du polissage. Dans le cas présent, la réalisation du HIP permet une augmentation de la tenue en fatigue en accord avec la littérature [164] mais il ne s'agit pas du paramètre le plus influent.

Effet du polissage : La Figure 3.25 montre l'effet du polissage lorsque celui-ci n'est (a) pas réalisé et (b) réalisé.

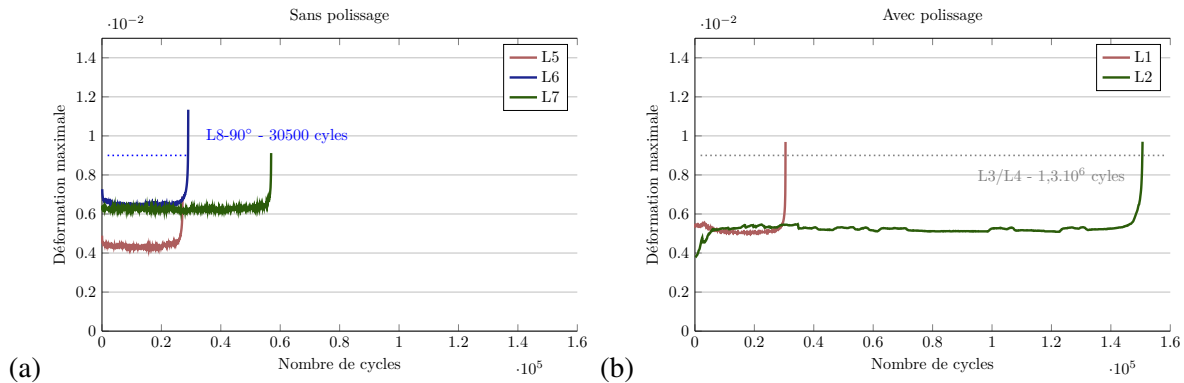


FIGURE 3.25 – Tenue en fatigue des échantillons à 90° (a) en l'absence de polissage et (b) avec la réalisation du polissage.

Au regard des données, la réalisation du polissage affecte la tenue en fatigue. La tenue maximale en l'absence de polissage est de 56.10^3 cycles pour un nombre de porosités de 91. Avec la réalisation du polissage, deux échantillons (non présentés) ont un nombre de cycles à rupture supérieur à 1300.10^3 et le troisième à 151.10^3 alors qu'il s'agit d'un l'échantillon avec beaucoup de porosités (104). L'effet de la réalisation d'un polissage est très connu dans le cadre des essais de fatigue pour des échantillons élaborés par fusion sur lit de poudre, car il permet d'augmenter la tenue en fatigue [175, 176].

Bilan de la tenue mécanique en fatigue : Il ressort de cette étude que la tenue en fatigue des échantillons est corrélée aux deux post-traitements appliqués, à savoir : le traitement thermique HIP et le polissage. Par la réalisation conjointe de ces deux post-traitements, l'effet sur les propriétés mécaniques en est d'autant plus accru. Deux raisons à cela :

- Le traitement HIP permet de résorber les porosités dans le volume des pièces traitées par l'application de la pression [164] et modifie également la microstructure de l'échantillon permettant l'apparition de la phase β ductile.
- La réalisation du polissage permet la réduction des aspects de surface. Lors du polissage, des contraintes à la surface de l'échantillon apparaissent, permettant de limiter l'amorce de fissures à partir de la surface [210].

En parallèle, l'épaisseur des couches d'impression et le recyclage des lots de poudre n'ont pas d'influence sur la tenue en fatigue. L'orientation a une influence sur la tenue en fatigue. Les éprouvettes à 0° ont une tenue en fatigue significativement supérieure aux orientations 45° et 90° liée à une sollicitation des défauts plus importante pour ces deux orientations [208].

3.4 Conclusion du troisième chapitre

Ce chapitre est orienté sur les expérimentations réalisées en partenariat avec l'entreprise INITIAL. Il est focalisé autour de deux axes :

1. Sur des problématiques de productions, où trois d'entre elles ont été analysées :
 - l'étude de l'uniformité d'impression sur une plateforme de fabrication en tout point de celle-ci,
 - l'impact sur les propriétés mécaniques d'un arrêt de production, d'une durée de six heures avec une remise à l'air de l'enceinte de fabrication,
 - l'évaluation des différents traitements thermiques réalisables par INITIAL sur l'alliage de titane Ti-6Al-4V et sur deux machines de production.
2. Sur l'étude paramétrique du procédé DMLS en fonction de l'impact sur les propriétés mécaniques et microstructurales de cinq facteurs d'impression.

L'étude des problématiques industrielles a permis de montrer que le taux de porosités des plateformes n'est pas uniforme en tout point, notamment l'avant de celles-ci où le taux de porosités, bien qu'il soit dans la norme, est plus élevé d'environ 0,1 %. Des suites de la réalisation d'un arrêt de production, aucune trace de ce dernier n'a été détectée, que ce soit sur la microstructure ou bien sur la présence de porosités. Cependant, sa réalisation a entraîné une diminution des propriétés mécaniques. Enfin, l'étude des différents traitements thermiques a permis de comprendre leurs effets sur les propriétés mécaniques en traction. Par rapport à l'état brut d'élaboration, la réalisation du traitement de détente (SR_1) permet une augmentation des propriétés mécaniques à l'exception de l'allongement à rupture. Ceci est paradoxal, car sa réalisation devrait entraîner la diminution des limites d'élasticité et à rupture et ainsi augmenter l'allongement à rupture [157]. La réalisation du traitement HIP entraîne une diminution des limites d'élasticité et à rupture d'environ 140 MPa ainsi qu'une augmentation du module d'élasticité liée à la résorption des porosités [211].

L'analyse paramétrique du procédé DMLS sur les blocs métallographiques montre que la microstructure des échantillons est anisotrope avec une structure colonnaire dans le sens de fabrication de l'échantillon et contient des grains issus de la phase β dont la largeur varie autour de 150 μm . Dans le sens normal à l'axe de fabrication, la microstructure est équiaxe et le diamètre des grains est approximativement égal à celui de la largeur des grains colonnaires. Avec la réalisation du traitement thermique HIP, une remise en solution de microstructure initiale a eu lieu. Ainsi, la structure martensitique α'' a disparu au profit de la structure biphasée lamellaire ($\alpha + \beta$).

Sur les éprouvettes de traction, bien que l'étude paramétrique n'ait pas amené à la validation des lois statistiques, les conclusions suivantes ont pu être tirées :

- Le polissage permet une amélioration de l'ensemble des propriétés mécaniques, +3,4 GPa pour le module d'élasticité, +100 MPa pour la limite d'élasticité et la limite à rupture et enfin +3 % pour l'allongement à rupture.
- Le HIP est le second paramètre le plus influent. Sa réalisation permet d'augmenter le module d'élasticité de 7,6 GPa (grâce à la résorption des porosités) et de diminuer les limites d'élasticité et à rupture de 140 MPa et 120 MPa. D'après nos résultats, il entraîne une diminution de l'allongement à rupture de 4 %. Ce résultat est lié à l'effet de l'interaction R · P alias avec le HIP.
- L'orientation influe faiblement sur les limites d'élasticité et à rupture (approximativement 1 MPa).
- Le recyclage des poudres et l'épaisseur des couches lasées n'influent pas sur les propriétés mécaniques en traction.

Sur les éprouvettes de fatigue, la réalisation de mesures sur les taux de porosités internes et sur le nombre de cycles à rupture a permis les conclusions suivantes :

- L'ensemble des paramètres d'impression influe sur la quantité de porosités :

Recyclage : un recyclage inférieur à 10 entraîne moins de porosités,

Épaisseur : une épaisseur de couche d'impression faible permet de diminuer le nombre de porosités,

Orientation : une orientation à 90° entraîne des porosités plus importantes [208],

HIP : sa réalisation entraîne une diminution très importante des porosités, il s'agit du paramètre d'impression le plus influent,

Polissage : sa réalisation entraîne également une diminution des porosités, mais à la surface des échantillons.

- Le polissage et le HIP permettent une augmentation de la tenue en fatigue.
- L'orientation de 0° permet d'obtenir une meilleure tenue en fatigue.

De manière générale, les propriétés mécaniques en traction et en fatigue sont les plus élevées avec les réalisations du polissage et du HIP pour une orientation d'impression de 0°. Cela correspond aux expérimentations des lignes 7 à 12.

Le principal problème rencontré lors de ces différentes études a été le manque de répétabilité sur les éprouvettes caractérisées. Cela a eu pour conséquence une diminution de la précision des résultats pour les différentes analyses. Ainsi, la quantification précise de l'arrêt de production sur les propriétés mécaniques n'a pas pu être réalisée, bien que des tendances soient observées, comme la diminution des propriétés mécaniques. Il en est de même pour l'effet des traitements thermiques SR₁ et SR₂ avec les changements de machines M270 et M280 qui ont permis de souligner l'importance de l'ordre de réalisation des étapes « découpe des échantillons » / « traitement thermique de détente » et du choix de la machine pour maîtriser les propriétés mécaniques sans pour autant pouvoir quantifier les impacts mécaniques sur les pièces.

Études structurales des paramètres d'impression

Sommaire

4.1	Introduction	130
4.2	Influence de l'épaisseur d'impression	130
4.2.1	Taux de porosités	130
4.2.2	Rugosité de surface	131
4.2.3	Bilan sur l'effet de l'épaisseur lasée	134
4.3	Recyclage des poudres	134
4.3.1	Suivi morphologique des poudres	134
4.3.2	Suivi de la composition chimique des poudres de Ti-6Al-4V	137
4.3.3	Bilan sur le recyclage des poudres	139
4.4	Effet de l'orientation	140
4.4.1	Orientation microstructurale	140
4.4.2	Influence de l'orientation sur la rugosité	141
4.4.3	Bilan sur l'effet de l'orientation	142
4.5	Étude des traitements thermiques	142
4.5.1	Analyse des microstructures	143
4.5.2	Pourcentage de phase	146
4.5.3	Bilan sur les différents traitements thermiques réalisés	149
4.6	Effet du polissage des échantillons	149
4.7	Conclusion du quatrième chapitre	151

4.1 Introduction

Dans le chapitre 3, nous avons analysé l'effet des cinq paramètres d'impression sur les propriétés mécaniques des pièces fabriquées, au moyen d'un plan d'expériences. En parallèle, l'effet des cinq paramètres d'impression a également été évalué au regard des propriétés structurales, à savoir :

- la rugosité de surface,
- la microstructure,
- la quantification des phases en présence,
- la quantification des porosités présentes.

L'objectif du chapitre 4 est de faire le lien entre les paramètres d'impression et la structure des pièces, et de relier cette dernière aux propriétés mécaniques. L'effet de l'épaisseur des couches d'impression est évalué en suivant les variations de rugosité de surface et les variations de la densité de porosités au sein des échantillons. Le recyclage des poudres est étudié grâce à des analyses quantitatives des variations morphologiques et des analyses qualitatives des variations chimiques sur les particules de poudre. L'impact de l'orientation de fabrication est également analysé par rapport aux variations de rugosité de surface, par rapport aux variations de l'orientation de la microstructure et aussi par rapport à la densité de porosités. Les trois états thermiques analysés précédemment (AB, SR, HIP) sont étudiés grâce au suivi des microstructures via des observations optiques et électroniques à balayage, mais aussi via une quantification des phases en présence (% massique) et de la densité de porosités. Enfin, l'effet du polissage est décrit par rapport aux variations de rugosité de surface, mais plus généralement par l'homogénéisation de la surface de l'échantillon.

4.2 Influence de l'épaisseur d'impression

Dans le chapitre 3, il a été montré que l'épaisseur des couches lasées n'a, statistiquement, pas d'influence sur les propriétés mécaniques. Afin d'évaluer si une épaisseur d'impression de 30 μm ou 60 μm impacte malgré tout la structure des pièces fabriquées, deux paramètres sont étudiés ici :

- la densité de porosités présente,
- la rugosité de surface.

4.2.1 Taux de porosités

La Figure 4.1 montre l'évolution du nombre de porosités en fonction des épaisseurs.

Les porosités ont été mesurées par tomographie X sur les éprouvettes de fatigue pour les trois orientations. En se référant aux données du Tableau 3.23, il s'agit des mesures réalisées sur les lignes 1 à 6 et 19 à 24 du plan d'expériences. Quelle que soit l'orientation évaluée, on constate que le nombre de porosités est toujours plus important pour les épaisseurs lasées de 60 μm que pour les épaisseurs de 30 μm . Afin d'approfondir cette analyse, la caractérisation du volume des porosités est réalisée sur la Figure 4.2.

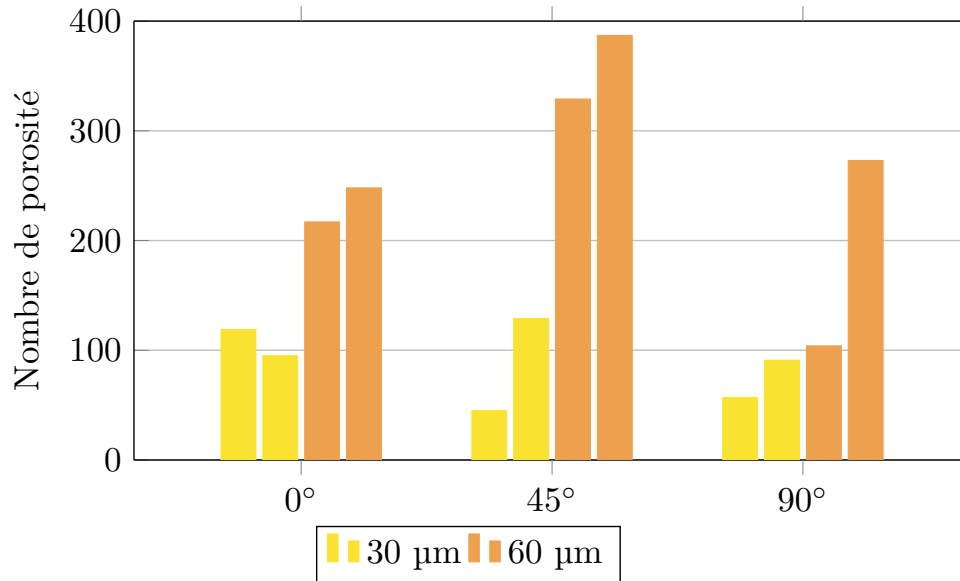


FIGURE 4.1 – Variation du nombre de porosités obtenue par tomographie à rayons X en fonction de l'épaisseur des couches d'impression et selon les trois orientations de fabrication.

L'épaisseur de 30 μm est présentée pour les graphiques (a) et (c) et l'épaisseur de 60 μm pour les graphiques (b) et (d). Les trois orientations d'impression sont évaluées pour deux niveaux de recyclage des poudres, $R > 10$ (a) et (b) et $R < 10$ (c) et (d). Le choix de ces paramètres s'est réalisé en l'absence du traitement thermique HIP.

En comparant les lignes (a) avec (b) et (c) avec (d) (donc pour des niveaux de recyclage identiques), on constate que l'épaisseur d'impression la plus importante entraîne des porosités dont le volume est plus important. Une interprétation possible est de dire que la quantité de gaz emprisonné est plus importante quand l'épaisseur d'impression augmente. Lorsque le laser fond les particules, la vitesse de refroidissement extrêmement rapide ne permet pas au gaz de s'échapper du bain liquide, créant ainsi les porosités observées [212].

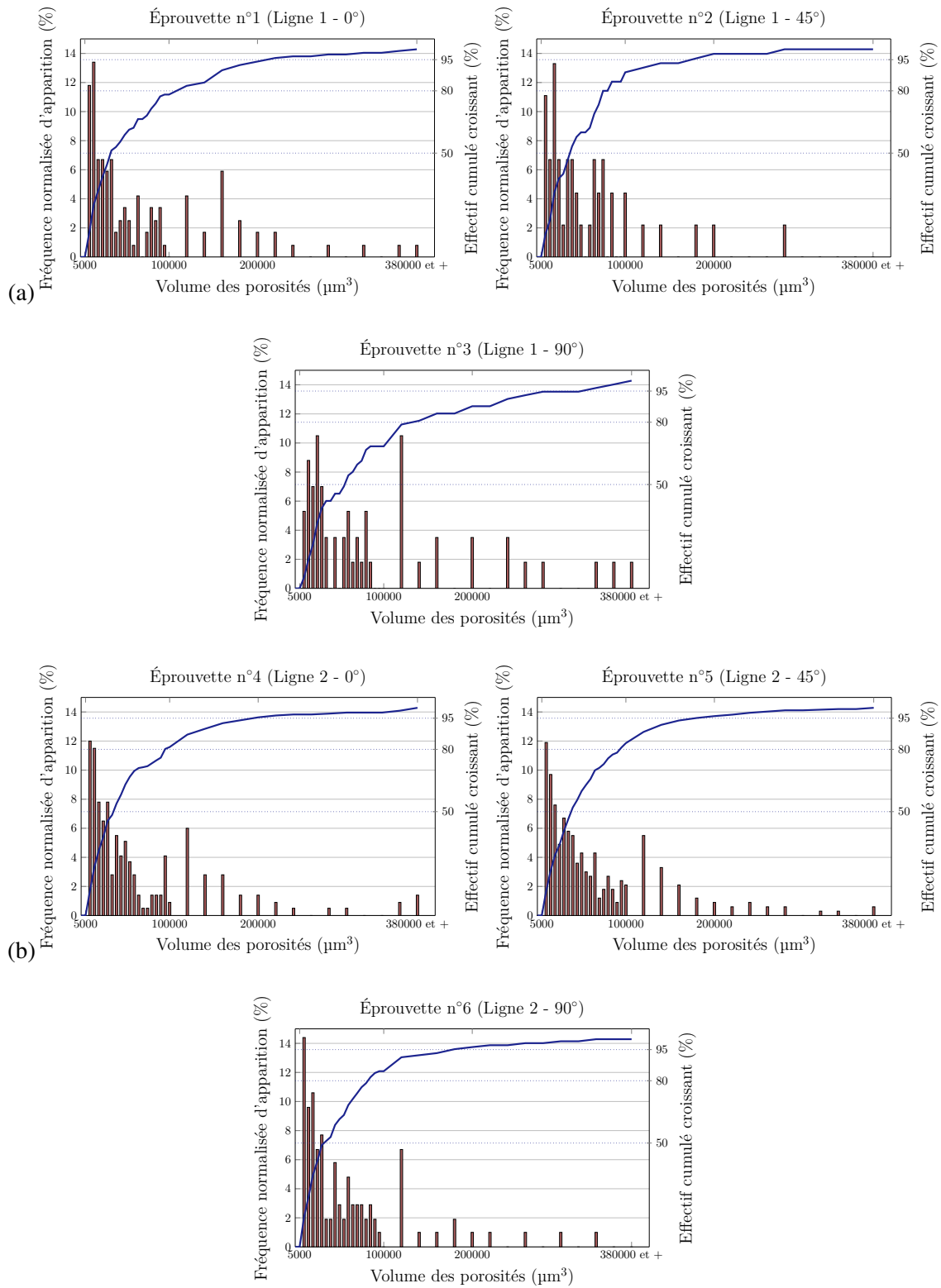
En comparant les lignes (a) et (b) avec (c) et (d) (donc pour le niveau $R > 10$ avec $R < 10$), on constate que la fréquence d'apparition de porosités avec un volume important est plus récurrente avec $R > 10$ (voir paragraphe 4.3).

Enfin, en comparant les trois orientations entre elles, la fréquence d'apparition de porosités avec un volume important est plus régulière sur les éprouvettes à 90° que celle à 45°. La présence de grosses porosités est minimale pour l'orientation à 0° (voir paragraphe 4.4).

4.2.2 Rugosité de surface

La Figure 4.3 montre la rugosité mesurée sur les éprouvettes de traction imprimées à 0°, 45° et 90° en fonction des deux épaisseurs de couches lasées.

Pour chaque orientation d'impression, la rugosité est globalement identique pour les épaisseurs puisque la rugosité R_a est de $0,36 \pm 0,06 \mu\text{m}$ à 0°, $3,2 \pm 0,88 \mu\text{m}$ à 45° et $2,83 \pm 0,36 \mu\text{m}$ à 90°. La dépendance de la rugosité de surface des échantillons avec l'épaisseur d'impression est moins marquée que dans d'autres études [213], du moins sur la plage [30-60] μm. Cette faible dépendance de la rugosité par rapport à l'épaisseur lasée vient du fait que le paramètre influençant la rugosité de surface est l'apport d'énergie pour la fusion du lit de poudre. Si l'apport d'énergie est suffisant, celui-ci limite l'apparition de l'effet balling, principal responsable de la rugosité de surface [110, 214].



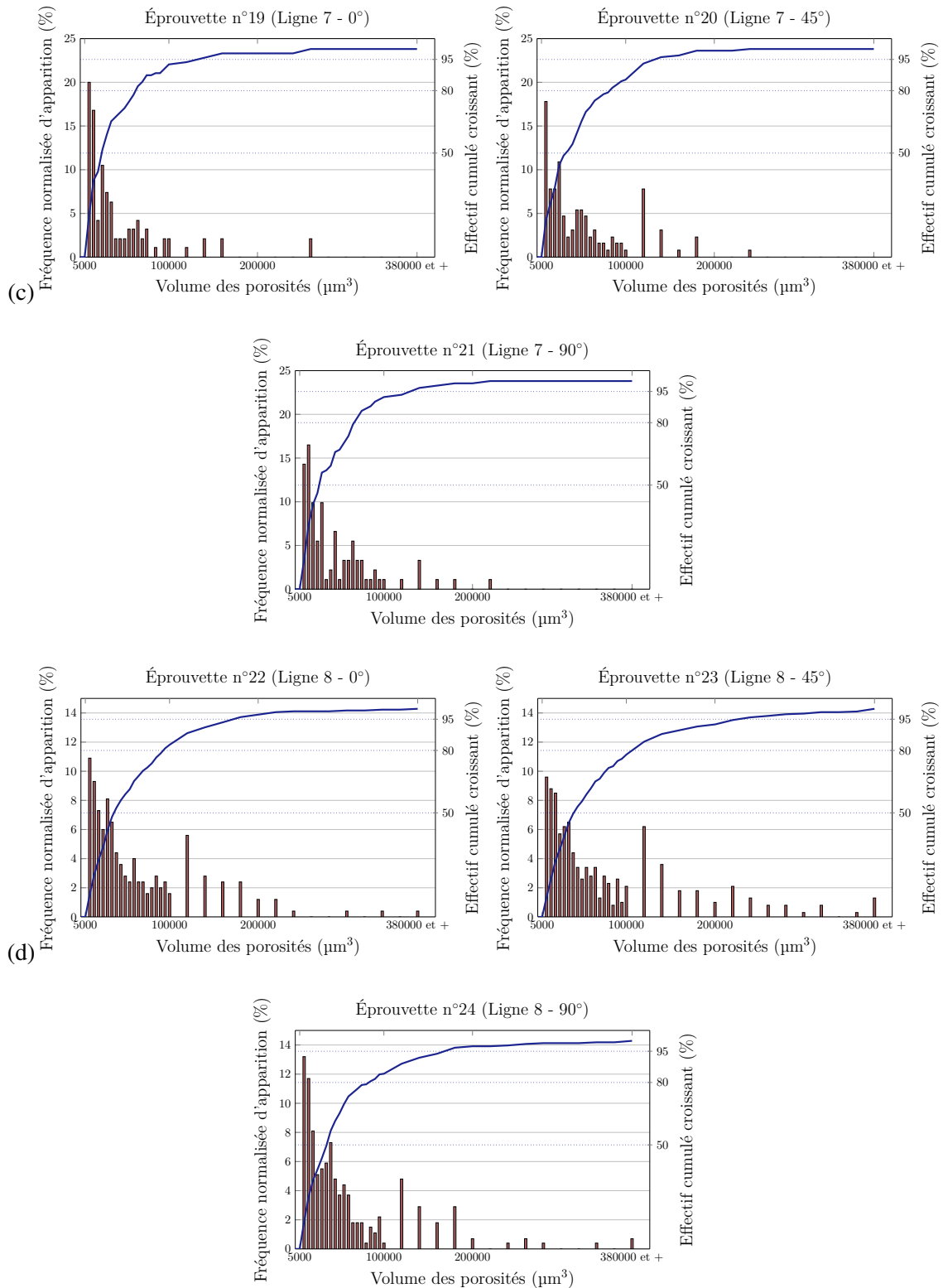


FIGURE 4.2 – Représentation graphique de la fréquence d'apparition des porosités en fonction de leur volume en μm^3 .

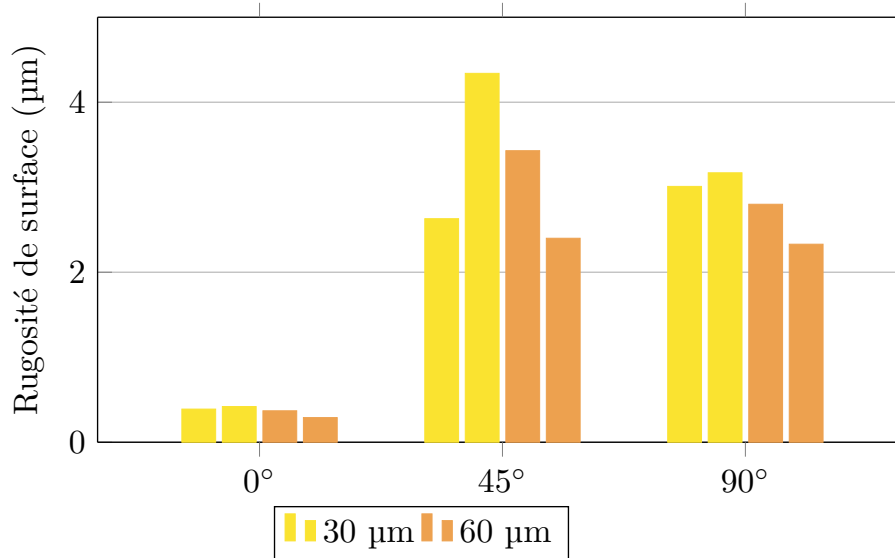


FIGURE 4.3 – Variation de la rugosité de surface en fonction de l'épaisseur des couches d'impression.

4.2.3 Bilan sur l'effet de l'épaisseur lasée

L'épaisseur des couches lasées est un paramètre statistiquement non significatif sur les propriétés mécaniques pour les épaisseurs 30 μm et 60 μm. La réalisation de ces deux analyses complémentaires visant à quantifier l'effet de l'épaisseur d'impression sur les pièces fabriquées a montré :

- que l'épaisseur n'influe pas sur la rugosité,
- que l'épaisseur d'impression de 60 μm entraîne plus de porosités que l'épaisseur de 30 μm,
- que le volume des porosités est plus important pour l'épaisseur de 60 μm.

4.3 Recyclage des poudres

Afin de suivre l'évolution des particules constitutives de la poudre d'alliage Ti-6Al-4V, une étude morphologique qualitative et quantitative a été menée sur différents lots de poudre fournis par l'entreprise INITIAL. L'objectif est de suivre les variations de circularité des particules sur les variations de distribution en taille des particules. Pour compléter l'étude, des analyses de composition chimique et d'orientation cristallographique des particules ont été menées. Enfin, l'effet du niveau de recyclage des poudres sur la densité de porosités est également évalué. Les lots de poudre étudiés correspondent à différents niveaux de recyclage, notés R_i . Quatre niveaux de recyclage sont évalués, une poudre neuve (R_0), recyclée une fois (R_1), deux fois (R_2) et dix-neuf fois (R_{19}). Pour compléter, des lots dit « non suivis » notés NS_j ont également été analysés. Ils correspondent à des mélanges de différents lots dont la quantité de poudre pour chacun d'entre eux n'est plus suffisante pour réaliser une production.

4.3.1 Suivi morphologique des poudres

La Figure 4.4 présente l'évolution du facteur de forme *circularité* en fonction du nombre de recyclages (voir Équation (1.1)).

En se focalisant sur les valeurs moyennes obtenues, deux tendances se dégagent :

- Les poudres peu recyclées ont une circularité supérieure à 0,8.

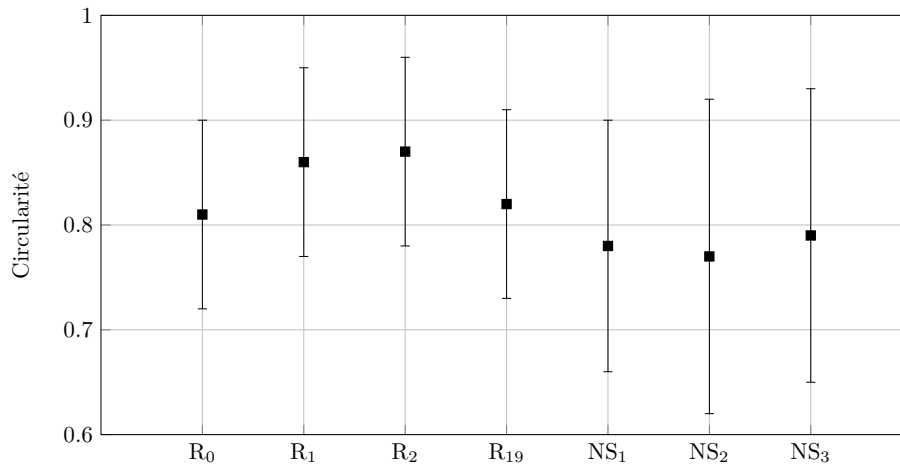


FIGURE 4.4 – Évolution de la circularité des particules de poudre en fonction de différents niveaux de recyclage. Entre huit cents et mille particules ont été mesurées.

- Les poudres non suivies ont une circularité inférieure à 0,8.

Pour rappel, une particule ayant une circularité égale à 1 est parfaitement sphérique, sinon la circularité est inférieure à 1. À noter le résultat surprenant pour la poudre neuve pour laquelle une circularité plus élevée était attendue, car elle n'a jamais été manipulée et donc n'a pas subi de détérioration due au recyclage. La séparation entre les poudres peu recyclées et les non suivies se matérialise également avec les dispersions de mesure. Ces dernières sont plus élevées pour les poudres NS (0,12 contre 0,09). Ceci s'explique par la détérioration morphologique des particules qui se retrouvent cassées, agglomérées ou frittées donnant des morphologies plus hétérogènes. Les Figures 4.5 (a) et (b) montre des images en microscopie électronique à balayage d'une poudre respectivement (a) R₂ avec des morphologies de particules essentiellement sphériques et (b) NS₁ avec des particules hétérogènes.

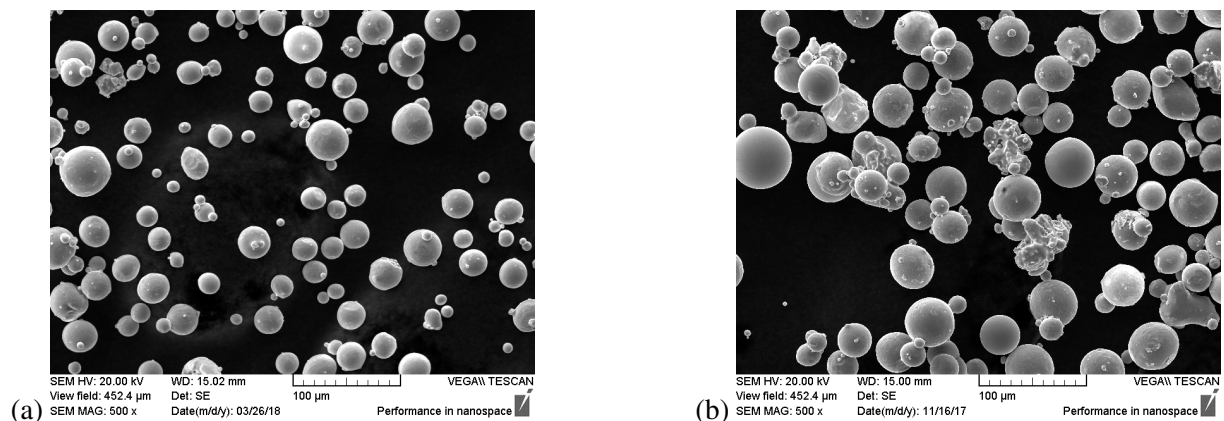


FIGURE 4.5 – Images en microscopie électronique à balayage d'une poudre (a) peu recyclée (R₂) et (b) non suivie (NS₁).

Le recyclage des poudres entraîne la détérioration morphologique de ces dernières [73] ce qui a pour conséquence une diminution de la coulabilité des poudres [86], responsable d'hétérogénéités du lit de poudre lors de l'étalement des particules sur le plateau de fabrication [85]. La conséquence de ces hétérogénéités est alors la formation de porosités [84] comme cela a été expliqué au paragraphe 1.2.4

La bi-modalité des lots de poudre est un paramètre influençant la densité du lit de poudre [86]. À la suite de l'analyse des particules et de la mise en évidence de la bi-modalité des poudres caractérisées

(voir paragraphe 2.4.3), l'évolution de la bi-modalité en fonction du nombre de recyclages des poudres est présentée sur la Figure 4.6.

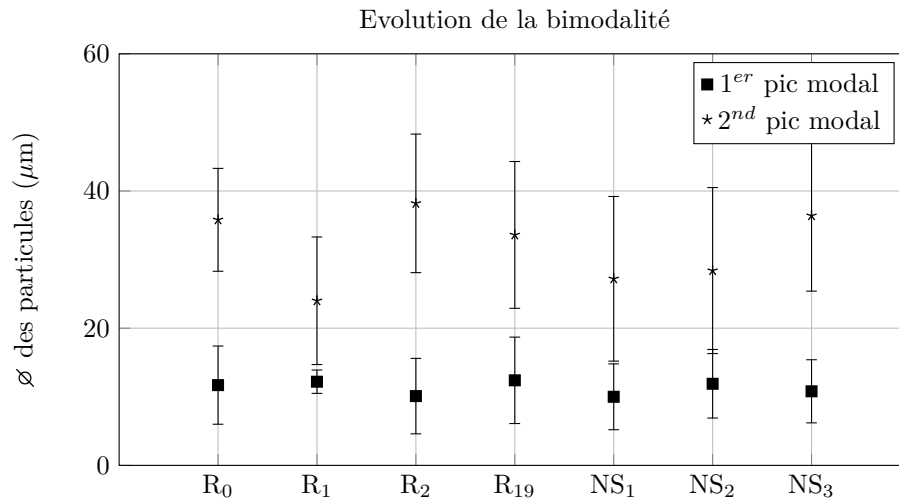


FIGURE 4.6 – Évolution des pics modaux des poudres caractérisées en fonction du nombre de recyclages.

Deux pics modaux sont évalués :

- Celui des petites particules qui est stable avec le recyclage et centré sur une valeur de 12 µm.
- Celui des grosses particules, qui fluctue davantage autour de 32 µm avec un minimum à 24 µm (R₁) et un maximum à 38,2 µm (R₂). Aucune tendance n'a été remarquée avec le recyclage.

L'analyse des distributions des pics modaux avec le nombre de recyclages montre (en corrélation avec la littérature [72]) :

- un resserrement de la distribution autour du premier pic modal pour les poudres non suivies,
- un élargissement de la distribution autour du second pic modal.

La Figure 4.7 représente l'évolution de la bi-modalité et de la distribution des lots de poudres R₀ et NS₂ mettant en avant les deux observations précédentes.

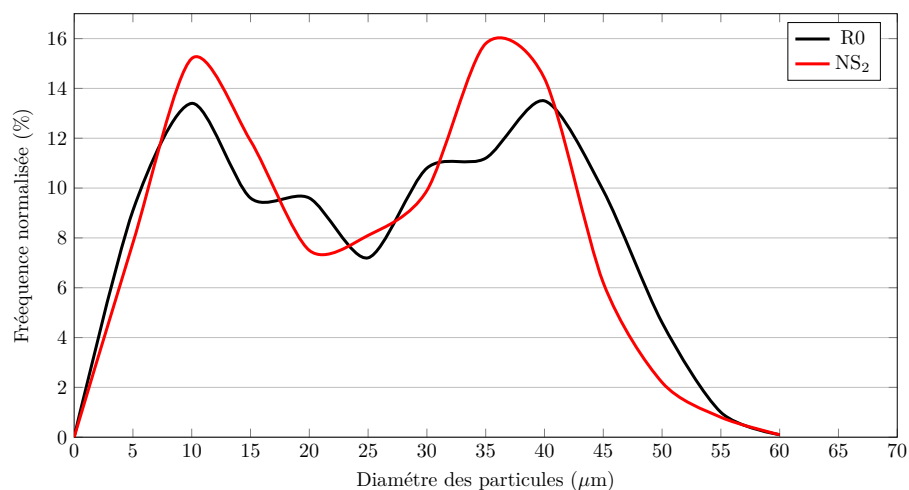


FIGURE 4.7 – Représentation graphique de la bi-modalité et de la distribution des particules de poudre des lots R₀ et NS₂.

Le resserrement de la distribution autour du premier pic modal est lié à la disparition des petites particules (Figure 4.5 (a)) de poudre avec le recyclage [74] et l'augmentation de la dispersion autour du second pic modal est liée à la présence de poudre agglomérée [73] (Figure 4.5 (b)). Enfin, il semblerait que l'écart entre les deux pics modaux tend à diminuer avec le recyclage. Celui-ci est de 28,1 μm pour le recyclage R_2 et de 16,5 μm pour le recyclage NS_2 . Cet écart indiquerait une « disparition » de la bimodalité avec le recyclage. Pour compléter l'étude sur l'évolution de la distribution de taille des particules, les paramètres de distribution D_{10} , D_{50} et D_{90} des particules de poudre ont été suivis en fonction du nombre de recyclages (Figure 4.8).

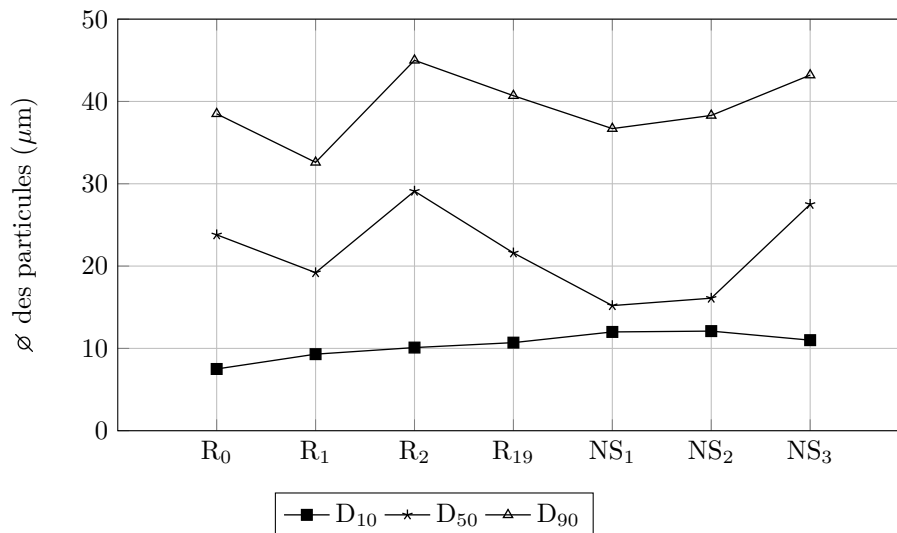


FIGURE 4.8 – Évolution des paramètres de distribution D_{10} , D_{50} et D_{90} en fonction du nombre de recyclages.

Pour rappel, les paramètres D_{10} , D_{50} et D_{90} rendent compte de la granulométrie en indiquant le diamètre maximal de 10 %, 50 % et 90 % des particules.

La variation des paramètres D_{50} et D_{90} ne peut pas être reliée au recyclage des poudres. Cependant, le paramètre D_{10} augmente de 7,5 μm pour le recyclage R_0 à 10,7 μm pour le recyclage R_{19} pour dépasser 12 μm pour les poudres non suivies. Cela indique que les petites particules de poudre sont consommées de manière préférentielle. Ce résultat corrobore aussi l'observation réalisée sur le graphique précédent où la diminution de la distribution du premier pic modal est observée sur les lots de poudre non suivis.

Cette étude morphologique des particules de poudre en fonction du nombre de recyclages met en évidence que l'augmentation du nombre de recyclages induit :

- une diminution de la circularité des particules,
- une augmentation de l'irrégularité des particules, soulignée par l'augmentation de l'écart-type de mesure,
- une diminution de la bi-modalité des poudres,
- une disparition de la quantité de petites particules de poudre, qui sont consommées de manière préférentielle.

4.3.2 Suivi de la composition chimique des poudres de Ti-6Al-4V

Selon la norme ASTM F1472 [215], la composition d'un alliage de titane Ti-6Al-4V dédié à la fabrication additive contient entre 5,50 et 6,50 % en masse d'aluminium, 3,5 et 4,5 % en masse de vanadium

et au maximum 0,2 % en masse d'oxygène.

Pour vérifier un éventuel impact du recyclage sur la composition chimique, cette dernière est étudiée sur les différents lots de poudre par microanalyse X en méthode semi-quantitative (voir paragraphe 2.5.3). Les résultats sont présentés sur la Figure 4.9.

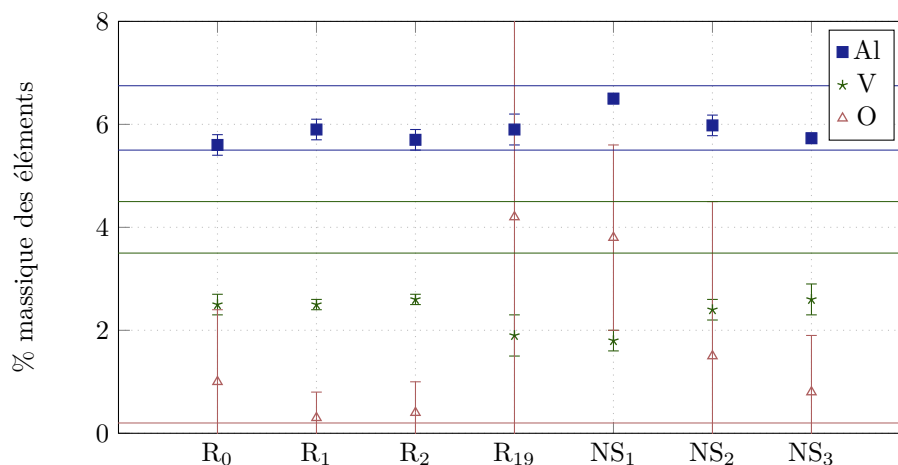


FIGURE 4.9 – Évolution de la composition massique en aluminium, vanadium et oxygène en fonction du nombre de recyclages des poudres.

L'analyse montre que :

- La teneur en aluminium est constante et dans la norme.
- La teneur en vanadium est constante, mais son dosage est inférieur de 2 %wt à la norme.

La faible teneur en vanadium n'est pas expliquée. L'analyse de la composition par ICP permettrait de se fixer sur cette observation. Concernant la présence d'oxygène, les mesures qualitatives réalisées montrent qu'il est effectivement détecté pour l'ensemble des différents lots de poudre. Bien que sa quantification ne soit pas fiable, sa présence est plus élevée dans les poudres R₁₉ et NS₁. La principale hypothèse expliquant la présence d'oxygène est liée à un temps de stockage plus long pour ces poudres récupérées en janvier 2018 (avec la poudre R₀) et analysées en avril de la même année au contraire des poudres R₁, R₂, NS₂ et NS₃ récupérées et analysées en avril 2018. L'analyse de l'oxygène n'a pas été poussée avec un autre échantillon, car le prélèvement et le stockage des poudres sont réalisés sous air. Avec la prise d'oxygène des particules dans leur boîte, la mesure de ce paramètre aurait faussé l'analyse. Enfin, aucune contamination par d'autres éléments chimiques n'a été détectée dans les poudres.

En cas de contamination par l'oxygène dans les poudres, celui-ci se retrouve dissous en solution solide d'insertion dans la phase présente, à savoir la phase martensitique α' . Une prise en oxygène conduit donc à une distorsion de la maille cristalline par mesure des paramètres de maille. Dans cette optique, les lots de poudre ont été analysés par diffraction des rayons X selon un modèle d'affinement de type Le Bail nécessitant la connaissance du groupe d'espace et des paramètres de maille approchés [216]. La phase présente est la phase martensitique de structure hexagonale compacte correspondant au groupe d'espace « P63/mmc » [217] dont les paramètres de mailles sont [218, 219] :

- $a = 2,934 \text{ \AA}$
- $c = 4,681 \text{ \AA}$
- $c/a = 1,595$

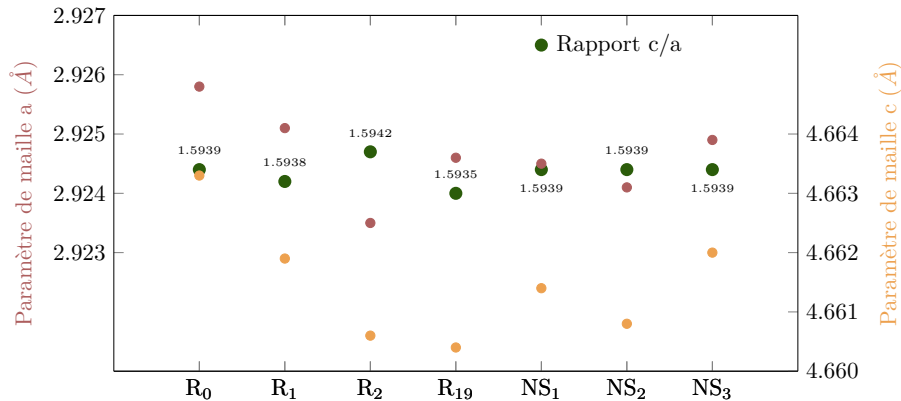


FIGURE 4.10 – Évolution des paramètres de mailles a et c de phase α des particules de poudre en fonction des différentes réutilisations de la poudre.

La Figure 4.10 montre l'évolution de ces paramètres en fonction du niveau de recyclage.

Il en ressort que les paramètres de maille mesurés a et c sont légèrement inférieurs à ceux de la littérature. Il en est de même pour le rapport c/a . Bien que a et c fluctuent pour R_0 et R_2 , le rapport c/a reste constant avec les différents niveaux de recyclage indiquant l'absence de variation des paramètres de maille liée à des variations du taux d'oxygène dissous dans la maille cristalline [220]. Il a été montré que la présence d'oxygène dissous augmentait les propriétés mécaniques [221, 77] bien que cela soit parfois contredit [70]. Dans le cas présent, le rapport c/a est stable pour l'ensemble des lots de poudre, signifiant que soit l'ensemble des mailles est dilaté par la présence d'oxygène, soit qu'il n'y a pas d'effet notable de l'oxygène sur les particules de poudre.

Dans le cadre industriel, l'absence de variation est à souligner.

4.3.3 Bilan sur le recyclage des poudres

Le recyclage des poudres a été caractérisé suivant deux aspects, l'un morphologique et l'autre chimique. Dans le premier cas, la détérioration de la circularité des particules de poudre est observée avec le recyclage ainsi que la disparition préférentielle des petites particules de poudre et la perte de la bimodalité. Ces observations sont corrélées avec l'augmentation du volume des porosités. Cela a pour conséquence, une augmentation de la densité de porosités dans les pièces fabriquées (voir paragraphe 4.2.1) avec une poudre ayant été recyclée de nombreuses fois [222]. Il a été montré qu'avec des échantillonnages très importants d'un même lot de poudre, des résultats statistiquement différents sont observés [223]. Le volume d'échantillonnage portant ici sur environ 1000 particules par lot caractérisé, la fiabilité associée au résultat pourrait être améliorée en augmentant la taille d'échantillonnage, ce qui permettrait d'affiner la connaissance du comportement morphologique des poudres et notamment leur impact sur la présence des porosités.

L'absence de précision des mesures quantitatives réalisées par micro-analyse X sur le taux d'oxygène ne permet pas de conclure sur sa quantification avec le recyclage. Cependant, la présence d'oxygène est mise en évidence dans tous les lots de poudre analysés. La réalisation de mesures précises de type spectroscopie à plasma à couplage inductif (ICP-AES) permettrait l'obtention d'informations plus fiables. Toutefois, les résultats seront pertinents si et seulement si une précaution est prise sur la méthode de prélèvement avec une encapsulation des particules de poudre pendant l'élaboration des échantillons.

Enfin, rappelons que les différentes observations réalisées dans le chapitre 3 mettent en avant l'absence d'influence statistique du recyclage des poudres sur les propriétés mécaniques en traction. Le manque d'analyse sur le recyclage (plus de R_i et plus d'échantillonnage) couplé à une interaction dans nos études entre ce paramètre et l'effet conjoint des deux post-traitements d'élaboration laisse une zone à éclaircir pour mieux comprendre l'effet propre du recyclage et surtout l'effet des modifications morphologiques.

4.4 Effet de l'orientation

Parmi les paramètres d'impression statistiquement significatifs présentés au chapitre 3, l'orientation est celui qui a l'impact mesuré le plus faible sur les propriétés mécaniques. L'effet est surtout mis en avant avec deux conditions sous-jacentes, lorsque le post-traitement thermique de HIP n'est pas réalisé et lorsque le post-traitement de polissage l'est. L'orientation influe essentiellement sur la limite d'élasticité et la limite à rupture. Cette influence est liée à trois effets de l'orientation :

- Les variations de la rugosité.
- La présence de porosités plus ou moins importante.
- La modification de la microstructure granulaire.

4.4.1 Orientation microstructurale

En fabrication additive par fusion sur lit de poudre, la microstructure du matériau élaboré a la particularité d'être toujours orientée parallèlement à l'axe de fabrication. De ce fait, lorsque les échantillons sont fabriqués sous un angle de 0° , 45° ou 90° par rapport au plateau de fabrication, la microstructure est orientée de manière différente par rapport à la géométrie de l'échantillon. La Figure 4.11 schématise l'effet de trois orientations d'impression.

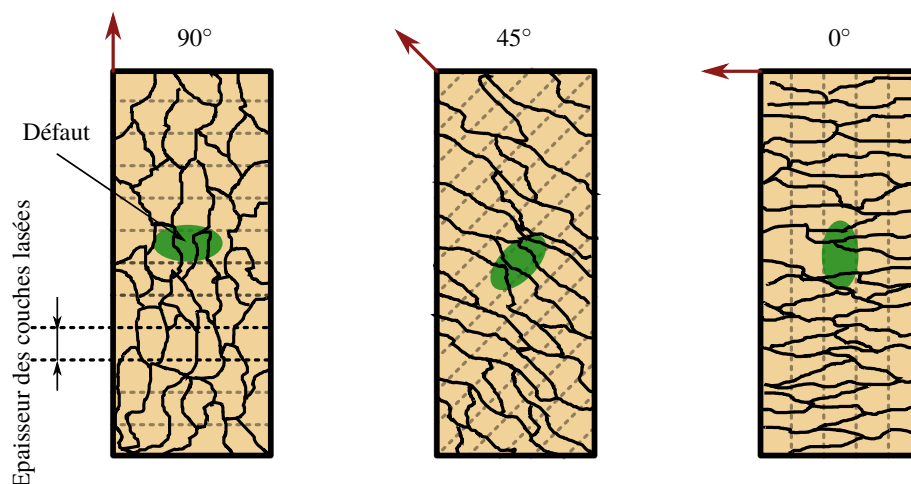


FIGURE 4.11 – Effet de l'orientation sur la microstructure et l'orientation des porosités.

Les trois rectangles représentent une même géométrie d'échantillon. Ces trois structures sont exposées verticalement, mais ont été élaborées avec l'orientation indiquée par la flèche rouge. Comme la microstructure s'étend parallèlement à l'axe de fabrication, l'ensemble des microstructures colonnaires suit l'axe de fabrication et s'oriente perpendiculairement aux couches lasées. Épaisseur et microstructure sont deux éléments indépendants en fabrication additive, et le paramètre influençant les propriétés mécaniques est la microstructure et non l'épaisseur de couches lasées. La présence de porosités est aussi plus importante sur les éprouvettes élaborées à 90° comme le montre la Figure 4.2. Sur la Figure 4.11 est également schématisé un défaut de type porosité. Celui-ci est orienté dans le plan $(\vec{x};\vec{y})$ de fabrication. Lorsque les échantillons fabriqués sont redressés, la projection de l'aire de la porosité suivant l'axe vertical de l'échantillon est plus faible pour l'orientation 0° par rapport à 45° et 90° . De ce fait, si une sollicitation est réalisée sur la structure imprimée, la porosité présente dans l'échantillon élaboré à 90° engendre une plus grande contrainte que dans celle de l'échantillon à 45° et à 0° . Cette situation permet d'expliquer en partie pourquoi les échantillons élaborés à 0° ont une tenue mécanique en fatigue plus importante que ceux élaborés suivant les deux autres orientations.

4.4.2 Influence de l'orientation sur la rugosité

La rugosité des échantillons est aussi influencée par l'orientation de fabrication, notamment pour les éprouvettes réalisées à 45° (Figure 4.12 (a)) et à 0° (Figure 4.12 (b)). Dans la Figure 4.12 (c), la face nommée « recto » représente la face exposée au laser et la face « verso » celle qui est masquée par l'épaisseur de poudre.

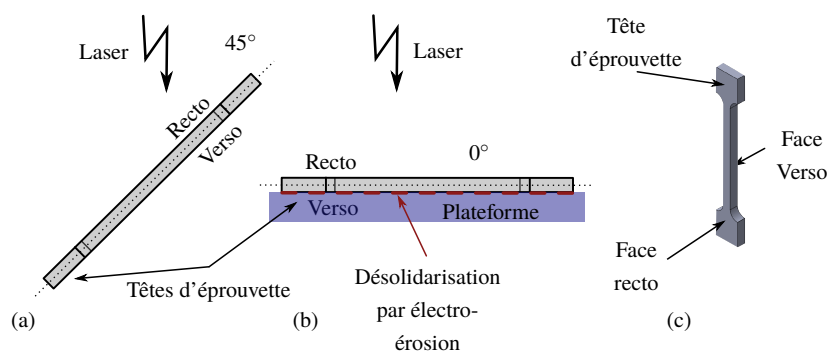


FIGURE 4.12 – Eprouvette orientée à (a) 45°, (b) à 0° et (c) schéma d'une éprouvette complète.

Ces faces ont été mesurées par rugosimétrie optique. Le Tableau 4.1 donne les rugosités Ra (en μm) des faces recto et verso pour les trois orientations.

Orientation	face	1	2	3	4
0°	recto	0,31	0,45	0,38	0,27
	verso	0,33	0,19	0,32	0,24
45°	recto	2,63	3,43	3,96	2,40
	verso	4,67	4,56	4,34	4,46

Tableau 4.1 – Tableau donnant la rugosité Ra (en μm) des éprouvettes de traction à 0° et 45° du plan d'expériences sur les surfaces recto et verso.

La différence de rugosité pour les échantillons à 0° est faible. La rugosité moyenne de la face recto est de $0,358 \pm 0,08 \mu\text{m}$ et pour la face verso de $0,27 \pm 0,07 \mu\text{m}$. La différence de rugosité entre les deux faces est liée au dernier passage du laser pour la face recto et au passage de la découpe fil par électro-érosion pour la face verso. Pour les échantillons élaborés à 45°, la différence de rugosité est significative entre les deux faces puisque la face recto a une rugosité Ra moyenne de $3,11 \pm 0,72 \mu\text{m}$ alors qu'elle est de $4,51 \pm 0,14 \mu\text{m}$ pour la face verso. La présence d'une rugosité différente sur les deux faces d'échantillons à 45° est liée au transfert de chaleur [224, 178]. La Figure 4.13 illustre ce transfert de chaleur en fonction de l'orientation d'impression pour (a) des couches parfaitement superposées comme pour les impressions à 0° et 90° et (b) pour les orientations avec un angle d'impression, comme c'est le cas pour les éprouvettes à 45°.

Pour des couches parfaitement superposées, lorsque le faisceau laser réalise un passage, le flux de chaleur est transféré en grande partie dans l'épaisseur de la pièce et dans une moindre proportion sur les côtés de celle-ci. Le flux de chaleur qui se dissipe par les côtés permet aux particules de poudre proches de la pièce de venir se fixer par frittage, fusion partielle ou effet balling [109] et ainsi augmente la rugosité de surface (particules en rouge). Dans le cas des éprouvettes fabriquées avec un angle d'impression, les différentes couches se superposent les unes aux autres avec un décalage permettant de suivre le modèle informatique de la pièce. La chaleur se dissipe alors en partie dans le lit de poudre se situant sous l'épais-

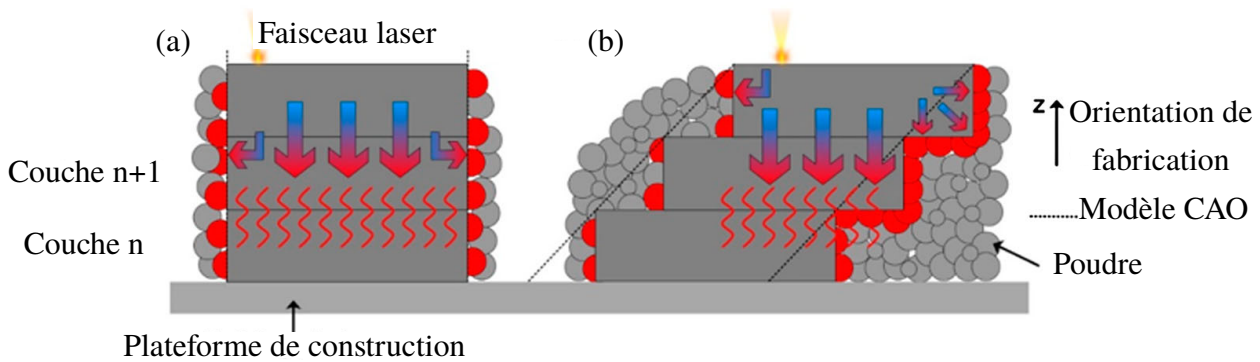


FIGURE 4.13 – Modification de la diffusion de chaleur à la suite du passage du laser en fonction de l'orientation de fabrication [224].

seur en cours de fabrication, ce qui a pour conséquence de fritter une quantité importante de particules de poudre sous la surface de la pièce élaborée et ainsi d'augmenter la rugosité de cette surface.

4.4.3 Bilan sur l'effet de l'orientation

Statistiquement, l'orientation n'est pas le paramètre le plus influent sur les propriétés mécaniques en traction et en fatigue comme cela a été montré au paragraphe 3.3. Cependant, l'effet de l'orientation sur la tenue mécanique entre des éprouvettes à 0° , 45° et 90° est observé. En l'occurrence, celles fabriquées à 0° sont plus résistantes en traction (pour la limite d'élasticité et à rupture) ainsi qu'en fatigue que celles réalisées à 45° et 90° en raison d'un volume de porosités plus faible. L'effet est d'autant plus marqué lorsque l'échantillon n'a pas subi de traitement thermique HIP et que le polissage est réalisé, rendant la surface de l'échantillon homogène. Dans ces conditions, l'effet des porosités (voir paragraphe 4.2.1) dans les pièces élaborées à 90° se fait ressentir. En effet, dans les essais mécaniques en traction (voir paragraphe 3.3.4) et en fatigue (voir paragraphe 3.3.5), l'éprouvette à 90° a le taux de porosités le plus élevé et est plus fragile que celle à 0° [208]. L'orientation 0° permet d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques du fait d'une microstructure engendrant à la fois une faible rugosité et une porosité de taille moins critique du fait de son orientation.

4.5 Étude des traitements thermiques

Lors des différentes études, trois états thermiques différents sont évalués :

AB : un état brut de fabrication, c'est-à-dire qu'aucun traitement thermique n'est réalisé.

SR : un traitement de détente à 730°C pendant deux heures.

SR + HIP : un traitement dit HIP (Hot Isostatic Pressure) à 930°C pendant deux heures sous une pression de 1000 bars après que les échantillons aient préalablement subi le traitement de détente.

L'effet de ces trois états thermiques est évalué par l'analyse des microstructures qu'elles induisent. Les observations sont réalisées dans les sections longitudinales et transversales. Des mesures de quantification de phases et de dureté Vickers sont également réalisées.

4.5.1 Analyse des microstructures

Parmi les trois états microstructuraux étudiés, ceux des échantillons AB et SR sont strictement identiques, que ce soit pour la section longitudinale ou transversale. En revanche, cette dernière est entièrement modifiée à la suite de la réalisation du traitement thermique HIP.

4.5.1.1 Section longitudinale

La Figure 4.14 met en évidence (a) la structure colonnaire intrinsèque au procédé de fabrication DMLS des suites du traitement thermique de détente et (b) la microstructure martensitique qui la compose sur une section longitudinale avec la présence des aiguilles de martensite primaire, secondaire et ternaire.

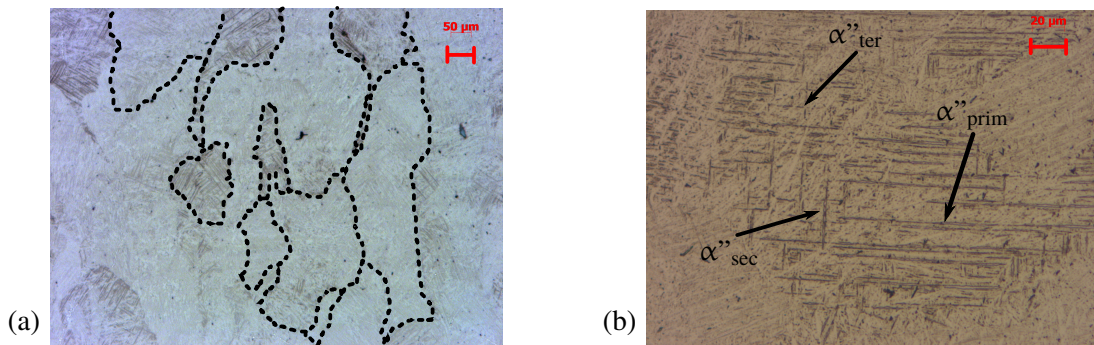


FIGURE 4.14 – Micrographie optique d'une section longitudinale montrant (a) la microstructure colonnaire et (b) des aiguilles de martensites primaire, secondaire et ternaire après un traitement thermique SR.

La Figure 4.15 (a) est une micrographie électronique à balayage permettant de visualiser deux morphologies de porosités récurrentes. La première, allongée, est due à un manque de fusion et la seconde est une microporosité sphérique due au gaz initialement présent dans le bain de poudre (voir paragraphe 4.3). La Figure 4.15 (b) montre les mêmes aiguilles que la Figure 4.14 (b) mais visualisées en microscopie électronique à balayage, qui souligne la hiérarchie de taille entre les différentes aiguilles. Les aiguilles α''_{Prim} ont une longueur approximative de 30 μm pour une largeur de 1 μm . Les aiguilles de martensite α''_{Sec} ont une longueur de 15 μm pour une largeur de 0,5 μm et les aiguilles α''_{Ter} ont une longueur de 3 μm pour une largeur approximative d'un dixième de micromètre.

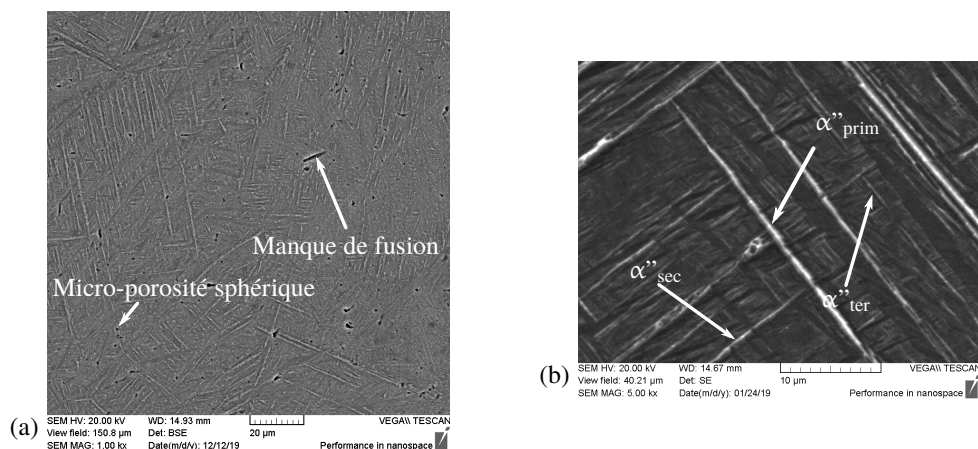


FIGURE 4.15 – Micrographie électronique à balayage d'une section longitudinale montrant (a) un manque de fusion et des microporosités sphériques et (b) des aiguilles de martensite primaire, secondaire et ternaire.

À l'issue du traitement HIP, la délimitation nette de la structure colonnaire issue de la phase β a disparu à cause du recuit. La microstructure recristallisée est biphasée lamellaire $\alpha + \beta$. La Figure 4.16 montre une micrographie réalisée par (a) microscopie électronique à balayage et (b) microscopie optique.

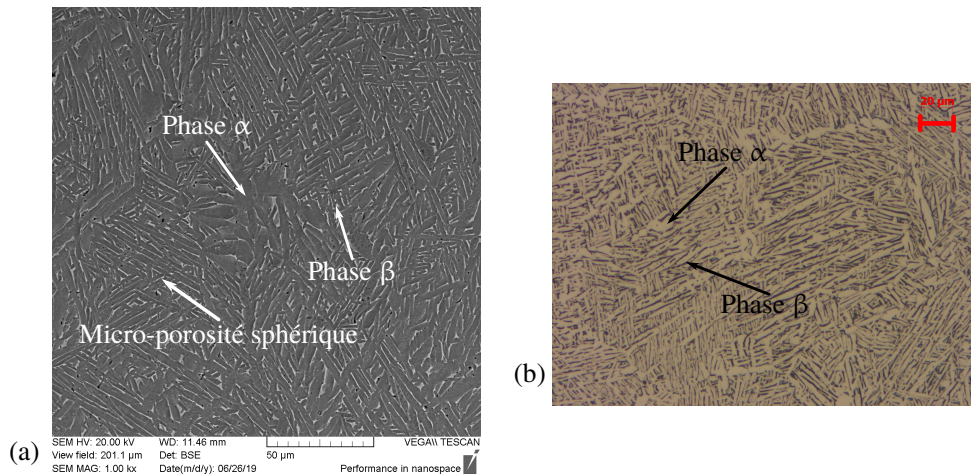


FIGURE 4.16 – Microstructure biphasée lamellaire ($\alpha + \beta$) après la réalisation d'un traitement thermique HIP avec (a) une micrographie électronique à balayage avec en sombre la phase α et en clair la phase β et (b) micrographie optique avec en clair la phase α et en sombre la phase β .

La structure lamellaire est issue de la phase martensitique antérieure qui s'est décomposée à haute température. Malgré la réalisation du traitement HIP sous pression, les observations par microscopie électronique ont montré que des microporosités sont toujours présentes dans la microstructure, mais en moindre proportion.

4.5.1.2 Section transversale

La Figure 4.17 (a) présente une section transversale, c'est-à-dire perpendiculaire à l'axe de fabrication, d'un échantillon ayant subi le traitement thermique de détente. La microstructure visible est équiaxe, il s'agit de la section colonnaire des grains de phase β vue dans le paragraphe précédent.

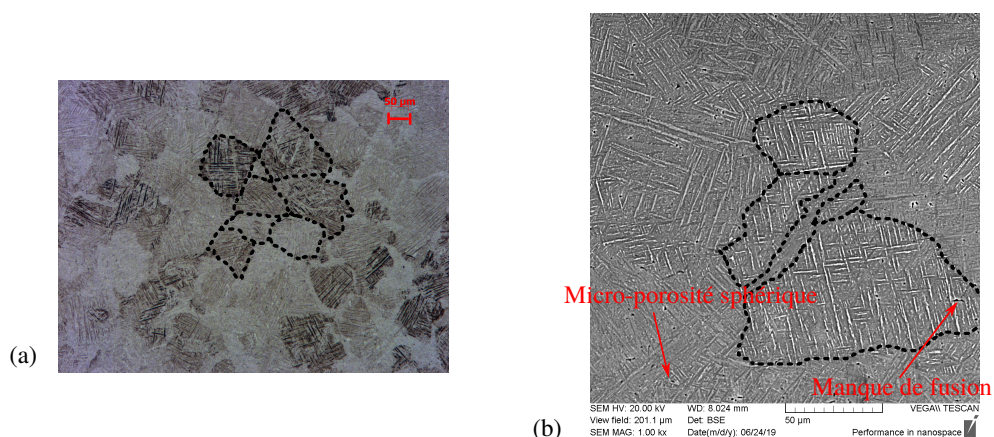


FIGURE 4.17 – Micrographie réalisée en (a) microscopie optique et (b) électronique à balayage d'un échantillon ayant subi le traitement thermique SR.

La présence de défauts dans la section transversale est mise en évidence par la Figure 4.17 (b) montrant à la fois un manque de fusion et une microporosité sphérique. Cependant, l'aire du manque de fusion est moindre que pour la section longitudinale mettant également en avant l'anisotropie du défaut.

4.5.1.3 Résorption des porosités

La réalisation du traitement HIP permet de résorber les porosités issues du procédé de fabrication grâce à la pression appliquée. La Figure 4.18 expose, pour le même niveau de polissage, le volume des porosités mesuré par tomographie X pour des échantillons n'ayant pas subi le traitement HIP (a) et (b) et des échantillons l'ayant subi (c) et (d). Il ressort de cette analyse que la réalisation du HIP réduit drastiquement le nombre de porosités ainsi que le volume des porosités restantes. Pour les cas (c) et (d), le nombre de porosités maximum est compris entre 1 et 13 alors qu'il est compris entre 45 (Ligne 1 - 45°) et 329 (Ligne 2 - 45°) sans HIP.

4.5.2 Pourcentage de phase

En complément des micrographies, les phases en présence (α'' , α et β) ont été quantifiées par analyse Rietveld des spectres de diffraction RX au synchrotron. Le Tableau 4.2 présente les résultats obtenus pour les différents traitements thermiques associés à des mesures de dureté. Le complément à 100 % correspond à la proportion de phase α/α'' .

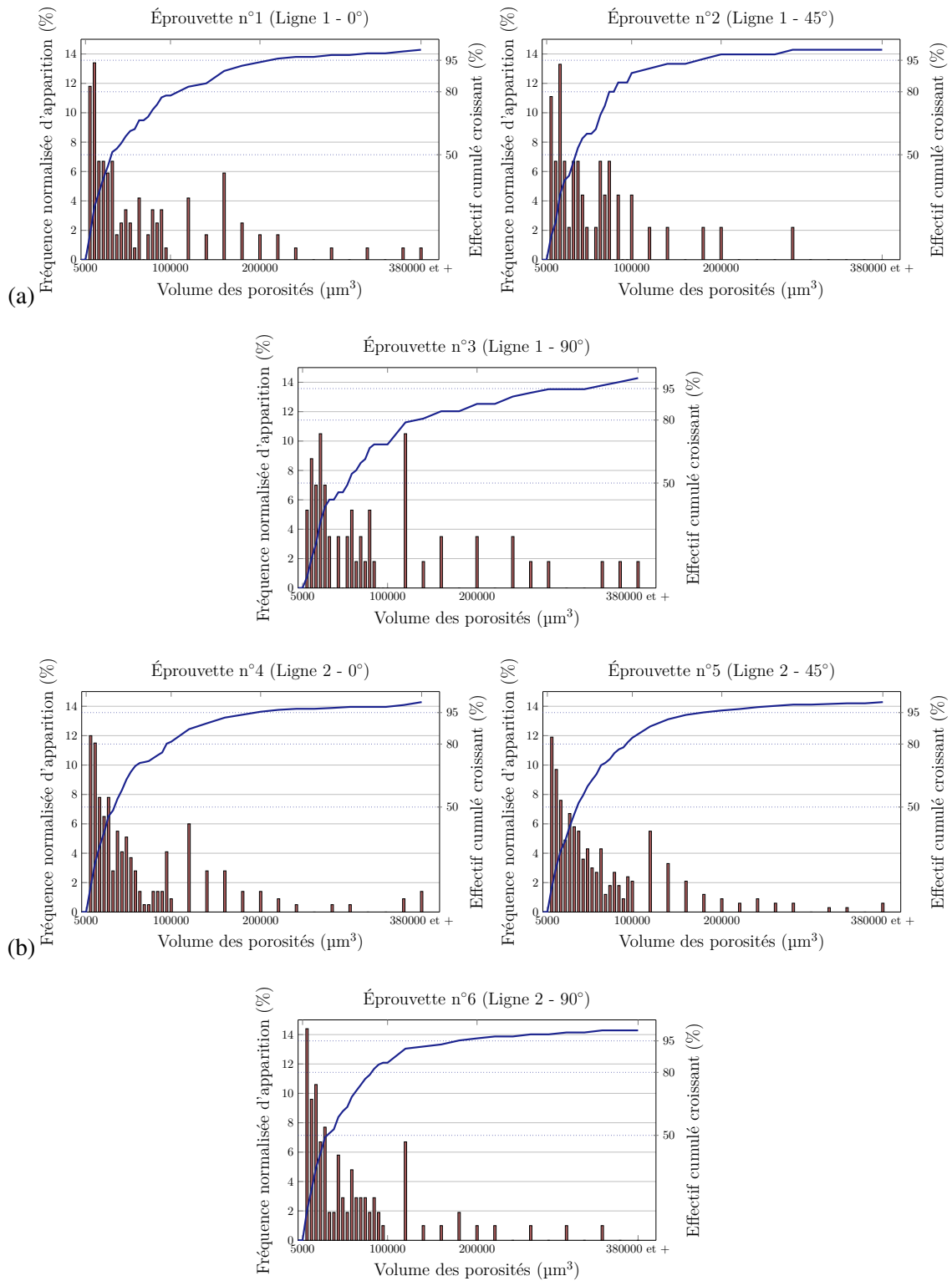
État thermique	AB	SR	HIP
% de phase β	0,5 %	5,5 ± 0,9 %	6,8 ± 2,8 %
Dureté HV	378 ± 22	355 ± 23	324 ± 9

Tableau 4.2 – Pourcentage massique de phase β mesuré au synchrotron DESY et dureté Vickers en fonction de trois états thermiques : brut d'élaboration, après un traitement de détente à 730°C pendant 2 heures et après le même traitement de détente avec en sus un traitement HIP à 920°C pendant 2 heures sous 1000 bars. Précision des résultats sur les pourcentages massiques à 1 %.

Un seul échantillon brut de fusion (AB) a été analysé alors que trois l'ont été après détente (SR), et deux pour le traitement HIP. Les conditions de fabrication ne sont pas identiques pour les échantillons analysés pour les traitements thermiques SR et HIP. Le principal paramètre modifié est le nombre de recyclages.

En sortie de fabrication (sans post-traitement thermique), l'échantillon AB a un pourcentage de phase β extrêmement faible puisqu'il est de 0,5 % en masse. La trace de phase β détectée provient des différents cycles thermiques subis par la pièce lors des multiples passages du laser. La dureté de cet échantillon est la plus élevée. Elle est de 378 ± 22 HV dans la section longitudinale, car la phase principale est martensitique. Après traitement de détente à 730°C de deux heures, les pourcentages massiques de phase β mesurés sont de 4,4 wt%, 5,9 % et 6,1 wt% dans les trois échantillons. Entre les deux derniers résultats, le seul paramètre variant entre les deux échantillons est le recyclage des poudres. Pour le premier, la poudre NS₂ est utilisée alors que pour le second il s'agit de la poudre R₁. La dureté associée à ces échantillons est de 355 ± 23 HV dans la section longitudinale (voir Tableau 3.14). Avec le traitement HIP, la différence de pourcentage massique de phase β est très importante. La première mesure indique que le pourcentage de phase β est à 8,8 % en masse alors qu'il est de 4,8 % en masse pour la seconde mesure. La différence entre ces deux échantillons est le taux de recyclage des poudres ayant servi à leur élaboration. Pour l'échantillon à 4,8 % en masse, la poudre utilisée pour l'élaborer est R₂ et pour l'échantillon à 8,8 % en masse, il s'agit de la poudre non suivie NS₃.

Malgré l'absence de donnée chimique forte présentée dans le paragraphe 4.2.2, un effet du recyclage des poudres pourrait avoir des conséquences lors des traitements thermiques HIP sur le pourcentage de phase β . La dureté Vickers associée à ces échantillons est de 324 ± 9 HV dans la section longitudinale (voir Tableau 3.14). Cependant, si un recyclage des poudres entraîne une augmentation de l'oxygène dans le matériau, celui-ci va favoriser la présence de la phase α/α'' par rapport à la phase β [225]. L'accroissement de la phase α implique une augmentation de la dureté et une diminution du pourcentage de phase β . Dans le cas présent, la teneur en phase β de l'échantillon NS₃ n'est donc pas expliquée par rapport au pourcentage en masse de phase β de la poudre R₂. Les mesures de dureté mettent en évidence qu'avec l'apparition de la phase β la dureté de l'alliage de titane Ti-6Al-4V diminue, passant de 378 HV dans le cas de l'échantillon AB à 355 HV pour les échantillons ayant subi le traitement thermique SR à 324 HV avec la réalisation du HIP en sus. Les tendances observées sont également en accord avec la littérature [167]. La réalisation de ces traitements thermiques est également corrélée avec la diminution de la limite élastique et de la limite à rupture observée dans le Tableau 3.8 et avec la littérature [155, 142].



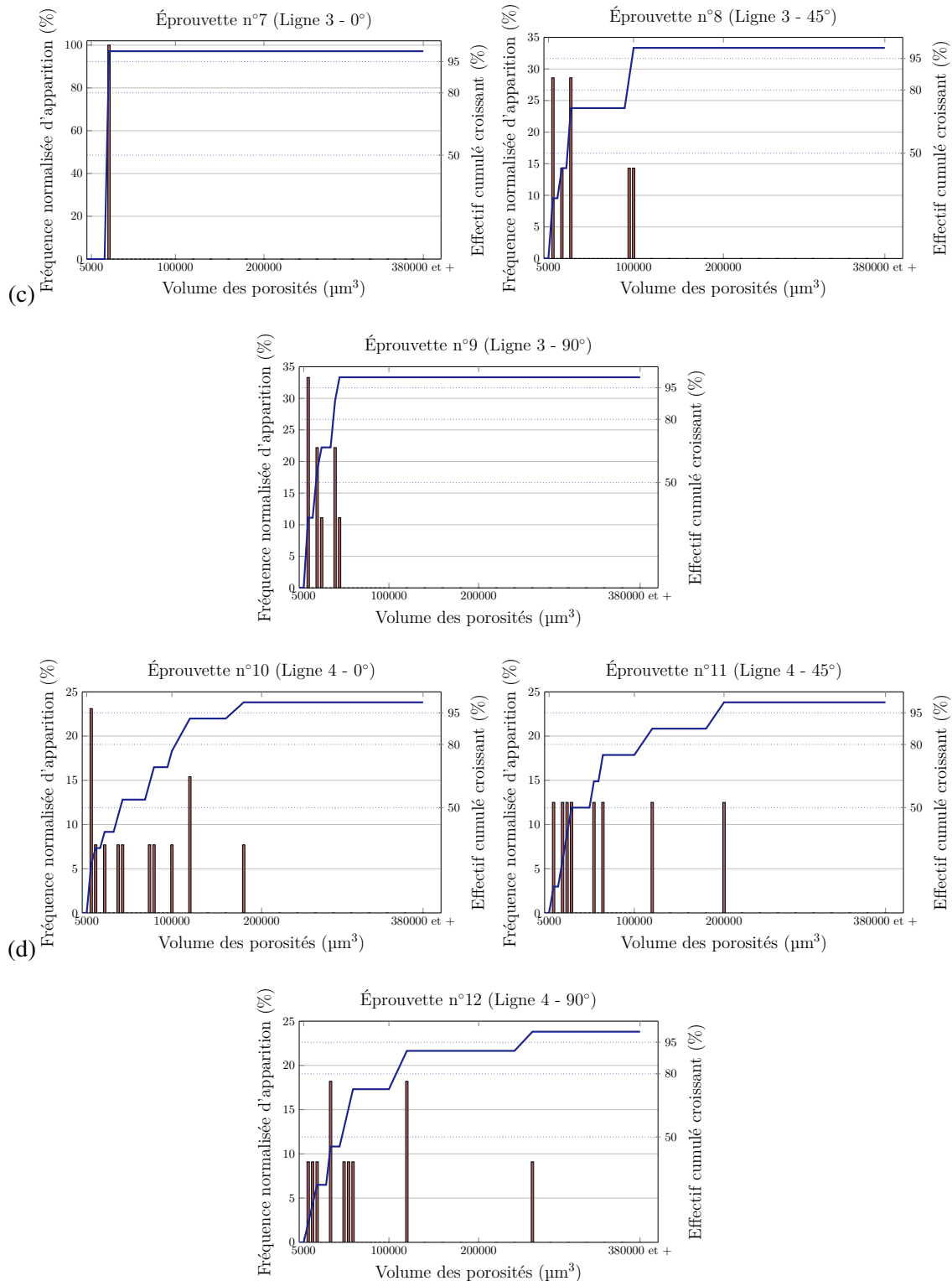


FIGURE 4.18 – Représentation graphique de la fréquence d'apparition des porosités en fonction de leurs volume en μm^3 pour les trois orientations.

4.5.3 Bilan sur les différents traitements thermiques réalisés

Pour les trois états microstructuraux étudiés (brut d'élaboration, après un traitement de détente et après un traitement HIP), deux microstructures différentes sont observées. La première est identique pour les états AB et SR, caractérisés par la domination d'une structure martensitique dépendante du procédé de fabrication, et la seconde est une microstructure biphasée lamellaire ($\alpha + \beta$) issue de la décomposition de la phase martensite par le traitement HIP. La Figure 4.19 met en perspective une section longitudinale avec une section transverse pour un échantillon ayant subi un traitement thermique (a) SR et (b) HIP.

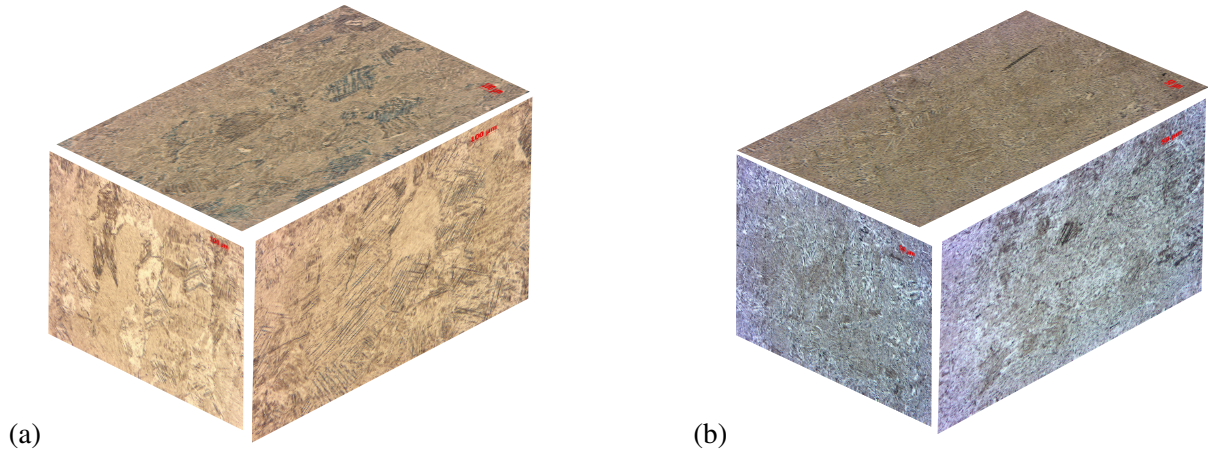


FIGURE 4.19 – Reconstruction 3D d'un échantillon ayant subi (a) le traitement de détente et (b) le traitement de détente et le HIP.

Avec la réalisation du HIP, la perte de la microstructure issue de la phase β dans l'ensemble des sections est mise en évidence. Bien qu'elle ne soit pas visible sur les images en microscopie optique ou électronique à balayage à la suite du traitement de détente, la présence de cette dernière est montrée par les mesures de pourcentage massique de phase. Sa présence est estimée à environ de 5 % massique après le traitement de détente. Le taux de phase β dans les échantillons après le traitement HIP varie de 4,8 % à 8,8 %. Cette variation n'est pas expliquée. Enfin, les variations de la dureté sont corrélées avec l'évolution du pourcentage massique de phase β . En effet, en l'absence de phase β , la dureté est la plus élevée sur l'échantillon AB puis elle décroît avec les différents traitements thermiques et l'augmentation du pourcentage massique de la phase β . De manière plus générale, la résistance mécanique diminue avec l'apparition de la phase β [226].

4.6 Effet du polissage des échantillons

Le polissage manuel des échantillons est le paramètre qui a une influence statistique très élevée sur les propriétés mécaniques en traction et fatigue. Des mesures de rugosité sont réalisées sur les échantillons de traction et de fatigue du plan d'expériences en fonction de la réalisation ou non du polissage. Le Tableau 4.3 présente les résultats obtenus.

À la suite de la réalisation du polissage, la rugosité de surface des échantillons est fortement diminuée. L'écart-type des mesures est aussi grandement diminué, mettant ainsi en évidence l'homogénéisation des surfaces. La Figure 4.20 présente la reconstruction 3D de deux éprouvettes élaborées à 0° et présentant donc une surface de contact importante avec le plateau de fabrication.

Sur la reconstruction (a), l'échantillon est non poli et les traces liées à l'enlèvement du support de fabrication sont visibles (flèche rouge). Au contraire, sur la reconstruction (b), l'éprouvette est polie et le

		Traction	Fatigue
Ra (µm)	Non Poli	2,44 ± 1,74	2,37 ± 0,35
	Poli	0,26 ± 0,14	0,23 ± 0,16

Tableau 4.3 – Tableau présentant les rugosités de surface mesurées sur les éprouvettes de traction et fatigue du plan d'expériences.

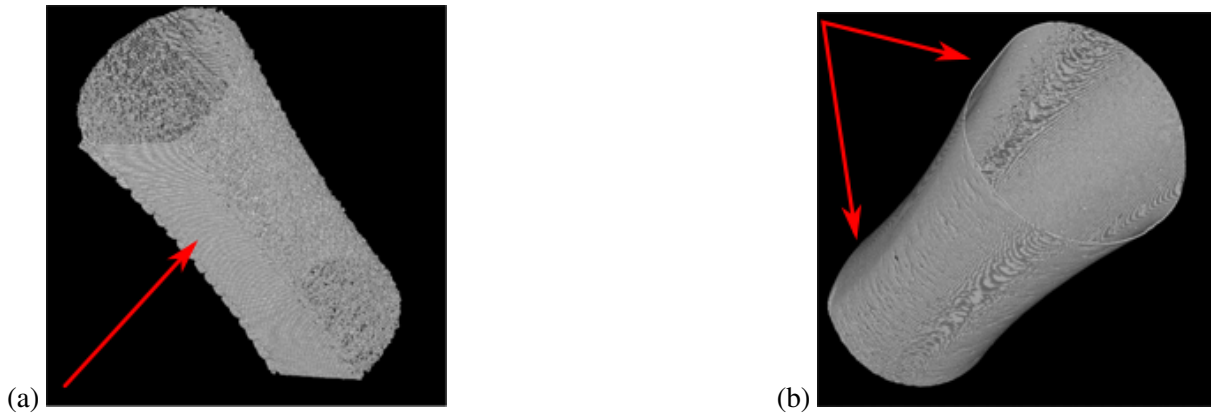


FIGURE 4.20 – Reconstruction 3D d'éprouvette de fatigue élaborée à 0° (a) non polie et (b) polie.

marquage lié à l'enlèvement du support est moins visible (flèches rouges). De plus, l'échantillon possède une surface avec beaucoup moins d'aspérités que sans le polissage. De surcroît, le polissage permet de diminuer les aspérités de surface, comme le montre la Figure 4.21.

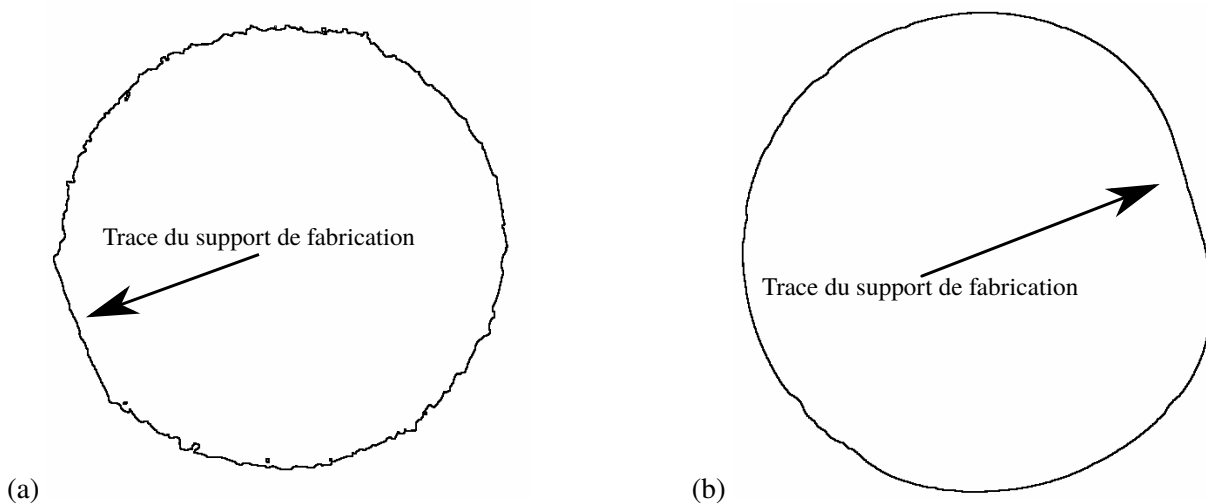


FIGURE 4.21 – Section des éprouvettes élaborée à 45° (a) non polie et (b) polie.

Cette figure expose une section à mi-hauteur des deux éprouvettes précédentes mettant en avant l'amélioration de l'état de surface ainsi que la perte de la partie anguleuse liée au retrait des supports de fabrication.

Trois effets du polissage sont ainsi mis en évidence :

- la rugosité de surface devient homogène,

- les rugosités sont inférieures à 0,6 μm , en plus d'un écart-type faible,
- la disparition des aspérités de surface liée au retrait des supports de fabrication.

Le polissage permet par la réduction des aspérités de surface d'induire de moindres concentrations de contraintes à la surface du matériau limitant l'initiation de fissures [227].

Pour l'ensemble de ces raisons, le polissage permet l'amélioration des propriétés mécaniques en traction et fatigue. En effet, les modèles statistiques réalisés dans le paragraphe 3.3.4.4 et l'augmentation de la tenue en fatigue observée dans le paragraphe 3.3.5 prévoient une augmentation des propriétés mécaniques avec la réalisation du polissage, résultats en accord avec la bibliographie [166, 176].

4.7 Conclusion du quatrième chapitre

Le chapitre 3 expose l'effet des cinq paramètres d'impression sur les propriétés mécaniques en traction, fatigue et dureté. L'analyse structurale réalisée dans ce chapitre permet de réaliser le lien entre les paramètres d'impression, la microstructure, les porosités et les propriétés mécaniques.

1. Le paramètre « pré-fabrication », qui est le recyclage des particules de poudre, n'a pas eu d'effet mesuré sur les propriétés mécaniques en traction et fatigue, notamment à cause d'un alias dans le plan d'expériences. Cependant, l'augmentation du nombre de recyclages induit les effets suivants :
 - la consommation préférentielle des petites particules de poudre,
 - la baisse de la circularité des poudres,
 - la perte de la bimodalité des poudres,
 - la présence d'oxygène sur les particules de poudre, entraînant des modifications d'absorption et de réflexion du faisceau laser, conduisant à des instabilités du bain liquide provoquant généralement des porosités du type « manque de fusion » [228].
2. Les paramètres de fabrication que sont l'orientation et l'épaisseur induisent les effets suivants :
 - des couches d'impression élevées entraînent la présence d'un plus grand nombre de porosités et de surcroît avec un volume plus important. Si l'épaisseur des couches déposées n'est pas significative sur les propriétés mécaniques, c'est en raison de l'optimisation du couple { Puissance laser - Vitesse de balayage },
 - en augmentant l'angle d'impression des éprouvettes (de 0° à 90°), les limites d'élasticité et à rupture diminuent ainsi que la tenue en fatigue. Cela s'explique par la présence de porosités ayant un volume plus important dans l'axe de sollicitation de l'échantillon que ce soit en traction ou en fatigue.
3. Enfin, les paramètres « post-fabrication » que sont les traitements thermiques et le polissage ont les effets suivants :
 - la réalisation du HIP mène à une remise en solution de la microstructure, entraînant une baisse des limites d'élasticité et à rupture liée au changement de phase $\alpha'' \rightarrow \alpha + \beta$, et provoque une augmentation du module d'élasticité grâce à la résorption des porosités induites par le traitement thermique,
 - la réalisation du polissage permet une homogénéisation et une baisse de la rugosité de surface, limitant ainsi l'amorce de fissure par l'extérieur de l'échantillon. Cela entraîne une augmentation de l'ensemble des propriétés mécaniques.

Conclusion et perspectives

Conclusion générale

Ce travail de thèse réalisé avec un partenariat industriel vise à apporter une contribution à la maîtrise industrielle du procédé de fabrication de frittage laser direct de métal (DMLS). Le procédé de fabrication additive métallique par fusion sur lit de poudre se développe aujourd'hui très rapidement pour la réalisation de pièces avec des géométries complexes, personnalisées ou pour le prototypage rapide. L'industrialisation de cette technologie concerne l'ensemble des secteurs économiques majeurs comme l'aéronautique, l'automobile ou encore le médical. Dans le présent travail de thèse, une attention toute particulière a été portée sur l'étude de l'alliage de titane Ti-6Al-4V. Cinq paramètres de fabrication facilement contrôlables au niveau de la chaîne de production du partenaire industriel ont été par ailleurs évalués :

- le recyclage de la matière première,
- le choix de l'épaisseur des couches lasées,
- l'orientation d'impression des échantillons fabriqués,
- les post-traitements thermiques,
- le polissage.

En parallèle de cette analyse paramétrique du procédé, plusieurs problématiques récurrentes au sein d'INITIAL ont été étudiées. Nous avons aussi cherché à répondre aux questionnements suivants :

- Quelles sont les variations de propriétés mécaniques engendrées par l'utilisation de deux machines de production EOSINT M270 et M280 ?
- La réalisation de pièces sur une même plateforme de fabrication est-elle uniforme en tout point ?
- Quelles sont les conséquences d'un arrêt de production sur les propriétés mécaniques des pièces fabriquées ?
- Quelles sont les effets des différents traitements thermiques sur les propriétés microstructurales et mécaniques des pièces fabriquées ?

Par ailleurs, l'étude a tenté de clarifier une problématique posée par les clients du secteur aéronautique, afin d'évaluer la limite du nombre de recyclages des poudres compatible avec des propriétés mécaniques acceptables.

Étude paramétrique du procédé DMLS : La réalisation d'un plan d'expériences portant sur cinq paramètres d'impression du procédé DMLS a permis de mettre en évidence l'importance des post-traitements thermiques et du polissage sur les propriétés mécaniques des pièces fabriquées [229]. Une loi statistique a été établie pour chacune des quatre propriétés mécaniques en traction (E , $Re^{0,2\%}$, R_m et $A\%$).

Sur les cinq paramètres d'impression évalués, le polissage est celui qui a l'effet le plus important sur la limite d'élasticité et la limite à rupture, en augmentant ces propriétés mécaniques d'environ 100 MPa. Pour le module d'élasticité et l'allongement à rupture, la réalisation du polissage permet une augmentation respective de 3,4 GPa et 7,4 %. Le polissage permet la réduction de la rugosité de surface et l'homogénéisation de la surface des échantillons. D'une rugosité variant de 0,3 μm à 4,5 μm suivant les faces et l'orientation mesurées, la rugosité devient homogène sur l'ensemble de l'échantillon et inférieure à 0,5 μm . De plus, à la suite de la réalisation de maquettage, pour séparer les supports de fabrication des échantillons, certaines irrégularités de surface apparaissent et la réalisation du polissage permet de s'affranchir de ces aspects.

Le second paramètre influençant les propriétés mécaniques est la réalisation du post-traitement thermique de HIP. Il induit une augmentation du module d'élasticité de 7,6 GPa et une diminution de la limite d'élasticité et la limite à rupture respectivement de 140 MPa et 120 MPa. Cette évolution des propriétés mécaniques est due au changement de microstructure. Avant le traitement thermique, cette dernière est dominée par la phase martensitique α'' puis devient lamellaire biphasée $\alpha + \beta$ après sa réalisation. Cette phase permet de combiner la ductilité de la phase β avec la résistance de la phase α . Concernant l'allongement à rupture, celui-ci diminue de 4,4 % des suites du traitement thermique. Ce résultat, en contradiction avec la littérature [142], est dû aux alias du plan d'expériences réalisé. Le traitement thermique HIP permet également une réduction drastique du nombre et du volume des porosités par un facteur cent.

Le troisième et dernier paramètre statistiquement significatif est l'orientation de fabrication. Son influence a été mise en évidence lorsque le post-traitement thermique n'est pas réalisé et que le polissage l'est. L'orientation impacte la microstructure des pièces. Les grains ont une distribution colonnaire toujours parallèle à l'axe de fabrication. Lorsque l'échantillon est remis droit (par rapport aux différents angles d'impression), un même échantillon sollicitera une architecture granulaire différente. De plus, les grandes porosités du plan (\vec{x}, \vec{y}) normal à l'axe de fabrication sont moins sollicitées pour les éprouvettes à 0° que sur les éprouvettes à 45° et 90°. Cette observation permet d'expliquer que les éprouvettes de fatigue ont une meilleure tenue mécanique à 0° qu'à 45° et 90°.

Enfin les quatrième et cinquième paramètres ne sont statistiquement pas significatifs pour le contrôle des propriétés mécaniques. Cependant, l'épaisseur des couches d'impression a une influence sur la microstructure des pièces. L'utilisation de l'épaisseur d'impression la plus élevée (60 μm) multiplie par deux le nombre de porosités. De plus, le volume de ces porosités est également plus important.

Cas industriels : L'analyse comparative des deux machines de production met en évidence que les propriétés mécaniques des limites d'élasticité et à rupture sont plus élevées d'environ 50 MPa sur les pièces issues de la machine EOSINT M280. Sur la machine EOSINT M270, une différence sur l'uniformité d'impression sur une plateforme de fabrication est observée à la suite de la mesure du taux de porosité surfacique sur différents blocs métallographiques. De manière générale, celui-ci reste conforme aux spécifications du fabricant de la machine puisque le taux de porosité se situe autour de 0,1 %. La légère différence de porosité est expliquée par la projection des « spatters » qui sont emmenés vers l'avant de la plateforme par le flux d'argon, ce dernier allant du fond de l'enceinte de fabrication où le taux de porosité est inférieur à la spécification, vers la vitre de la machine de fabrication où celui-ci est aux alentours de 0,15 %. La réalisation de l'arrêt de production sur la machine EOSINT M280 avec la remise à l'air de l'enceinte de production a eu pour conséquence de diminuer les propriétés mécaniques de limite d'élasticité et de limite à rupture. Ces dernières sont toujours supérieures à la norme de 40 MPa et 30 MPa,

mais diminuent de près de 150 MPa par rapport à des échantillons n'ayant pas subi l'arrêt de production. Dans ce cas, les propriétés obtenues sont généralement de 1100 MPa et 1150 MPa. Par contre, le module d'élasticité et l'allongement à rupture sont inférieurs aux spécifications. Quatre traitements thermiques ont été testés pour évaluer leur effet sur les propriétés mécaniques :

AB : un état brut de fabrication, c'est-à-dire qu'aucun traitement thermique n'est réalisé,

SR₁ : un traitement de détente (SR) à 730°C pendant deux heures puis découpe des pièces,

SR₂ : découpe des pièces puis un traitement de détente (SR) à 730°C pendant deux heures,

HIP : un traitement dit HIP (Hot Isostic pressure) à 930°C pendant deux heures sous une pression de 1000 bars après que les échantillons aient préalablement subi le traitement de détente.

L'étude des quatre états thermiques régulièrement utilisés par INITIAL sur la machine EOSINT M270 a montré une forte corrélation entre la diminution des propriétés mécaniques de limite d'élasticité et de limite à rupture avec l'augmentation de la température des traitements thermiques. Cette diminution des propriétés est aussi corrélée avec l'augmentation du pourcentage massique de phase β au sein de la microstructure.

Impact du recyclage des poudres : L'analyse du recyclage des poudres a démontré que la circularité des particules et la bi-modalité se détérioraient avec l'augmentation du niveau de recyclage des poudres [230]. Parallèlement, les mesures de composition chimique ont montré des variations qualitatives du pourcentage massique d'oxygène. Cela n'a pas pu être imputé au nombre de recyclages dû aux différentes problématiques rencontrées par la méthode de prélèvement des poudres et la précision du moyen de mesure. Sur l'ensemble des analyses réalisées, aucune variation sur les propriétés en traction n'a pu être imputée aux variations morphologiques et du taux d'oxygène. Les études menées n'ont pas apporté d'élément à la remise en question d'un recyclage des poudres limité à cinq pour le domaine aéronautique.

Perspectives

Par le contexte industriel des études menées, certaines contraintes ont limité les analyses, à savoir :

- Le manque de répétabilité.
- L'absence de certaines orientations dans les différentes études.

Pour ces raisons, l'ensemble des perspectives proposées se font pour les trois orientations d'impression ainsi qu'avec au moins trois éprouvettes analysées (cinq dans l'idéal).

Pour compléter l'analyse paramétrique du procédé DMLS par les plans d'expériences, des essais complémentaires doivent être réalisés en retirant le paramètre « Épaisseur de couche » car il a été montré comme non significatif. L'organisation des essais suivants devra permettre de dissocier l'effet des paramètres principaux des alias. Cela permettrait d'obtenir plus de recul sur l'effet propre des paramètres d'impression et de leurs interactions. De plus, les lois statistiques établies doivent pouvoir s'appliquer à l'ensemble du parc machines d'INITIAL. Pour cela, un nouveau paramètre d'impression doit être ajouté, à savoir la machine de fabrication.

Les propriétés en traction ont été corrélées avec les différents traitements thermiques. Cependant, le manque de répétabilité et de certaines orientations d'impression a malheureusement empêché d'avoir plus de certitudes. Pour cela, la réalisation d'essais complémentaires doit être envisagée. De plus, certains traitements thermiques ont pour effet de diminuer les contraintes résiduelles. Les suivre permettrait également de mieux comprendre l'effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques. D'autant

plus que de nouvelles méthodes de mesure se développent et rendent facilement accessible le suivi des contraintes résiduelles [231,232], notamment dans un contexte industriel. Enfin, l'utilisation de nouvelles géométries d'éprouvettes avec des hétérogénéités du champ de déformation [233] permettrait également de mieux comprendre l'anisotropie des pièces issues du procédé DMLS, notamment avec l'orientation d'impression. L'ensemble de ces nouvelles données serait aussi très intéressant pour poursuivre le développement d'outils pour la simulation numérique.

En effet, la fabrication additive induisant une microstructure « par couche », on la regarde aussi bien du point de vue du procédé que du point de vue de la granulométrie, qui met en évidence des couches de grains colonnaires s'étirant perpendiculairement à la direction d'impression. Cette hétérogénéité microstructurale induit nécessairement, au niveau local (c'est-à-dire à l'échelle de la couche, que ce soit la couche physique ou la « couche » granulaire), une hétérogénéité de comportement. Cette hétérogénéité étant à la base du comportement macroscopique est particulièrement influente dès lors que l'on se focalise sur les problèmes de fatigue, la simulation numérique du comportement par un modèle compartimenté semble très adaptée. Cette méthode a déjà été utilisée avec succès pour l'analyse de mécanismes physiques fins tels que la variation du module d'Young en fonction de la déformation plastique [234]. Par ailleurs, ce type de simulation est facilement implantable pour des études industrielles, puisque n'impliquant qu'un modèle de plasticité simple isotrope (J2-plasticity). La technique consiste à choisir localement, dans la zone la plus sollicitée de la structure, une distribution de comportements plastiques simples (type limite élastique locale + écrouissage linéaire), comme illustré sur la Figure 4.22 (a).

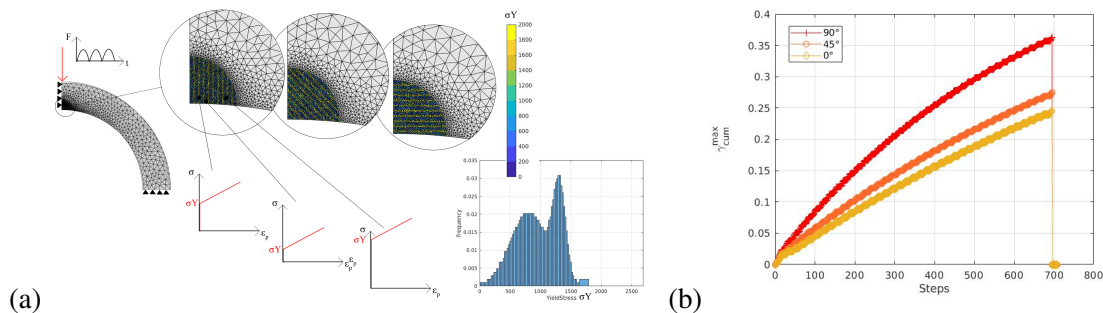


FIGURE 4.22 – (a) Anneau en compression dynamique, avec trois orientations d'impression différentes, modélisées par une distribution bimodale en couches orientées à 90° , 45° ou 0° et (b) déformation plastique cumulée maximale en fonction du nombre de cycles appliqués.

Cette distribution peut par exemple être bi-modale, pour rendre compte du caractère en couches de la microstructure. Elle peut être choisie par optimisation, pour rendre compte par exemple de l'évolution correcte de la courbe contrainte-déformation (par exemple avec phénomène de rochet) sur un essai de fatigue uniaxial. Pour une compression dynamique d'anneau variant entre 100 et 4000 N sur une vingtaine de cycles, la déformation plastique cumulée maximale est en constante augmentation, et la situation impliquant des couches à 90° est plus problématique car induisant une accumulation de plasticité locale plus importante (Figure 4.22 (b)). On a donc un outil permettant potentiellement d'appréhender de façon simple les situations risquant d'induire de l'endommagement. Il est bien évident qu'un travail de grande ampleur ayant pour but de définir ce que doit être une distribution « idéale », basé sur une étude mixte numérique/expérimentale, doit être réalisé pour obtenir des résultats exploitables.

Enfin, pour amener des éléments de discussion sur la limite à cinq du recyclage des poudres pour l'aéronautique, une étude focalisée exclusivement sur ce paramètre devrait être effectuée. Ainsi, en fonction du recyclage des poudres et des propriétés mécaniques en traction obtenues par la fabrication des pièces, les paramètres morphologiques et chimiques des particules de poudre seraient suivis. Ainsi, l'évolution des propriétés mécaniques serait corrélée au nombre de recyclages des poudres et expliquée par les caractéristiques intrinsèques des particules de poudre.

Bibliographie

- [1] Gardan Yvon. Une brève histoire de la cao (... - 1990). <https://www.afmicado.com/post/une-br%C3%A8ve-histoire-de-la-cao-1990>.
- [2] Charles W Hull and San Gabriel. Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography, 1984.
- [3] Baustert. Fabrication additive - principes généraux - terminologie. Technical report, ISO/ASTM 52900, 2017.
- [4] Dongdong Gu, Yves-Christian Hagedorn, Wilhelm Meiners, Guangbin Meng, Rui João Santos Batista, Konrad Wissenbach, and Reinhart Poprawe. Densification behavior, microstructure evolution, and wear performance of selective laser melting processed commercially pure titanium. Acta Materialia, 60(9) :3849–3860, May 2012.
- [5] Sintavia. Optimized turbine bracket, 2017. présentation.
- [6] Floriane Laverne. Fabrication additive principes généraux. Techniques de l'ingénieur Procédés de fabrication additive, 2016.
- [7] Claude Barlier and Alain Bernard. Fabrication Additive : Du Prototypage Rapide à l'impression 3D. 2015.
- [8] William E Masters. Computer automated manufacturing process and system, 1987.
- [9] Carl R. Deckard. Method and apparatus for producing parts by selective sintering, 1989.
- [10] Claude Barlier. Procédé pour la création et la réalisation de pièces par c.a.o et pièces ainsi obtenues, 1991.
- [11] Mitsuo Yamane, Takashi Kawaguchi, and Shigeru Kagayama. Apparatus and method for forming three-dimensional article, 1991.
- [12] Pushkar Kamble, Subodh Chavan, and K P Karunakaran. Multi-jet fluid deposition in 3d printing : A review. 5(7) :13, 2018.
- [13] S Scott Crump and Assistant Examiner-Patrick D Muir. Apparatus and method for creating three-dimensional objects, 1992.
- [14] Emanuel M. Sachs. Three-dimensional printing tecniques, 1993.
- [15] Naveed Ahmed. Direct metal fabrication in rapid prototyping : A review. Journal of Manufacturing Processes, 42 :167–191, June 2019.

- [16] ASTM International. Astm f2792 -12a standard terminology for additive manufacturing technologies. Technical report, 2013.
- [17] C. Buchanan and L. Gardner. Metal 3D printing in construction : A review of methods, research, applications, opportunities and challenges. Engineering Structures, 180 :332–348, February 2019.
- [18] Renard Mélanie. Première mondiale : un pont imprimé en 3d en espagne. <https://www.3dnatives.com/pont-beton-imprime-3d-26122016/>.
- [19] Wei Gao, Yunbo Zhang, Devarajan Ramanujan, Karthik Ramani, Yong Chen, Christopher B. Williams, Charlie C.L. Wang, Yung C. Shin, Song Zhang, and Pablo D. Zavattieri. The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering. Computer-Aided Design, 69 :65–89, December 2015.
- [20] Giovanni Cesaretti, Enrico Dini, Xavier De Kestelier, Valentina Colla, and Laurent Pambaguian. Building components for an outpost on the Lunar soil by means of a novel 3D printing technology. Acta Astronautica, 93 :430–450, January 2014.
- [21] Mojtaba khorram niaki and Fabio Nonino. The impacts of additive manufacturing on firms’ competitiveness : An empirical investigation. 10 2015.
- [22] Mohammad Vaezi and Chee Kai Chua. Effects of layer thickness and binder saturation level parameters on 3D printing process. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 53(1-4) :275–284, March 2011.
- [23] tctmagazine. Additive manufacturing in metals. <https://www.tctmagazine.com/3d-printing-news/additive-manufacturing/>.
- [24] Sanjay Kumar. Selective laser sintering : A qualitative and objective approach. JOM, 55(10) :43–47, October 2003.
- [25] J.-P. Kruth, B. Van der Schueren, J.E. Bonse, and B. Morren. Basic Powder Metallurgical Aspects in Selective Metal Powder Sintering. CIRP Annals, 45(1) :183–186, 1996.
- [26] B Van der Schueren and J.P. Kruth. Powder deposition in selective metal powder sintering. Rapid Prototyping Journal, 1, 1995.
- [27] Y P Kathuria. Metal rapid prototyping via a laser generating/selective sintering process. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B : Journal of Engineering Manufacture, 214(1) :1–8, January 2000.
- [28] M Shiomi, A Yoshidome, F Abe, and K Osakada. Finite element analysis of melting and solidifying processes in laser rapid prototyping of metallic powders. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 39(2) :237–252, February 1999.
- [29] R. Glardon, N. Karapatis, V. Romano, and G.N. Levy. Influence of Nd :YAG Parameters on the Selective Laser Sintering of Metallic Powders. CIRP Annals, 50(1) :133–136, 2001.
- [30] M. Matsumoto, M. Shiomi, K. Osakada, and F. Abe. Finite element analysis of single layer forming on metallic powder bed in rapid prototyping by selective laser processing. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 42(1) :61–67, January 2002.
- [31] Holger Dürr, Rolf Pilz, and Nuri Saad Eleser. Rapid tooling of EDM electrodes by means of selective laser sintering. Computers in Industry, 39(1) :35–45, June 1999.
- [32] Mukesh Agarwala, David Bourell, Joseph Beaman, and Harris Marcus. Direct selective laser sintering of metals. Rapid Prototyping Journal, 1 :26–36, 1995.

- [33] F. Abe, K. Osakada, M. Shiomi, K. Uematsu, and M. Matsumoto. The manufacturing of hard tools from metallic powders by selective laser melting. Journal of Materials Processing Technology, 111(1-3) :210–213, April 2001.
- [34] S. Das. Direct laser freeform fabrication of high performance metal components. Rapid Prototyping Journal, 4, 1998.
- [35] Fabrication Additive. Les différents processus - fabrication additive - impression 3d. <http://www.fabrication-additive.fr/fabrication-additive-processus>. visité le 23-05-2020.
- [36] K Boivie. Limits of loose metal powder density in the sinterstation. pages 264–275. Solid Freeform Fabrication Proceedings.
- [37] N.P. Karapatis. Density in selective laser sintering. pages 255–264, 1999. Solid Freeform Fabrication Proceedings.
- [38] Balasubramanian Nagarajan, Zhiheng Hu, Xu Song, Wei Zhai, and Jun Wei. Development of Micro Selective Laser Melting : The State of the Art and Future Perspectives. Engineering, 5(4) :702–720, August 2019.
- [39] Morgan Larsson, Ulf Lindhe, and Ola Harrysson. Rapid Manufacturing with Electron Beam Melting (EBM) - A Manufacturing Revolution ? page 6, 2003.
- [40] J. Milberg and M. Sigl. Electron beam sintering of metal powder. Production Engineering, 2(2) :117–122, June 2008.
- [41] L. E. Murr, E. Martinez, S. M. Gaytan, D. A. Ramirez, B. I. Machado, P. W. Shindo, J. L. Martinez, F. Medina, J. Wooten, D. Ciscel, U. Ackelid, and R. B. Wicker. Microstructural Architecture, Microstructures, and Mechanical Properties for a Nickel-Base Superalloy Fabricated by Electron Beam Melting. Metallurgical and Materials Transactions A, 42(11) :3491–3508, November 2011.
- [42] S. Biamino, A. Penna, U. Ackelid, S. Sabbadini, O. Tassa, P. Fino, M. Pavese, P. Gennaro, and C. Badini. Electron beam melting of Ti–48Al–2Cr–2Nb alloy : Microstructure and mechanical properties investigation. Intermetallics, 19(6) :776–781, June 2011.
- [43] Sanna Fager Franzén, Joakim Karlsson, Sanna Fager Franzén, and Joakim Karlsson. Titanium Aluminide. PhD thesis, Chalmers University of Technology, Gothenburg, Sweden, 2010.
- [44] Marjan Bahraminasab and Farzam Farahmand. State of the art review on design and manufacture of hybrid biomedical materials : Hip and knee prostheses. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part H : Journal of Engineering in Medicine, 231 :095441191770591, 05 2017.
- [45] S. Galjaard, S. Hofman, and S. Ren. New opportunities to optimize structural designs in metal by using additive manufacturing. Advances in Architectural Geometry, 2015.
- [46] R. Leal, F. M. Barreiros, L. Alves, F. Romeiro, J. C. Vasco, M. Santos, and C. Marto. Additive manufacturing tooling for the automotive industry. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 92(5-8) :1671–1676, September 2017.
- [47] Itziar Tolosa, Fermín Garcíandía, Fidel Zubiri, Fidel Zapirain, and Aritz Esnaola. Study of mechanical properties of AISI 316 stainless steel processed by “selective laser melting”, following different manufacturing strategies. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 51(5) :639–647, November 2010.

- [48] Xibing Gong, Ted Anderson, and Kevin Chou. Review on Powder-Based Electron Beam Additive Manufacturing Technology. page 9, 2012.
- [49] Carolin Körner, Elham Attar, and Peter Heinl. Mesoscopic simulation of selective beam melting processes. Journal of Materials Processing Technology, 211(6) :978–987, June 2011.
- [50] Manuela Galati and Luca Iuliano. A literature review of powder-based electron beam melting focusing on numerical simulations. Additive Manufacturing, 19 :1–20, January 2018.
- [51] H B Qi, Y N Yan, F Lin, W He, and R J Zhang. Direct metal part forming of 316L stainless steel powder by electron beam selective melting. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B : Journal of Engineering Manufacture, 220(11) :1845–1853, November 2006.
- [52] Tushar Ramkrishna Mahale. Electron Beam Melting of Advanced Materials and Structures. PhD thesis, Faculty of North California State University, 2010.
- [53] S. M. Gaytan, L. E. Murr, F. Medina, E. Martinez, M. I. Lopez, and R. B. Wicker. Advanced metal powder based manufacturing of complex components by electron beam melting. Materials Technology, 24(3) :180–190, September 2009.
- [54] Aurélien Carré, Matthieu Museau, Pierre-Thomas Doutre, and Frédéric Vignat. A method to determine the depowdered height in lattices manufactured by electron beam melting. Journal of Manufacturing Processes, 34 :1–6, August 2018.
- [55] Hasan S. Fiaz, Casey R. Settle, and Kazunori Hoshino. Metal additive manufacturing for microelectromechanical systems : Titanium alloy (Ti-6Al-4V)-based nanositioning flexure fabricated by electron beam melting. Sensors and Actuators A : Physical, 249 :284–293, October 2016.
- [56] 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. PhD thesis, Université de Bordeaux, 2018.
- [57] Carpenter Additive (a racheté LPW technology). <https://www.carpenteradditive.com/>. visité le 30-05-2020.
- [58] Gang Chen, Ping Tan, Shao Yang Zhao, Wei Wei He, and Hui Ping Tang. Spherical Ti-6Al-4V Powders Produced by Gas Atomization. Key Engineering Materials, 704 :287–292, August 2016.
- [59] G. Chen, Q. Zhou, S.Y. Zhao, J.O. Yin, P. Tan, Z.F. Li, Y. Ge, J. Wang, and H.P. Tang. A pore morphological study of gas-atomized Ti-6Al-4V powders by scanning electron microscopy and synchrotron X-ray computed tomography. Powder Technology, 330 :425–430, May 2018.
- [60] Bo Cheng, Subin Shrestha, and Kevin Chou. Stress and deformation evaluations of scanning strategy effect in selective laser melting. Additive Manufacturing, 12 :240–251, October 2016.
- [61] G. Chen, S.Y. Zhao, P. Tan, J. Wang, C.S. Xiang, and H.P. Tang. A comparative study of Ti-6Al-4V powders for additive manufacturing by gas atomization, plasma rotating electrode process and plasma atomization. Powder Technology, 333 :38–46, June 2018.
- [62] Eyitayo Olatunde Olakanmi. Effect of mixing time on the bed density, and microstructure of selective laser sintered (sls) aluminium powders. Materials Research, 15(2) :167–176, March 2012.
- [63] Austin T Sutton, Caitlin S Kriewall, Ming C Leu, and Joseph W Newkirk. Powders for Additive Manufacturing Processes : Characterization Techniques and Effects on Part Properties. page 27, Austin.

- [64] E. P. Cox. A method of assigning numerical and percentage values to the degree of roundness of sand grains. 1(3) :179–183.
- [65] Schneideirhöhn. Eine vergleichende studie über methoden zur quantitativen bestimmung von abrundung und form an Sandkörnern.
- [66] Valdek Mikli, Helmo Käerdi, Priit Kulu, and Michal Besterci. Characterization of powder particle morphology. page 13.
- [67] Chester K Wentworth. A method of measuring and plotting the shapes of pebbles. page 26.
- [68] Vincent C Janoo. Quantification of shape, angularity, and surface texture of base course materials.
- [69] G. S. E. Antipas. Review of gas atomisation and spray forming phenomenology. Powder Metallurgy, 56(4) :317–330, September 2013.
- [70] Laura Cordova, Mónica Campos, and Tiedo Tinga. Revealing the Effects of Powder Reuse for Selective Laser Melting by Powder Characterization. JOM, 71(3) :1062–1072, March 2019.
- [71] L.C. Ardila, F. Garcíandia, J.B. González-Díaz, P. Álvarez, A. Echeverría, M.M. Petite, R. Deffley, and J. Ochoa. Effect of IN718 Recycled Powder Reuse on Properties of Parts Manufactured by Means of Selective Laser Melting. Physics Procedia, 56 :99–107, 2014.
- [72] H. P. Tang, M. Qian, N. Liu, X. Z. Zhang, G. Y. Yang, and J. Wang. Effect of Powder Reuse Times on Additive Manufacturing of Ti-6Al-4V by Selective Electron Beam Melting. JOM, 67(3) :555–563, March 2015.
- [73] J. A. Slotwinski, E. J. Garboczi, P. E. Stutzman, C. F. Ferraris, S. S. Watson, and M. A. Peltz. Characterization of Metal Powders Used for Additive Manufacturing. Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, 119 :460, October 2014.
- [74] S. Ghods, E. Schultz, C. Wisdom, R. Schur, R. Pahuja, A. Montelione, D. Arola, and M. Ramulu. Electron beam additive manufacturing of Ti6Al4V : Evolution of powder morphology and part microstructure with powder reuse. Materialia, 9 :100631, March 2020.
- [75] Renaud. Etude spectrophotométrique des produits formés au cours de l’oxydation superficielle du titane et de l’alliage TA6V. Journal of the Less-Common metal, 32 :8, 1973.
- [76] M.M. Arafat, A.S.M.A. Haseeb, B. Dinan, and S.A. Akbar. Stress enhanced TiO₂ nanowire growth on Ti-6Al-4V particles by thermal oxidation. Ceramics International, 39(6) :6517–6526, August 2013.
- [77] Oscar A. Quintana, Jorge Alvarez, Roderick Mcmillan, Weidong Tong, and Charles Tomonto. Effects of Reusing Ti-6Al-4V Powder in a Selective Laser Melting Additive System Operated in an Industrial Setting. JOM, 70(9) :1863–1869, September 2018.
- [78] Olivier Rigo and Carsten Engel. Etat actuel des fabrications additives pour les applications métalliques, 2013. Présentation.
- [79] H. Shipley, D. McDonnell, M. Culleton, R. Coull, R. Lupoi, G. O’Donnell, and D. Trimble. Optimisation of process parameters to address fundamental challenges during selective laser melting of Ti-6Al-4V : A review. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 128 :1–20, May 2018.
- [80] A. Ataei, Y. Li, G. Song, and C. Wen. 3 - Metal scaffolds processed by electron beam melting for biomedical applications. Woodhead Publishing, 2017.

- [81] Chu Lun Alex Leung, Sebastian Marussi, Robert C. Atwood, Michael Towrie, Philip J. Withers, and Peter D. Lee. In situ X-ray imaging of defect and molten pool dynamics in laser additive manufacturing. Nature Communications, 9(1) :1355, December 2018.
- [82] Haijun Gong, Khalid Rafi, Hengfeng Gu, Thomas Starr, and Brent Stucker. Analysis of defect generation in Ti-6Al-4V parts made using powder bed fusion additive manufacturing processes. Additive Manufacturing, 1-4 :87-98, October 2014.
- [83] Chunlei Qiu, Chinnapat Panwisawas, Mark Ward, Hector C. Basoalto, Jeffery W. Brooks, and Moataz M. Attallah. On the role of melt flow into the surface structure and porosity development during selective laser melting. Acta Materialia, 96 :72-79, September 2015.
- [84] H.H. Zhu, J.Y.H. Fuh, and L. Lu. The influence of powder apparent density on the density in direct laser-sintered metallic parts. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 47(2) :294-298, February 2007.
- [85] D. Geldart, E.C. Abdullah, A. Hassanpour, L.C. Nwoke, and I. Wouters. Characterization of powder flowability using measurement of angle of repose. China Particuology, 4(3-4) :104-107, July 2006.
- [86] Gu Hengfeng, Gong Haijun, J.J.S. Dilip, and Deepankar Pal. Effects of powder variation on the microstructure and tensile strength of Ti-6Al-4V parts fabricated by selective laser melting. Austin, 2014.
- [87] A. Strondl, O. Lyckfeldt, H. Brodin, and U. Ackelid. Characterization and Control of Powder Properties for Additive Manufacturing. JOM, 67(3) :549-554, March 2015.
- [88] Igor Yadroitsev and Ina Yadroitsava. Evaluation of residual stress in stainless steel 316L and Ti-6Al-4V samples produced by selective laser melting. Virtual and Physical Prototyping, 10(2) :67-76, April 2015.
- [89] Ruidi Li, Yusheng Shi, Jinhui Liu, Huashan Yao, and Wenxian Zhang. Effects of processing parameters on the temperature field of selective laser melting metal powder. Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 48(3-4) :186-195, March 2009.
- [90] Yali Li and Dongdong Gu. Parametric analysis of thermal behavior during selective laser melting additive manufacturing of aluminum alloy powder. Materials & Design, 63 :856-867, November 2014.
- [91] I. Yadroitsev, P. Krakhmalev, and I. Yadroitsava. Selective laser melting of Ti-6Al-4V alloy for biomedical applications : Temperature monitoring and microstructural evolution. Journal of Alloys and Compounds, 583 :404-409, January 2014.
- [92] I. Yadroitsev, Ph. Bertrand, and I. Smurov. Parametric analysis of the selective laser melting process. Applied Surface Science, 253(19) :8064-8069, July 2007.
- [93] Donghua Dai and Dongdong Gu. Thermal behavior and densification mechanism during selective laser melting of copper matrix composites : Simulation and experiments. Materials & Design, 55 :482-491, March 2014.
- [94] Pengpeng Yuan and Dongdong Gu. Molten pool behaviour and its physical mechanism during selective laser melting of TiC/AlSi10Mg nanocomposites : simulation and experiments. Journal of Physics D : Applied Physics, 48(3) :035303, January 2015.
- [95] I. Yadroitsev, A. Gusarov, I. Yadroitsava, and I. Smurov. Single track formation in selective laser melting of metal powders. Journal of Materials Processing Technology, 210(12) :1624-1631, September 2010.

- [96] M. Rombouts, J.P. Kruth, L. Froyen, and P. Mercelis. Fundamentals of Selective Laser Melting of alloyed steel powders. CIRP Annals, 55(1) :187–192, 2006.
- [97] Donghua Dai and Dongdong Gu. Effect of metal vaporization behavior on keyhole-mode surface morphology of selective laser melted composites using different protective atmospheres. Applied Surface Science, 355 :310–319, November 2015.
- [98] Rainer J. Hebert. Viewpoint : metallurgical aspects of powder bed metal additive manufacturing. Journal of Materials Science, 51(3) :1165–1175, February 2016.
- [99] Wayne E. King, Holly D. Barth, Victor M. Castillo, Gilbert F. Gallegos, John W. Gibbs, Douglas E. Hahn, Chandrika Kamath, and Alexander M. Rubenchik. Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing. Journal of Materials Processing Technology, 214(12) :2915–2925, December 2014.
- [100] Thibaut De Terris, Olivier Andreau, Patrice Peyre, Frédéric Adamski, Cyril Gorny, Corinne Dupuy, Olivier Andreau, Patrice Peyre, and Imade Koutiri. Optimization and comparison of porosity rate measurement methods of Selective Laser Melted metallic parts To cite this version : HAL Id : hal-02292119 Science Arts & Métiers (SAM). 2019.
- [101] C. Y. Yap, C. K. Chua, Z. L. Dong, Z. H. Liu, D. Q. Zhang, L. E. Loh, and S. L. Sing. Review of selective laser melting : Materials and applications. Applied Physics Reviews, 2(4) :041101, December 2015.
- [102] Galina Kasperovich, Jan Haubrich, Joachim Gussone, and Guillermo Requena. Correlation between porosity and processing parameters in TiAl6V4 produced by selective laser melting. Materials & Design, 105 :160–170, September 2016.
- [103] Ting Qi, Haihong Zhu, Hu Zhang, Jie Yin, Linda Ke, and Xiaoyan Zeng. Selective laser melting of Al7050 powder : Melting mode transition and comparison of the characteristics between the keyhole and conduction mode. Materials & Design, 135 :257–266, December 2017.
- [104] Cang Zhao, Kamel Fezzaa, Ross W. Cunningham, Haidan Wen, Francesco De Carlo, Lianyi Chen, Anthony D. Rollett, and Tao Sun. Real-time monitoring of laser powder bed fusion process using high-speed X-ray imaging and diffraction. Scientific Reports, 7(1) :3602, December 2017.
- [105] Manyalibo J. Matthews, Gabe Guss, Saad A. Khairallah, Alexander M. Rubenchik, Philip J. Depond, and Wayne E. King. Denudation of metal powder layers in laser powder bed fusion processes. Acta Materialia, 114 :33–42, August 2016.
- [106] Yang Liu, Yongqiang Yang, Shuzhen Mai, Di Wang, and Changhui Song. Investigation into spatter behavior during selective laser melting of AISI 316L stainless steel powder. Materials & Design, 87 :797–806, December 2015.
- [107] Ruidi Li, Yusheng Shi, Zhigang Wang, Li Wang, Jinhui Liu, and Wei Jiang. Densification behavior of gas and water atomized 316L stainless steel powder during selective laser melting. Applied Surface Science, 256(13) :4350–4356, April 2010.
- [108] J.P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, and B. Lauwers. Selective laser melting of iron-based powder. Journal of Materials Processing Technology, 149(1-3) :616–622, June 2004.
- [109] J. A. Cherry, H. M. Davies, S. Mehmood, N. P. Lavery, S. G. R. Brown, and J. Sienz. Investigation into the effect of process parameters on microstructural and physical properties of 316L stainless steel parts by selective laser melting. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 76(5-8) :869–879, February 2015.

- [110] Ruidi Li, Jinhui Liu, Yusheng Shi, Li Wang, and Wei Jiang. Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 59(9-12) :1025–1035, April 2012.
- [111] K. Alrbaey, D. Wimpenny, R. Tosi, W. Manning, and A. Moroz. On Optimization of Surface Roughness of Selective Laser Melted Stainless Steel Parts : A Statistical Study. Journal of Materials Engineering and Performance, 23(6) :2139–2148, June 2014.
- [112] Giovanni Strano, Liang Hao, Richard M. Everson, and Kenneth E. Evans. Surface roughness analysis, modelling and prediction in selective laser melting. Journal of Materials Processing Technology, 213(4) :589–597, April 2013.
- [113] Nikolay K. Tolochko, Sergei E. Mozzharov, Igor A. Yadroitsev, Tahar Laoui, Ludo Froyen, Victor I. Titov, and Michail B. Ignatiev. Balling processes during selective laser treatment of powders. Rapid Prototyping Journal, 10(2) :78–87, April 2004.
- [114] Jean-Pierre Kruth, Jan Deckers, Evren Yasa, and Ruben Wauthlé. Assessing and comparing influencing factors of residual stresses in selective laser melting using a novel analysis method. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B : Journal of Engineering Manufacture, 226(6) :980–991, June 2012.
- [115] T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, and W. Zhang. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. Progress in Materials Science, 92 :112–224, March 2018.
- [116] Laurent van Belle, Guillaume Vansteenkiste, and Jean Claude Boyer. Investigation of Residual Stresses Induced during the Selective Laser Melting Process. Key Engineering Materials, 554-557 :1828–1834, June 2013.
- [117] Laurent Van Belle. Analyse, modélisation et simulation de l’apparition de contraintes en fusion laser métallique. PhD thesis, Université de Technologie de Troyes, 2013.
- [118] M. Shiomi, K. Osakada, K. Nakamura, T. Yamashita, and F. Abe. Residual Stress within Metallic Model Made by Selective Laser Melting Process. CIRP Annals, 53(1) :195–198, 2004.
- [119] M Gao, ZM Wang, XY Li, and XY Zeng. The effect of deposition patterns on the deformation of substrates during direct laser fabrication. Comput Method Appl Mech Eng, 2013.
- [120] Luca Facchini, Emanuele Magalini, Pierfrancesco Robotti, Alberto Molinari, Simon Höges, and Konrad Wissenbach. Ductility of a Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting of prealloyed powders. Rapid Prototyping Journal, 16(6) :450–459, October 2010.
- [121] F.H. Froes. Titanium : Alloying. 2001.
- [122] Bhaskar Dutta and Francis H. Froes. Additive Manufacturing of Titanium Alloys : State of the Art, Challenges and Opportunities. Elsevier, 2016.
- [123] Robert Pederson. Microstructure and phase transformation of Ti-6Al-4V. PhD thesis, Lulea University of technology, 2002.
- [124] Gerd Lütjering and James C. Williams. Titanium. Engineering Materials and Processes. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2003.
- [125] W.G. Burgers. On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium. Physica, 1(7-12) :561–586, May 1934.

- [126] J B Newkirk and A H Geisler. Crystallographic aspects of the beta to alpha transformation in titanium. Acta Met.
- [127] D. Raabe. Introduction to titanium alloys. <http://www.dierk-raabe.com/titanium-alloys/>.
- [128] Joanne L. Murray. Calculation of the titanium-aluminum phase diagram. Metallurgical Transactions A, 19(2) :243–247, February 1988.
- [129] Reham Reda, Abdel-Hamid Hussein, Adel Nofal, M. Sobih, and El-Sayed M. El-Banna. Effect of welding processes and postweld heat treatment on the mechanical properties of Ti-6Al-4V castings. International Journal of Materials Engineering and Technology, 13(1) :1–21, January 2015.
- [130] L.E. Murr, S.A. Quinones, S.M. Gaytan, M.I. Lopez, A. Rodela, E.Y. Martinez, D.H. Hernandez, E. Martinez, F. Medina, and R.B. Wicker. Microstructure and mechanical behavior of Ti-6Al-4V produced by rapid-layer manufacturing, for biomedical applications. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 2(1) :20–32, January 2009.
- [131] Charlie R. Brooks. Heat Treatment, Structure, and Properties of Nonferrous Alloys. 1982.
- [132] Natalie Gey. Etude des changements de textures par transformation de phase beta-alpha dans des produits TA6V laminés à chaud. PhD thesis, Université de Lorraine, 1996.
- [133] H. K. Rafi, N. V. Karthik, Haijun Gong, Thomas L. Starr, and Brent E. Stucker. Microstructures and Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Parts Fabricated by Selective Laser Melting and Electron Beam Melting. Journal of Materials Engineering and Performance, 22(12) :3872–3883, December 2013.
- [134] J. Sieniawski, W. Ziaja, K. Kubiak, and M. Motyk. Microstructure and Mechanical Properties of High Strength Two-Phase Titanium Alloys. In Jan Sieniawski, editor, Titanium Alloys - Advances in Properties Control. InTech, May 2013.
- [135] T Ahmed and H J Rack. Phase transformations during cooling in h +i titanium alloys. Materials Science and Engineering A, page 6, 1998.
- [136] Jingjing Yang, Hanchen Yu, Jie Yin, Ming Gao, Zemin Wang, and Xiaoyan Zeng. Formation and control of martensite in Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting. Materials & Design, 108 :308–318, October 2016.
- [137] Lore Thijs, Frederik Verhaeghe, Tom Craeghs, Jan Van Humbeeck, and Jean-Pierre Kruth. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V. Acta Materialia, 58(9) :3303–3312, May 2010.
- [138] Joy Gockel, Luke Sheridan, Sneha P. Narra, Nathan W. Klingbeil, and Jack Beuth. Trends in Solidification Grain Size and Morphology for Additive Manufacturing of Ti-6Al-4V. JOM, 69(12) :2706–2710, December 2017.
- [139] Chandrakanth 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. PhD thesis, Wright State University, 2016.
- [140] M. Simonelli, Y.Y. Tse, and C. Tuck. Effect of the build orientation on the mechanical properties and fracture modes of SLM Ti-6Al-4V. Materials Science and Engineering : A, 616 :1–11, October 2014.

- [141] J. J. S. Dilip, Shanshan Zhang, Chong Teng, Kai Zeng, Chris Robinson, Deepankar Pal, and Brent Stucker. Influence of processing parameters on the evolution of melt pool, porosity, and microstructures in Ti-6Al-4V alloy parts fabricated by selective laser melting. Progress in Additive Manufacturing, 2(3) :157–167, 2017.
- [142] Guilherme Arthur Longhitano, Maria Aparecida Larosa, André Luiz Jardini, Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia, and Maria Clara Filippini Ierardi. Correlation between microstructures and mechanical properties under tensile and compression tests of heat-treated Ti-6Al-4V ELI alloy produced by additive manufacturing for biomedical applications. Journal of Materials Processing Technology, 252 :202–210, February 2018.
- [143] Michael M. Kirka, Peeyush Nandwana, Yousub Lee, and Ryan R. Dehoff. Solidification and solid-state transformation sciences in metals additive manufacturing. Scripta Materialia, 135 :130–134, July 2017.
- [144] O. Zinovieva, A. Zinoviev, and V. Ploshikhin. Three-dimensional modeling of the microstructure evolution during metal additive manufacturing. Computational Materials Science, 141 :207–220, January 2018.
- [145] B. Vrancken, L. Thijs, J.-P. Kruth, and J. Van Humbeeck. Microstructure and mechanical properties of a novel β titanium metallic composite by selective laser melting. Acta Materialia, 68 :150–158, April 2014.
- [146] T. F. Broderick, A. G. Jackson, H. Jones, and F. H. Froes. The effect of cooling conditions on the microstructure of rapidly solidified Ti-6Al-4V. Metallurgical Transactions A, 16(11) :1951–1959, November 1985.
- [147] A.A. Antonysamy, J. Meyer, and P.B. Prangnell. Effect of build geometry on the beta-grain structure and texture in additive manufacture of Ti6Al4V by selective electron beam melting. Materials Characterization, 84 :153–168, October 2013.
- [148] S. Leuders, M. Thöne, A. Riemer, T. Niendorf, T. Tröster, H.A. Richard, and H.J. Maier. On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting : Fatigue resistance and crack growth performance. International Journal of Fatigue, 48 :300–307, March 2013.
- [149] Galina Kasperovich and Joachim Hausmann. Improvement of fatigue resistance and ductility of TiAl6V4 processed by selective laser melting. Journal of Materials Processing Technology, 220 :202–214, June 2015.
- [150] Bey Vrancken, Lore Thijs, Jean-Pierre Kruth, and Jan Van Humbeeck. Heat treatment of Ti-6Al-4V produced by Selective Laser Melting : Microstructure and mechanical properties. Journal of Alloys and Compounds, 541 :177–185, November 2012.
- [151] Eckart Uhlmann, Robert Kersting, Tiago Borsoi Klein, Marcio Fernando Cruz, and Anderson Vicente Borille. Additive Manufacturing of Titanium Alloy for Aircraft Components. Procedia CIRP, 35 :55–60, 2015.
- [152] Xiang-Yu Zhang, Gang Fang, Sander Leeftang, Amarante J. Böttger, Amir A. Zadpoor, and Jie Zhou. Effect of subtransus heat treatment on the microstructure and mechanical properties of additively manufactured Ti-6Al-4V alloy. Journal of Alloys and Compounds, 735 :1562–1575, February 2018.
- [153] W. Xu, M. Brandt, S. Sun, J. Elambasseril, Q. Liu, K. Latham, K. Xia, and M. Qian. Additive manufacturing of strong and ductile Ti-6Al-4V by selective laser melting via in situ martensite decomposition. Acta Materialia, 85 :74–84, February 2015.

- [154] A novel method for grain refinement and microstructure modification in TiAl alloy by ultrasonic vibration, volume = 653, issn = 09215093, url = <https://linking-hub.elsevier.com/retrieve/pii/S092150931530695X>, doi = 10.1016/j.msea.2015.12.001, language = en, urldate = 2020-06-10, journal = Materials Science and Engineering : A, author = Ruirun, Chen and Deshuang, Zheng and Jingjie, Guo and Tengfei, Ma and Hongsheng, Ding and Yanqing, Su and Hengzhi, Fu, month = jan, year = 2016, pages = 23–26,.
- [155] M Thöne, S Leuders, A Riemer, T Tröster, and H A Richard. Influence of heat-treatment on Selective Laser Melting products – e.g. Ti-6Al-4V. page 7, 2012.
- [156] R Boyer, E.W. Collings, and G. Welsch. Materials Properties Handbook : Titanium Alloys. 1994.
- [157] V. Cain, L. Thijs, J. Van Humbeeck, B. Van Hooreweder, and R. Knutsen. Crack propagation and fracture toughness of Ti6Al4V alloy produced by selective laser melting. Additive Manufacturing, 5 :68–76, January 2015.
- [158] Haijun Gong, Khalid Rafi, Hengfeng Gu, G.D. Janaki Ram, Thomas Starr, and Brent Stucker. Influence of defects on mechanical properties of Ti–6Al–4V components produced by selective laser melting and electron beam melting. Materials & Design, 86 :545–554, December 2015.
- [159] Gerrit Ter Haar and Thorsten Becker. Selective Laser Melting Produced Ti-6Al-4V : Post-Process Heat Treatments to Achieve Superior Tensile Properties. Materials, 11(1) :146, January 2018.
- [160] Kai Guan, Zemin Wang, M. Gao, Xiangyou Li, and Xiaoyan Zeng. Effects of processing parameters on tensile properties of selective laser melted 304 stainless steel. Materials & Design, 50 :581–586, 09 2013.
- [161] Chunlei Qiu, Nicholas J.E. Adkins, and Moataz M. Attallah. Microstructure and tensile properties of selectively laser-melted and of HIPed laser-melted Ti–6Al–4V. Materials Science and Engineering : A, 578 :230–239, August 2013.
- [162] Z.H. Jiao, R.D. Xu, H.C. Yu, and X.R. Wu. Evaluation on Tensile and Fatigue Crack Growth Performances of Ti6Al4V Alloy Produced by Selective Laser Melting. Procedia Structural Integrity, 7 :124–132, 2017.
- [163] Ali Fatemi, Reza Molaei, Shahriar Sharifimehr, Nam Phan, and Nima Shamsaei. Multiaxial fatigue behavior of wrought and additive manufactured Ti-6Al-4V including surface finish effect. International Journal of Fatigue, 100 :347–366, July 2017.
- [164] Xingchen Yan, Shuo Yin, Chaoyue Chen, Chunjie Huang, Rodolphe Bolot, Rocco Lupoi, Min Kuang, Wenyong Ma, Christian Coddet, Hanlin Liao, and Min Liu. Effect of heat treatment on the phase transformation and mechanical properties of Ti-6Al-4V fabricated by selective laser melting. Journal of Alloys and Compounds, 764 :1056–1071, October 2018.
- [165] Dylan Agius, Kyriakos I. Kourousis, Chris Wallbrink, and Tingting Song. Cyclic plasticity and microstructure of as-built SLM Ti-6Al-4V : The effect of build orientation. Materials Science and Engineering : A, 701 :85–100, July 2017.
- [166] S. Palanivel, A.K. Dutt, E.J. Faierson, and R.S. Mishra. Spatially dependent properties in a laser additive manufactured ti–6al–4v component. Materials Science and Engineering, 654 :39–52, January 2016.
- [167] T. Vilaro, C. Colin, and J. D. Bartout. As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting. Metallurgical and Materials Transactions A, 42(10) :3190–3199, October 2011.

- [168] C.P. Ma, Y.C. Guan, and W. Zhou. Laser polishing of additive manufactured Ti alloys. Optics and Lasers in Engineering, 93 :171–177, June 2017.
- [169] Victor Chastand. Etude du comportement mécanique et des mécanismes d’endommagement de pièces métalliques réalisées par fabrication additive. PhD thesis, Centrale Lille, 2016.
- [170] S. Bagehorn, J. Wehr, and H.J. Maier. Application of mechanical surface finishing processes for roughness reduction and fatigue improvement of additively manufactured Ti-6Al-4V parts. International Journal of Fatigue, 102 :135–142, September 2017.
- [171] Punit Kumar, Om Prakash, and Upadrasta Ramamurty. Micro-and meso-structures and their influence on mechanical properties of selectively laser melted Ti-6Al-4V. Acta Materialia, 154 :246–260, August 2018.
- [172] Riemer A and Richard H.A. Crack propagation in additive manufactured materials and structures. Procedia Struct. Integr, pages 1229–1236, 2016.
- [173] Magnus Kahlin. Fatigue Performance of Additive Manufactured Ti6Al4V in Aerospace Applications. PhD thesis, Linköping University Electronic Press, May 2017.
- [174] K.F. Walker, Q. Liu, and M. Brandt. Evaluation of fatigue crack propagation behaviour in Ti-6Al-4V manufactured by selective laser melting. International Journal of Fatigue, 104 :302–308, November 2017.
- [175] Eric Wycisk, Andreas Solbach, Shafaqat Siddique, Dirk Herzog, Frank Walther, and Claus Emmelmann. Effects of Defects in Laser Additive Manufactured Ti-6Al-4V on Fatigue Properties. Physics Procedia, 56 :371–378, 2014.
- [176] Bastien Vayssette, Nicolas Saintier, Charles Brugger, Mohamed Elmay, and Etienne Pessard. Surface roughness of Ti-6Al-4V parts obtained by SLM and EBM : Effect on the High Cycle Fatigue life. Procedia Engineering, 213 :89–97, 2018.
- [177] Aref Yadollahi and Nima Shamsaei. Additive manufacturing of fatigue resistant materials : Challenges and opportunities. International Journal of Fatigue, 98 :14–31, May 2017.
- [178] Grzegorz Pyka, Greet Kerckhofs, Ioannis Papantoniou, Mathew Speirs, Jan Schrooten, and Martine Wevers. Surface Roughness and Morphology Customization of Additive Manufactured Open Porous Ti6Al4V Structures. Materials, 6(10) :4737–4757, October 2013.
- [179] Jianfeng Sun, Yongqiang Yang, and Di Wang. Parametric optimization of selective laser melting for forming Ti6Al4V samples by Taguchi method. Optics & Laser Technology, 49 :118–124, July 2013.
- [180] AFNOR. Analyse granulométrique - Méthodes par diffraction laser - Principes généraux, octobre 2009.
- [181] AFNOR. Représentation de données obtenues par analyse granulométrique - Partie 1 : Représentation graphique, juin 1998.
- [182] AFNOR. Matériaux métalliques — Essai de traction — Partie 1 : Méthode d’essai à température ambiante, décembre 2019.
- [183] AFNOR. Matériaux métalliques — Essais de fatigue — Méthode par force axiale contrôlée, octobre 2019.
- [184] Missiaen Jean-Michel. Etude par analyse d’images des milieux granulaires : caractérisation des contacts et de l’homogénéité. PhD thesis, Ecole national supérieure des mines de Saint-Etienne, 1989.

- [185] Nicola Döbelin. Lesson 1 : XRD and rietveld refinement, 2015.
- [186] Suard Mathieu. Characterization and optimization of Lattice Structures made by Electron Beam Melting. PhD thesis, Université de Grenoble, 2015.
- [187] Horsin Molinaro Hélène, Hild François, and Roux Stéphane. La tomographie en sciences et mécanique des matériaux : voyage aux centres des matériaux, 2014.
- [188] Pavel Pavliček and Ondřej Hýbl. White-light interferometry on rough surfaces—measurement uncertainty caused by surface roughness. Appl. Opt., 47(16) :2941–2949, Jun.
- [189] AFNOR. Spécification géométrique des produits (GPS) - État de surface : méthode du profil, août 2009.
- [190] AFNOR. Matériaux métalliques - Essai de dureté Vickers - Partie 1 : Méthode d'essai, mars 2018.
- [191] William G. Cochran. Early development of techniques in comparative experimentation. 1976.
- [192] R. A. Fisher. Statistical methods for research workers. Springer New York.
- [193] Yates F. Complex experiments. Royal statistical society, pages 181–247, 1935.
- [194] W. G. Cochran. Long-term agricultural experiments. Royal statistical society, pages 104–148, 1939.
- [195] Pillet Maurice. Les plans d'expériences par la méthode TAGUCHI. Editions d'Organisation, 2011.
- [196] Minitab. <https://support.minitab.com/fr-fr/minitab/18/help-and-how-to/modeling-statistics/doe/supporting-topics/basics/orthogonal-designs/>.
- [197] Goupy Jacques. Les plans d'expériences, chapter Tutoriel. Revue MODULAD, 2006.
- [198] Ellistat. <https://ellistat.com/>.
- [199] Chouquet C. Modeles lineaires, 2010.
- [200] Haize Galarraga, Diana A. Lados, Ryan R. Dehoff, Michael M. Kirka, and Peeyush Nandwana. Effects of the microstructure and porosity on properties of Ti-6Al-4V eli alloy fabricated by electron beam melting (ebm). Additive Manufacturing, 10 :47 – 57, 2016.
- [201] Tucho W.M., Lysne V.H., Austbo Ha., Sjolyst-Kverneland A., and Hansen V. Investigation of effects of process parameters on microstructure and hardness of slm manufactured ss316l. Journal of Alloys and Compounds, 2018.
- [202] Shi Xuezhi, Yan Cheng, Feng Wuwei, Zhang Yulian, and Leng Zhe. Effect of high layer thickness on surface quality and defect behavior of Ti-6Al-4V fabricated by selective laser melting. Optics & Laser Technology, 132, 2020.
- [203] Rousseau Jean Nicolas, Bois-Brochu Alexandre, and Blais Carl. Effect of oxygen content in new and reused powder on microstructural and mechanical properties of Ti-6Al-4V parts produced by directed energy deposition. Additive Manufacturing, 23 :197 – 205, 2018.
- [204] M. Zhang, C. Liu, X. Shi, X. Chen, C. Chen, J. Zuo, J. Lu, and S Ma. Residual stress, defects and grain morphology of Ti-6Al-4V alloy produced by ultrasonic impact treatment assisted selective laser melting. Appl. Sci., 6, 2016.
- [205] Wu Ming-Wei, Chen Jhewn-Kuang, Lin Bo-Huan, and Chiang Po-Hsing. Improved fatigue endurance ratio of additive manufactured Ti-6Al-4V lattice by hot isostatic pressing. Materials & Design, 134 :163 – 170, 2017.

- [206] Haider Ali, Hassan Ghadbeigi, and Kamran Mumtaz. Processing parameter effects on residual stress and mechanical properties of selective laser melted Ti-6Al-4V. Journal of Materials Engineering and Performance, 27 :4059 – 4068, 2018.
- [207] Lesyk D.A., Martinez S., Mordyuk B.N., Dzhemelinskyi V.V., Lamikiz ., and Prokopenko G.I. Post-processing of the inconel 718 alloy parts fabricated by selective laser melting : effects of mechanical surface treatments on surface topography, porosity, hardness and residual stress. Surface and Coatings Technology, 381 :125136, 2020.
- [208] Guian Qian, Yanfeng Li, D.S. Paolino, A. Tridello, F. Berto, and Youshi Hong. Very-high-cycle fatigue behavior of Ti-6Al-4V manufactured by selective laser melting : Effect of build orientation. International Journal of Fatigue, 136 :105628, 2020.
- [209] Antonio Cutolo, Bram Neirinck, Karel Lietaert, Charlotte de Formanoir, and Brecht Van Hooreweder. Influence of layer thickness and post-process treatments on the fatigue properties of coco scaffolds produced by laser powder bed fusion. Additive Manufacturing, 23 :498 – 504, 2018.
- [210] Cambre N. Kelly, Nathan T. Evans, Cameron W. Irvin, Savita C. Chapman, Ken Gall, and David L. Safranski. The effect of surface topography and porosity on the tensile fatigue of 3d printed Ti-6Al-4V fabricated by selective laser melting. Materials Science and Engineering ;, 98 :726 – 736, 2019.
- [211] Mahmoud Elsayed, Mootaz Ghazy, Yehia Youssef, and Khamis Essa. Optimization of slm process parameters for Ti-6Al-4V medical implants. Rapid Prototyping Journal, 25 :433 – 447, 2018.
- [212] Nesma T. Aboulkhair, Nicola M. Everitt, Ian Ashcroft, and Chris Tuck. Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting. Additive Manufacturing, 1-4 :77–86, October 2014.
- [213] Sebastian Greco. Selective laser melting slm of aisi 316l — impact of laser power , layer thickness , and hatch spacing on roughness , density , and microhardness at constant input energy density. pages 1551–1562, 2020.
- [214] Bi Zhang, Yongtao Li, and Qian Bai. Defect Formation Mechanisms in Selective Laser Melting. Chinese Journal of Mechanical Engineering, 30(3) :515–527, 2017.
- [215] ASTM. Iso f 1472 : Standard specification for wrought titanium-6aluminum-4vanadium alloy for surgical implant applications, 2014.
- [216] Pierre Graverau. Introduction à la pratique de la diffraction des rayons x par les poudres, 2012.
- [217] S. Tzeng, J. Lin, Y. Yao, and Yih-Sharnng Chen. Electrical resistivity of ti0.862al0.102v0.036 alloy between 4 and 1000 k. Journal of The Physical Society of Japan - J PHYS SOC JPN, 61, 02 1992.
- [218] Brandão Ana D., Gerard Romain, Gumpinger Johannes, Beretta Stefano, Makaya Advenit, Pam-baguian Laurent, and Ghidini Tommaso. Challenges in additive manufacturing of space parts : Powder feedstock cross-contamination and its impact on end products. Materials, 2017.
- [219] Montanari R, Costanza G., Tata M.E., and Testani C. Lattice expansion of Ti-6Al-4V by nitrogen and oxygen absorption. Materials Characterization, 59 :334–337, 2008.
- [220] Oxidation of Ti-6Al-4V alloy. Journal of Alloys and Compounds, 472(1) :241 – 246, 2009.
- [221] Velasco-Castro M., Hernandez-Naca E., Fugueroa I.A., Todd I., and Godall R. The effect of oxygen pickup during selective laser melting on the microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V lattices. Heliyon, 5(12), 2019.

-
- [222] Influence of powder characteristics and additive manufacturing process parameters on the microstructure and mechanical behaviour of inconel 625 fabricated by selective laser melting. Additive Manufacturing, 24 :419 – 431, 2018.
- [223] Thomas Marc. Qualité des poudres métalliques en fabrication additive : Etat des lieux et perspectives. Colloque Poudres2019, 2019.
- [224] F Calignano. Investigation of the accuracy and roughness in the laser powder bed fusion process. Virtual and Physical Prototyping, 0(0) :1–8, 2018.
- [225] Y.T. Lee and G. Welsch. Young's modulus and damping of Ti-6Al-4V alloy as a function of heat treatment and oxygen concentration. Materials Science and Engineering :, 128(1) :77 – 89, 1990.
- [226] Zongyu Xie, Yu Dai, Xiaoqin Ou, and Min Song. Effects of selective laser melting build orientations on the microstructure and tensile performance of Ti-6Al-4V alloy. Materials Science and Engineering, 776, 2020.
- [227] Johannes Günther, Stefan Leuders, Peter Koppa, Thomas Tröster, Sebastian Henkel, Horst Biermann, and Thomas Niendorf. On the effect of internal channels and surface roughness on the high-cycle fatigue performance of Ti-6Al-4V processed by SLM. Materials & Design, 143 :1–11, 2018.
- [228] Marco Simonelli, Chris Tuck, Nesma T. Aboulkhair, Ian Maskery, Ian Ashcroft, Ricky D. Wildman, and Richard Hague. A Study on the Laser Spatter and the Oxidation Reactions During Selective Laser Melting of 316L Stainless Steel, Al-Si10-Mg, and Ti-6Al-4V. Metallurgical and Materials Transactions A, 46(9) :3842–3851, September 2015.
- [229] Cesbron Mathias, Antion Caroline, Déprès Christophe, Toussaint Franck, and Mougel Gautier. Influence des paramètres process du procédé slm sur les propriétés mécaniques du TA6V.
- [230] Cesbron Mathias, Antion Caroline, Déprès Christophe, Toussaint Franck, and Mougel Gautier. Effet du recyclage des poudres dans le procédé slm sur leurs caractéristiques morphologiques : application au TA6V. 2019.
- [231] Sabine Le Roux, Mehdi Salem, and Anis Hor. Improvement of the bridge curvature method to assess residual stresses in selective laser melting. Additive Manufacturing, 22 :320 – 329, 2018.
- [232] L. Mugwagwa, D. Dimitrov, S. Matope, and I. Yadroitsev. Evaluation of the impact of scanning strategies on residual stresses in selective laser melting. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 102(5) :2441–2450, June 2019.
- [233] Thomas Pottier. Identification paramétrique par recalage de modèles d'éléments finis couplée à des mesures de champs cinématiques et thermiques. PhD thesis, Université de Savoie, 2010.
- [234] Bizet Laurent, Charleux Ludovic, Balland Pascale, and Tabourot Laurent. Influence of heterogeneities introduced into the modelling of a ring compression test. Archives of Civil and Mechanical Engineering, 17(2) :365 – 374, 2017".

Table des figures

1	Photo d'une partie de la salle de production du procédé de fabrication DMLS au sein de l'entreprise INITIAL.	1
2	(a) Schéma de la plateforme de préparation à l'impression réalisée avec le logiciel MAGICS et (b) plateau de fabrication avec pièces solidarisiées en sortie d'impression.	2
1.1	Gain de temps sur l'industrialisation des produits grâce à la FA.	6
1.2	Représentation schématique du développement des sept grandes familles de la fabrication additive. Schéma des procédés issues de [6].	7
1.3	Chaîne numérique pour la fabrication d'un objet en FA [21].	10
1.4	Classification des procédés de fabrication additive métallique [22].	11
1.5	Schéma du principe de fabrication du procédé SLS [35].	12
1.6	Schéma du principe de fabrication du procédé EBM [44].	12
1.7	Représentation des quatre catégories influençant l'élaboration des pièces par le procédé DMLS avec les poudres (en bleu), les paramètres d'impression (en orange), les propriétés microstructurales (en vert) et les propriétés mécaniques (en rouge foncé) [56].	13
1.8	Schémas des principes de fabrication de poudre de Ti-6Al-4V pour la fabrication additive, (a) procédé d'atomisation par un gaz, (b) procédé d'atomisation plasma et (c) procédé d'atomisation par électrode tournante [57].	14
1.9	Représentation graphique qualitative de la densité apparente en fonction de la forme des particules.	15
1.10	Schéma de principe du recyclage des poudres [71].	17
1.11	Evolution de la distribution en taille des particules de poudre de Ti-6Al-4V par le procédé EBM en fonction du nombre de recyclages [72].	17
1.12	Evolution des paramètres D_{10} , D_{50} et D_{90} en fonction du nombre de recyclages sur une poudre d'acier inoxydable [73].	18
1.13	Image en microscopie électronique à balayage montrant la présence d'hétérogénéités (entourée en rouge) dans une poudre neuve de Ti-6Al-4V [74].	18
1.14	Images en microscopie électronique à balayage montrant la perte de sphéricité d'une particule de poudre en fonction du nombre de recyclages (a) 1 recyclage, (b) 7 recyclages, (c) 10 recyclages, (d) 20 recyclages et (e) 30 recyclages [74].	19
1.15	(a) Evolution du pourcentage massique d'oxygène (bleu), d'azote (vert) et d'hydrogène (rouge) en fonction du nombre de recyclages [74] mesurée par fluorescence X et (b) évolution du pourcentage massique d'oxygène en fonction du nombre de recyclages [72] mesurée par fusion sous gaz inerte.	19
1.16	Evolution du pourcentage massique d'oxygène et de d'azote en fonction du nombre de recyclages sur le procédé SLM [77] mesurée par fusion sous gaz inerte.	20
1.17	Exposition des paramètres du procédé SLM [78].	20
1.18	Exposition des paramètres du procédé SLM liés au faisceau laser [79].	21

1.19	Schéma des principales stratégies de lasage [58].	22
1.20	(a) Graphique schématisant les différents états du bain lié au couple (P,V) et (b) évolution du taux de porosités au regard de la densité d'énergie apportée en fonction de la vitesse de balayage pour une puissance laser de 120 W sur le procédé SLM avec de la poudre de Ti-6Al-4V [82].	22
1.21	Représentation graphique du taux de porosités en fonction de l'épaisseur de couche lasée avec les micrographies MEB associées [83] pour une puissance laser de 400 W.	23
1.22	Schéma représentant l'agencement optimisé de particules de poudre pour une poudre (a) mono-modale, (b) bi-modale avec $D_L \gg D_S$, (c) tri-modale avec $D_L \gg D_M \gg D_S$ et (d) bi-modale avec $D_L \sim D_S$ [84].	24
1.23	Schéma représentant le mouvement du bain liquide en fonction de la tension de surface de ce dernier [96].	25
1.24	(a) Aspect de surface du bain liquide et champs de déplacement de l'atmosphère de fabrication en (a) He, (b) Ar et (c) N ₂ , (b) Aspect de surface d'échantillon élaborés sous atmosphère protectrice en (a) He, (b) Ar et (c) N ₂ [97].	26
1.25	Génération des porosités liées aux porosités internes de particules de poudre dans le bain liquide. Les porosités sont représentées en violet [98].	27
1.26	Représentation (a) de côté et (b) de face du faisceau laser sur le lit de poudre [100].	28
1.27	Apparition de porosités à la suite de l'effet balling [110].	28
1.28	Rugosité optique en fonction de la puissance laser (W) et de la vitesse de balayage (mm/min). [111].	29
1.29	(a) Schéma de principe sur l'effet du re-melting et (b) effet sur l'état de surface par imagerie MEB [111].	29
1.30	Représentation graphique des contraintes résiduelles en fonction de la hauteur de la pièce fabriquée [116].	30
1.31	Représentation schématique de la transformation allotropique du titane à 882°C de la phase α hexagonale compact à la phase β cubique centrée [121, 122].	31
1.32	Effets des différents éléments alphasènes et bêtagènes sur la stabilité des domaines (α Ti) et (β Ti) [127].	32
1.33	Diagramme binaire de l'alliage Ti-Al [128].	33
1.34	Coupe isoplète du diagramme d'équilibre Ti6Al-V [129].	33
1.35	Principe de nucléation de la α à partir de la phase β sur un alliage de Ti-6Al-4V [131]. La phase α apparaît en clair et la phase β sombre.	34
1.36	Diagramme TRC du Ti-6Al-4V [134].	35
1.37	Structure martensitique hiérarchisée de l'alliage Ti-6Al-4V élaboré par le procédé de fabrication DMLS [136] et (b) schéma explicatif de la structure hiérarchique [141].	36
1.38	Schéma explicatif de la hiérarchisation d'apparition de la martensite [141].	36
1.39	Microstructure martensitique d'une section (a) parallèle et (b) perpendiculaire à l'axe de fabrication issue des grains β antérieures et equiaxes sur un alliage de titane Ti-6Al-4V eli [142].	37
1.40	Origine de la structure colonnaire due au phénomène d'épitaxie [145].	37
1.41	Microstructures de l'alliage de Ti-6Al-4V obtenues pour un revenu de 2 heures (a) à 1000°C et (b) à 950°C.	39
1.42	Micrographies optique (a), (c), (e) et (g) et électronique (b), (d), (f) et (h) pour les traitements thermiques à 650 °C (a) et (b), 730 °C (c) et (d), 850 °C (e) et (f) et 950 °C (g) et (h) pendant deux heures [152].	39
1.43	Variation des propriétés mécaniques en traction d'échantillons en Ti-6Al-4V issue du procédé SLM en fonction des traitements thermiques. AB - As-Built, SR - Stress reliese (650°C, 4h) et traitement thermique Haute Température - HT (890°C, 2h) [157].	41
1.44	Effet de l'axe de fabrication sur la microstructure.	42
1.45	Impact de l'orientation de fabrication sur un alliage cobalt-chrome [160].	42

1.46	Effet de l'orientation couplé à deux traitements thermiques (AB et HIP) sur un alliage de Ti-6Al-4V élaboré par le procédé SLM [161].	43
1.47	Effet de la rugosimétrie sur le comportement en traction d'échantillon en Ti-6Al-4V élaboré par le procédé DMLS [166].	44
1.48	Graphique représentant l'évolution de la dureté HV en fonction de la microstructure et des températures de traitements thermiques [167] (AC : Air Cooling, FC : Furnace cooling).	45
1.49	Évolution de la dureté à partir de la surface d'un échantillon à la suite d'un polissage [168]	46
1.50	Tenue mécanique d'échantillons en Ti-6Al-4V en fonction de leurs états de surface et orientation par rapport à des échantillons forgés (wrought) et issus de fonderie (casting) [169].	46
1.51	Effet des traitements thermiques sur la tenue en fatigue d'échantillons bruts d'élaboration, après un traitement thermique de 900°C et après un traitement HIP [164].	47
1.52	Courbes de Wohlers sur des échantillons de Ti-6Al-4V fabriqués par fusion sur lit de poudre (a) avec polissage et (b) sans polissage [175].	47
1.53	Effet de la rugosimétrie sur la tenue en fatigue d'échantillons fabriqués par les procédés SLM et EBM [176].	48
1.54	Effet de l'orientation de fabrication sur la tenue en fatigue d'échantillons fabriqués horizontalement et verticalement puis usinés [174].	48
1.55	Localisation d'un défaut dans un échantillon de fatigue et sollicitation de ce dernier lors d'essais mécaniques. [177].	49
1.56	Mise en avant des adoucissements et durcissements cycliques liés à l'orientation de fabrication [165].	49
2.1	Géométrie des différents échantillons de Ti-6Al-4V élaborés. (a) Eprouvette de traction uniaxiale, (b) éprouvette de fatigue et (c) bloc métallographique.	53
2.2	Schéma du cycle de production des pièces par le procédé DMLS au sein de l'entreprise Initial.	54
2.3	(a) Retrait de la poudre en excès, (b) plateforme de fabrication extraite de la machine avec les pièces fabriquées et (c) découpe fil par électro-érosion pour désolidariser les pièces de la plateforme de fabrication.	55
2.4	(a) Image MEB montrant une distribution uniforme et plane des particules et (b) une image MEB montrant une distribution non uniforme avec un fort recouvrement des particules.	57
2.5	Images MEB en électrons secondaires montrant des poudres de Ti-6Al-4V réalisées à (a) $\times 150$, (b) $\times 500$ et (c) $\times 5500$	58
2.6	Traitement initial de l'image : (a) image brute en nuance de gris et (b) image binarisée.	58
2.7	Schéma de la "région de garde" appliquée sur les images de particules de poudre.	59
2.8	Image MEB d'une particule de poudre Ti-6Al-4V (a) sphérique ($FF \approx 1$) et (b) de forme ellipsoïde ($FF \ll 1$).	60
2.9	Représentation graphique de la distribution en taille du diamètre des particules de poudre en fonction de leur fréquence d'apparition.	60
2.10	Représentation graphique de la déconvolution de la distribution en taille des particules en deux sous-familles (pics modaux).	61
2.11	Représentation graphique de l'effectif cumulé croissant (en rouge) pour la détermination des paramètres D_{10} , D_{50} et D_{90}	61
2.12	Axes des découpes des échantillons en pointillés pour les observations dans le plan (\vec{x}, \vec{z}) (longitudinal) et dans le plan (\vec{x}, \vec{y}) (transversal).	62
2.13	Alliage de Ti-6Al-4V recuit (2h, 930°C, 1000 bars) élaboré par le procédé DMLS présentant une microstructure lamellaire biphasée ($\alpha + \beta$), après polissage et attaque chimique au réactif de Kroll dans une section normale à l'axe de fabrication.	63

2.14	Schéma de principe des interactions électrons-matière utilisées en microscopie électronique à balayage (en rouge le faisceau d'électrons incident, en bleu les électrons rétrodiffusés et secondaires et en vert les photons).	64
2.15	Schéma du principe de fonctionnement de la diffraction [185].	65
2.16	Exemple de spectre de diffraction d'un matériau cristallin par diffraction des rayons X [185].	65
2.17	Principe de l'itération pour l'affinement Rietveld [185].	66
2.18	Schéma du principe de fonctionnement de la tomographie par rayons X [186].	67
2.19	Schéma du principe de fonctionnement de l'interférométrie optique [188].	68
2.20	Machine de traction Instron 5569	68
2.21	Courbe typique de traction en contrainte-déformation.	69
2.22	Représentation schématisée des différentes zones de rupture observées.	69
2.23	Représentation graphique des variations de mesures de l'allongement à rupture en fonction de la méthode choisie.	70
2.24	Image de la machine de fatigue Bose 3520 montée avec un extensomètre mécanique uniaxiale.	70
2.25	Réalisation du filtrage des données. (a) Courbe brute expérimentale, (b) courbes brutes dérivées sur lesquelles le filtrage est appliqué et (c) courbes expérimentales corrigées (exemple donné sur la déformation maximale (bleue) et minimale (rouge) mesurée par extensométrie).	71
2.26	Représentations graphiques de (a) l'effet principal d'un facteur et (b) d'une interaction entre deux paramètres.	76
2.27	Principe de l'analyse de la variance avec la variance inter-échantillon (V_A), la variance intra-échantillon (V_R) et la variance totale (V_T) [195].	78
2.28	Interface du logiciel Ellistat.	79
2.29	Sélection des paramètres du plan d'expériences et choix des réponses.	80
2.30	Établissement du modèle statistique par le logiciel ELLISTAT.	80
3.1	(a) Schéma donnant la répartition des blocs métallographiques A_i sur la plateforme de fabrication et (b) découpe et numérotation des échantillons qui en sont issus.	85
3.2	Répartition des porosités par analyse MEB sur les sections longitudinales (orange) et les sections transversales (jaune) en fonction de leurs répartitions sur une plateforme de fabrication.	86
3.3	Microstructure d'un échantillon de Ti-6Al-4V élaboré par le procédé DMLS présentant des porosités (noires) typiques du procédé de fabrication.	86
3.4	Mesures de dureté Vickers sur les sections longitudinales et transversales des cinq blocs métallographiques.	88
3.5	Images en microscopie optique d'échantillon en Ti-6Al-4V élaboré par le procédé DMLS montrant (a) la microstructure colonnaire des grains β d'une section longitudinale et (b) la microstructure équiaxe d'une section transversale.	88
3.6	Photographie des échantillons mettant en avant la zone de rupture par rapport à la localisation en \vec{z} de l'arrêt de production sur des éprouvettes non polies.	91
3.7	Reconstruction par la superposition de 21 images en microscopie optique de la zone centrale (L_2) d'un bloc métallographique brut d'élaboration en vue d'observer un éventuel impact de l'arrêt de production.	92
3.8	Profil en microdureté Vickers le long de la section L_2 d'un bloc métallographique brut d'élaboration en vue d'observer un éventuel impact de l'arrêt de production.	93
3.9	Représentation graphique (a) du module d'élasticité, (b) de la limite d'élasticité, (c) de la limite à rupture et (d) de l'allongement à rupture.	97
3.10	Schéma représentant les trois orientations de fabrication par rapport à la plateforme de fabrication.	99

3.11	Plateforme élaborée dans le cadre du plan d'expériences composée des éprouvettes de traction, de fatigue et des blocs métallographiques.	100
3.12	Graphique des effets principaux sur les mesures de dureté sur les sections longitudinales et transversales.	102
3.13	Micrographies optiques d'alliage de Ti-6Al-4V issues des blocs métallographiques après attaque chimique : (a) section longitudinale et (b) section transversale. En pointillé noir, la limite des grains de phase β à partir de laquelle la structure martensite α' croît.	103
3.14	Micrographies optiques d'une section longitudinale (a), d'une section transversale (b) et (c) zoom sur la microstructure biphasée lamellaire ($\alpha + \beta$) obtenue à la suite du traitement thermique HIP. En pointillé noir, la limite des grains de phase β à partir de laquelle la structure martensite α' croît avant de se transformer en phase α sous l'effet du traitement HIP.	103
3.15	Représentation graphique du taux de porosités des sections longitudinales et transversales des quatre échantillons analysés.	104
3.16	Graphique des effets principaux mettant en avant l'effet des cinq paramètres d'impression sur (a) le module d'élasticité, (b) la limite d'élasticité, (c) la limite à rupture et (d) l'allongement à rupture. En rouge, la valeur moyenne de la propriété mécanique étudiée sur l'ensemble du plan d'expériences.	107
3.17	Graphique représentant les interactions entre les paramètres principaux sur le module d'élasticité.	112
3.18	Graphique représentant les interactions entre les paramètres principaux sur la limite d'élasticité.	113
3.19	Graphique représentant les interactions entre les paramètres principaux sur la limite à rupture.	114
3.20	Graphique représentant les interactions entre les paramètres principaux sur l'allongement à rupture.	115
3.21	Comportement en fatigue des échantillons en fonction de l'orientation d'impression.	122
3.22	Tenue en fatigue des échantillons à 90° pour un recyclage (a) inférieur à 10 et (b) supérieur à 10.	123
3.23	Tenue en fatigue des échantillons à 90° pour une épaisseur de couche de (a) $30 \mu\text{m}$ et (b) $60 \mu\text{m}$	124
3.24	Tenue en fatigue des échantillons à 90° (a) avec la réalisation du traitement thermique HIP et (b) sans sa réalisation.	124
3.25	Tenue en fatigue des échantillons à 90° (a) en l'absence de polissage et (b) avec la réalisation du polissage.	125
4.1	Variation du nombre de porosités obtenue par tomographie à rayons X en fonction de l'épaisseur des couches d'impression et selon les trois orientations de fabrication.	131
4.2	Représentation graphique de la fréquence d'apparition des porosités en fonction de leur volume en μm^3	133
4.3	Variation de la rugosité de surface en fonction de l'épaisseur des couches d'impression.	134
4.4	Évolution de la circularité des particules de poudre en fonction de différents niveaux de recyclage. Entre huit cents et mille particules ont été mesurées.	135
4.5	Images en microscopie électronique à balayage d'une poudre (a) peu recyclée (R_2) et (b) non suivie (NS_1).	135
4.6	Évolution des pics modaux des poudres caractérisées en fonction du nombre de recyclages.	136
4.7	Représentation graphique de la bi-modalité et de la distribution des particules de poudre des lots R_0 et NS_2	136
4.8	Évolution des paramètres de distribution D_{10} , D_{50} et D_{90} en fonction du nombre de recyclages.	137

4.9	Évolution de la composition massique en aluminium, vanadium et oxygène en fonction du nombre de recyclages des poudres.	138
4.10	Évolution des paramètres de mailles a et c de phase α'' des particules de poudre en fonction des différentes réutilisations de la poudre.	139
4.11	Effet de l'orientation sur la microstructure et l'orientation des porosités.	140
4.12	Eprouvette orientée à (a) 45°, (b) à 0° et (c) schéma d'une éprouvette complète.	141
4.13	Modification de la diffusion de chaleur à la suite du passage du laser en fonction de l'orientation de fabrication [224].	142
4.14	Micrographie optique d'une section longitudinale montrant (a) la microstructure colonnaire et (b) des aiguilles de martensites primaire, secondaire et ternaire après un traitement thermique SR.	143
4.15	Micrographie électronique à balayage d'une section longitudinale montrant (a) un manque de fusion et des microporosités sphériques et (b) des aiguilles de martensite primaire, secondaire et ternaire.	143
4.16	Microstructure biphasée lamellaire ($\alpha + \beta$) après la réalisation d'un traitement thermique HIP avec (a) une micrographie électronique à balayage avec en sombre la phase α et en clair la phase β et (b) micrographie optique avec en clair la phase α et en sombre la phase β	144
4.17	Micrographie réalisée en (a) microscopie optique et (b) électronique à balayage d'un échantillon ayant subi le traitement thermique SR.	144
4.18	Représentation graphique de la fréquence d'apparition des porosités en fonction de leurs volume en μm^3 pour les trois orientations.	148
4.19	Reconstruction 3D d'un échantillon ayant subi (a) le traitement de détente et (b) le traitement de détente et le HIP.	149
4.20	Reconstruction 3D d'éprouvette de fatigue élaborée à 0° (a) non polie et (b) polie.	150
4.21	Section des éprouvettes élaborée à 45° (a) non polie et (b) polie.	150
4.22	(a) Anneau en compression dynamique, avec trois orientations d'impression différentes, modélisées par une distribution bimodale en couches orientées à 90°, 45° ou 0° et (b) déformation plastique cumulée maximale en fonction du nombre de cycles appliqués. . .	156

Liste des tableaux

1.1	Comparaison des sept grandes familles de la fabrication additive [7].	10
1.2	Tableau comparatif des taux de porosités volumiques et de la composition chimique des particules de poudre élaborées par les trois procédés d'atomisation [61].	15
1.3	Les différents facteurs de forme. Extrait de [63].	16
1.4	Tableau récapitulatif des différents traitements thermiques et des microstructures associées pour une vitesse de refroidissement de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$	38
1.5	Propriétés mécaniques en traction de pièces en Ti-6Al-4V en fonction des traitements thermiques. AB As-BUILT - sans traitement thermique, SR STRESS RELIEVING - traitement de détente, traitement de détente et HIP HOT ISOSTATIC PRESSING - compression isostatique à chaud.	41
1.6	Evolution de la micro-dureté Vickers réalisée sur des échantillons de Ti-6Al-4V élaborés par le procédé DMLS pour une moyenne de 100 mesures sous une charge de 100 g [149].	45
2.1	Tableau récapitulatif des spécifications de la poudre de Ti-6Al-4V du fournisseur EOS. .	53
2.2	Tableau récapitulatif des machines de fabrication associées aux différentes puissances lasers et épaisseurs des couches de poudres.	56
2.3	Tableau récapitulatif des différents états microstructuraux étudiés sur les pièces élaborées en Ti-6Al-4V. PF : Plateforme, AB : As-Built, SR : Stress Relieving, HIP : Hot Isostatic Pressuring.	56
2.4	Tableau récapitulatif des différents paramètres d'impression étudiés avec les niveaux caractérisés.	73
2.5	Plan d'expériences semi-fractionnaire retenu.	74
2.6	Tableau des alias du plan d'expériences proposé.	75
2.7	Tableau comptabilisant les degrés de liberté minimum nécessaire à l'établissement du modèle.	75
2.8	Tableau type d'analyse des variances.	78
3.1	Conditions de fabrication des plateformes liées aux problématiques industrielles (TTH : Traitements THermiques).	84
3.2	Mesure du taux de porosités pour la moyenne des sections longitudinales et transversales des échantillons A_i . Pour chaque section L_i , quinze images sont analysées et pour chaque section T_i , dix images sont analysées (paragraphe 2.5).	85
3.3	Volume des porosités mesurées par tomographie à rayon X sur les sections L2 des cinq échantillons A_i	87
3.4	Propriétés mécaniques garanties par le fabricant EOS sur la machine M270 pour des échantillons en alliage Ti-6Al-4V après un traitement thermique à 800°C pendant deux heures.	89

3.5	Propriétés mécaniques en traction obtenues sur un échantillon à 90° et 45° et trois échantillons à 0° pour le cas d'étude #1 avec un traitement thermique de détente à 730°C pendant deux heures.	89
3.6	Tableau des propriétés mécaniques contenant la spécification <u>minimale</u> d'EOS à la suite d'un traitement thermique de 4 heures à 800°C, les résultats expérimentaux des éprouvettes ayant subi l'arrêt de production et un échantillon élaboré dans des conditions similaires mais sans arrêt de production.	90
3.7	Résultats expérimentaux des propriétés mécaniques en traction à la suite de la réalisation d'un traitement thermique SR ₁ ou SR ₂ sur les orientations à 0° et 90° sur des éprouvettes non polies.	94
3.8	Résultats expérimentaux des propriétés mécaniques en traction des éprouvettes fabriquées sur les machines M270 pour les quatre états thermiques sur des éprouvettes non polies.	95
3.9	Résultats expérimentaux des propriétés mécaniques en traction des éprouvettes fabriquées à 0° sur les machines M270 et M280 pour les traitements thermiques SR ₁ et SR ₂	96
3.10	Tableau des cinq paramètres évalués et leurs modalités pour la qualification du procédé DMLS.	99
3.11	Plateforme de fabrication associée aux échantillons du plan d'expériences.	100
3.12	Conditions d'impression de la plateforme de validation du plan d'expériences sur la machine M270.	101
3.13	Paramètres d'impression des blocs métallographiques imprimés.	101
3.14	Résultats bruts des mesures de dureté sur les sections longitudinales et transversales.	101
3.15	Taille des grains sur les sections longitudinales et transversales lors des traitements thermiques SR ₁ et HIP.	104
3.16	Présentation des propriétés mécaniques en traction pour les différentes associations de paramètres évaluées dans le plan d'expériences.	105
3.17	Tableau comparatif des résultats expérimentaux et théoriques pour les quatre propriétés mécaniques évaluées et pour les vingt-quatre éprouvettes testées. Pour une raison de clarté dans le tableau, les valeurs sont arrondies. Par contre, le calcul de la somme du carré des résidus ($\sum res^2$) est issu d'Ellistat et correspond à une valeur exacte.	109
3.18	Analyse de la variance pour les propriétés mécaniques de module d'élasticité, limite d'élasticité, limite à rupture et d'allongement à rupture.	110
3.19	Proportion des variations expliquées par les modèles théoriques.	111
3.20	Tableau d'analyse de variance des interactions pour les quatre propriétés mécaniques étudiées. La colonne Vres correspond à la variance résiduelle pour chacun des modèles établis.	116
3.21	Analyse de variance finale incluant l'interaction <i>HIP · Polissage</i> au lieu du paramètre <i>Recyclage</i>	118
3.22	Résultats expérimentaux d'essais de traction réalisés pour la validation des modèles expérimentaux à l'orientation de 0° et valeurs attendues.	119
3.23	Résultats bruts de fatigue sur les mesures de porosités et le nombre de cycles à rupture.	120
4.1	Tableau donnant la rugosité Ra (en μm) des éprouvettes de traction à 0° et 45° du plan d'expériences sur les surfaces recto et verso.	141
4.2	Pourcentage massique de phase β mesuré au synchrotron DESY et dureté Vickers en fonction de trois états thermiques : brut d'élaboration, après un traitement de détente à 730°C pendant 2 heures et après le même traitement de détente avec en sus un traitement HIP à 920°C pendant 2 heures sous 1000 bars. Précision des résultats sur les pourcentages massiques à 1 %.	146
4.3	Tableau présentant les rugosités de surface mesurées sur les éprouvettes de traction et fatigue du plan d'expériences.	150

Résumé

Réalisé en partenariat avec l'entreprise INITIAL, leader français de la fabrication additive, la présente étude concerne le procédé de fusion métallique sur lit de poudre nommé FRITTAGÉ LASER DIRECT DE MÉTAL (DMLS).

Dans ce contexte mixte académique et industriel, l'accessibilité à l'ensemble des paramètres d'impression n'est pas possible. En effet, les paramètres de fabrication sont généralement figés par le fabricant de machines de manière à certifier les caractéristiques finales des pièces. Les études publiées dans la littérature ne reprennent pas l'ensemble du procédé DMLS mais certaines parties spécifiques ne permettant pas malheureusement pas une maîtrise optimale des pièces fabriquées. L'objectif de cette thèse est d'étudier l'ensemble du procédé DMLS avec comme matériau de référence l'alliage de titane Ti-6Al-4V. Les paramètres investigués sont limités à ceux qui ont été fixés par l'entreprise partenaire : machine de fabrication, recyclage des poudres, épaisseur des couches d'impression, orientation des pièces fabriquées, réalisation de post-traitements thermiques et polissage. Les principales données analysées en sortie pour caractériser les pièces sont la porosité, la rugosité de surface, la microstructure et les propriétés mécaniques en traction, fatigue et dureté.

Un plan d'expériences a été mis en œuvre afin de pouvoir proposer in fine des modèles statistiques prévisionnels. L'analyse des poudres met en évidence une détérioration morphologique avec le recyclage et conduit à une augmentation de la dureté. L'épaisseur des couches lasées n'influence pas les propriétés mécaniques des pièces mais une épaisseur lasée importante entraîne plus de porosité. L'effet de l'orientation d'impression des échantillons est essentiellement observable sur la tenue en fatigue, celle-ci est la plus élevée pour une orientation à 0°. Paradoxalement, l'orientation à 0° est celle pour laquelle les porosités présentent un volume plus important. Le traitement thermique HIP est l'un des paramètres ayant l'effet le plus marqué sur les propriétés mécaniques. D'un point de vue microstructurale, sa réalisation induit une transformation de phase qui conduit à la disparition de la structure martensitique α'' au profit d'une structure biphasé $\alpha + \beta$. Ce traitement thermique permet une résorption sensible des porosités. Du point de vue des propriétés mécaniques en traction, sa réalisation a pour conséquence une augmentation du module d'élasticité et de l'allongement à rupture et une diminution importante de la limite d'élasticité et de la limite à rupture. Il a par ailleurs été mis en évidence que l'effet du polissage est aussi très influant. Il entraîne une augmentation de la tenue en fatigue et des propriétés mécaniques en traction. Une bonne combinaison des post-traitements de fabrication HIP et polissage permet d'obtention des meilleures propriétés mécaniques en traction et en fatigue.

Différents modèles statistiques entre les paramètres d'impression et les propriétés mécaniques sont finalement proposés. Une évaluation de ces lois statistiques est réalisée à partir d'une plateforme de validation réalisée par le partenaire industriel.

Mots-clés : Fabrication additive métallique, Procédé DMLS, Alliage de titane, Caractérisations mécaniques, Métallographie, Tomographie, Analyses de phases, Plan d'expériences, Lois statistiques.

Abstract

This study is concerning the additive manufacturing process of powder bed fusion named DIRECT METAL LASER SINTERING (DMLS) which is similar to the SELECTIVE LASER MELTING process. An important amount of academic documentation exists on those processes especially focused on building parameters and their impacts on mechanical properties of built parts.

In the industrial application, the accessibility of all printing parameters is generally not possible. Indeed, building parameters are incorporated by machine makers within the printers, and characteristics of built parts are guaranteed by the printing process. For industrial, scientist publications do not take all DMLS process in integrity but only specific parts which cannot lead to optimal control of built parts. The general problem of this study is to focus on the DMLS process with titanium Ti-6Al-4V alloy material. Building parameters investigated in this study are those our industrial partner can influence which include printing machine, reused powder, layer thickness, built orientation, polishing and heat treatment. The main data analysis on built parts are porosity, surface roughness, microstructure (phases analysis), and mechanical properties on tensile, fatigue, and hardness tests.

A design of experiments was realized to establish relationships between some builds parameters and results from the data analysis. Powder analysis is showing a sphericity deterioration with a high level of reused powder which can increase Vickers hardness. However, no link can be established with morphological deterioration, therefore the increase in hardness is due to chemical composition variation. Layer thickness does not influence mechanical properties even though high layer thickness leads to an increase of volume and porosity. The orientation effect on the sample is mainly shown at 0° orientation during the fatigue test. At this orientation, the number of cycles of life of the sample is increased even though the 0° orientation is the angle with the maximum number and volume porosities. The hot isostatic pressing treatment is one with the most influence. His realization highlight the phase transformation of martensitic α'' to dual phase $\alpha + \beta$ phase. This heat treatment also reduces the number and volume of porosities. From a macroscopic perspective, this heat treatment leads to an increase of elastic modulus and elongation break but reduces yield stress and ultimate tensile strength. Finally, the decrease of Vickers hardness is shown with the modification of microstructure. The polishing effect is also another main parameter which leads to a decrease in surface roughness and an increase of mechanical properties during the fatigue test due to the limitation of surface cracks. To finish, the interaction between HIP treatment and polishing has a major influence on mechanical properties when combined. This is observed from tensile and fatigue tests as an important increase in mechanical properties.

To conclude this study, statistics laws between built parameters and mechanical properties have been established. An evaluation of these laws was completed with an ultimate fabrication made by the industrial partner.

Keywords : Additive manufacturing, Power bed fusion, Direct metal laser sintering, Tensile test, Fatigue test, Metallography, phases analysis, Design of experiments, Stastistic laws.