



**HAL**  
open science

# Étude de l'alliage de titane TA6V obtenu par fabrication additive : microstructure, élasticité et contraintes résiduelles

Nathan Dumontet

## ► To cite this version:

Nathan Dumontet. Étude de l'alliage de titane TA6V obtenu par fabrication additive : microstructure, élasticité et contraintes résiduelles. Matériaux. Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, 2019. Français. NNT : 2019INPT0099 . tel-04169499

**HAL Id: tel-04169499**

**<https://theses.hal.science/tel-04169499>**

Submitted on 24 Jul 2023

**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.



Université  
de Toulouse

# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

**Délivré par :**

Institut National Polytechnique de Toulouse (Toulouse INP)

**Discipline ou spécialité :**

Science et Génie des Matériaux

---

**Présentée et soutenue par :**

M. NATHAN DUMONTET

le lundi 4 novembre 2019

**Titre :**

Etude de l'alliage de titane TA6V obtenu par fabrication additive:  
microstructure, élasticité et contraintes résiduelles.

---

**Ecole doctorale :**

Sciences de la Matière (SDM)

**Unité de recherche :**

Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux ( CIRIMAT)

**Directeur(s) de Thèse :**

M. BERNARD VIGUIER

M. BENOIT MALARD

**Rapporteurs :**

M. FRANCOIS MANUEL, UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE TROYES

M. PHILIPPE CASTANY, INSA DE RENNES

**Membre(s) du jury :**

M. JOËL DOUIN, CEMES TOULOUSE, Président

M. BENOIT MALARD, TOULOUSE INP, Membre

M. BERNARD VIGUIER, TOULOUSE INP, Membre



# Sommaire

SOMMAIRE.....	1
INTRODUCTION.....	7
CHAPITRE I : BIBLIOGRAPHIE .....	9
<b>I) Fabrication additive .....</b>	<b>9</b>
A) Introduction.....	9
B) Poudres en fabrication additive.....	10
C) Laser Beam Melting (LBM).....	11
D) Paramètres procédés.....	14
a) Paramètres du laser .....	14
c) Paramètres de mise en œuvre.....	17
<b>II) Titane :.....</b>	<b>19</b>
A) Titane pur.....	19
B) Eléments d'alliage.....	20
C) Alliages de titane .....	21
D) Microstructures .....	22
a) La phase $\beta$ .....	22
b) Les phases $\alpha$ .....	23
c) Les phases rencontrées dans le TA6V .....	23
d) Le TA6V élaboré par LBM.....	24
E) Grandeurs mécaniques d'élasticité .....	26
a) Monocristal .....	26
b) Polycristal.....	28
<b>III) Contraintes résiduelles.....</b>	<b>30</b>
A) Définitions.....	30
B) Ordres des contraintes .....	30
<b>IV) Contraintes résiduelles en fabrication additive .....</b>	<b>32</b>
A) Expérimental.....	32
a) Gradient thermique .....	32
b) Jeu des paramètres .....	34
c) Cas du TA6V .....	36
B) Modélisation.....	36
CHAPITRE II : MATERIAU ET METHODES EXPERIMENTALES.....	41
<b>I) Fabrication .....</b>	<b>41</b>
A) Poudres utilisées.....	41
B) Conception des échantillons.....	43
a) Machines utilisées.....	43
b) Géométries des pièces fabriquées.....	45
c) Lots d'échantillons réalisés .....	47
<b>II) Méthodes de caractérisation .....</b>	<b>56</b>

A)	Caractérisation des contraintes résiduelles .....	56
a)	Diffraction de rayons x .....	56
b)	Diffraction de neutrons .....	56
c)	Méthode de courbure des ponts (BCM) .....	57
B)	Détermination des CER .....	58
C)	Caractérisation mécanique .....	60
a)	Traction .....	60
b)	Vibration acoustique .....	61
D)	Microscopie .....	62
<b>CHAPITRE III : METHODOLOGIE NUMERIQUE ET ANALYSE DES RESULTATS.....</b>		<b>65</b>
<b>I)</b>	<b>Détermination des contraintes résiduelles.....</b>	<b>65</b>
A)	La diffraction .....	65
B)	De la déformation aux contraintes .....	67
C)	Méthode de courbure des ponts .....	70
D)	Discussion sur les méthodes de détermination de contraintes.....	73
<b>II)</b>	<b>Calculs sur l'élasticité .....</b>	<b>77</b>
A)	Simulations DFT .....	77
B)	Passage du tenseur des rigidités $C_{ij}$ aux CER.....	78
C)	Coefficient de Poisson et anisotropie .....	84
<b>III)</b>	<b>Détermination des intervalles de confiance .....</b>	<b>86</b>
<b>CHAPITRE IV : RESULTATS.....</b>		<b>89</b>
<b>I)</b>	<b>Microstructure .....</b>	<b>89</b>
A)	Matériau brut de fabrication .....	89
B)	Matériau traité thermiquement .....	95
<b>II)</b>	<b>Caractéristiques mécaniques .....</b>	<b>99</b>
A)	Module d'Young.....	99
1)	Traction .....	99
2)	Vibration acoustique .....	100
B)	Constantes d'élasticité radiocristallographiques .....	101
C)	Tenseur des rigidités.....	102
<b>III)</b>	<b>Contraintes résiduelles.....</b>	<b>104</b>
A)	Influence des paramètres procédés .....	104
a)	Effet de la position sur le support.....	104
b)	Effet de la conductivité thermique du support.....	105
c)	Effet du temps de repos.....	106
d)	Effet du <i>hatch angle</i> .....	107
e)	Effet du motif de balayage .....	108
f)	Effet du couple puissance et vitesse .....	109
B)	Influence des paramètres de géométrie .....	110
a)	Effet de la massivité .....	110
b)	Effet de la hauteur .....	111
c)	Effet de la forme .....	113
<b>CHAPITRE V : DISCUSSION .....</b>		<b>117</b>
<b>I)</b>	<b>Elasticité .....</b>	<b>117</b>

A) Constantes d'élasticité radiocristallographiques .....	117
B) Comparaison des méthodes .....	120
<b>II) Contraintes résiduelles.....</b>	<b>125</b>
A) Paramètres procédés.....	125
a) Domaines de fabrication .....	125
b) Répétabilité en fabrication additive.....	126
B) Mesures .....	127
a) Répétabilité des mesures.....	127
b) Comparaison simulation et mesures expérimentales.....	128
C) Genèse des contraintes résiduelles .....	131
a) Gradient thermique .....	131
b) Hiérarchie des paramètres dans la genèse des contraintes .....	133
 CONCLUSION.....	 137
 ANNEXES .....	 139
<b>Annexe 1 : Notations cristallographiques à quatre indices .....</b>	<b>139</b>
<b>Annexe 2 : Photos des différents lots élaborés.....</b>	<b>141</b>
<b>Annexe 3 : Lien entre déformation et tenseur des contraintes résiduelles .....</b>	<b>145</b>
 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	 147

## Remerciements

Lorsqu'on commence une thèse et qu'on s'intéresse à la littérature, on commence naturellement par regarder d'autres thèses, en passant notamment par les remerciements. Puis, rapidement, on passe d'une thèse à l'autre en ne lisant QUE les remerciements. J'aimerais alors commencer les miens par un petit message pour les futurs doctorants qui d'aventure passeraient par ici. La thèse est, à mon avis, un véritable challenge tant au niveau personnel que professionnel. Beaucoup de pression, auto appliquée ou pas, beaucoup de temps investi, beaucoup de sueur... Et c'est pourquoi il convient de savoir s'entourer comme il faut de personnes compétentes techniquement ou humainement. C'est pourquoi les remerciements en fin de thèse ont tant de sens ! S'il y a bien une chose dont je suis content, c'est justement de l'entourage que j'ai eu au cours de ma thèse et c'est avec plaisir que je le remercie ici.

Tout d'abord, je souhaite remercier toutes les personnes qui m'ont enseigné les diverses techniques d'analyse ou de préparation d'échantillon. Pour commencer, Alexandre Freulon pour sa patience contrôlée, sa didactique et sa gestion impeccable de la salle métalo où grâce à lui il fait bon travailler. Ensuite, Yannick Thebault pour sa disponibilité et sa présence lors de séance de MEB pas toujours évidentes. Arnaud Proietti pour les quelques séances d'EBSD que j'ai eu le plaisir de faire en sa compagnie à chercher du beta et de la texture dans mon TA6V. Nicholas Ratel-Ramond pour son aide dans la compréhension et l'utilisation de l'outil que j'aurais le plus sollicité pendant ma thèse : le DRX D8. Cédric Charvillat qui m'a aidé à prendre en main les DRX côté CIRIMAT et qui nous a fait le plaisir de nous accompagner lors de la campagne de neutron à Berlin. Je souhaite aussi remercier Vincent Baylac et Lisa Nicolas pour leur grande aide dans la réalisations des lots d'échantillons utiles à ma thèse, pour avoir répondu à mes nombreuses questions sur le fonctionnement de la machine et pour avoir assumé avec moi le nettoyage pointilleux de la machine imbibée de poudre de titane en tenue de cosmonaute.

J'aimerais ensuite remercier les quelques enseignants-chercheurs et chercheurs du laboratoire avec qui j'ai eu l'occasion d'échanger, que ce soit sur le métier ou sur la vie en général. Parmi ceux-ci je souhaite remercier d'abord Aurélie Rouaix pour les discussions sur le travail de chercheur où sa passion et sa sincérité paraissent des évidences. Jacques Lacaze pour son aide dans la réalisation d'analyse ATD et ses explications pour en comprendre le résultat. Christine Blanc pour ses critiques constructive et son implication dans l'équipe. Eric Andrieu pour les discussions autant physiques que philosophiques. J'aimerais aussi remercier Dominique Pocquillon pour son énergie, sa présence et son implication auprès de tous les personnels du laboratoire.

Je remercie Florian Galliano pour son aide tout au long de la thèse, pour les échantillons apportés, son efficacité, sa disponibilité et sa pertinence. Je souhaite aussi remercier Maxime Perrais, Jean Bailleux et Kamel Moussaoui pour les discussions intéressantes à propos du logiciel NémO, très en adéquation avec ma thèse.

Je voudrais ensuite remercier Benoit pour son implication dans la thèse et sa volonté de faire en sorte qu'elle se passe au mieux. Les campagnes de neutrons, loin du laboratoire et des mails, m'ont permis de rencontrer une personne très différente du Benoit du stress et des réunions. Même si la bière aide toujours à la détente.

J'aimerais ensuite remercier Bernard pour son aide et sa justesse dans la direction de ma thèse. Je garderai de très bons souvenirs des discussions autour d'une table ronde à regarder des objets à trois dimensions pour comprendre l'élasticité. Je dois aussi avouer que j'ai toujours été impressionné par cette science du juste milieu, très efficace.

Je remercie ensuite tous les détenteurs d'une place, officielle ou non, dans le bureau de l'hyper-espace pour les incroyables moments passés ensemble sous des montagnes de scotch et d'élastiques. D'abord le premier parti, Franck, pour m'avoir accueilli dans ce bureau et m'avoir initié aux différentes compilations canines et d'autres bovidés. Merci à Loïc pour les leçons de Naruto, les soirées sur Warcraft à dilapider mon or et les présentations incongrues et toujours surprenantes à la famille. Merci ensuite à Rémi, alias le nain destructible ou encore le... stagiaire... pour les multiples fou-rires, le Grand Buffet, les discussions philosophiques (non) avec l'accent chantant et les encouragements dans mes projets les plus dingues, tu m'as sauvé poto ! Merci à Adrien, dit Babagarre, pour les nombreux coups de karaté et les encore plus nombreux cafés-détentes à refaire le monde. Merci à Antoine, aussi connu sous le nom de Maison-3A (pas ouf celui-là quand même), pour les sachets de thé invisibles, les stylos scotchés et le rire communicatif, même sans savoir pourquoi qu'on rit. Merci ensuite à la membre underground du bureau, Charlotte, alias Carlotta, alias Cheval-De-Cascade pour le thé, la bière et pour la culture diverse mais surtout variée.

J'ai quelque 1249 personnes à remercier pour leur soutien dans mes projets, et particulièrement Sandra pour l'énergie, les conseils éclairés et les sourires généreusement offerts pour affronter de nombreuses épreuves. Je remercie mes amis d'avoir été là par l'esprit si ce n'est pas la présence et de m'avoir encouragé durant cette épreuve. Ceux de la physique fonda, Max pour ses multiples conseils cinématographiques qu'il regrette certainement aujourd'hui tant j'en parle, Mathieu pour les incroyables montagnes passées et ses encouragements qui savent faire mouche, Nicolas pour le gameplay d'Averon-Boy, Olivier pour les dessins les plus instructifs et Céline pour les nouilles, mes amis d'enfance anciennement Marchombres, Pierre pour les JDR et la décompression, Florent pour le DPS et la décompression, Gautier pour la modération et la décompression et Guilhem pour la prune et la décompression. Je remercie finalement ma famille pour son amour, sa présence et son soutien indéfectible, même dans des choses totalement incompréhensibles, au cours de ces huit longues années d'études, et de toutes celles qui les ont précédées.





# Introduction

Les procédés de fabrication additive ont connu un fort engouement au cours des dernières années. Permettant de construire des pièces par ajout de matière, contrairement à l'usinage traditionnel qui fonctionne par enlèvement de matière, la fabrication additive permet des économies considérables en matière et en temps de fabrication. Les libertés données par la fabrication additive permettent des conceptions de pièce plus innovantes et audacieuses afin d'éviter l'assemblage de plusieurs pièces ou encore d'intégrer des fonctions particulières directement pendant l'élaboration. Ainsi, la fabrication additive attire de plus en plus l'intérêt des chercheurs industriels et académiques pour les libertés de fabrication que ce procédé offre. Parmi les différents procédés de fabrication additive, la fusion laser sur lit de poudre en particulier a l'avantage d'avoir une bonne précision grâce à l'utilisation d'un laser et un rendement de production élevé. De nos jours les procédés de fabrication additive ont atteint une maturité suffisante pour produire des pièces en séries dans plusieurs secteurs industriels. L'élaboration de pièces par fabrication additive est accessible, mais des problèmes subsistent et en limitent la production. En raison des fortes vitesses de refroidissement, des microstructures particulières et d'importantes contraintes résiduelles apparaissent dans la pièce. Le TA6V, qui est l'alliage de titane le plus couramment utilisé sur Terre, est particulièrement sujet aux problématiques de contraintes résiduelles, en plus de voir une microstructure martensitique très particulière apparaître lors de refroidissements très rapides.

L'apparition de contraintes résiduelles lors de la fabrication altère les propriétés mécaniques de la pièce ou provoque l'apparition de fissures. Actuellement, la solution employée pour pallier à l'apparition de contraintes résiduelles consiste en un traitement thermique de détensionnement qui permet de les relaxer, sans comprendre l'origine de ces contraintes ou de la microstructure présente après fabrication. Parce que les traitements de détensionnement sont systématiquement employés sur les pièces issues de la fabrication additive, le phénomène d'apparition des contraintes résiduelles est encore mal compris à l'heure actuelle et les propriétés mécaniques des phases en présence peu étudiées. L'objectif de ce travail est la compréhension de la genèse des contraintes résiduelles dans le TA6V mis en forme par fabrication additive par fusion laser sur lit de poudre, l'analyse de la microstructure et la caractérisation de l'élasticité du matériau brut de fabrication.

Ce travail de thèse a bénéficié du support financier du laboratoire CIRIMAT dans le cadre du ressourcement de l'Institut Carnot CIRIMAT. Le label Carnot souligne l'implication du laboratoire à mener et développer une activité R&D avec des partenaires industriels. Ainsi ce type d'étude financée par l'institut Carnot n'a pas pour objectif d'apporter des solutions en vue d'une application industrielle directe mais de conforter les compétences et les connaissances du laboratoire dans des thématiques qui intéressent des industriels. Ainsi cette étude, sur l'alliage de titane TA6V obtenu par fabrication additive a été réalisée en lien avec trois partenaires industriels, MBDA, Altran et Fusia. Ces entreprises ont été impliquées

dans les discussions de définition de l'étude et ont participé à des degrés différents à sa réalisation.

Ce mémoire est divisé en cinq chapitres. Dans le chapitre I nous présentons dans un premier temps les différents procédés de fabrication additive existant puis nous nous concentrons sur la fusion laser sur lit de poudre et sur les particularités que cette voie d'élaboration induit dans le matériau. Puis nous présentons le titane et en particulier l'alliage TA6V et ses microstructures. Nous définissons ensuite ce que sont les contraintes résiduelles. Finalement, nous détaillons les études expérimentales et les simulations publiées dans la littérature portant sur les contraintes résiduelles en fabrication additive et plus précisément dans des pièces en TA6V.

Dans le chapitre II nous détaillons les méthodes d'élaboration (machines, poudre et paramètres utilisés) des différents échantillons étudiés dans la thèse. Puis nous exposons les méthodes de caractérisation utilisées dans l'étude. Parmi celles-ci la diffraction de rayons X et de neutrons, les essais de traction, de vibration acoustique et enfin la microscopie.

Dans le chapitre III nous exposons les différentes méthodologies numériques et d'analyse des résultats. Nous explicitons les méthodes de détermination des contraintes à partir de la diffraction et de la méthode de courbure des ponts. Puis nous détaillons la méthode de simulation DFT (Density Functional Theory) employée dans cette étude pour déterminer le tenseur des rigidités par le calcul. Ensuite, nous exposons les calculs permettant de passer de ce tenseur de rigidité aux constantes d'élasticité radiocristallographiques. Finalement, nous détaillons la technique utilisée pour déterminer les intervalles de confiance de nos valeurs de CER.

Dans le chapitre IV nous présentons les différents résultats obtenus dans l'étude. Nous commençons par exposer les micrographies obtenues ainsi que les phases en présence avant et après traitement thermique. Puis nous détaillons les caractéristiques mécaniques du matériau étudié, obtenues expérimentalement ou par simulation. Enfin, nous rapportons les résultats des déterminations de contraintes obtenues.

Dans le chapitre V nous discutons des résultats obtenus dans cette étude en les comparant entre eux et avec ceux de la littérature. Nous commençons par comparer entre elles les différentes grandeurs caractérisant l'élasticité du matériau. Ensuite nous comparons les valeurs de déterminations de contraintes afin de déterminer quels paramètres permettent d'élaborer des pièces « en bon état ».

# Chapitre I : Bibliographie

Nous nous proposons dans ce premier chapitre d'étudier dans un premier temps les différents procédés de fabrication additive existant et plus précisément le procédé de fusion laser sur lit de poudre et les particularités que cette voie d'élaboration induit dans le matériau. Dans un second temps, nous présenterons le titane et l'alliage TA6V dont nous préciserons les différentes microstructures rencontrées dans cette étude. Puis, nous définirons ce que sont précisément les contraintes résiduelles. Enfin, nous ferons un état des lieux des différentes études expérimentales et les simulations publiées portant sur les contraintes résiduelles en fabrication additive et plus particulièrement dans le TA6V.

## I) Fabrication additive

### A) Introduction

La fabrication additive, parfois appelée impression 3D, est l'ensemble des procédés d'élaboration de pièces qui se basent sur l'ajout de matière, couche par couche, en opposition aux procédés par enlèvement de matière tel que l'usinage. Si la fabrication additive est applicable à de nombreux matériaux (polymères, céramiques, composites, matières organiques) nous focaliserons notre présentation sur les méthodes de mise en forme de métaux.

La fabrication additive offre de nombreux avantages dans l'élaboration des pièces. En effet, la possibilité de construire la pièce en trois dimensions permet une liberté de conception que les procédés conventionnels ne permettaient pas à cause notamment de l'encombrement de l'outillage. Ainsi, la conception de pièces en un seul et unique bloc permet aussi de s'affranchir de nombreuses étapes d'assemblages comme la soudure. Des ensembles de pièces peuvent être réalisés directement pendant la fabrication. Il est alors possible de concevoir des pièces intégrant des fonctions précises, comme des aérations ou encore des conduits destinés au passage de l'électronique ou de fluide. Toutes les étapes d'usinages ainsi évitées permettent d'améliorer grandement l'économie en temps et en matière nécessaire à la réalisation d'une pièce donnée. La fabrication additive peut permettre un gain de masse jusqu'à 70% (D&Consultants, 2017). Lorsqu'une pièce réalisée traditionnellement par voie conventionnelle est reconçue pour être fabriquée par fabrication additive, on note trois étapes d'adaptation :

- Iso-design : On réutilise la même conception de la pièce que pour les voies conventionnelles. Ce sont généralement les petites séries de pièces qui s'arrêtent à cette étape.
- Intégration de fonctions : On ajoute de légères modifications pour intégrer des fonctions jusqu'alors difficilement réalisables par voies conventionnelles, par exemple pour éviter l'assemblage de différentes pièces.

- Optimisation topologique : On élimine la matière inutile à la résistance mécanique. C'est à cette étape qu'on peut faire des gains de masses considérables.

Dans le cas de la fabrication additive métallique, de nombreux procédés existent, combinant différentes sources de chaleur, comme les faisceaux d'électron, arc électrique ou laser et différents types de matières premières, principalement lit de poudre ou fil de métal. Les différents procédés sont représentés sur la figure I.1.

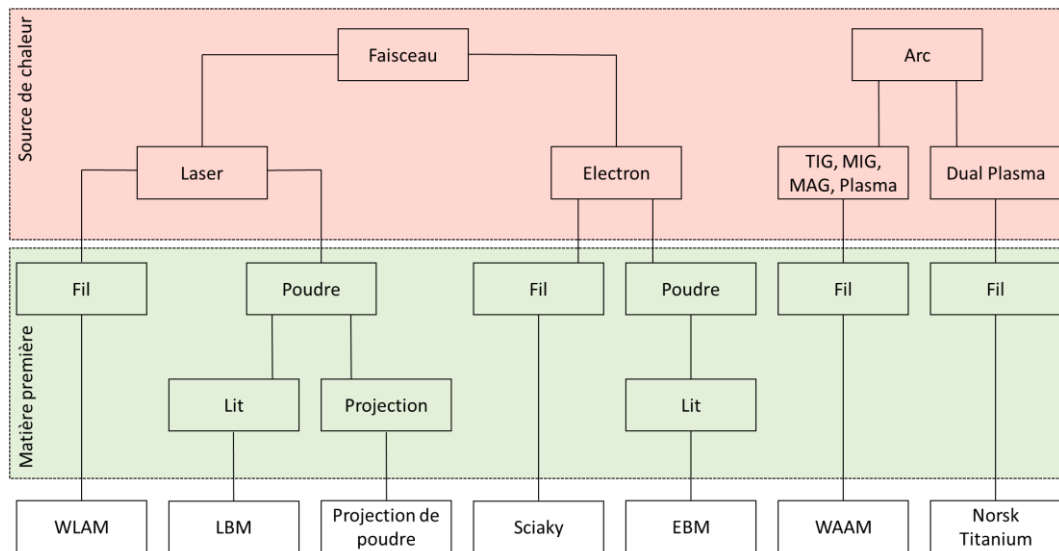


Figure I.1 – Représentation des procédés de fabrication additive métallique, adapté de (Williams, 2018)

Parmi tous ces procédés, nous nous intéresserons dans cette thèse au Laser Beam Melting (LBM), utilisant un laser pour porter à fusion un lit de poudre.

La fabrication additive souffre encore de plusieurs verrous technologiques. Les pièces réalisées, bien que proches des cotes, nécessitent encore des post-traitements mécaniques ou thermiques. De plus pour les procédés sur lit de poudre, la taille des pièces fabriquées est encore un problème, car limitée par la taille des lits de poudre et des enceintes sous atmosphères contrôlées. Les vitesses de fabrication sont limitées et les risques liés à l'inhalation ou à l'explosion des poudres métalliques restent importants. Pour finir, la fabrication additive comporte un cout important au regard des investissements nécessaires à l'achat des machines et à la consommation en gaz et énergie (D&Consultants, 2017).

## B) Poudres en fabrication additive

Il existe trois principaux procédés de fabrication de poudre. Les procédés chimiques permettent de produire des poudres aux grains de morphologies irrégulières par réduction chimique. Des grains de poudres aux formes irrégulières pourraient mener à des zones moins bien fusionnées lors du passage du laser (Vilaro et al., 2011). Les procédés mécaniques permettent par broyage d'obtenir des poudres aux grains de morphologies anguleuses. Enfin, l'atomisation permet d'obtenir des poudres métalliques de formes régulières et sphériques

et sera donc le plus adapté à la fabrication additive. L'atomisation consiste à envoyer de l'argon sur un métal en fusion afin de créer de fines gouttelettes qui en se solidifiant formeront les grains de poudre (Lagutkin et al., 2004). Des granulométries de l'ordre de 50  $\mu\text{m}$  sont le plus souvent utilisées pour les poudres métalliques. Comme toute la poudre engagée dans la machine de fabrication n'est pas utilisée pour la fabrication de la pièce, elle peut être réutilisée un certain nombre de fois. Cette réutilisation de la poudre, ou recyclage, nécessite le tamisage afin d'éliminer les agglomérats de grains. Au cours de chaque cycle de fabrication, la poudre évolue donc en taille de granulométrie mais aussi en chimie avec en particulier un enrichissement en oxygène pour les poudres de titane. Le recyclage de la poudre est limité par la teneur en oxygène dans celle-ci et dans le cas du titane on arrête le recyclage à 2000 ppm (Vilaro et al., 2011). Ainsi, des paramètres liés à la poudre (proportion d'oxygène, granulométrie, température) va dépendre la conductivité thermique du lit de poudre et donc la qualité de la fabrication (Mukherjee et al., 2018).

### C) Laser Beam Melting (LBM)

Le LBM (laser beam melting) est un procédé de fabrication additive métallique constitué d'un laser en tant que source de chaleur et d'un lit de poudre en tant que matière première. Le procédé consiste à créer, couche après couche, la pièce dans sa géométrie en trois dimensions. La figure I.2 représente le schéma de fonctionnement d'une machine LBM. Le piston d'alimentation monte la poudre que le racleur vient étaler sur la zone de travail (au-dessus du piston de construction sur lequel est fixé le plateau de fabrication) puis la source de chaleur, ici le laser, fusionne la poudre de manière très locale (environ 50  $\mu\text{m}$ ) et enfin la plateforme de construction descend pour laisser la place à une nouvelle couche de poudre. Ainsi, les premières couches, puis les pièces fabriquées, sont soudées au plateau de fabrication.

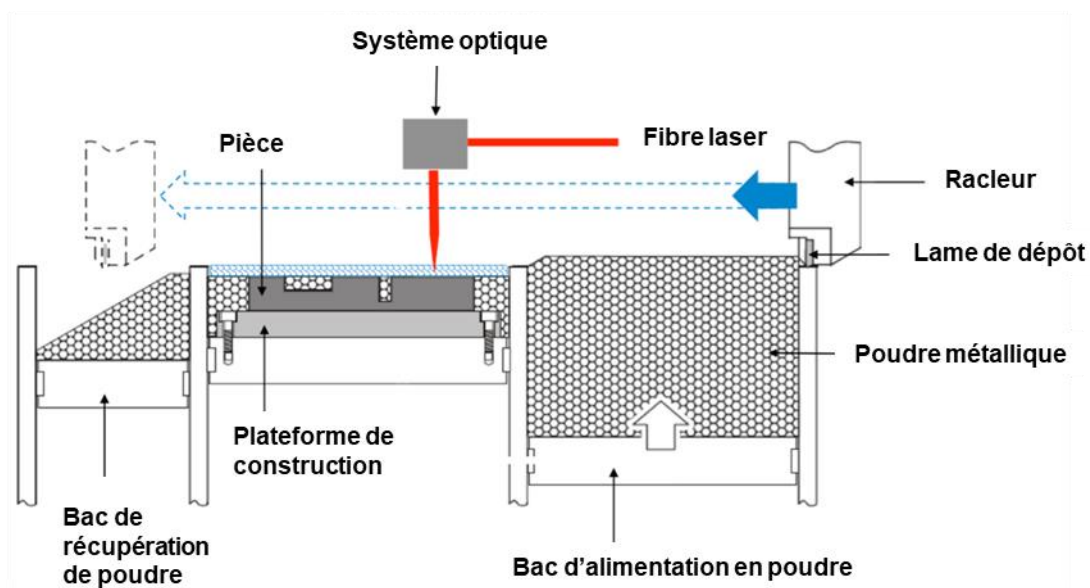


Figure I.2 – Principe de fonctionnement d'une machine LBM (Présentation EOS)

Lorsque le procédé émerge en 1987 on utilise d'abord des lasers CO<sub>2</sub> pour la mise en forme des céramiques, puis des lasers Nd:YAG pour les métaux. Les procédés laser permettent un meilleur respect des cotes des pièces fabriquées que les procédés à arc, car les cordons de soudure sont plus fins : environ 75 μm pour le LBM (Thijs et al., 2010) contre environ 5 mm pour un procédé à l'arc (Szost et al., 2016). En LBM le laser passe sur la poudre créant une zone dans laquelle le métal est en fusion. Cette zone, appelée le bain de fusion, se solidifiera sous une forme caractéristique de la fabrication additive sur lit de poudre représentée figure I.3 où Z est la direction de fabrication et X et Y sont les directions comprises dans le plan du support de fabrication.

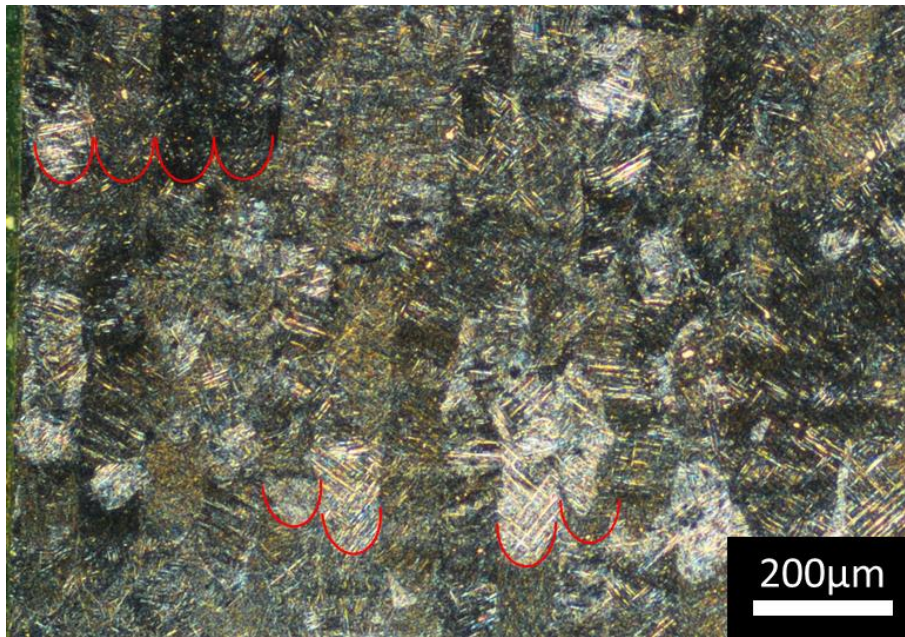


Figure I.3 – Microstructure caractéristique d'un procédé LBM dans le plan (XZ). En rouge sont indiqués des bords de fusion

Le procédé LBM engendrera dans le matériau des caractéristiques propres à la fabrication additive.

*La microstructure* : Les fortes vitesses de refroidissement induites par le passage du laser font subir au matériau un traitement thermique pouvant s'apparenter à une trempe avec une vitesse de refroidissement de l'ordre de  $10^6$ - $10^7$  K/s (Vrancken et al., 2014; Yang et al., 2016). Ces fortes vitesses de refroidissement empêchent la diffusion des éléments chimiques lors du refroidissement et produisent des microstructures particulières dans le matériau. On voit ainsi apparaître des microstructures semblables à celles qui apparaissent caractéristiquement lors de traitements thermiques de trempes hyper rapides.

*La rugosité* : L'état de surface des pièces produites en fabrication additive nécessite souvent qu'un sablage soit effectué sur la pièce. L'empilement des différentes couches va créer une forte rugosité sur les côtés de la pièce fabriquée. La surface du haut des échantillons fabriqués par des procédés utilisant des lasers souffrent souvent d'une rugosité importante

en raison de l'effet Marangoni. Cet effet de tension de surface a pour conséquence de créer des sphères de métal liquide qui vont ensuite se solidifier sur le matériau (Zhou et al., 2015).

*La texture* : La solidification des différentes strates entraîne une texture morphologique particulière des grains en fabrication additive. Dans le cas de procédés reposants sur les lits de poudre, lors de l'ajout de nouvelles couches, le bain de fusion est souvent plus profond que la couche de poudre et refond des couches déjà fondues, qui se solidifieront à nouveau suivant une seule orientation générant une texture morphologique importante (Vilaro et al., 2011).

*La porosité* : Différents types de porosités existent en fabrication additive sur lit de poudre. Premièrement, les défauts de fusion, c'est-à-dire les grains de poudre mal fondus, génèrent des défauts aux aspects anguleux (figure I.4a). Ces défauts proviennent souvent d'une énergie du laser reçue par la poudre trop faible pour provoquer la fusion de la totalité des grains. Les porosités peuvent aussi venir de bulles de gaz enfermées dans le métal qui produiront des porosités sphériques (figure I.4b), ce qui arrive surtout dans le cas de surfusions. La surfusion apparaît lorsque le laser génère une énergie trop importante. La tenue en fatigue est très sensible aux porosités anguleuses issues de la fabrication additive, pouvant ainsi réduire leurs performances en fatigue de 75% (Edwards and Ramulu, 2014). Dans le cas de défauts provenant de surfusion, c'est-à-dire de géométries sphériques, 1% du volume en porosité n'aura que peu d'effet sur les caractéristiques mécaniques tandis que 5% du volume en porosité aura un impact négatif important. Cependant, dès 1% du volume en porosité provenant de défauts de fusion, de géométries anguleuses, les caractéristiques mécaniques subissent déjà une baisse importante (Gong et al., 2015). La géométrie des défauts a un fort impact sur les caractéristiques mécaniques, et particulièrement sur le comportement en fatigue. Les porosités anguleuses provenant de défauts de fusions seront plus délétères que les porosités sphériques venant de surfusions (Thijs et al., 2010).

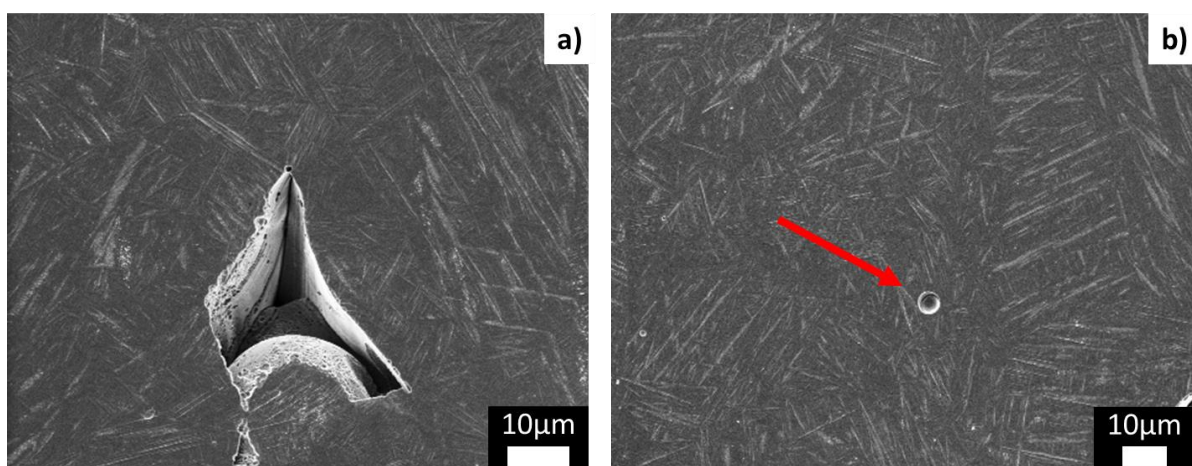


Figure I.4 – Porosité provenant de a) défauts de fusions et b) gaz piégé

*Les contraintes résiduelles* : En raison des forts gradients thermiques générés dans la pièce par le laser des contraintes résiduelles apparaissent, pouvant provoquer des distorsions et



dans les pires cas des fissures. Les contraintes résiduelles représentent à l'heure actuelle un problème important pour l'industrie qui empêche la qualification des pièces. Il existe cependant plusieurs solutions pour pallier au problème des contraintes résiduelles.

Il est possible de fabriquer des brides permettant de soutenir les structures susceptibles de se plier lors de la fabrication, même si cela représente des coûts en matière et en temps de fabrication supplémentaires.

La solution la plus couramment employée dans le milieu industriel consiste à faire subir à une pièce nouvellement construite un traitement thermique de détensionnement permettant de relâcher une grande partie des contraintes résiduelles (Combres, 2013). La fabrication générant des microstructures particulières, ces traitements thermiques les altèrent souvent.

Le LBM permet une grande flexibilité en termes de matériau, de par son utilisation de poudres. Cette technologie a aussi pour avantage d'avoir un court temps de pause entre deux fabrications et un redémarrage facile en cas de problème. En revanche ce procédé n'est pas adapté à des pièces de grandes dimensions ou nécessitant des supports massifs (D&Consultants, 2017). Des techniques contraignantes sont souvent nécessaires pour séparer les pièces du plateau de construction, comme par exemple la découpe par électroérosion. De plus le support de fabrication doit bien souvent être du même matériau que la pièce fabriquée, ce qui peut s'avérer onéreux dans le cas de matériaux couteux comme le titane.

#### D) Paramètres procédés

La fabrication additive est dépendante de beaucoup de paramètres dont la hiérarchie d'effet ou l'interdépendance est mal connue. Nous nous proposons d'en faire une liste ici.

##### a) Paramètres du laser

Les premiers paramètres du laser qui sont réglés sur une machine de fabrication additive sont la vitesse de balayage du laser  $v$  (mm/s) et la puissance du laser  $P$  (W).

On montre dans la littérature qu'une diminution de la vitesse de balayage à puissance constante est accompagnée de l'apparition de larges pores, d'une augmentation de dureté et de tailles de bords de fusions plus importants (Thijs et al., 2010). Lorsque la vitesse de balayage diminue l'apparition de pores est aussi prédite par des travaux de modélisation (Hodge et al., 2016). Une augmentation de la taille des grains est aussi observée lors d'une augmentation de la puissance du laser (Vrancken et al., 2013b), retrouvant ainsi le même effet que dans la réduction de la vitesse. Il est difficile de décorrélérer l'effet de la puissance du laser et de la vitesse de balayage sur la taille des bords de fusion par exemple. La taille de ceux-ci étant dépendante de nombreux paramètres, comme puissance et vitesse du laser, c'est la quantité d'énergie reçue par le matériau qui permettra d'en comprendre l'évolution de dimension (Lee and Zhang, 2016).

En effet, dans la littérature, puissance et vitesse sont souvent reliés entre eux par le biais de la densité d'énergie qui comprend aussi l'épaisseur de la couche de poudre  $t$  ( $\mu\text{m}$ ) et la largeur du faisceau laser  $h$  ( $\mu\text{m}$ ). Ces paramètres sont reliés par la relation suivante (Thijs et al., 2010) :

$$E = \frac{P}{vht} \quad (\text{I.1})$$

La densité d'énergie ( $\text{J}/\text{mm}^3$ ) est souvent utilisée dans la littérature pour comparer différents échantillons fabriqués en LBM mais sous des conditions différentes. Ainsi on peut voir dans le travail de (Song et al., 2012) qu'un domaine favorable de construction peut être défini au regard de la densité d'énergie (Figure I.5). Dans la zone I (carré rouge), la densité d'énergie est trop importante et c'est ici que l'on observe les surfusions, tandis que dans la zone III (triangle bleu) la densité d'énergie est trop faible et des défauts de fusion apparaissent. La zone II (étoile verte) correspond aux couples vitesse et puissance optimum pour l'alliage donné, ici du TA6V.

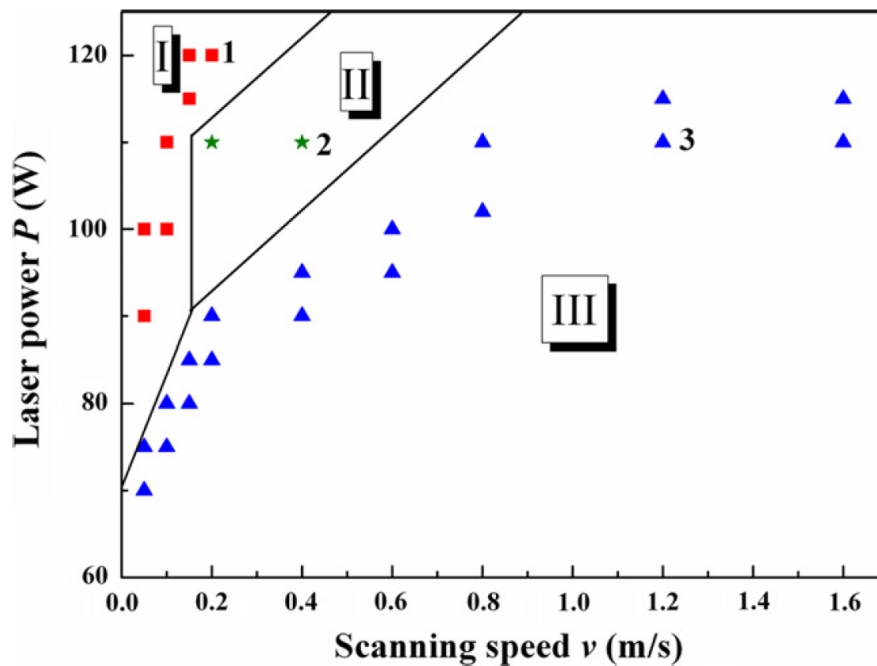


Figure I.5- Diagramme de qualité matériau (TA6V). Puissance versus vitesse du laser (Song et al., 2012)

Le diamètre du laser, souvent contrôlé par défocalisation du faisceau, aura un impact sur la taille des bains de fusion et donc sur la taille des grains. Une défocalisation du faisceau laser entrainera une augmentation de la surface chauffée sans changer la quantité d'énergie envoyée au lit de poudre, diminuant ainsi la quantité d'énergie par unité de surface envoyée au matériau.

Certaines machines sont équipées de lasers pulsés dont les impulsions ne durent que quelques dizaines de nanosecondes. Du fait du faible temps d'éclairage du matériau la

dissipation d'énergie sur le métal environnant le spot du faisceau est amoindrie, permettant ainsi d'atteindre plus facilement le seuil d'énergie nécessaire à la fusion (Ng et al., 2011).

### b) Stratégie de balayage

La stratégie de balayage correspond au motif parcouru par le laser sur le lit de poudre. Un premier paramètre est le motif dessiné par le laser, c'est-à-dire la trajectoire du laser sur la surface du lit de poudre. Les différentes stratégies de balayages sont représentées sur la figure I.6. Le laser peut couvrir la surface en faisant uniquement des aller simples (figure I.6a), des allers-retours (figure I.6b), procéder secteur par secteur qu'ils soient carrés (figure I.6c) ou hexagonaux (figure I.6f) ou encore en spirale concentrique vers l'intérieur (figure I.6d) ou l'extérieur (figure I.6e).

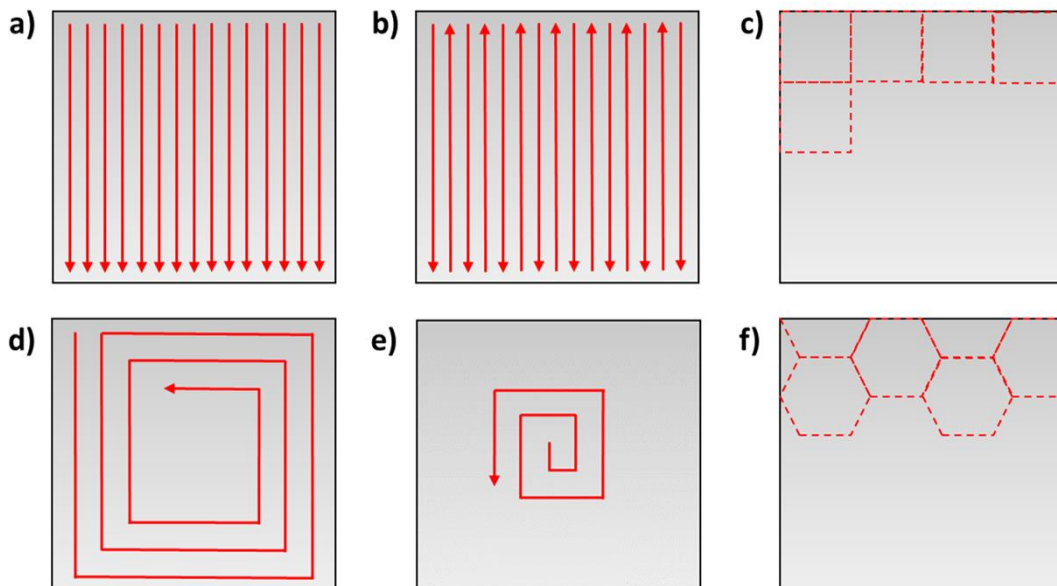


Figure I.6 - Stratégies de balayage a) en aller simple, b) en aller retours, c) en secteurs carrés, d) en spirales vers l'intérieur, e) en spirale vers l'extérieur et f) en secteurs hexagonaux.

L'aller-retour, aussi appelé zig-zag, a l'avantage de réduire le temps de fabrication en comparaison de l'aller simple. La stratégie en ilots permet d'homogénéiser la surface en jouant sur l'ordre de fusion des secteurs, qu'il soit prévu ou aléatoire à chaque couche (Merçelis, P. and Kruth, J-P., 2006).

A paramètres laser identiques, la stratégie en spirale vers l'intérieur permet d'avoir une plus grande densité dans la pièce fabriquée tandis que les spirales vers l'extérieur ont l'effet inverse (Grum and Šturm, 2004). La distance entre deux passages du laser, appelée *hatch distance*, fait aussi partie de la stratégie de balayage. Généralement, les passes du laser ne se recouvrent pas. Un recouvrement du faisceau lors de différentes passes parallèles peut entraîner une surfusion localement générant un surélévation du lit de poudre pouvant être problématique pour la fabrication.

L'angle entre le motif de deux couches successives, appelé *hatch angle*, souvent noté  $\theta$  (figure I.7) peut aussi être une façon d'homogénéiser le matériau. Dans la littérature on trouve très souvent un *hatch angle* à  $90^\circ$  afin d'optimiser la densité (Thijs et al., 2010).

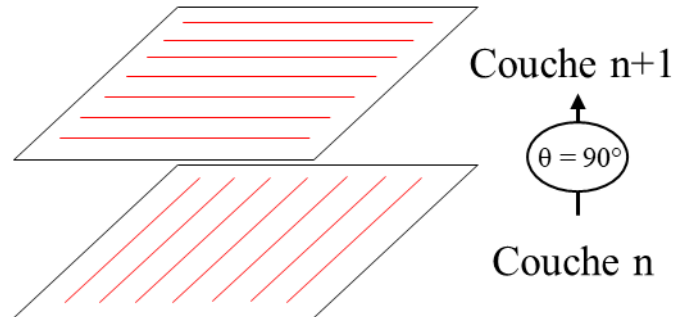


Figure I.7 – *Hatch angle*, l'angle entre le motif de lasage de deux couches successives

De même, l'angle entre le motif et les directions principales de la pièce de fabrication est appelé l'angle  $\alpha$ . Cet angle est utilisé pour orienter les cordons de soudure dans une direction particulière, qui peut être dans les directions principales de la pièce fabriquée, ou pas.

Certaines machines permettent d'ajouter un contouring. Le contouring consiste en un second lasage après avoir lasé la couche afin de réduire les rugosités de surface. Un exemple de contouring pourrait être un second lasage des bords de chaque couche puis un second lasage complet de la dernière couche (Mishurova et al., 2017). Certaines études montrent que réduire la puissance du laser à l'approche des bords de la pièce fabriquée peut stabiliser la taille des grains, ce qui permet d'éviter de recourir à un contouring (Vrancken et al., 2013b).

### c) Paramètres de mise en œuvre

Les paramètres de mise en œuvre sont les différentes façons de fabriquer une même pièce avec les mêmes paramètres laser et balayage.

Il est possible de changer l'orientation de la pièce par rapport au plateau de fabrication, changeant ainsi l'orientation des bains de fusion, donc de la texture morphologique, par rapport à la pièce ce qui peut générer une anisotropie dans le comportement mécanique du matériau (Edwards and Ramulu, 2015).

La position d'une pièce peut être changée sur le plateau, mais les effets de ce paramètre sont mal connus.

Le temps de repos, qui est le temps entre le lasage de deux couches successives, peut avoir un effet sur la diffusion de chaleur dans la pièce fabriquée et ce faisant sur la distorsion et les contraintes résiduelles générées au cours de la fabrication (Denlinger et al., 2015).

Certains plateaux peuvent aussi être préchauffés pour éviter des effets dus aux fortes vitesses de refroidissement et aux gradients thermiques générés par le passage du laser.

Dans cette première partie, nous avons détaillé les particularités trouvées dans les pièces élaborées par fabrication additive : porosité, rugosité, contraintes résiduelles et microstructure particulière sont le signe d'une pièce mise en forme par ce mode d'élaboration. De nombreux procédés existent, nous faisons le choix ici de nous concentrer sur le LBM. De nombreux paramètres interconnectés ont été identifiés dans la littérature. Afin de les étudier plus tard nous les séparons en trois grandes familles indépendantes : densité d'énergie du laser, stratégie de balayage et mise en œuvre.

## II) Titane :

### A) Titane pur

Le titane pur cristallise principalement suivant deux phases. Une phase  $\beta$  stable à haute température et une phase  $\alpha$  stable à basse température. La phase  $\beta$  cristallise dans une structure cubique centrée (figure I.8.a) en dessous de la température de fusion du titane à  $1670^\circ\text{C}$  et est stable au-dessus de la température de transus  $\beta$   $T_\beta = 882^\circ\text{C}$ . La phase  $\alpha$  quant à elle est stable en dessous de  $T_\beta$  et cristallise dans une structure hexagonale compacte (figure I.8.b). Les notations à 4 indices permettant de décrire les plans et directions du système hexagonal sont détaillées dans l'annexe 1.



Figure I.8 – a) Maille cubique de la phase  $\beta$  et b) maille hexagonale de la phase  $\alpha$

Ce changement de phase est une transformation allotropique car on considère un corps pur. Le paramètre de maille de la phase  $\beta$  étant de  $a = 0,332 \text{ nm}$  et ceux de la phase  $\alpha$  étant  $a = 0,295 \text{ nm}$  et  $c = 0,468 \text{ nm}$ , on obtient un rapport  $c/a$  égal à  $1,587$ , inférieur à ceux d'autres matériaux cristallisant dans une structure hexagonale compacte comme le magnésium ( $1,62$ ), le zinc ( $1,86$ ) ou le zirconium ( $1,59$ ) (Boyer et al., 1994). Le rapport  $c/a$  idéal est de  $1,633$  pour une maille hexagonale parfaitement compacte. Ce changement de phase suit les relations de Burgers ci-dessous et s'accompagne d'une distorsion de la maille (Burgers, 1934) :

$$\begin{aligned} (110)_\beta & \parallel (0001)_\alpha \\ [1\bar{1}1]_\beta & \parallel [11\bar{2}0]_\alpha \end{aligned} \quad (\text{I.2})$$

La figure I.9 montre ce changement de phase en suivant les relations de Burgers.

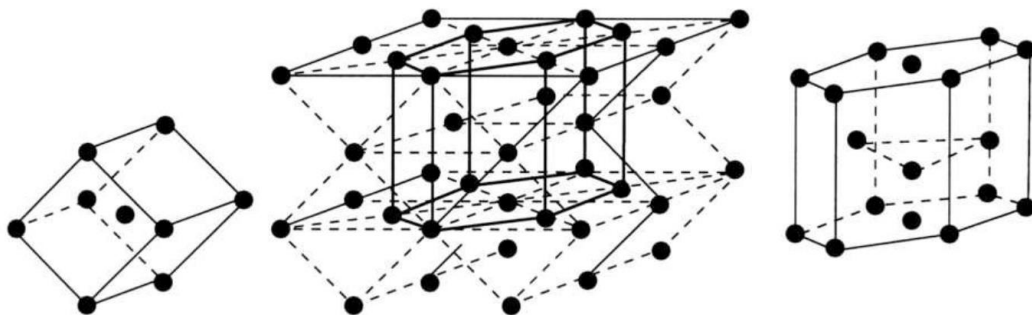


Figure I.9 – Illustration des relations de Burgers reliant les mailles cristallines cubiques et hexagonales (Combres, 2013)

## B) Éléments d'alliage

Il existe deux types de positions d'équilibre pour des éléments chimiques dans la phase hexagonale du titane. Premièrement, s'ils sont assez petits les atomes peuvent être ajoutés en insertion dans les sites octaédriques ou tétraédriques de la maille. C'est souvent le cas de petits atomes comme l'hydrogène, l'oxygène, le carbone ou l'azote. Si les atomes sont trop gros, alors ils peuvent être ajoutés en substitution d'atomes de titane dans la maille hexagonale compacte, c'est par exemple le cas de l'aluminium et du vanadium qui ont un rayon atomique supérieur aux rayons des différents sites interstitiels.

Certains éléments d'alliage auront la capacité de modifier la température de transus  $\beta$ , en stabilisant ou non la phase cubique. On classe les éléments suivant trois catégories : les  $\alpha$ -gènes qui stabilisent la phase  $\alpha$ , les  $\beta$ -gènes qui stabilisent la phase  $\beta$  et les éléments neutres qui ne stabilisent aucune des deux phases.

### a) Éléments $\alpha$ -gènes

L'aluminium, en substitution dans la maille hexagonale est l'élément le plus courant dans les alliages de titane. L'ajout d'aluminium dans l'alliage augmente la résistance mécanique mais réduit la ductilité (Sakai and Fine, 1974). Sa teneur est cependant souvent limitée à 7% en masse pour éviter la précipitation de la phase ordonnée  $Ti_3Al$  nommée  $\alpha_2$ , connue pour fragiliser le matériau (Gray et al., 1990).

L'oxygène, le carbone et l'azote sont aussi des éléments  $\alpha$ -gènes se positionnant en insertion. Ces éléments ont pour effet d'augmenter la dureté et la résistance mécanique du matériau au détriment de la ductilité.

On introduit la notion d'aluminium équivalent pour comparer l'effet de différents éléments  $\alpha$ -gènes (Rosenberg, 1970):

$$[Al_{eq}] (\% \text{ massique}) = [Al] + 0,17 \times [Zr] + 0,33 \times [Sn] + 10 \times [O] \quad (I.3)$$

### b) Éléments $\beta$ -gènes

Le vanadium entre en substitution dans la phase cubique et réduit la température de transus  $\beta$ . Pour stabiliser localement la phase  $\beta$ , 15% en masse de vanadium est nécessaire.

Le molybdène augmente la résistance, la ductilité et la tenue en fluage à température moyenne, tout en augmentant la résistance à la corrosion de l'alliage.

Le fer diminue grandement la température de transus  $\beta$  et améliore le compromis entre résistance mécanique et ductilité de l'alliage.

L'hydrogène est aussi considéré comme un élément  $\beta$ -gène et s'ajoute en insertion dans les sites tétraédriques de la phase hexagonale (Conrad, 1981). La formation d'hydrures augmente la limite d'élasticité du matériau mais en abaisse la ductilité (Huez et al., 1998).

L'équation I.4 présente un équivalent molybdène pour comparer l'effet de différents éléments  $\beta$ -gènes (Molchanova, 1965):

$$[Mo_{eq}] (\% \text{ massique}) = [Mo] + \frac{[V]}{1,5} + \frac{[Cr]}{0,6} + \frac{[Fe]}{0,35} + \frac{[Cu]}{1,3} + \frac{[Nb]}{3,6} \quad (I.4)$$

### C) Alliages de titane

En fonction du pourcentage de phase  $\alpha$  et  $\beta$  stabilisée les alliages peuvent être catégorisés suivant 5 dénominations différentes, rendant compte des proportions en éléments  $\alpha$ -gènes et  $\beta$ -gènes. On définit la grandeur  $X$  comme :

$$X = \frac{[Mo_{eq}]}{[Al_{eq}]} \quad (I.5)$$

- $X = 0$  : Alliages  $\alpha$ , composés à 100% de phase  $\alpha$
- $0 < X \leq 0,3$  : Alliages quasi  $\alpha$ , avec très peu de phase  $\beta$
- $0,3 < X \leq 1,5$  : Alliages  $\alpha+\beta$ , constitués de phase  $\alpha$  et  $\beta$
- $1,5 < X \leq 3$  : Alliages quasi- $\beta$ , composés majoritairement de phase  $\beta$
- $X > 3$  : Alliages  $\beta$ , entièrement constitués de phase  $\beta$

Le pourcentage de phase aura un impact important sur les caractéristiques de l'alliage. La figure I.10 montre les tendances de comportement de chaque type d'alliage.

En ce qui concerne le TA6V, nous donnons sa composition chimique en pourcentage massique dans le tableau I.1 ci-dessous.

Tableau I.1 – Composition chimique TA6V en % massique (Boyer et al., 1994)						
Ti	Al	V	C	Fe	O	N
Base	5,5-7	3,5-4,5	< 0,08	< 0,25	< 0,20	< 0,07



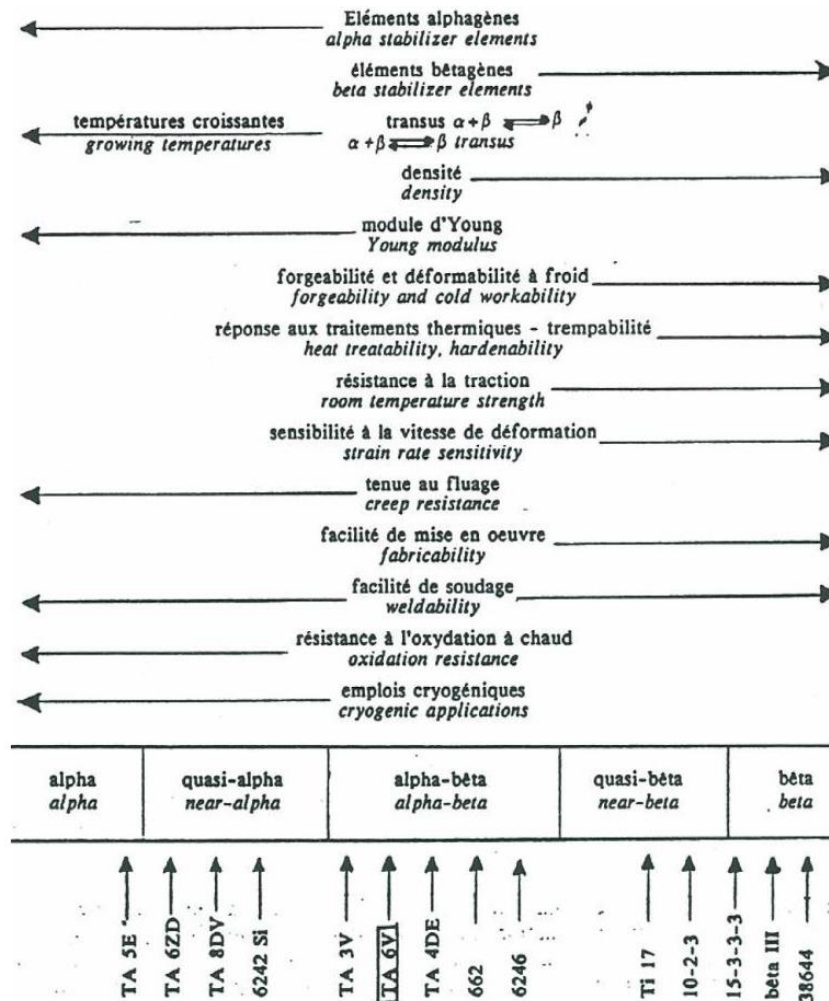


Figure I.10 – Caractéristiques des différentes classes d’alliages de titane (Tricot, 1988)

## D) Microstructures

Le titane présente une grande variété de microstructures en fonction de son histoire thermomécanique. Nous nous proposons d’en présenter les principales phases ici.

### a) La phase $\beta$

La phase  $\beta$  primaire est la phase cubique stable au-dessus du transus  $\beta$ . Lorsque la température décroît en dessous de  $T_\beta$ , la phase  $\beta$  n’est plus stable. L’architecture des grains est conservée, c’est ce que l’on appelle ex grain  $\beta$ , et les autres phases croissent dans cette architecture en suivant les relations de Burgers. La phase  $\beta$  peut être métastable, c’est-à-dire hors équilibre à température ambiante grâce à une composition chimique locale riche en éléments  $\beta$ -gènes, de l’ordre de 15% dans le cas du vanadium (Hocheid et al., 1970).

## b) Les phases $\alpha$

Lors du refroidissement la phase  $\alpha$  croit généralement depuis les joints de grains ou à partir de défauts au cœur des grains. La phase  $\alpha$  croit dans la phase  $\beta$  en suivant les relations de Burgers. Différents types de phases  $\alpha$  peuvent exister dans le matériau en fonction de la vitesse de refroidissement et de la température à partir de laquelle ce refroidissement commence. La phase  $\alpha$  se forme lors de refroidissements lents ou modérés dans le domaine ( $\alpha+\beta$ ) et la phase  $\alpha$  martensitique lors de refroidissements rapides comme des trempes.

La phase  $\alpha'$  est une phase métastable martensitique que l'on rencontre dans le titane. Les martensites sont issues de transformations displacives, c'est-à-dire des transformations de phase impliquant un changement d'ordre cristallin sans que les atomes ne diffusent : le réseau change mais pas la chimie. La phase  $\alpha'$  se forme par des refroidissements très rapide ( $> 160^\circ\text{C/s}$ ) (Le Maitre, 1970) au cours desquels une distorsion et un cisaillement de la maille a lieu sans que les éléments d'alliage aient la possibilité de diffuser. Lors d'un refroidissement rapide la martensite commence à se former à la température  $M_S$  (Martensite start) et termine à la température  $M_F$  (Martensite finish). Entre ces deux températures deux phases coexistent dans le matériau : la phase  $\beta$  et la phase  $\alpha'$ . La température  $M_S$  diminue avec l'ajout d'éléments  $\beta$ -gènes tandis qu'elle augmente avec l'ajout d'éléments  $\alpha$ -gènes, dans le cas du titane pur elle se situe aux alentours de  $850^\circ\text{C}$  (Lutjering and Williams, 2003). Pour le cas particulier du TA6V, la température de début de transformation martensitique  $M_S$  est très proche du transus  $\beta$  ( $995^\circ\text{C}$ ) et la température de fin de transformation martensitique  $M_F$  se situe entre  $650^\circ\text{C}$  et  $750^\circ\text{C}$  (Combres, 2013). La phase  $\alpha'$  prend alors la forme de fines aiguilles enchevêtrées et comporte des caractéristiques à mi-chemin entre la phase  $\alpha$  et la phase  $\beta$  (Williams et al., 1972) : Sans effet de diffusion, la phase martensitique  $\alpha'$  garde une composition chimique proche de celle de la phase  $\beta$  dont elle est issue dans une structure hexagonale compacte très proche de la phase  $\alpha$ . Ces paramètres de maille sont très proches de ceux de la phase  $\alpha$ , lors d'analyse DRX ils sont souvent considérés comme identiques à tel points les pics de diffraction sont proches (Zhao et al., 2016). Dans la littérature, on peut trouver que ces paramètres de maille de la phase martensitique sont  $a = 2,9535 \text{ \AA}$  et  $c = 4,6593 \text{ \AA}$  (Yang et al., 2016) ce qui est très proche de ce qu'on trouve pour la phase  $\alpha$  on a :  $a = 2,95 \text{ \AA}$  et  $c = 4,68 \text{ \AA}$  (Boyer et al., 1994).

## c) Les phases rencontrées dans le TA6V

La composition chimique du TA6V comprenant de l'aluminium ( $\alpha$ -gène) et du vanadium ( $\beta$ -gène) lui permet de stabiliser à température ambiante les phases  $\alpha$  et  $\beta$ , même si la phase  $\beta$  reste toujours minoritaire ( $<10\%$ ). Cependant, en fonction de l'histoire thermomécanique du matériau, différentes microstructures peuvent être créées. Ainsi, dans le TA6V on rencontre généralement les phases  $\alpha_p$ ,  $\alpha_s$  et  $\beta$  stable et métastable. Des traitements thermomécaniques peuvent aussi faire apparaître les phases martensitiques  $\alpha'$ .

d) Le TA6V élaboré par LBM

Lors de la solidification du bain de fusion la phase  $\beta$  précipite puis, les fortes vitesses de refroidissement empêchant la diffusion des éléments chimiques, la phase martensitique  $\alpha'$  précipite (Agius et al., 2017). La dissipation de la chaleur ayant lieu par le biais du plateau de fabrication, les grains prennent une forme colonnaire, comprenant plusieurs bords de fusion les uns sur les autres. En raison des fortes vitesses de refroidissement, nous avons donc une microstructure colonnaire dans laquelle la phase  $\alpha'$  est omniprésente (figure I.11).

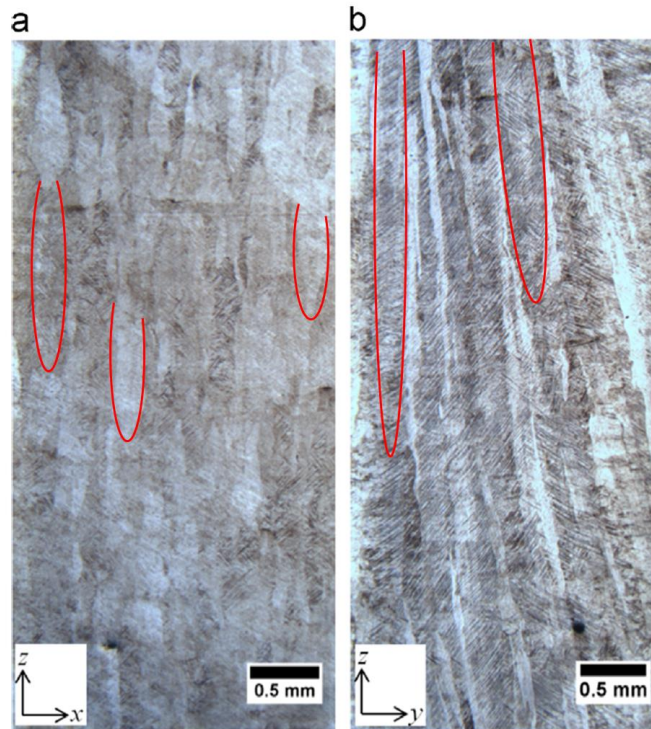


Figure I.11 - Grains colonnaires de lattes  $\alpha'$  (Simonelli et al., 2014)

Lors de la fusion de la couche  $n$ , la couche  $n-1$  subit l'influence du passage du laser et est refondue. Ainsi, les couches précédemment fondues reçoivent un traitement thermique qui va altérer la microstructure faisant précipiter différentes tailles d'aiguilles de la phase martensitique  $\alpha'$  au cours de cinq cycles différents (chacun composé d'une montée et d'une descente en température) comme proposé dans la littérature (Yang et al., 2016). On représente sur la figure I.11 les différents cycles thermiques subis par le matériau lors de l'élaboration des différentes couches proposés par Yang et al. : sur la figure I.11.a les cycles de température et sur la figure I.11.b des représentations schématiques de la microstructure au cours de ces cycles de température. Lors de la première montée en température du cycle 1 le matériau est porté à fusion (étape 1) puis lors du refroidissement les aiguilles de martensites  $\alpha'$  primaire précipitent (étape 2).

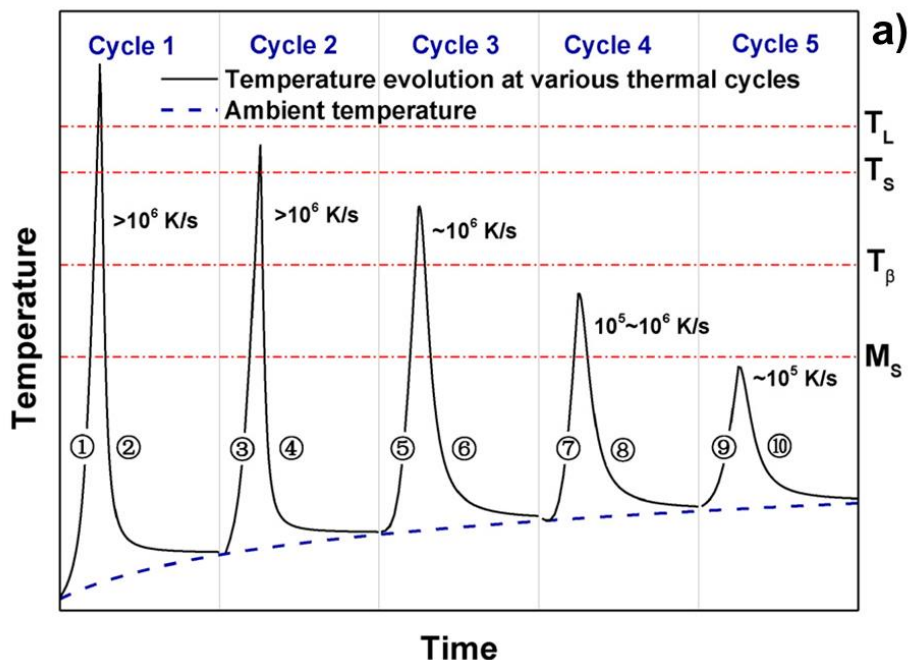
Au 2<sup>ème</sup> cycle on a d'abord une montée en température qui va provoquer une fusion partielle et des transformations en grains  $\beta$  (étape 3) puis lors du refroidissement de nouvelles aiguilles de martensites vont apparaître. Ces aiguilles  $\alpha'$  se présentent sous forme de nouvelles lattes  $\alpha'$  primaire mais aussi de lattes  $\alpha'$  secondaire plus petites, conséquence d'une

montée en température plus faible et d'une remise en solution incomplète de la phase  $\beta$  (étape 4).

Lors du 3<sup>ème</sup> cycle seules des transformations de phase à l'état solide peuvent avoir lieu car on n'atteint plus l'état liquide, la déformation induite par la sollicitation thermique va produire des dislocations qui vont accélérer la précipitation des lattes martensitiques (étape 5), pendant le refroidissement on va assister à une diffusion des éléments chimiques favorisant la croissance de certaines lattes à défaut d'autres (étape 6).

Lors du 4<sup>ème</sup> cycle certaines lattes martensitiques formées précédemment se décomposent en  $\beta$  métastable durant la montée en température (étape 7) alors que les lattes les plus épaisses sont susceptibles de grossir encore. On note l'apparition de macles dans le matériau. Après ce 4<sup>ème</sup> refroidissement des lattes martensitiques encore plus fines, entrant dans la catégorie des martensites  $\alpha'$  tertiaire, apparaissent (étape 8).

Enfin, durant le 5<sup>ème</sup> cycle, la température atteinte ne permet plus une transformation en  $\beta$  ce qui permettra encore aux lattes martensitiques de grossir alors que seule une très faible proportion des lattes va se retransformer en  $\beta$  très instable (étape 9) qui se transformera à nouveau lors du refroidissement en une quatrième famille de martensites  $\alpha'$  quadratique. Les auteurs définissent ainsi quatre familles de tailles de lattes dont on résume les ordres de grandeur dans le tableau I.2.



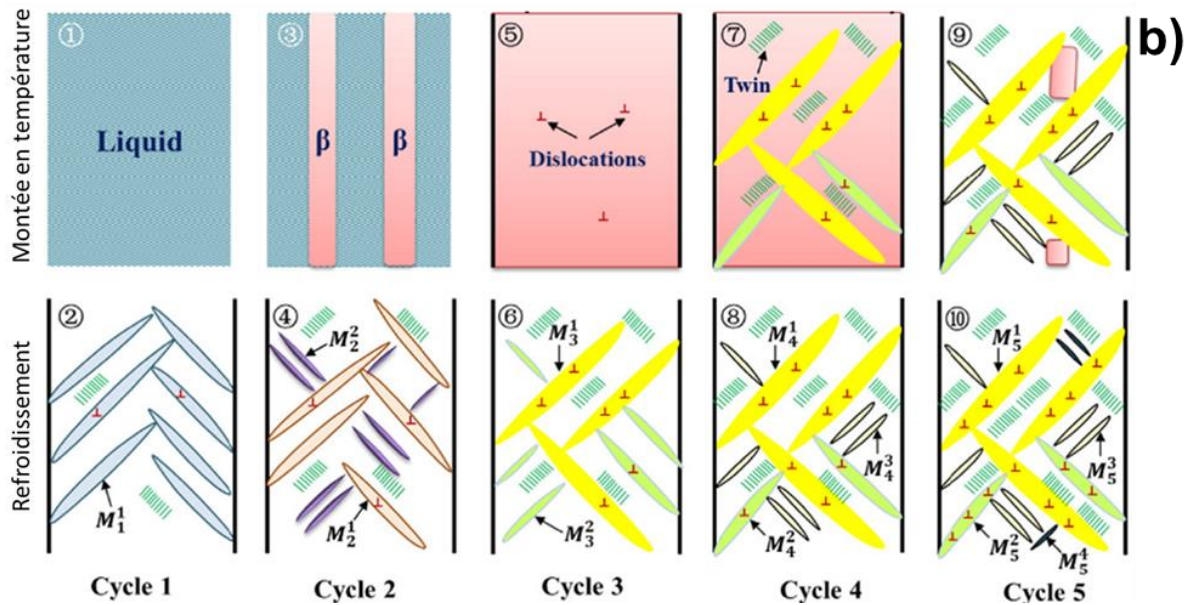


Figure I.11 – a) Cycles de chauffe imposés par le laser pendant l’élaboration de différentes couches b) Représentation schématique de la formation des lattes martensitique au cours des différents traitements thermiques générés par les passages du laser, adapté de (Yang et al., 2016)

Tableau I.2 – Ordre de grandeur des différentes tailles de martensites (Yang et al., 2016)

Type d’aiguille martensitique $\alpha'$	Taille de l’axe majeur	Taille de l’axe mineur
Primaires	> 20 $\mu\text{m}$	1 – 3 $\mu\text{m}$
Secondaires	10 – 20 $\mu\text{m}$	100 – 900 nm
Tertiaires	1 – 10 $\mu\text{m}$	20 – 90 nm
Quadratique	< 1 $\mu\text{m}$	< 20 nm

Les aiguilles martensitique  $\alpha'$  étant plus fine que les aiguilles  $\alpha$ , de nombreuses interfaces apparaissent dans la microstructure issue de la fabrication additive, gênant le mouvement des dislocations augmentant ainsi la limite d’élasticité du matériau. Cette augmentation de la limite d’élasticité est en effet observée dans la littérature lors d’essai de traction. L’allongement à rupture étant en revanche plus faible (Xu et al., 2015).

Lors du refroidissement après le passage du laser un gradient thermique peut apparaître dans le bain de fusion, aidant à la diffusion de l’aluminium vers l’extérieur de celui-ci et favorisant la précipitation de la phase  $\alpha_2$ , phase fragilisant qui nécessite la présence d’au moins 7% d’aluminium en masse pour précipiter. Si la présence de cette phase a été vue par [Thijs, 2010], elle n’est toutefois observée que très rarement.

## E) Grandeurs mécaniques d’élasticité

### a) Monocristal

Le tenseur des rigidités est utilisé pour caractériser le comportement élastique d’un matériau. L’élasticité linéaire est une propriété reliant deux tenseurs de rang 2. Il s’agit donc

d'un tenseur de rang 4 possédant  $3^4 = 81$  composantes  $C_{ijkl}$ . On montre cependant que le nombre de composantes indépendantes est bien plus faible et que l'on peut écrire ce tenseur sous forme d'une matrice symétrique 6x6 avec 21 composantes. Ainsi, les composantes du tenseur de rigidité  $\mathbf{C}$  ne comportent que deux indices. Le nombre de composants diminue lorsque la symétrie du matériau augmente. Le titane ayant une maille hexagonale, l'expression du tenseur de rigidité se réduit à cinq composantes indépendantes qu'on donne dans l'équation I.6 dans le tenseur  $\mathbf{C}$ . La composante  $C_{66}$  n'est pas indépendante et peut être exprimée suivant l'équation I.7.

$$\mathbf{C} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{pmatrix} \quad (\text{I.6})$$

$$C_{66} = \frac{1}{2}(C_{11} - C_{12}) \quad (\text{I.7})$$

On donne dans le tableau I.3 pour le titane pur et mesuré par vibration acoustique dans un monocristal.

Tableau I.3 – Composantes du tenseur de rigidité en GPa mesuré par vibration acoustique

	$C_{11}$	$C_{12}$	$C_{13}$	$C_{33}$	$C_{44}$	$C_{66}$
Titane pur (Ogi et al., 2004)	160,0	90,0	72,3	183,0	45,0	35,0

En raison de la géométrie de la maille hexagonale, il apparait une anisotropie des caractéristiques mécaniques du titane. On peut illustrer cette anisotropie en traçant le module d'Young du monocristal en fonction d'un angle  $\psi$  par rapport à la direction de l'axe  $c$  en utilisant l'équation III.12 (figure I.12).

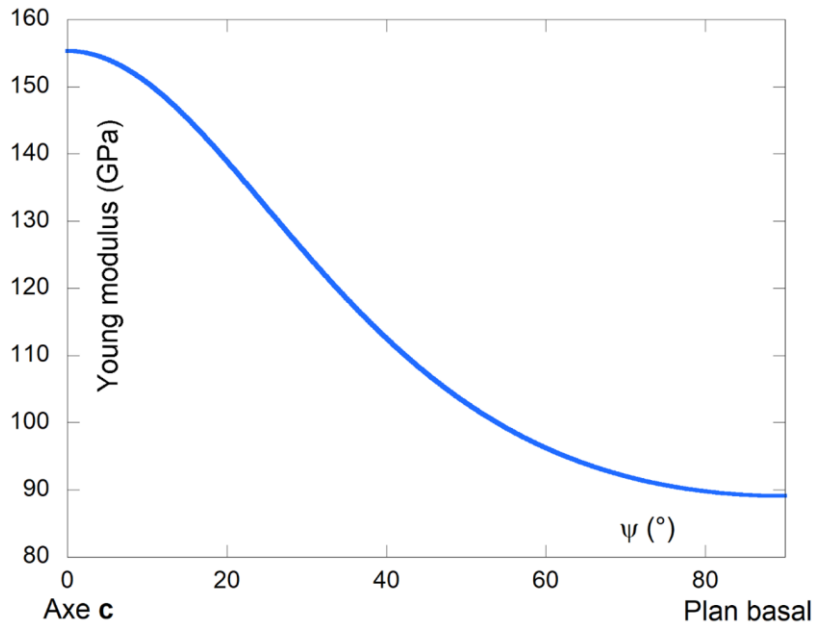


Figure I.12 - Module d'Young en fonction de l'angle par rapport à l'axe c calculé à partir des valeurs de  $C_{ij}$  provenant de la littérature (Ogi et al., 2004)

Pour avoir une idée du module d'Young de la phase  $\beta$  et puisqu'il est difficile d'avoir un module de cette phase à température ambiante dans le titane pur, on prend le module d'un alliage  $\beta$  de titane qui est le Beta-21S, dont le module d'Young est de 105 GPa (Boyer et al., 1994).

#### b) Polycristal

Le titane pur a un module d'Young macroscopique à température ambiante de 100 GPa à 110 GPa (Boyer et al., 1994). Cependant, un module à 85 GPa à 25°C est prédit par une loi linéaire dépendant de la température :

$$E \text{ (GPa)} = 105,5 - 0,0645T \quad (\text{I.8})$$

Cette équation où T est la température en Kelvin est utilisable dans le cas de titane de haute pureté (99,9%) et en dessous de 500 K (227°C) (Hillert, 1961).

Au-delà de 500 K, l'équation suivante doit être utilisée :

$$E \text{ (GPa)} = 97 - 0,0486T \quad (\text{I.9})$$

Dans le cas du TA6V, on trouve dans la littérature un module d'Young pouvant varier de 100 à 130 GPa (Boyer et al., 1994). Cette large variation est en partie due aux différentes microstructures accessibles par traitement thermique dans le TA6V.

Nous avons pu voir dans cette partie que les alliages de titane peuvent cristalliser dans de nombreux types de microstructures en fonction des cinétiques de refroidissements, des éléments d'alliages ou encore des traitements thermomécaniques appliquées. Dans le cas du TA6V brut de fabrication mis en forme par LBM la phase martensitique  $\alpha'$  précipite dans le matériau sous forme de fines aiguilles. Cette microstructure caractéristique du LBM étant différente de celles rencontrées par voies d'élaborations conventionnelles, des différences de caractéristiques mécaniques sont attendues.



### III) Contraintes résiduelles

#### A) Définitions

Les contraintes résiduelles sont les contraintes qui subsistent dans une pièce lorsque celle-ci n'est soumise à aucune force extérieure. Celles-ci proviennent de l'histoire thermo-mécanique du matériau depuis son élaboration. Lorsqu'une pièce subit une sollicitation extérieure les points matériels qui la composent se déplacent. Ce déplacement est exprimé par la grandeur tensorielle qu'on appelle la déformation. Toute déformation élastique  $\underline{\varepsilon}$  (%) peut être reliée à une contrainte  $\underline{\sigma}$  (MPa) par le tenseur de rigidité du matériau  $\underline{C}$  (GPa) en suivant la relation suivante :

$$\underline{\sigma} = \underline{C}\underline{\varepsilon} \quad (I.10)$$

La déformation peut être séparée en deux composantes : la déformation élastique qui est recouvrable et la déformation plastique qui est irréversible. Les déformations plastiques provenant de déformations thermiques ou encore de déformations de transformation de phase ne sont pas toujours compatibles d'un grain à l'autre, ou d'une phase à l'autre. Pour rendre compatible ce champ de déformations incompatibles un champ de déformation élastiques est nécessaire. De ce champ élastique découle ce que l'on appelle les contraintes résiduelles. La contrainte totale est la somme des contraintes appliquées et des contraintes résiduelles (Sprauel, 1994).

#### B) Ordres des contraintes

En raison de la présence des discontinuités, comme des grains ou différentes phases par exemple, il n'est pas possible de définir des caractéristiques mécaniques sans faire référence à un volume donné de matière qui dépend du moyen d'analyse utilisé pour caractériser l'échantillon. Ce volume définit l'échelle d'observation de la pièce. A une échelle d'observation donnée on admet le volume comme quasi-continu, c'est-à-dire que les discontinuités n'apparaissent qu'aux frontières du domaine considéré ou sont trop petites pour être décelées par le moyen d'analyse utilisé. On définit alors trois ordres de grandeurs pour décrire le volume étudié. L'ordre I considère des volumes de l'ordre du  $\text{mm}^3$ , à cette échelle les contraintes sont appelées contraintes macroscopiques et sont la somme des contraintes appliquées liées aux sollicitations extérieures et des contraintes résiduelles liées aux incompatibilités des déformations plastiques.

On définit à l'échelle mésoscopique l'ordre II qui décrit les caractéristiques mécaniques pour des volumes de l'ordre d'un grain, considérés comme des éléments de volumes continus.

Au niveau microscopique de nouvelles discontinuités apparaissent à l'intérieur des grains, comme les joints de macle, les dislocations ou les atomes interstitiels. Il faut définir des caractéristiques mécaniques à l'échelle de ces discontinuités, ce sont les caractéristiques mécaniques d'ordre III (Sprauel, 1994). L'échelle des différents ordres de contraintes est

représentée sur la figure I.13. Dans cette étude, on se focalisera sur des contraintes d'ordre I.

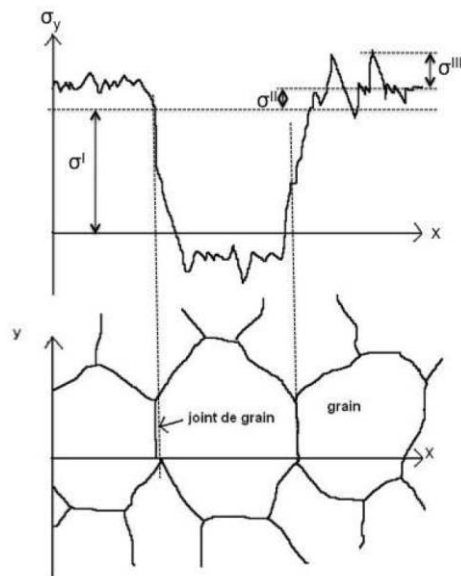


Figure I.13 – Schéma des trois ordres de contraintes (Deleuze, 2010)

Dans cette partie, nous avons pu voir que les contraintes résiduelles sont issues de déformations incompatibles avec le réseau cristallin. Celles-ci existent à différents ordres de grandeurs : A l'échelle des discontinuités macroscopiques (ordre I), des grains (ordre II) ou encore des discontinuités atomiques (ordre III).

## IV) Contraintes résiduelles en fabrication additive

En fabrication additive, et en particulier par LBM, les contraintes résiduelles constituent un obstacle important à la fabrication de pièces. Nous nous intéresserons ici aux paramètres impactant la genèse des contraintes résiduelles lors de l'élaboration par fabrication additive.

### A) Expérimental

#### a) Gradient thermique

Pour expliquer l'apparition des contraintes résiduelles en fabrication additive, Liu et al. proposent de définir trois régions avec des histoires thermiques différentes dans le matériau au cours de la fabrication (figure I.14). Sur la figure I.14.a) sont marquées trois températures : la température de fusion ( $t_m$ ), la température du point plastique du matériau ( $t_p$ ) et la température ambiante ( $t_n$ ). La température du point plastique décrit une température à laquelle la dilatation thermique applique une déformation non réversible au matériau. On définit trois régions dans des états thermiques différents : la région I fondue, la région II affectée thermiquement et la région III non-affectée thermiquement. Afin d'expliquer la genèse des contraintes résiduelles, l'auteur divise l'action en trois étapes. Dans la première étape (stage 1 sur la figure I.14.b) le laser passe sur la région I, celle-ci est fondue et donc libre de contrainte. La région II est à une température comprise entre  $t_p$  et  $t_n$  et tend à se dilater mais est restreinte par la région II : cela induit un état de compression de la zone II et de traction de la zone III. A l'étape 2, le laser est passé et la région I se solidifie en passant sous  $t_m$  et une réduction de volume a lieu. Celle-ci est limitée par la région II, ce qui produit un état de contrainte en traction dans la région I qui amplifie la compression dans la région II. A l'étape 3, la température continue de décroître et la région I continue de se rétracter ce qui amplifie la traction dans cette région et la compression dans la région II. Finalement, l'état de compression s'étend dans la région III, comme illustré sur la figure 18.b.

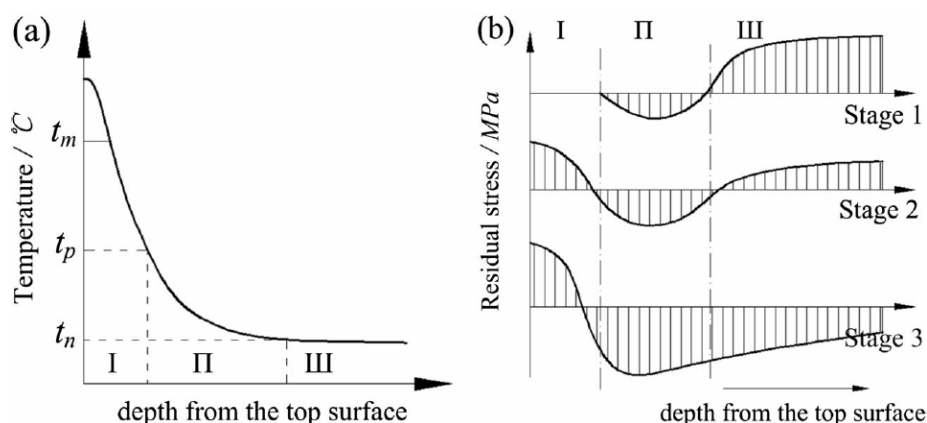


Figure I.14 – Distribution de la température en fonction de la hauteur durant l'élaboration par fabrication additive : a) Température et b) Contraintes résiduelles (Liu et al., 2016)

Ce modèle permet de comprendre pourquoi les dernières couches fabriquées sont souvent en traction alors que le volume de la pièce en dessous est dans un état de compression (Merçelis, P. and Kruth, J-P., 2006). Nous pouvons voir sur la figure I.15 qu'en effet, le haut de l'échantillon est dans un état de traction alors que le reste du volume est en compression et ce indépendamment de la hauteur de l'échantillon.

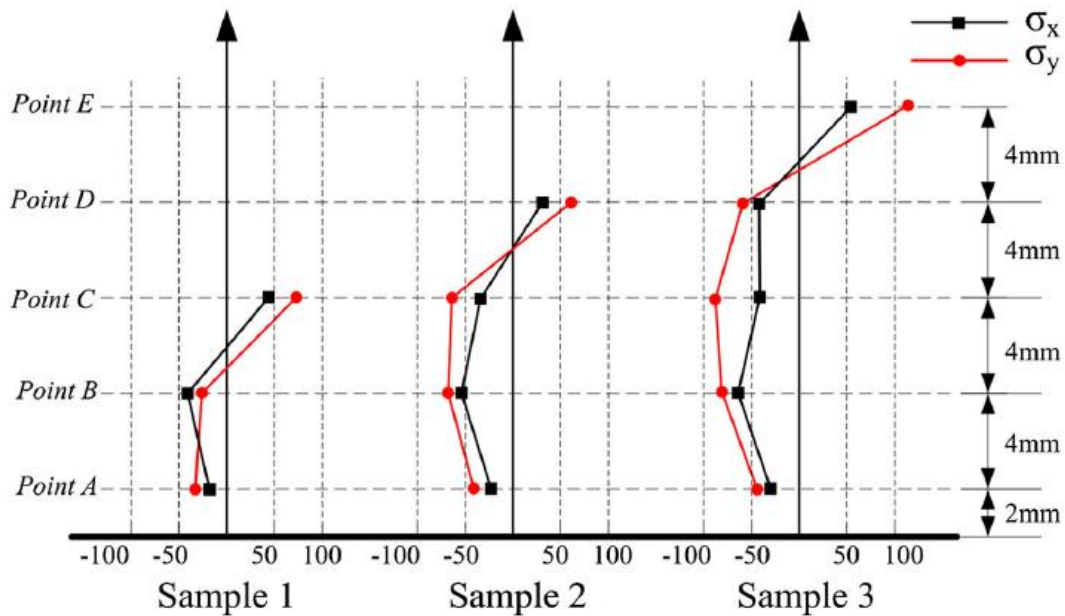


Figure I.15 – Contraintes résiduelles déterminées par DRX le long de la hauteur pour des échantillons de différentes tailles (Liu et al., 2016)

Dans le plan de la fabrication, c'est-à-dire dans une couche, les contraintes résiduelles sont alignées le long des cordons de soudure formés par le passage du laser (Parry et al., 2016). Une raison expliquant l'apparition des contraintes résiduelles est le fait que le cordon de fusion soit l'endroit dans lequel le gradient thermique est le plus important (Maisonneuve, 2008). Un effet de réduction de volume différent entre deux cordons de soudure adjacents peut générer l'apparition de contraintes résiduelles. Cette différence de réduction de volume due au gradient thermique est l'explication majoritairement traitée par modélisation (Megahed et al., 2016).

Le gradient thermique est formé par deux causes : la première est l'évacuation de la chaleur, qui a principalement lieu par conduction thermique entre le support de fabrication et la pièce élaborée (Maisonneuve, 2008) ; et la seconde le gradient thermique important qui existe le long du cordon de fusion en raison du passage du laser (Parry et al., 2016). La littérature est unanime quant au fait que le gradient thermique génère la majeure partie des contraintes résiduelles, si la pièce pouvait être fabriquée sans gradient, celle-ci serait libre de toute contrainte résiduelle (Roehling et al., 2019).

## b) Jeu des paramètres

Parce que beaucoup de paramètres de fabrication sont interconnectés en fabrication additive, il est difficile de prédire précisément quel paramètre va influencer le gradient thermique et donc les contraintes résiduelles. Nous nous proposons cependant de préciser ici les résultats expérimentaux trouvés dans la littérature.

Comme expliqué précédemment, différentes stratégies de balayage existent. Sont le plus souvent employées des stratégies combinant un motif en zig-zag (c'est-à-dire aller-retour) et un *hatch angle* de  $90^\circ$ . Cette stratégie optimise la densité et le temps de fabrication en minimisant le trajet du laser, à défaut de réduire l'état de contrainte résiduelle. En effet, des stratégies en spirale vers l'intérieur permettent de réduire les contraintes résiduelle en homogénéisant le gradient thermique dans la couche élaborée (Grum and Šturm, 2004). On précise vers l'intérieur car les spirales vers l'extérieur génèrent beaucoup de porosités, réduisant les contraintes résiduelles en raison des bords libres. Des stratégies de balayages combinant zig-zag et *hatch angle* à  $90^\circ$  génèrent moins de contraintes résiduelles que des stratégies de balayage par secteurs, notamment quand la taille des secteurs augmentent (Ali et al., 2018).

Pour une même stratégie de balayage, différents paramètres de fabrication peuvent encore être ajustés. Parmi ceux-ci, le chevauchement (overlap) est le recouvrement entre deux passes du laser. Celui-ci aura pour effet, s'il augmente de réduire les contraintes résiduelles en surface, comme on peut le voir sur la figure I.16 (Grum and Šturm, 2004). Cependant, augmenter le chevauchement induira un temps de fabrication plus important (puisque le laser devra passer un nombre plus important de fois sur une même couche) et donc une consommation d'énergie plus importante de la machine.

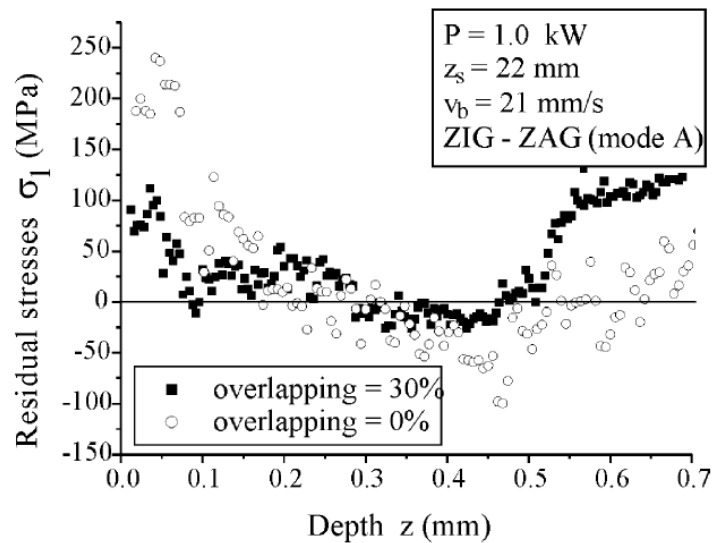


Figure I.16 – Variation des contraintes résiduelles  $\sigma_x$  mesurée par gauge de déformation avec enlèvement de matière lorsque le chevauchement augmente de 0 à 30% (Grum and Šturm, 2004)

L'angle  $\alpha$  marque l'angle entre le repère du motif de balayage et le repère de la pièce. Les cordons de soudure sont généralement alignés aux directions principales des pièces fabriquées, mais l'angle  $\alpha$  peut être choisi pour minimiser la longueur des cordons sur l'ensemble du volume élaboré afin de réduire les contraintes résiduelles. Le temps de repos, qui est le temps entre le lasage de deux couches successives, va avoir un impact sur les contraintes résiduelles dans le TA6V où l'augmentation du temps de repos augmente les contraintes résiduelles (Denlinger and Michaleris, 2016). Cependant cet effet est différent dans l'inconel 625 comme on peut le voir sur la figure I.17, sans que cette différence soit expliquée dans la source bibliographique. Le temps de repos dépend principalement du nombre de pièces sur le plateau. On précise que la conductivité thermique de l'Inconel 625 est de  $9,8 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  et celle du TA6V de  $6,6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  (Boyer et al., 1994).

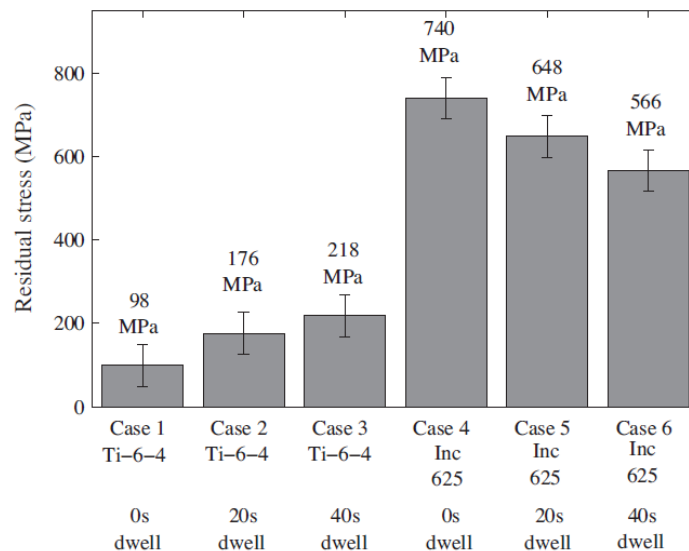


Figure I.17 – Effet du temps de repos sur les contraintes résiduelles calculées grâce à la simulation par éléments finis dans le cas du TA6V et de l'inconel 625 (Denlinger et al., 2015)

La position de l'échantillon sur le plateau de fabrication semble aussi avoir un effet sur les contraintes résiduelle : la position centrale est celle sur laquelle la distorsion est la plus faible (Casavola and Pappalettere, 2008). Cependant ce résultat dépend de la zone de contact entre le support de fabrication et le piston permettant de monter et descendre les plaques, qui change d'une machine de fabrication à une autre.

La hauteur de pièce est un paramètre très surveillé dans la genèse des contraintes résiduelles. Dans une étude portant sur un procédé de fabrication additive différent (fil fusionné par faisceau d'électron sur du TA6V), Cao et al. montrent que seules les premières couches se distordent tandis que les suivantes n'auront pas d'effet sur les contraintes résiduelles générées dans la pièce (Cao et al., 2016). Ce résultat est en accord avec Liu et al. qui montrent que les contraintes ne s'accumulent pas au cours de la fabrication par LBM du 316L (Liu et al., 2016). Casavola and Pappalettere obtiennent un résultat similaire : En augmentant l'épaisseur d'une éprouvette en AISA 18 construite à plat. Ils montrent qu'augmenter la

hauteur de fabrication réduit la distorsion (Casavola and Pappalettere, 2008). Ces différentes études montrent que la hauteur de pièce n'a pas d'effet sur la genèse des contraintes résiduelles dans les pièces élaborées. Cependant, si la valeur des contraintes n'augmente pas, l'effort que celles-ci génèrent dans la pièce augmente avec la prise de volume au cours de la fabrication.

En ce qui concerne les paramètres liés à la densité d'énergie, augmenter la puissance du laser peut réduire les contraintes résiduelles dans le cas d'alliage de fer 500-7 (Grum and Šturm, 2004). D'autre part, réduire la vitesse de balayage n'influence pas la distorsion des pièces pour des aciers chrome/molybdène (Shiomi et al., 2004).

### c) Cas du TA6V

L'élaboration de pièces en TA6V par fabrication additive est compliquée par les hauts niveaux de contraintes résiduelles générés dans le matériau (Mertens et al., 2014). Une raison probable pour laquelle le TA6V y est particulièrement sensible est sa faible conductivité thermique (Vrancken et al., 2013b). Le gradient thermique est très intense notamment dans les premières couches où la diffusion de la chaleur est facilitée par la proximité du support de fabrication (Vasinonta et al., 2000). En effet, la diffusion de la chaleur rendue difficile par la faible conductivité thermique du TA6V en haut de pièce et facilitée localement par le support de fabrication en bas de pièce, les différences de températures entre ces deux zones (figure I.18) seront accentuées ce qui provoquera l'apparition de contraintes résiduelles plus importantes dans le matériau (Mukherjee et al., 2017). Lorsque la pièce n'est pas haute, ces deux zones sont proches et le gradient thermique maximal, ce qui génère d'importantes contraintes. En revanche, lorsque la pièce est haute, la chaleur s'accumule dans la partie haute et se dissipe lentement à travers la pièce puis rapidement près du support, ce qui réduit le gradient thermique dans la pièce.

Dans les applications industrielles, les contraintes résiduelles sont relâchées dans le TA6V par un traitement thermique de détensionnement. En 10 minutes, à 600°C, 60 à 65% des contraintes sont relâchées tandis qu'à 700°C, 70 à 80% des contraintes sont relâchées (Wang et al., 2017). La compression isostatique à chaud (CIC) permet de relâcher les contraintes résiduelles tout en refermant une partie des pores créés par la fabrication additive, même si elle ne referme pas les porosités ouvertes en surface (Strantza et al., 2016).

La préchauffe des plateaux réduit les gradients de température entre le haut de la pièce et la base en contact avec le support de fabrication permettant de diminuer l'état de contrainte résiduelle dans la pièce (Hodge et al., 2016).

## B) Modélisation

De nombreuses études de simulation s'attachent à modéliser les processus de solidification rencontrés en fabrication additive, souvent afin de prédire l'état de contrainte résiduelle du matériau (Hodge et al., 2016). Différents types de modèles existent (Megahed et al., 2016) :

- Les modèles micro décrivent l'interaction entre la matière première et la source de chaleur en s'intéressant à l'absorption de chaleur et aux changements de phase dans un domaine de la taille d'un bain de fusion. Grâce à ces modèles on peut obtenir des informations sur la taille du bain de fusion, les cycles thermiques et la solidification du matériau.
- Les modèles macro utilisent les dimensions connues des bains de fusion et des cycles thermiques pour calculer les contraintes résiduelles dans le matériau brut de fabrication. Les différentes stratégies de balayage et les méthodes de déposition de poudre sont utilisées comme conditions aux limites pour définir la forme géométrique et accéder aux contraintes résiduelles de la pièce.
- Les modèles méso servent à alimenter les modèles micro et macro en leur donnant des informations sur le comportement thermomécanique du matériau étudié. Ils permettent ainsi de décrire les propriétés du matériau dépendant de la température.

Comme ils ont pour objectif de prédire les déformations à l'échelle macroscopique et les contraintes résiduelles, nous allons nous intéresser ici aux modèles macroscopiques. Les méthodes des éléments finis sont habituellement utilisées (Keller and Ploshikhin, 2014). On divise généralement la simulation en deux parties, thermique et mécanique, qui sont calculées séparément. Le champ de température est calculé à chaque instant  $t$  puis utilisé dans un modèle thermomécanique quasi-statique (Denlinger et al., 2014) et limité à des structures de petite taille ( $< 3 \text{ mm}^3$ ) (Papadakis et al., 2014). En effet, lorsque la taille des structures devient trop importante, le calcul de la trajectoire de la source de chaleur devient trop compliqué pour les moyens actuels.

Les principaux mécanismes de transfert thermique utilisés dans le cordon de fusion sont la conduction thermique dans le matériau massif. La convection du gaz peut jouer un rôle non négligeable. En revanche, la radiation est négligée. A partir des résultats de thermique, les modèles mécaniques permettent de calculer trois déformations : la déformation élastique  $\varepsilon^e$ , la déformation plastique  $\varepsilon^p$  et la déformation thermique (*élastique*)  $\varepsilon^{eth}$  (Megahed et al., 2016). La somme de ces trois grandeurs donne alors la déformation totale  $\varepsilon$  à partir de laquelle est calculé le tenseur des contraintes  $\sigma$ .

Afin d'expliquer la genèse des contraintes résiduelles en fabrication additive on trouve dans la littérature nombre de simulation visuelles du gradient thermique. Sur la figure I.18 on en voit un exemple avec le gradient thermique imposé par le laser lorsqu'il passe sur un lit de poudre en TA6V.



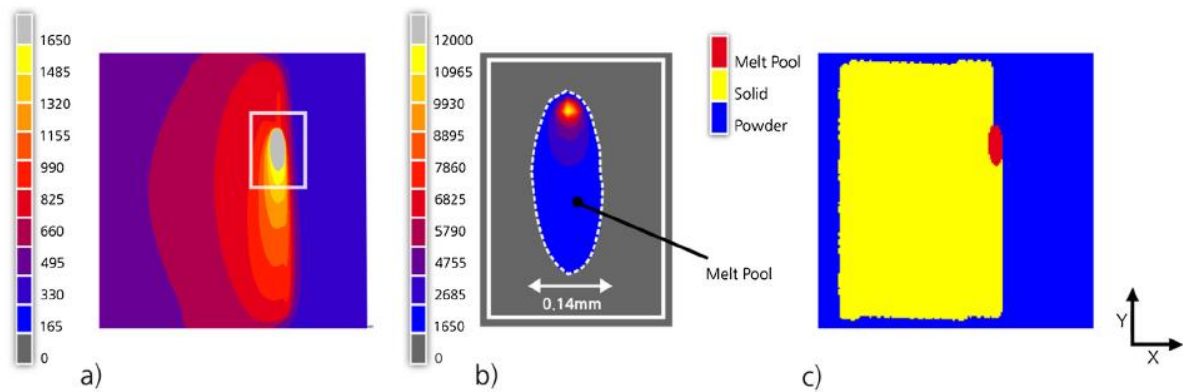


Figure I.18 – Détermination de la température (en °C) lors d’une simulation en éléments finis imposé par le laser lors de son passage sur le lit de poudre (Parry et al., 2016) avec a) profil de température sur le lit de poudre lors du passage du laser, b) profil de température dans le bain de fusion et c) état de la matière sur le lit de poudre

Sur la figure I.18.a) on peut voir que le laser se déplace dans le sens des Y positifs, qu’il a parcouru la partie gauche de l’image : puisqu’elle conduit thermiquement c’est qu’elle est solidifiée et soudée, comme on peut le voir sur la figure I.18.c). Sur la figure I.18.b) on peut voir aussi que la température simulée sous le laser atteint des valeurs très importantes de 12 000°C, qui est décrit comme une singularité dans la référence. On voit aussi sur la figure I.18.a) que le gradient thermique est plus important dans la direction X que dans la direction Y. Ceci est en contradiction avec l’hypothèse selon laquelle les contraintes résiduelles sont plus importantes le long du cordon de fusion en raison d’un gradient thermique. La contrainte étant déterminée comme supérieure le long du cordon de fusion, on suppose alors que les contraintes résiduelles proviennent en majeure partie de la réduction de volume qui a lieu lors de la solidification.

De plus, on peut voir sur la figure I.18.a) que l’évacuation de la chaleur par le lit de poudre est considérée comme minoritaire. La chaleur est principalement évacuée par conduction thermique avec le support à travers la pièce fabriquée.

Que cela soit en modélisation ou expérimentalement la littérature est unanime quant à l’origine des contraintes résiduelles en fabrication additive : les cinétiques de refroidissement sont au cœur de la compréhension de la genèse des contraintes résiduelles. Nous avons pu voir que de nombreux paramètres expérimentaux vont avoir un effet sur ce gradient thermique et donc sur la genèse des contraintes résiduelles dans le TA6V élaboré par LBM.

Dans ce premier chapitre portant sur la bibliographie, nous avons exposé pour commencer les différents procédés de fabrication additive puis nous avons présenté le procédé LBM en particulier, dont seront issues les pièces de cette étude. Puis nous nous sommes intéressés aux différents paramètres modifiables lors de l'élaboration de pièces par LBM et leurs influences. Nous nous sommes ensuite concentrés sur le titane pur et le TA6V en détaillant les différentes phases en présence et l'organisation cristallographique de celles-ci. Puis nous nous sommes intéressés à la microstructure du TA6V élaboré par LBM qui est composé de la phase martensitique  $\alpha'$  métastable. Nous avons ensuite défini ce qu'était les contraintes résiduelles et les trois ordres de grandeurs auxquelles elles existaient. Enfin, nous avons réalisé un état des lieux des connaissances portant sur les origines des contraintes résiduelles de pièces élaborées par fabrication additive. Nous avons ainsi pu voir que de nombreuses sources bibliographiques s'accordent à dire que les contraintes résiduelles proviennent du gradient thermique imposé par le laser lors de l'élaboration de la pièce.



# Chapitre II : Matériau et méthodes expérimentales

Dans ce chapitre nous nous proposons de détailler les caractéristiques de fabrication des échantillons fabriqués, qu'elles dépendent de la poudre utilisée, de la machine employée, des paramètres de fabrication sélectionnés ou encore de la géométrie choisie. Nous exposons ensuite les méthodes et essais qui permettent d'analyser les échantillons élaborés : diffractions de rayons X et de neutrons, tractions, vibration acoustique et enfin microscopie.

## I) Fabrication

### A) Poudres utilisées

Au cours de cette étude, quatorze plateaux ont été conçus utilisant deux poudres de TA6V différentes. La première est une poudre recyclée tandis que la seconde est une poudre neuve. Le recyclage consiste simplement en la récupération et au tamisage de la poudre après utilisation. Nous donnons la composition chimique de la poudre neuve de TA6V utilisée dans le tableau II.1 ci-dessous.

Tableau II.1 - Spécifications de composition de la poudre utilisée en %massique et mesure réalisée sur la poudre utilisée dans cette étude							
	Ti	Al	V	O	N	H	Fe
Norme (Boyer et al., 1994)	Bal.	5,50-6,75	3,50-4,50	< 0,20	< 0,050	< 0,015	< 0,30
Mesure du fournisseur	Bal.	6,14	4,37	0,14	0,017	0,002	0,16

Usuellement, afin de déterminer si une poudre est réutilisable ou non on mesure son taux d'oxygène, qui doit être inférieur à 2000 ppm (Vilaro et al., 2011). Une analyse par pyrolyse a été réalisée sur un échantillon de poudre recyclée montrant une teneur en oxygène de 1000 ppm, soit inférieure à la limite de 2000 ppm. Afin de caractériser la poudre recyclée des mesures de granulométrie ont été effectuées. Les grains de poudre ont été enrobés dans une résine à froid, qui a été polie, puis observés en microscopie optique (figure II.1).

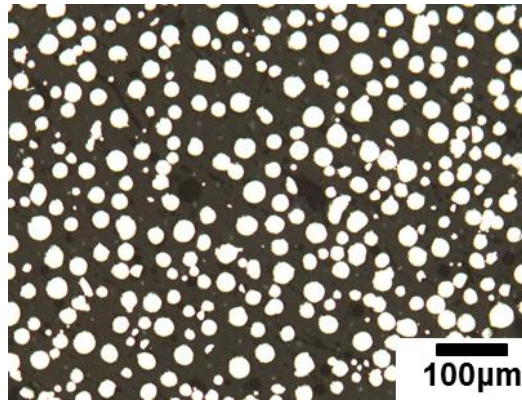


Figure II.1 – Cliché en microscope optique de la poudre recyclée

Le diamètre de Feret des grains de poudre a été mesuré en utilisant le logiciel ImageJ (Schneider et al., 2012). Cette grandeur correspond à la plus grande distance entre deux bords d'un grain. On voit ainsi sur la figure II.2 une distribution de taille des grains de poudre.

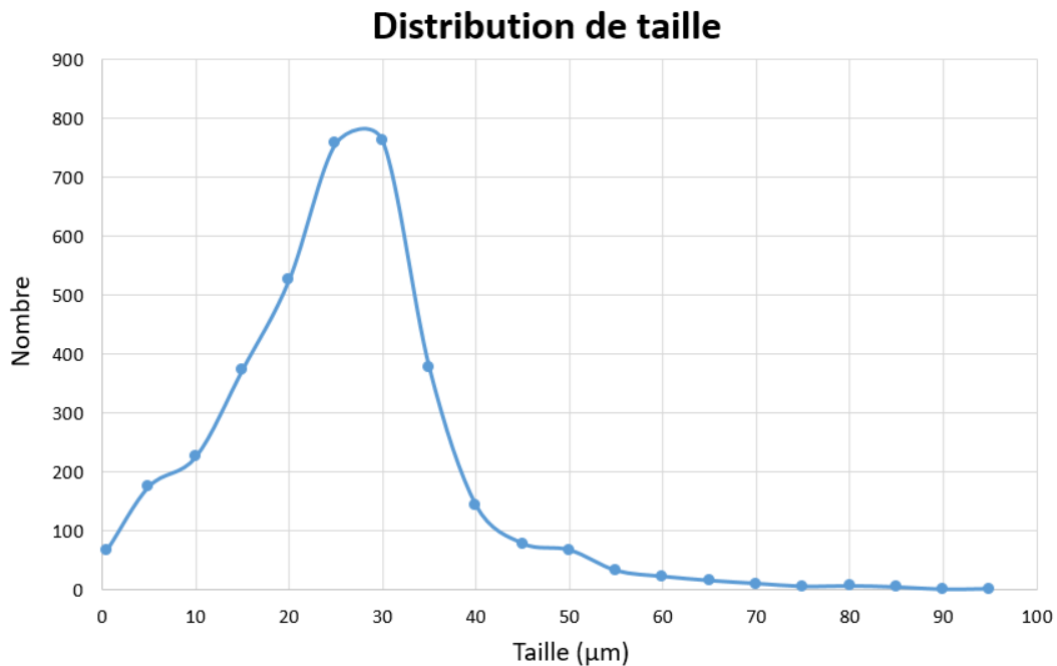


Figure II.2 – Distribution de taille des grains de poudre

Nous trouvons un  $d_{50}$  de 23,20  $\mu\text{m}$  et un  $d_{90}$  de 35,42  $\mu\text{m}$ . Ces grandeurs correspondent à la taille de grains en dessous de laquelle respectivement 50% et 90% des grains de poudre se trouvent. Dans la spécification de la poudre, le  $d_{50}$  doit être à 49,41  $\mu\text{m}$ , ce qui montre que les tamisages successifs ont eu pour effet de réduire la taille moyenne des grains de poudre en enlevant les plus gros grains abimés et/ou agglomérés. Les grains de poudre ont ensuite été observés au MEB afin d'en étudier la morphologie. Leur forme sphérique vient de l'atomisation par argon qui est la technique utilisée pour fabriquer les poudres destinées à la fabrication additive. Sur la figure II.3.a on peut voir un grain de poudre sphérique, tandis que sur la figure II.3.b on voit un grain de poudre endommagé par les différents recyclages.

Un grain de poudre anguleux aura tendance à apporter des irrégularités dans le lit de poudre pouvant mener à des porosités plus facilement qu'avec des grains de poudre sphériques. Parce que les grains de poudre usés ont tendance à s'agglomérer, on tamise la poudre recyclée enfin d'en retirer les agglomérats grossiers. Dans notre cas, le tamis utilisé avait un maillage de 100  $\mu\text{m}$ .

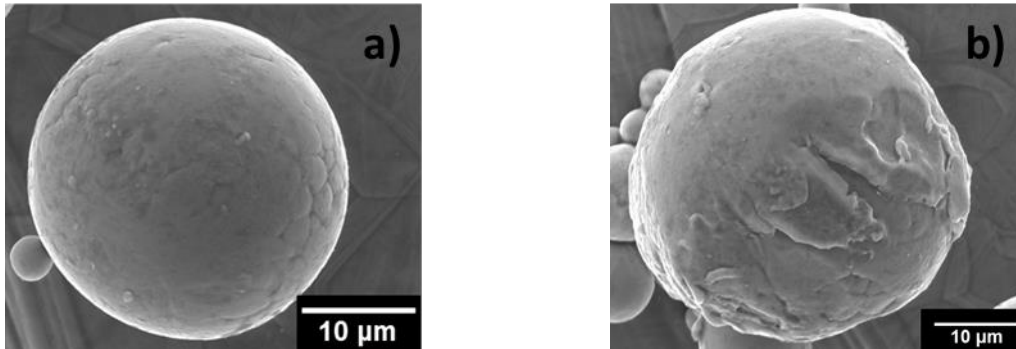


Figure II.3 – Les deux grains de poudre a) en bon état et b) endommagé

## B) Conception des échantillons

### a) Machines utilisées

La machine Phénix ProX 200 a été utilisée pour élaborer les quatorze lots d'échantillons qu'on illustre dans l'annexe 2. Cette machine LBM nécessite l'utilisation de plateaux carrés de 14 cm de côté pour 1,5 cm d'épaisseur. La zone de fabrication est donc de 14cm de côté et peut monter jusqu'à 10cm de hauteur. Elle dispose d'une enceinte qu'on peut placer sous atmosphère d'argon ou azote et chauffer jusqu'à une température de 100°C grâce à une résistance chauffante placée à l'intérieur. L'épaisseur du lit de poudre a été fixée à 60  $\mu\text{m}$  au cours de toute l'étude mais peut varier de 10 à 100  $\mu\text{m}$ . Une épaisseur de lit de poudre plus faible induit un nombre de couche à élaborer plus grand et donc un temps de fabrication plus long. Cette machine a la particularité d'être équipée d'un dispositif d'approvisionnement de poudre qui permet à la fois de l'étaler sur la zone de fabrication, à l'aide d'un racleur, mais aussi de la compacter, à l'aide d'un rouleau. Le compactage peut être réglé de 0 à 300 % et a été fixé à 0 % pendant toute cette étude afin de ne pas rajouter un paramètre aux paramètres déjà étudiés ici.

La machine est équipée d'un laser Nd :YAG d'une puissance maximale de 300 W qu'on peut fixer de 10 à 100 % de sa puissance maximale. Le diamètre du laser focalisé est de 70  $\mu\text{m}$ . Il est possible de défocaliser le faisceau, en baissant le plateau de fabrication, afin d'augmenter la taille du spot laser tout en réduisant la densité d'énergie.

La vitesse de balayage, qui est la vitesse à laquelle se déplace le spot du laser sur le lit de poudre, a été réglée de 110 mm/s à 2700 mm/s dans cette étude.

La distance entre deux passes du laser, appelée *hatch distance*, peut aussi être réglée sur cette machine. Il convient de la choisir afin de permettre à deux cordons de soudure adjacents d'être en contact. Elle est par défaut fixée à 85  $\mu\text{m}$  pour le TA6V. Le bain de fusion

plus large que le spot laser (70  $\mu\text{m}$ ) permet un recouvrement entre deux passes du laser. Nous estimons sur nos micrographies la largeur du bain de fusion à 100  $\mu\text{m}$ .

La machine permet aussi d'adopter différentes stratégies de balayages décrites en détail dans le chapitre bibliographie. Celles-ci sont :

- Normal : La stratégie de base consistant en des aller simples d'un bord à l'autre de l'échantillon.
- Double : Allez et retour d'un bord à l'autre de l'échantillon. On peut fixer le laser en mode « continuous », pour faire en sorte qu'il ne s'arrête pas en faisant demi-tour, permettant ainsi de gagner du temps dans l'élaboration. C'est cette stratégie qui est utilisée dans notre cas.
- Concentrique : Motif de spirales qui peut être choisit vers l'intérieur ou l'extérieur.
- Hexagones : Remplis la surface d'hexagones, que le laser parcourra dans un ordre aléatoire, dont la taille d'un côté fait 1 cm maximum.

Toutes ces stratégies de balayages peuvent être complétées par l'option nommée « outline », qu'on appellera « contouring » dans la suite, qui permet de relaser le contour de la pièce afin d'en réduire la rugosité de surface. Dans cette étude, nous n'ajoutons pas d'outline afin de ne pas rajouter une inconnue supplémentaire à l'étude.

Pour une stratégie de balayage donnée une rotation peut être appliquée sur le motif d'une couche à l'autre. Cette rotation se fera d'un angle  $\theta$  appelé le *hatch angle*. Dans le cas de cette machine cet angle sera alternativement de  $0^\circ$  puis de  $\theta^\circ$  d'une couche à l'autre : On n'ajoute pas une rotation de  $\theta^\circ$  à chaque couche.

Nous donnons ci-dessous les paramètres recommandés par le constructeur de la machine pour la fabrication de pièce en TA6V, qui correspondent à une densité d'énergie de 47,62  $\text{J}/\text{mm}^3$  :

Puissance : 300 W

Vitesse : 1800 mm/s

Stratégie en aller-retour

*Hatch angle* :  $90^\circ$

*Hatch distance* : 85  $\mu\text{m}$

Une seconde machine LBM a été utilisée pour réaliser certains échantillons : une M2-Cusing appartenant à MBDA (Bourges). Les échantillons ont été élaborés avec une poudre de TA6V recyclée. N'étant pas une machine ouverte, les paramètres de lasage sont inconnus. Cette machine a la particularité de disposer de différents modules de traitements de poudres réactives pour tamiser la poudre sous atmosphère inerte. La zone de fabrication est de 25 x 25 x 35  $\text{mm}^3$ . Cette machine se destine à la production avec poudres réactives de pièces en série. La puissance du laser maximale est de 400 W.

## b) Géométries des pièces fabriquées

Afin d'étudier les contraintes résiduelles dans le TA6V mis en forme par fabrication additive une géométrie connue pour générer d'importantes contraintes a été choisie (Kruth et al., 2012) : des ponts dont la figure II.4 donne les dimensions. En raison de la géométrie en arche des contraintes très élevées apparaissent dans le pont pendant la fabrication, permettant de les étudier plus aisément. Nous avons choisi de réaliser des supports sous les ponts afin de pouvoir retirer ceux-ci des plateaux sans que les contraintes ne relaxent par distorsion de la pièce. Ces supports sont construits avec les mêmes paramètres que les pièces et dans des dimensions suffisamment importantes pour empêcher une déformation plastique du pont par les contraintes. De plus, un repère a été ajouté au modèle à partir de la réalisation du lot n°8 dans le coin du support afin de repérer les différents sens de fabrication une fois l'échantillon détaché du plateau.

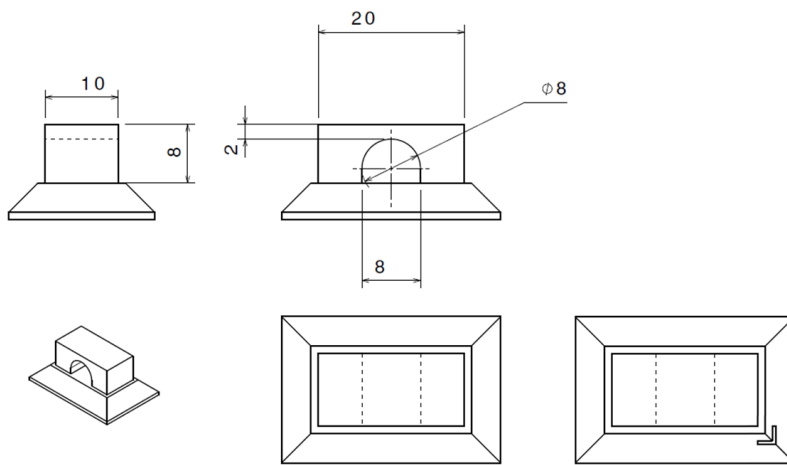


Figure II.4 – Modèle du pont avec support (cotes en mm)

D'autres pièces ont ensuite été réalisées sous forme de cube de 20 mm de côté, destinés à des observations de microstructure (figure II.5.a). Des pavés à section carré de mêmes proportions mais de longueurs différentes ont été construits afin d'étudier des effets de massivité (figure II.5.b). Aucun support n'a été réalisé sous ces échantillons car jugés suffisamment massifs pour empêcher la déformation plastique due aux contraintes de par leurs dimensions.

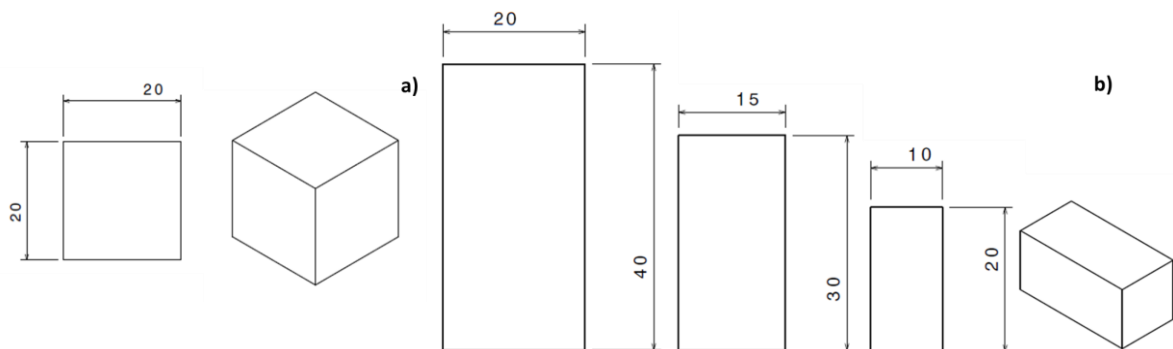


Figure II.5 – Modèle a) des cubes et b) des pavés de massivité différentes (cotes en mm)



Des murs de différentes hauteurs (15, 30 et 45 mm) ont été construits afin de voir l'impact de la hauteur de fabrication sur les contraintes résiduelles. Ces murs font 5 mm d'épaisseur et 20 mm de largeur. Ces échantillons sont construits sur des supports sur lesquels est marquée l'orientation de la pièce sur le plateau lors de la fabrication. La figure II.6 donne les dimensions des murs.

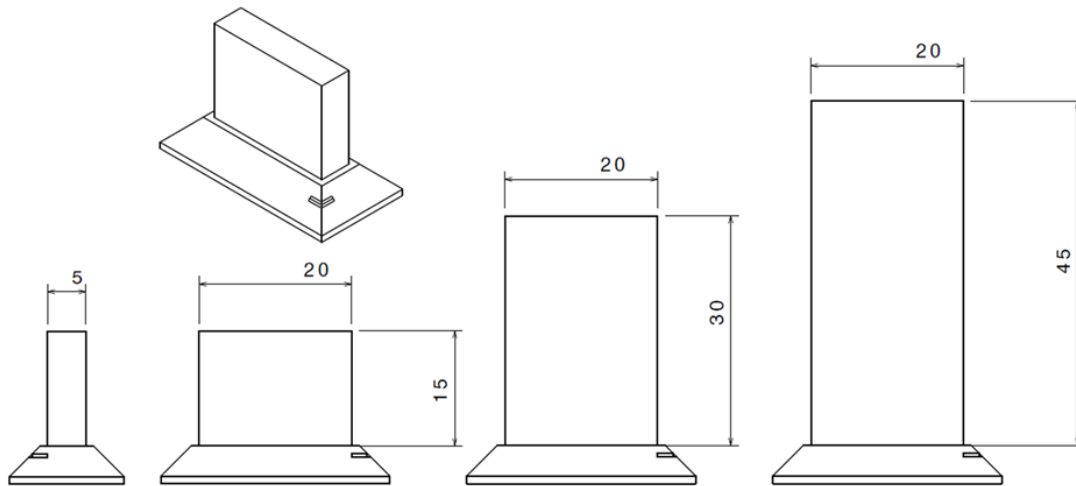


Figure II.6 – Modèle des murs de différentes hauteurs (cotes en mm)

Enfin, des échantillons de formes évasées, qui seront appelés T, ont été conçus et sont représentés figure II.7. L'objectif de ces échantillons est d'observer des effets d'orientation de la pièce sur le plateau avec une géométrie facilitant grandement la diffusion thermique dans un sens. La chaleur étant principalement évacuée par conductivité thermique entre la pièce et le plateau de fabrication et le T inversé possédant une surface de contact plus importante ( $5 \times 30 \text{ mm}^2$ ) que le T droit ( $5 \times 5 \text{ mm}^2$ ), on peut s'attendre à différentes cinétiques de refroidissement dans ces deux types d'échantillons.

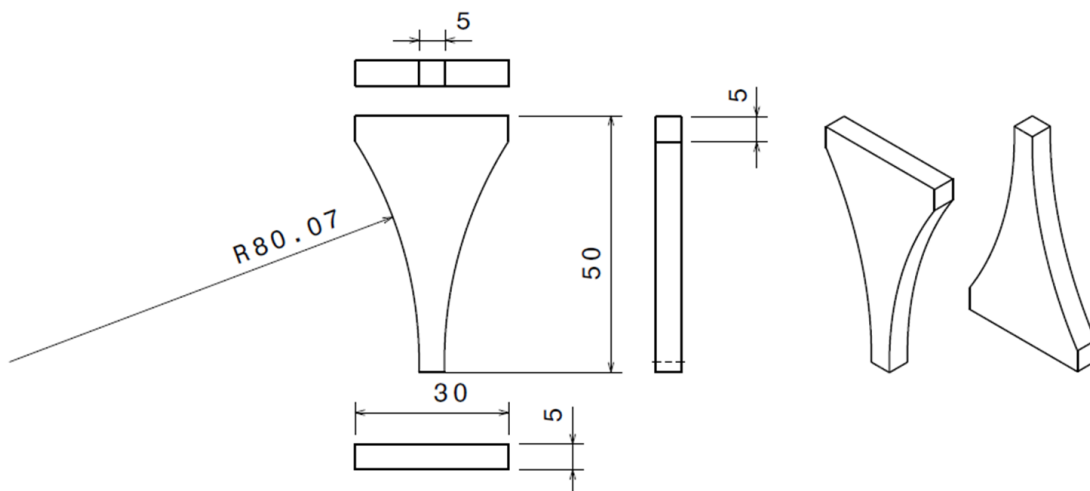


Figure II.7 – Modèles des T droit et inversé (cotes en mm)

Trois types d'échantillons ont été fabriqués sur la M2-Cusing de MBDA : trois éprouvettes de traction à section carrée, trois éprouvettes de traction à section rectangulaire et deux pavés destinés à des caractérisations mécaniques par vibration acoustique. Les éprouvettes de traction ont été fabriquées avec une longueur de zone utile de 10 mm avec une épaisseur de  $2 \times 2 \text{ mm}^2$  pour les sections carrées et  $1 \times 4 \text{ mm}^2$  pour les sections rectangulaires. Les pavés ont pour dimension  $80 \times 22 \times 4 \text{ mm}^3$ . Tous ces échantillons ont été construits verticalement et sont représentés sur la figure II.8.

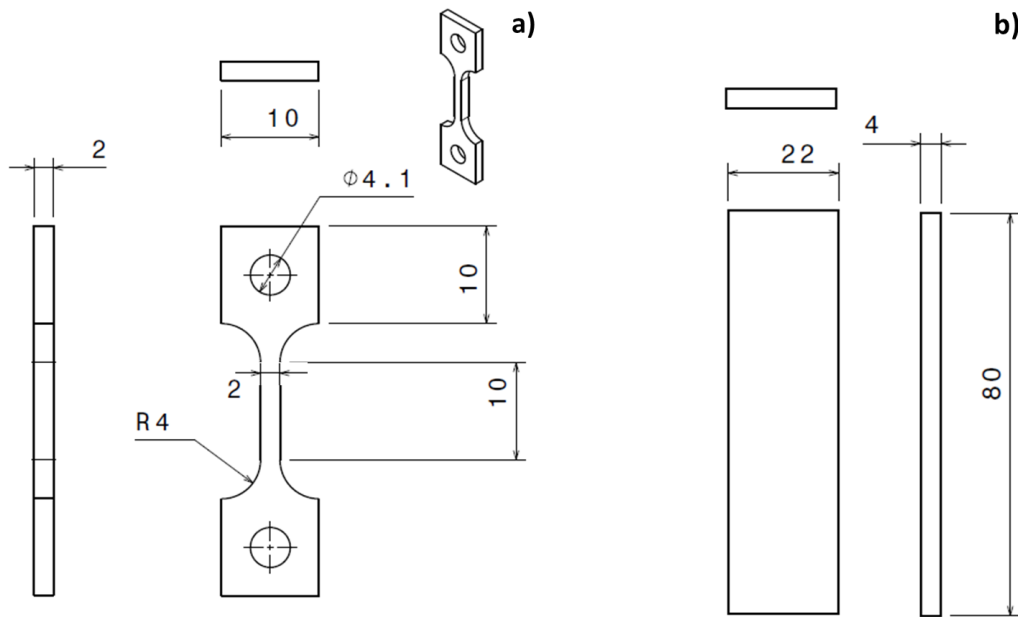


Figure II.8 – Echantillons fabriqués sur une machine M2-Cusing a) éprouvette de traction et b) pavé pour la détermination du module d'Young par vibration acoustique (cotes en mm)

c) Lots d'échantillons réalisés

A partir des échantillons présentés dans la partie précédente, 14 lots ont été élaborés lors de cette étude. Le tableau II.2 résume l'ensemble de ces lots. Nous rappelons que les paramètres définis dans la stratégie du constructeur sont une puissance à 300W, vitesse de balayage à 1800 mm/s, taille de spot de laser à  $70 \mu\text{m}$  avec un espacement entre vecteurs de  $85 \mu\text{m}$  et une stratégie de balayage en aller-retour avec un *hatch angle* de  $90^\circ$ . Nous détaillons dans la suite de cette partie les plans et caractéristiques des différents lots élaborés. Nous illustrons sur la figure II.9 les directions x et y par rapport au plateau de fabrication. Lorsque le *hatch angle* est à  $0^\circ$ , le laser passe de droite à gauche dans la direction x.

Tableau II.2 – Lots d'échantillons élaborés. Les paramètres constructeur consistent en une puissance à 300 W, une vitesse à 1800 mm/s, une stratégie en allez-retour, un *hatch angle* à 90° et une *hatch distance* de 80 µm.

Lot	Matériau support	Recyclage poudre	Type et nombre d'échantillons	Paramétrage	Cas particulier
1	Ti	>20	2 Ponts	Constructeur	
2	Al	>20	2 Ponts	Constructeur	
3	Ti	>20	11 Ponts	Variable : P:75 à 300W V :110 à 1800 mm/s	
4	Ti	>20	11 Ponts	Variable : P:100 à 300W V :110 à 2700 mm/s	
5	Ti	>20	9 Cubes	Variable : P:75 à 300W V :110 à 1800 mm/s	
6	Ti	>20	9 Cubes	Variable : P:100 à 300W V :110 à 2700 mm/s	
7	Ti	>20	3 Pavés (20x20x40, 15x15x30 et 10x10x20), 6 Ponts, 4 Cubes	Constructeur	Zig-Zag/Spirale <i>Hatch distance</i> 70/85 µm <i>Hatch angle</i> 45/90°
8	Ti	>20	9 Murs, (3x15mm <sup>2</sup> , 3x30mm <sup>2</sup> , 6x45 mm <sup>2</sup> ) 3T et 3 T inversés	Constructeur	
9	Ti	>20	15 Ponts	Constructeur	
10	Ti	0	15 Ponts	Constructeur	
11	Ti	0	4 Ponts	Constructeur	
12	Ti	0	4 Ponts	Constructeur	11 échantillons "fantôme" (P=30W)
13	Ti	0	15 Ponts	Constructeur	Second lasage à 30, 60 et 90W Support sous l'arche de 2mm, 4mm et 6mm de long Support poreux sous l'échantillon (pores : 0,5mm, 75mm et 1mm) Prélasage avec défocalisation du laser de 10, 20 et 30mm Prélasage defocus de 10mm + relasage à 30, 60 et 90W
14	Ti	1	2 Cubes, 4 Murs, 3T et 3 T inversés	Constructeur	Murs : Stratégie en zig zag sans <i>hatch angle</i> Stratégie en hexagones α 45° + parallèle au racleur α 45° + perpendiculaire au racleur

Les plateaux n°1 à 9 ont été réalisés en utilisant une poudre recyclée sur la machine Phénix ProX200. La figure II.9 donne une illustration du premier plateau. Celui-ci servira de référence et comprend uniquement deux échantillons sur un support de fabrication en titane. Les deux pièces sont réalisées avec les paramètres recommandés par le constructeur. On précise que le racleur qui va étaler la poudre passe dans la direction X.

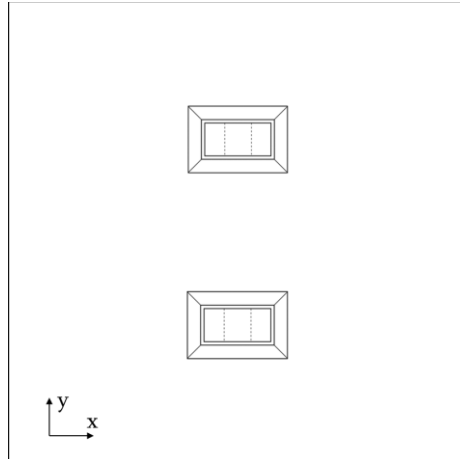


Figure II.9 – Plateau n°1 : Références

Sur le second plateau ont été réalisés les mêmes pièces que sur le plateau n°1 (même géométrie, mêmes paramètres et mêmes positions) mais cette fois-ci sur un support en aluminium.

Les troisième et quatrième plateaux comportent onze pièces chacun, deux références placées aux mêmes endroits que sur les plateaux n°1 et 2 et neuf échantillons correspondants à différentes densités d'énergies. Cinq densités d'énergies sont choisies en fonction de la littérature (Song et al., 2012; Thijs et al., 2010) et des paramètres recommandés par le constructeur. Trois échantillons par densité d'énergie sont ensuite fabriqués. Les deux plateaux sont représentés sur la figure II.10. La figure II.11 représente les différentes densités d'énergies étudiées. Sur la figure II.10 chaque densité d'énergie est marquée par une couleur différente.

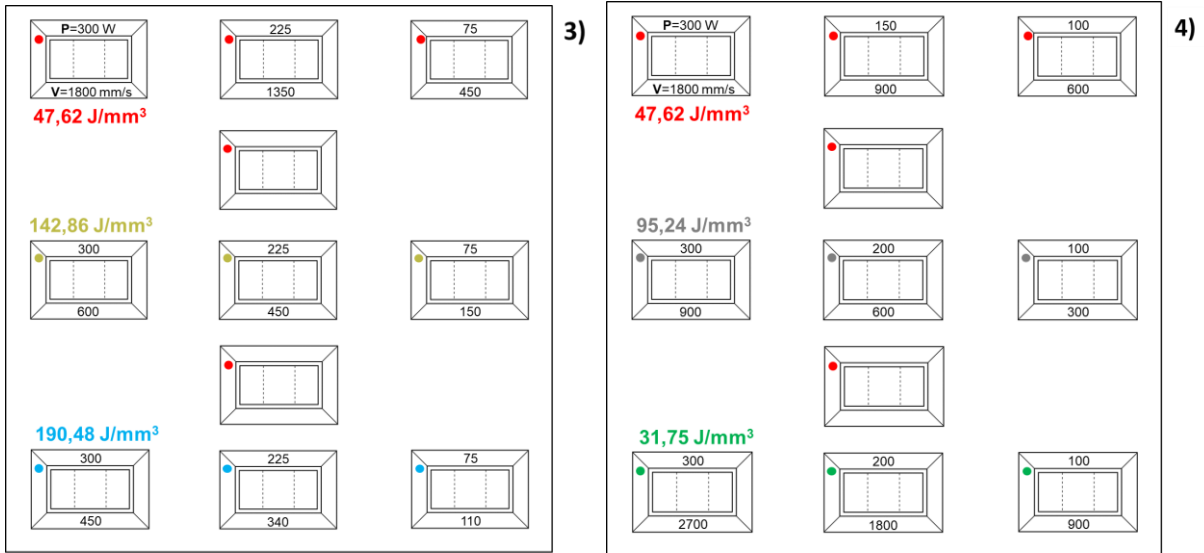


Figure II.10 – Plateaux n°3 et 4 : Densités d'énergies

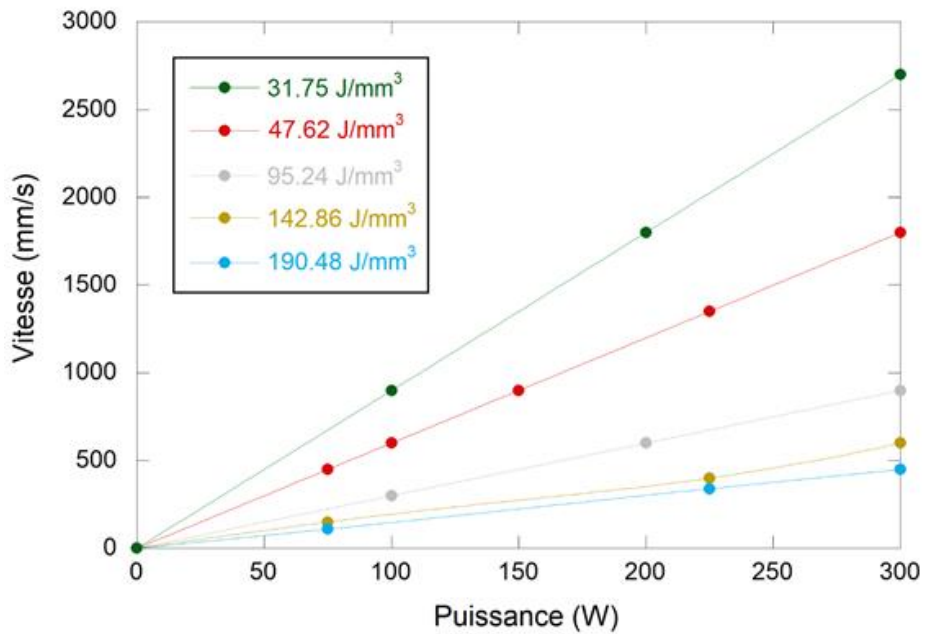


Figure II.11 – Droites d'iso densités d'énergies avec les échantillons fabriqués décrits par des couples de valeurs Puissance-Vitesse

Les plateaux cinq et six sont composés de cubes aux mêmes densités d'énergie que les ponts des plateaux n°3 et 4. L'objectif étant l'étude de la microstructure, les échantillons de références n'ont pas été construits sur ces plateaux. Le schéma des plateaux n°5 et 6 est donné sur la figure II.12.

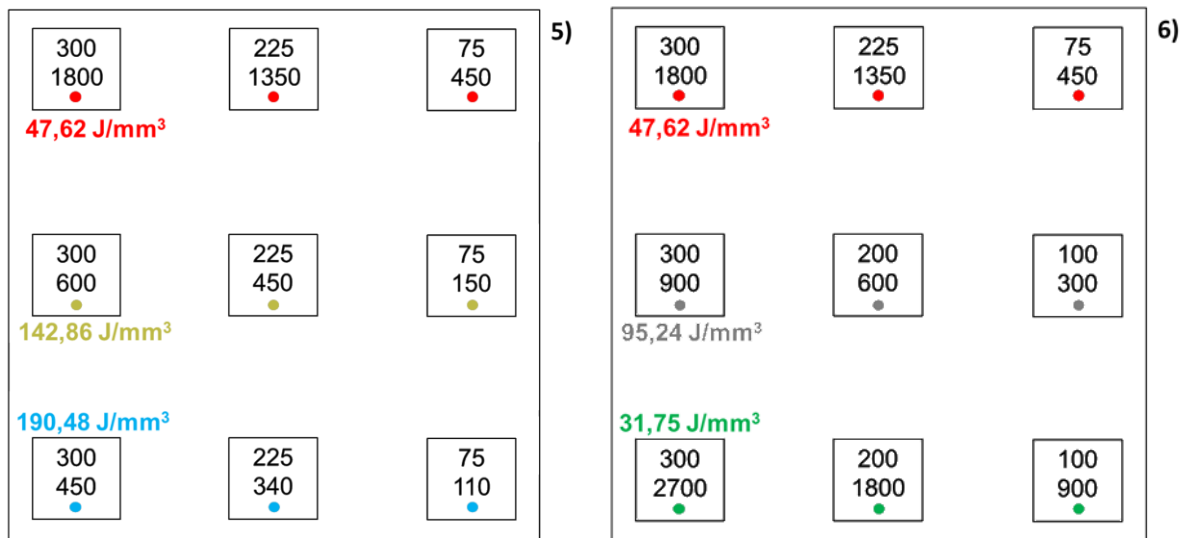


Figure II.12 – Plateaux n°5 et 6 : Cubes

Le septième plateau a pour objectif d'étudier les stratégies de balayage et de massivité en utilisant les puissances et vitesse de balayage recommandées par le constructeur de la machine. Nous construisons dans ce lot les trois pavés de massivité décrits dans la partie précédente. Six ponts avec des stratégies différentes sont ensuite fabriqués : le premier avec la stratégie du constructeur et les cinq autres avec un paramètre qui en dévie : (*hatch angle*, *hatch distance*, motif de balayage). Ainsi nous fabriquons des échantillons avec un *hatch angle* de 45°, puis de 0°. Un pont est construit avec une *hatch distance* de 70 µm, impliquant un recouvrement de 5 µm entre deux passes. Deux ponts avec des stratégies de balayage en spirales concentriques vers l'intérieur sont élaborés, l'un avec une *hatch distance* de 70 µm et l'autre de 85 µm. Quatre cubes ont été construits pour voir l'influence de ces différentes stratégies de balayage sur la microstructure. La figure II.13 représente le plateau n°7.

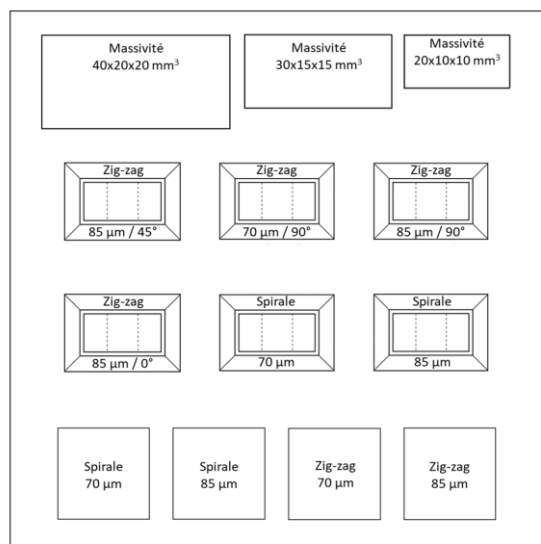


Figure II.13 – Plateau n°7 : Massivité, motifs de balayage, *hatch angle* et *hatch distance*

Le plateau n°8 contenait les trois murs de différentes hauteurs en triple et les échantillons en T, triplés eux aussi (figure II.14).

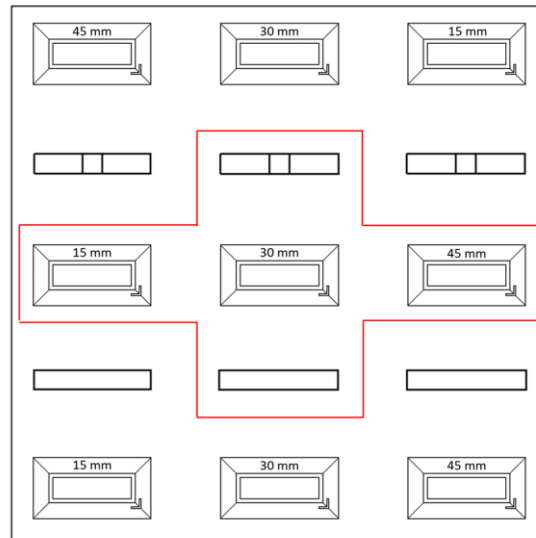


Figure II.14 – Plateau n°8 : sont encadrés en rouge les échantillons étudiés en diffraction de neutrons

Le plateau n°9 comportait 15 ponts fabriqués avec exactement la même stratégie de balayage et paramètres laser, c'est à dire celle du constructeur. L'objectif de ce plateau est de déterminer si certaines positions sur le plateau sont des zones de construction favorables au regard des contraintes résiduelles. La figure II.15 illustre le plateau n°9.

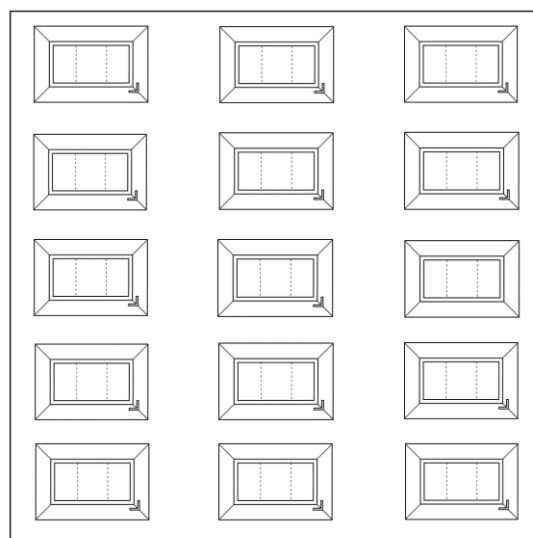


Figure II.15 – Plateau n°9 : Positions

Le plateau n°10 sert à vérifier les résultats du plateau 9 et consiste en la même chose : 15 échantillons sous forme de ponts sur leurs supports. L'objectif est d'obtenir des informations

sur l'effet du positionnement de la pièce sur le support de fabrication. A partir du plateau n°10, une poudre de TA6V neuve a été utilisée pour élaborer les différents lots d'échantillons avec la Phénix ProX200.

Le plateau n°11 consiste en quatre échantillons positionnés aux coins du support (figure II.16). L'objectif de ce plateau est d'avoir une idée claire de l'effet du temps de repos sur les contraintes résiduelles en comparant la distorsion de ces pièces avec celles positionnées aux mêmes endroits sur le plateau n°9 (positions), en sachant que le temps de repos sera plus faible sur le plateau n°11.

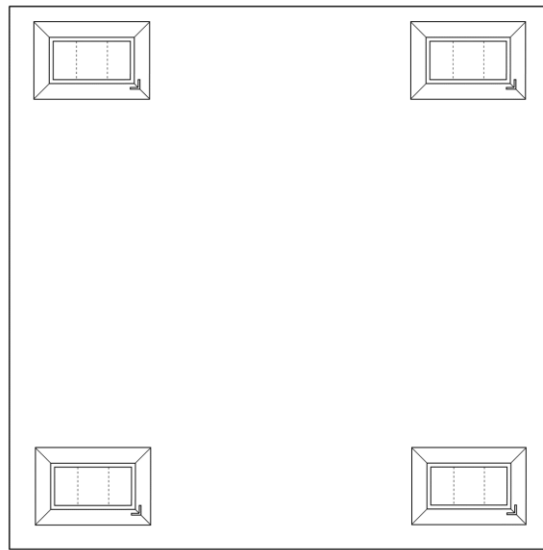


Figure II.16 – Plateau n°11 : Temps de repos

Le plateau n°12 est composé des quatre mêmes échantillons que le plateau n°11 à la différence que 11 ponts « fantômes » sont ajoutés. Ceux-ci ont pour objectif de simuler un temps de repos plus important que dans le plateau n°11 mais égal au plateau n°9 et sans ajouter de chaleur au système. En effet, les fantômes sont construits avec une puissance du laser minimale, à 10% de la puissance recommandée, nettement inférieure à l'énergie nécessaire à porter à fusion la poudre de TA6V.

Enfin, le dernier plateau consiste à tester des solutions pour réduire la distorsion des pièces fabriquées.

- 1) La première solution est un second lasage des couches afin de les mettre dans un état de compression en utilisant trois puissances de laser différentes : 30, 60 et 90W.
- 2) En seconde solution, un pré-lasage de la couche a ensuite été réalisé sur trois échantillons cette fois ci en défocalisant le laser de 10, 20 et 30 mm.
- 3) Une combinaison du pré-lasage et du re-lasage a été réalisée sur trois échantillons différents afin d'en voir l'effet cumulé. Le même pré-lasage a été utilisé pour les trois échantillons (défocalisation du laser de 10mm) avec des re-lasage à 30, 60 et 90 W.
- 4) Ensuite des ponts disposant d'un support thermique sous l'arche ont été fabriqués. Le support thermique est une lame de 1 mm d'épaisseur positionnée sous le pont et



ayant pour objectif de permettre à la chaleur d'être évacuée et guidée vers le support afin d'en diminuer l'accumulation au centre de l'arche. Ces supports thermiques ont différentes longueurs : 2, 4 et 6 mm.

- 5) Des ponts ont ensuite été fabriqués sur des supports de plus en plus poreux. L'idée ici étant de minimiser l'évacuation de la chaleur dans la pièce afin de réduire le gradient thermique dans celle-ci.

La figure II.17 récapitule schématiquement le plateau n°13.

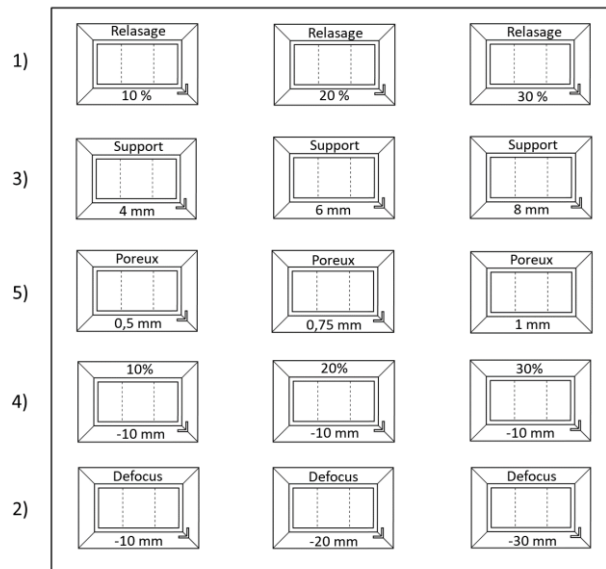


Figure II.17 – Plateau n°13 : Solutions

Le lot n°14, représenté sur la figure II.18, a été réalisé en vue d'être étudié en diffraction de neutron au HZB à Berlin. Les échantillons aux quatre coins ont pour objectif de déterminer l'origine de l'asymétrie des contraintes avec l'hypothèses qu'elle peut venir soit du passage du rouleau, soit du passage du laser. De nouveaux échantillons en forme de T ont été réalisés, avec des formes plus évasées que sur le plateau n°8. Enfin, deux cubes ont été fabriqués pour voir si l'utilisation d'une poudre neuve a un effet sur la microstructure. Faute de temps, seul les quatre échantillons aux coins ont été analysés.

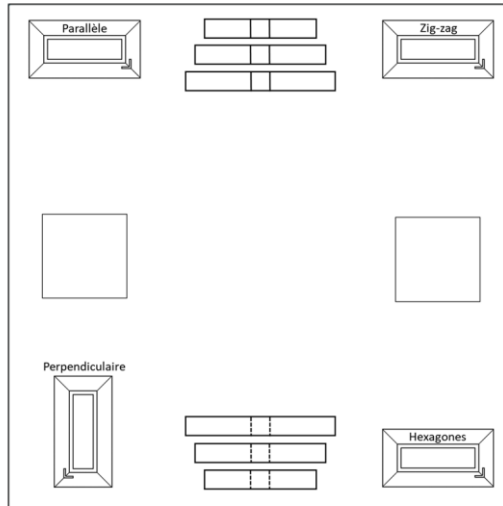


Figure II.18 – Plateau n°14 : Neutrons Berlin

Au total, quatorze lots d'échantillons ont été élaborés sur la Phénix ProX200 du CIRIMAT et deux lots sur la M2 Cusing de MBDA. Ces échantillons ont été construits en utilisant différentes conditions de lasage (puissances, vitesses, motifs de balayage, positions sur le plateau) et différentes géométries (ponts, murs, pavés ou T) afin d'étudier l'effet de ces paramètres sur les caractéristiques du matériau. Une fois ces différents lots d'échantillons élaborés, nous pouvons passer à la caractérisation des contraintes résiduelles, des caractéristiques mécaniques et de la microstructure de ceux-ci.

## II) Méthodes de caractérisation

Pour caractériser ces échantillons, différentes méthodes sont utilisées. Nous commençons par présenter les méthodes de diffractions de rayons X puis de neutrons. Nous détaillons ensuite une méthode permettant de mesurer les constantes d'élasticité radiocristallographiques (CER), constantes nécessaires à la détermination des contraintes résiduelles. Puis nous présentons les méthodes de caractérisation mécanique de l'élasticité du matériau par essais de traction et de vibration acoustique. Nous présentons ensuite les différents instruments utilisés pour les observations de microstructure.

### A) Caractérisation des contraintes résiduelles

#### a) Diffraction de rayons x

Deux diffractomètres D8 Discover de marque Bruker ont été utilisés dans cette étude. Le premier est équipé d'une anode en cuivre. Il a été utilisé pour le dosage de phase uniquement. Le scan en  $2\theta$  utilisé était de  $20^\circ$  à  $80^\circ$  par pas de  $0,02^\circ$  avec un temps de mesure de 3 s/pas. Les analyses ont été faites sur des éprouvettes polies au papier SiC grade 600 avant et après traitement thermique. La longueur de pénétration maximale dans le TA6V est de l'ordre de  $10\ \mu\text{m}$  avec une anode en cuivre. Comme les expériences de diffraction sur ces échantillons n'ont pas pour objectif l'étude des contraintes résiduelles, l'ajout ou non de contraintes dans le matériau par le polissage n'a pas d'importance.

Le second est équipé d'une micro-source avec une anode en cobalt, d'un berceau d'Euler permettant une rotation des axes  $\varphi$ ,  $\psi$  permettant de déterminer des contraintes résiduelles ou des textures. Ce diffractomètre dispose d'un détecteur 2D (VANTEC 500) et de collimateurs pouvant définir des tailles de faisceaux entre 1 mm et  $50\ \mu\text{m}$  de côté. Les déterminations de contraintes ont été faites sur le pic  $(10\bar{1}3)$  de la maille hexagonale du titane, correspondant à un  $2\theta$  de  $85^\circ$ , avec une taille de spot de  $1\ \text{mm}^2$ . Les contraintes ont été déterminées en cinq points à la surface des ponts fabriqués au CIRIMAT. On fait les mesures à  $\psi = 0^\circ, 20^\circ, 40^\circ$  et  $60^\circ$ , et  $\varphi = 0^\circ, 45^\circ$  et  $90^\circ$ . Après plusieurs tests aucune ouverture de l'ellipse n'a été observée, ce qui correspondrait à des contraintes de cisaillements, nous évitant les mesures de  $\psi$  négatifs. La longueur de pénétration dans le TA6V avec une anode en cobalt est de l'ordre de  $3\ \mu\text{m}$  de plus il faudra prendre en compte un bruit de fond plus important du fait de la fluorescence du titane avec l'anode cobalt. La correction de l'élargissement instrumental a été réalisée à l'aide d'un cristal de  $\text{LaB}_6$ . L'élargissement des raies contient des informations sur la taille des cristallites et l'influence des microdéformations à l'intérieur de ces cristallites. Grâce au logiciel Topas qui utilise la méthode de Williamson et Hall nous pouvons déconvoluer ces deux informations.

#### b) Diffraction de neutrons

Au cours de cette étude, il a été possible de déterminer les contraintes dans les directions principales des échantillons par diffraction de neutrons sur le diffractomètre SALSA à l'ILL

(Institut Laue Langevin) à Grenoble ainsi que sur le diffractomètre E3 au HZB (Helmholtz Zentrum Berlin) à Berlin. Contrairement à la diffraction de rayon X qui utilise le facteur de diffusion  $f_j$ , la longueur de diffusion aussi appelée longueur de Fermi utilisée pour la diffusion des neutrons n'est ni proportionnelle au numéro atomique  $Z$  de l'élément diffractant, ni proportionnelle au vecteur de diffusion (figure II.19). Celui du titane se trouvant être faible, induit une profondeur de pénétration beaucoup plus grande (de l'ordre de 10 cm) permettant de déterminer l'état de contrainte au cœur du matériau.

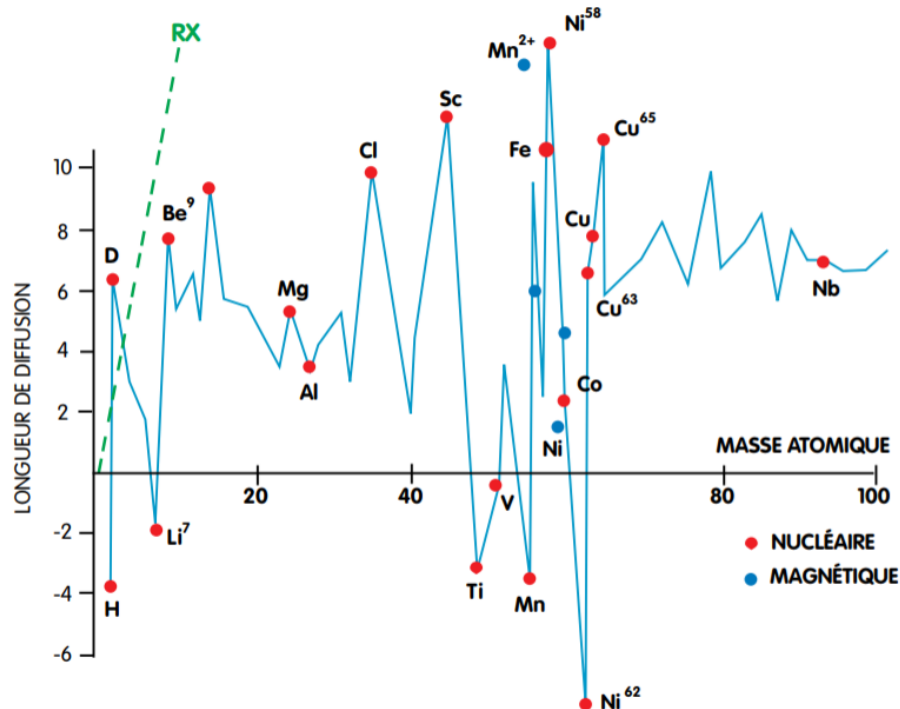


Figure II.19 – Longueur de diffusion (de Fermi) des différents atomes en fonction de leur masse atomique (CEA)

Sur le diffractomètre SALSA de l'ILL le volume de jauge était de  $2 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$  et la longueur d'onde était de  $1,62 \text{ \AA}$ . Pour le diffractomètre E3 du HZB, le volume de jauge était de  $2 \times 3 \times 5 \text{ mm}^3$  et la longueur d'onde de  $1,54 \text{ \AA}$ . La petite valeur de la longueur de Fermi pour le titane induit également une faible intensité diffusée/diffractée et cela augmente (pour un même temps de mesure) l'incertitude sur la position d'un pic de diffraction et donc la précision de la détermination des contraintes.

### c) Méthode de courbure des ponts (BCM)

La méthode de déformation du pont (Bridge Curvature Method) consiste à mesurer la courbure du pont après avoir détaché celui-ci de son support et, grâce à un modèle par éléments finis, à remonter à un état de contrainte macroscopique (Kruth et al., 2012). Avant d'en mesurer la flèche des ponts, les échantillons ont été retirés de leur support par découpe électroérosion afin de permettre aux contraintes résiduelles de provoquer une déformation de la pièce. Les mesures de flèches ont été faites à l'aide d'un rugosimètre DektakXT de Bruker. Cinq traces sont mesurées à la surface de l'échantillon dans sa longueur, espacées

chacune de 60 microns et longues de 16 mm, soit commençant à 2 mm du bord de la pièce. L'acquisition se fait avec une résolution de 0,3 micron par point. A partir de la moyenne des cinq traces on accède au profil du pont qui contient une information macroscopique des contraintes résiduelles présentes avant découpe.

## B) Détermination des CER

La méthode de détermination des CER (Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques) utilisée ici est basée sur une mesure de diffraction *in-situ* durant un essai de traction dans le domaine élastique d'une éprouvette donnée (Hauk, 1997). Les six éprouvettes de traction élaborées par MBDA ont été utilisées pour la détermination des CER de la phase  $\alpha'$  du TA6V procédé par LBM. On note la présence d'une phase hexagonale qu'on identifie comme la phase  $\alpha'$ , le résultat de cette étude est montré dans la partie IV de ce manuscrit. Ces éprouvettes ont été analysées brutes de fabrication, c'est-à-dire sans traitement thermique, et polies au papier SiC jusqu'au grade 600.

Les essais de tractions ont été réalisés sur une machine de traction sous le rayonnement synchrotron sur la ligne ID11 à l'ESRF de Grenoble avec l'aide de Guillaume Geandier de l'Institut Jean Lamour à Nancy. La machine de traction permet d'atteindre une force de 3000 N. Les échantillons ont été chargés jusqu'à 2000 N par palier de 500 N puis déchargés jusqu'à 0 N par paliers de 500 N (figure II.20).

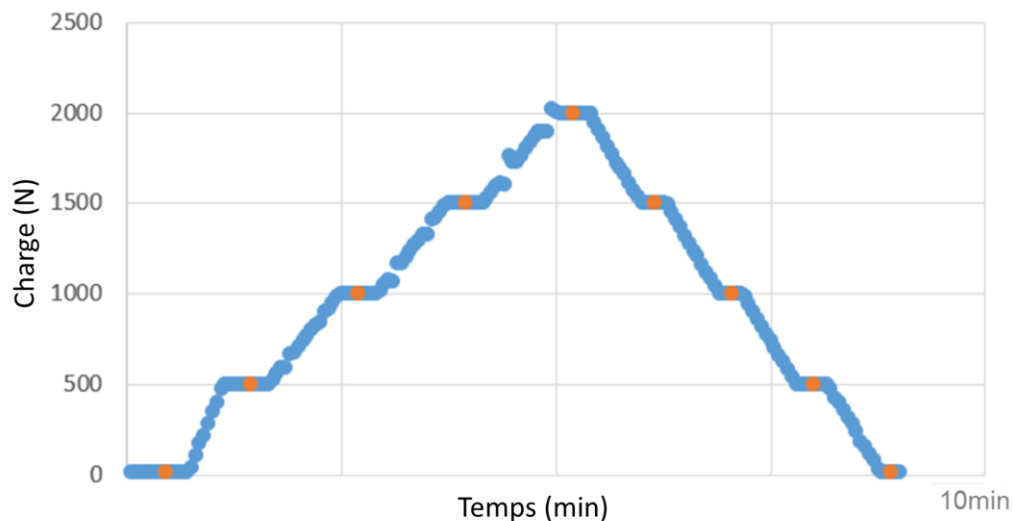


Figure II.20 – Paliers de charge et de décharge des échantillons sous rayonnement synchrotron, les points rouges correspondent aux acquisitions utilisées pour déterminer les CER

Chaque palier est tenu 25 secondes durant lesquelles plusieurs clichés 2D de diffraction sont enregistrés. La charge maximale de 2000 N correspond à une contrainte de 575 MPa pour l'échantillon 1, 566 MPa pour l'échantillon 2 et 588 MPa pour l'échantillon 3, ce qui est nettement inférieur à la limite d'élasticité de l'alliage qui est estimée autour de 1100 MPa. Les données de diffraction sont enregistrées durant la charge et la décharge, montrant des

résultats similaires mais seulement les données à la décharge seront utilisées. La longueur d'onde utilisée est de 0,14 Å, la taille du faisceau était de 300 x 400 µm<sup>2</sup> et l'acquisition des clichés de diffraction se fait sur un détecteur 2D (caméra FreLon). On montre sur la figure II.21.a un cliché de diffraction avec les angles δ et θ. L'angle δ correspond à l'angle autour de l'anneau et δ = 90° correspond à la direction de traction. L'angle ψ est déduit en utilisant  $\psi = \delta - \pi/2$  (Heidelbach et al., 1999). Les clichés de diffractions sont intégrés de 0 à 90° tous les 10° en ψ avec une ouverture de secteur de ±5°. Les quatre secteurs sont ensuite ajoutés pour avoir un meilleur ratio signal sur bruit. Nous obtenons finalement pour chaque angle ψ un diffractogramme (figure II.21.b).

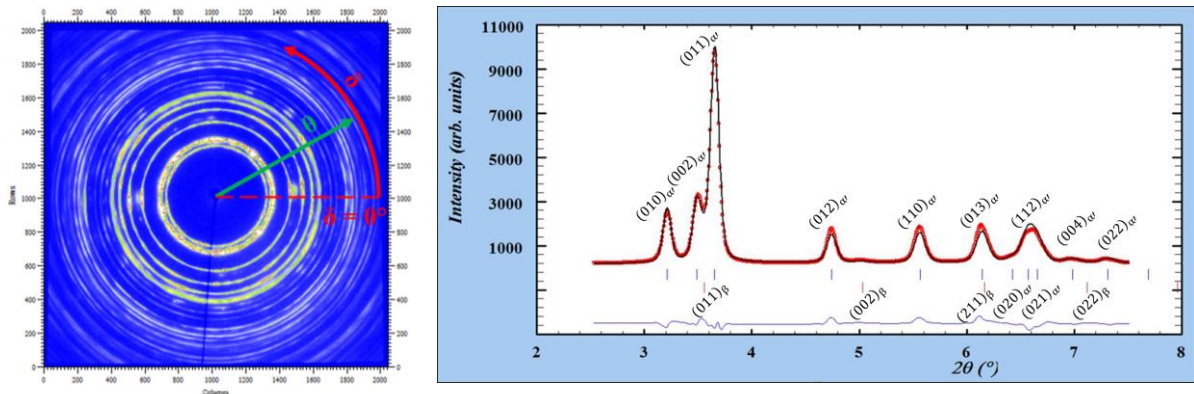


Figure II.21 – Exemple de a) cliché de diffraction enregistrés sur un détecteur 2D avec les angles δ et θ, et b) cliché intégré sur un secteur angulaire ψ

A partir de ces diffractogrammes, la distance interréticulaire  $d_{hkl}$  peut être obtenue pour différentes orientations ψ. Les déformations sont calculées en utilisant l'équation ci-dessous avec  $d_0$  pris comme la distance interréticulaire sur les diffractogrammes à 0N.

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{\log(\sin(\theta_{hkl}))}{\log(\sin(\theta_{hkl}^0))} \quad (\text{II.1})$$

Cette déformation varie avec l'angle ψ suivant la relation ci-dessous, où  $\sigma_{1R}$  et  $\sigma_{2R}$  sont les contraintes résiduelles dans les directions de traction et transverse et  $\sigma_A$  est la contrainte appliquée.

$$\varepsilon_{\psi,hkl} = \frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}(\sigma_A + \sigma_{1R})\sin^2\psi + S_1^{\{hkl\}}(\sigma_A + \sigma_{1R} + \sigma_{2R}) \quad (\text{II.2})$$

Du fait que les contraintes internes ne varient pas au cours de l'essai, la variation de déformation n'est liée qu'à la contrainte appliquée. On peut alors écrire l'équation suivante :

$$\Delta\varepsilon_{\psi,hkl} = \frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}\Delta\sigma_A\sin^2\psi + S_1^{\{hkl\}}\Delta\sigma_A \quad (\text{II.3})$$

L'étape suivante consiste à tracer la déformation en fonction de  $\sin^2\psi$  pour les différentes contraintes appliquées. Cette équation montre que la déformation doit obéir à une relation

linéaire en fonction de  $\sin^2 \psi$ . Sur la figure II.22 un exemple de courbes de déformation en fonction de  $\sin^2 \psi$  pour les différentes charges est représenté.

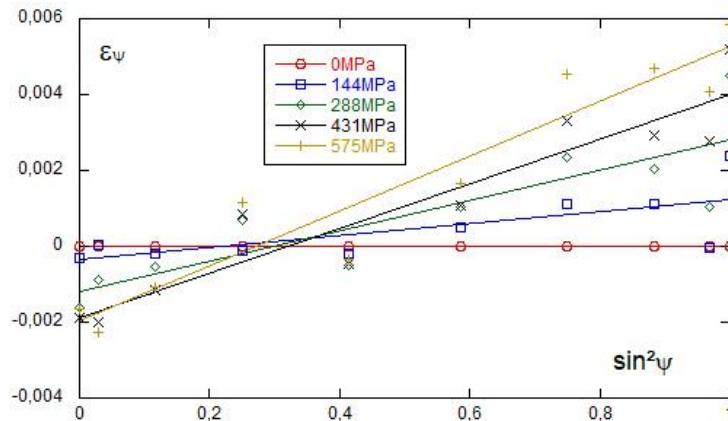


Figure II.22 – Déformations  $\epsilon_\psi$  en fonction de  $\sin^2\psi$  pour (10 $\bar{1}$ 3) pour différentes charges sur l'échantillon 1

En traçant maintenant l'ordonnée à l'origine et le coefficient de ces droites en fonction de la contrainte appliquée, on obtient les droites de la figure II.23 et on peut accéder aux CER. En effet, la pente de la courbe figure II.23.a correspond à  $S_1$  et la pente de la courbe figure II.23.b correspond à  $\frac{1}{2}S_2$ .

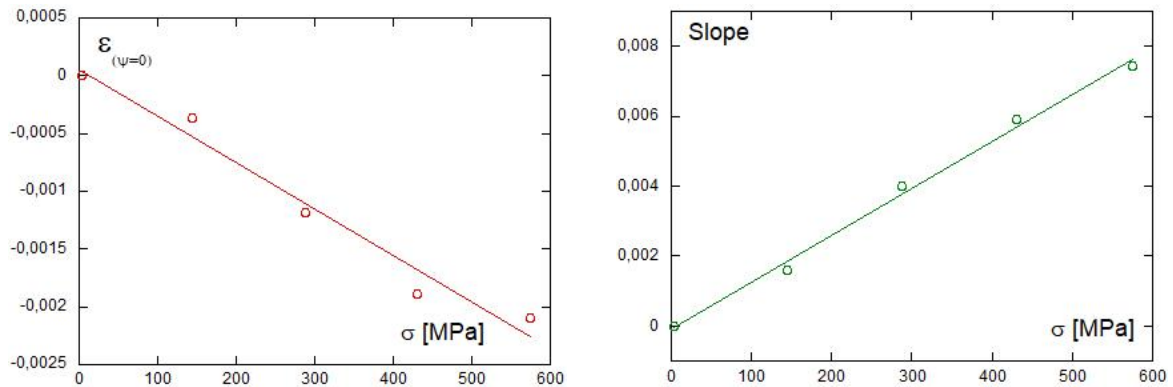


Figure II.23 – a) Ordonnée à l'origine et b) pente en fonction de la charge appliquée

### C) Caractérisation mécanique

#### a) Traction

Afin de déterminer expérimentalement le module d'Young avec les éprouvettes de traction, leurs surfaces ont été polies jusqu'au papier SiC grade 600. Nous donnons les épaisseurs de zone utiles après polissage pour les trois éprouvettes dans le tableau II.3 sachant que la zone utile avait une longueur de 10 mm :

Tableau II.3 – Dimensions des éprouvettes utilisées pour la détermination du module d'Young par traction		
Echantillon	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)

1	1,86	1,87
2	1,90	1,86
3	1,84	1,85

Les essais de tractions ont été menés à température ambiante sur une machine d'essai électro-mécanique MTS Insight de capacité de charge 30 kN. La vitesse de déplacement de la traverse a été fixée à  $10^{-2}$  mm.s<sup>-1</sup> et l'allongement a été mesuré par un extensomètre MTS avec un espacement initial entre les couteaux de 10 mm. Les échantillons ont subi des cycles de charge et décharge, comme on peut le voir sur la figure II.24. Le module d'Young a ensuite été mesuré sur la partie linéaire du domaine élastique des courbes de traction au cours de ces décharges successives.

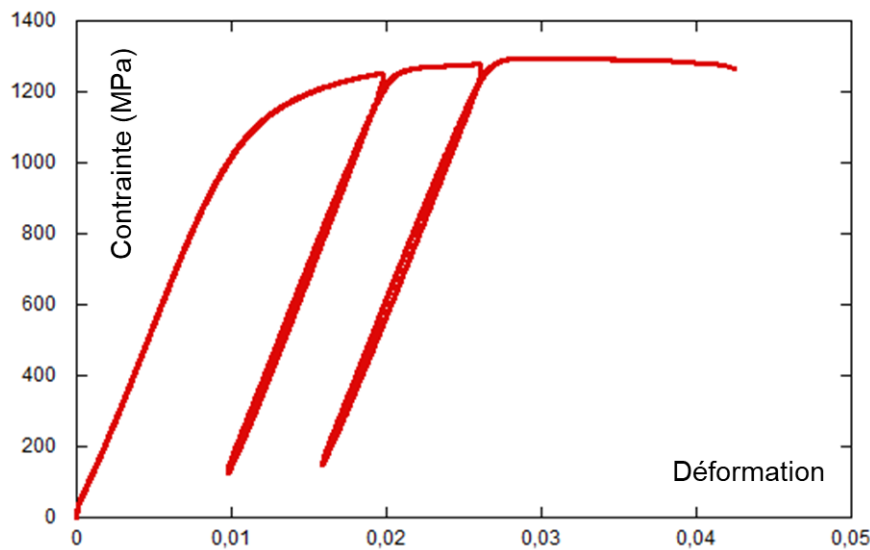


Figure II.24 – Cycles de charge et décharge appliqués aux éprouvettes de traction

#### b) Vibration acoustique

Deux pavés ont été analysés par vibration acoustique afin d'en déterminer leur module d'Young. Ces deux échantillons ont été étudiés brut de fabrication. Cette mesure repose sur la théorie des ondes mécaniques dans les solides. Une brève impulsion est donnée sur l'échantillon à l'aide d'un marteau. L'échantillon va vibrer à sa fréquence de résonance et cette fréquence sera caractéristique des points d'appui mécaniques de l'éprouvette, de sa géométrie et de ses propriétés élastiques. Sur ce type de montage c'est la fréquence du mode fondamental qui est privilégiée. Ce dispositif est conforme à la norme ASTM E 1876. ISO 12680-1. ENV 843-2. Les formules utilisées pour déterminer le module d'Young sont données ci-dessous.

$$E = 0,9465 \left( \frac{mf_f^2}{w} \right) \left( \frac{L}{t} \right)^3 \left( T_{1a} - \frac{T_{1b}}{T_{1c}} \right) \quad (\text{II.4})$$

$$T_{1a} = 1,0 + 6,5858 (1 + 0,0752 v + 0,8109 v^2) \left( \frac{t}{L} \right)^2 - 0,868 \left( \frac{t}{L} \right)^4 \quad (\text{II.5})$$



$$T_{1b} = 8,34 ( 1 + 0,2023 v + 2,173 v^2 ) \left( \frac{t}{L} \right)^4 \quad (\text{II.6})$$

$$T_{1c} = 1 + 6,338 ( 1 + 0,1408 v + 1,536 v^2 ) \left( \frac{t}{L} \right)^4 \quad (\text{II.7})$$

Dans ces équations,  $f_f$  est la fréquence du mode fondamental,  $m$  la masse d'échantillon,  $w$  la largeur de l'échantillon,  $L$  la longueur,  $t$  son épaisseur,  $\nu$  le coefficient de Poisson et les valeurs numériques correspondent à des ajustements numériques (Aurock, 2019).

Ces mesures ont été réalisées lors de deux traitements thermiques différents. Le premier échantillon a été chauffé de l'ambiante jusqu'à 400°C avec une rampe de 5°C/min, tenu 5 minutes à 400°C puis descente à l'inertie du four. Cette température a été choisie pour éviter tout changement de phase.

Le second échantillon a été chauffé de l'ambiante jusqu'à 700°C avec une rampe de 5°C/min, tenu 1 h à 700°C puis descente à l'inertie du four.

Le dispositif permettant de mesurer le module d'Young par vibration acoustique est représenté sur la figure II.25.

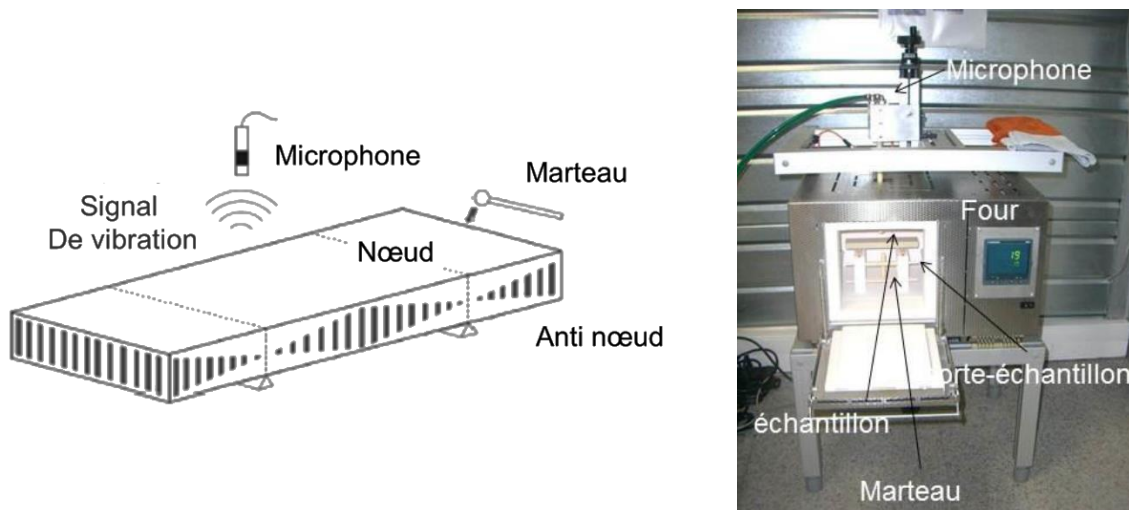


Figure II.25 – Dispositif de mesure du module d'Young par vibration acoustique (Aurock, 2019)

#### D) Microscopie

Afin de caractériser les microstructures les pièces issues de la fabrication additive, diverses méthodes de caractérisations ont été utilisées. Adaptées à différents grandissements et à l'observation de diverses caractéristiques, ces outils sont décrits dans cette partie.

Un microscope optique Nikon MA200 a été utilisé pour les observations à faible grandissement. Cet instrument permet un grandissement de x5 à x100 ainsi qu'un mode champ sombre permettant de mieux distinguer les défauts de polissage et certains détails tels que les passages de laser ou ex-grains beta.

Le MEB (Microscope Electronique à Balayage) utilisé pour les observations de cette étude est un LEO 435-VP. Il a été utilisé avec une haute tension de 5 kV et une distance de travail entre 13 et 8 mm en fonction des échantillons.

Le microscope électronique à balayage utilisé pour les observations EBSD est un MEB FEG JEOL JSM 7100F TTLS LV.

Afin d'être observé au MEB, les échantillons doivent être poli miroir. Le polissage est effectué avec un papier SiC jusqu'à un grade de 2400, puis sur un tapis lubrifié avec une solution d'OPS (Oxyde Polishing Suspension) diluée avec de l'eau oxygénée (75 mL d'OPS pour 25 mL d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>). Pour les observations au MEB la microstructure est révélée par une attaque chimique au réactif de Kroll (100 mL d'eau, 2 mL de HF et 4 mL de HNO<sub>3</sub>).

Les observations MET (Microscope Electronique en Transmission) ont été réalisées par David Reyes au CEMES à Toulouse dans le cadre d'un projet collaboratif. L'appareil utilisé est un JEOL 2010 LaB6 travaillant sous 200kV. Cet instrument permet d'observer finement la microstructure des échantillons à une échelle sub-micrométrique.

La préparation des échantillons consiste en l'amincissement d'une lame jusqu'à 50 µm par polissage au papier SiC grade 2400. Ensuite, un trou est fait dans l'échantillon par polissage électrolytique avant d'attacher la lame à un support avec de la laque d'argent. C'est près de ce trou que la lame est la plus fine et où on peut pratiquer les observations MET.

Dans cette partie, plusieurs méthodes pour caractériser le matériau ont été présentées. La diffraction de rayons X et de neutrons et la méthode BCM serviront à estimer les contraintes résiduelles dans les pièces élaborées suivant différentes conditions. Les essais de traction et de vibration acoustique permettront d'accéder au module d'Young macroscopique du matériau tandis que MEB et MET serviront à caractériser la microstructure du matériau.

Dans ce chapitre nous avons exposé les différents échantillons élaborés lors de cette étude ainsi que les lots dans lesquels ils ont été conçus. Nous avons présenté la machine Phoenix Prox200 ayant permis la réalisation de ce travail et l'exploration des différents paramètres de la fabrication additive. Nous avons ensuite présenté les différentes méthodes utilisées dans cette étude pour caractériser le matériau élaboré par LBM. Parmi ces méthodes, on trouve la diffraction de rayons X et de neutrons qui permettent la détermination des contraintes résiduelles respectivement en surface et en volume dans les échantillons ainsi que la méthode BCM qui permet d'estimer les contraintes résiduelles à l'échelle macroscopique. Nous avons présenté la méthode de détermination des CER et les différentes méthodes de caractérisations du module d'Young (traction et vibration acoustique) permettant l'étude de l'élasticité du matériau. Ensuite nous avons présenté les outils de microscopie utilisés dans l'étude.



# Chapitre III : Méthodologie numérique et analyse des résultats

Dans ce troisième chapitre, nous exposons dans un premier temps différentes méthodes d'analyse pour la détermination des contraintes : par la diffraction de rayons X, de neutrons ou encore par la méthode de courbure des ponts (BCM). Dans un second temps nous présentons différents calculs portants sur l'élasticité : nous détaillons la méthode utilisée pour déterminer par simulation DFT le tenseur des rigidités  $C_{ij}$ , le calcul qui permet de passer de ce tenseur aux Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques (CER) et enfin une réflexion sur le coefficient de Poisson d'un plan cristallin dans un cristal anisotrope. Dans la troisième et dernière partie de ce chapitre, nous détaillons la technique utilisée pour déterminer les intervalles de confiances de nos valeurs de CER.

## I) Détermination des contraintes résiduelles

Différentes méthodes de détermination des contraintes résiduelles existent. Nous nous proposons ici de détailler une méthode non destructive de détermination des contraintes par diffraction de rayons X ou de neutrons. Nous présentons aussi une méthode qui est dérivée des méthodes de flexion : la méthode de courbure des ponts. Finalement, nous discutons de la pertinence de ces différentes méthodes dans la détermination des contraintes résiduelles de pièces issues de la fabrication additive.

### A) La diffraction

La diffraction des rayons X (DRX) provient de la diffusion cohérente des photons X du faisceau incident sur le cristal. Les nuages électroniques des atomes du matériau sont excités par les photons X et diffusent une onde cohérente, les ondes émises par ces atomes interfèrent ensuite entre elles. En raison de la périodicité du cristal on peut voir une diffusion intense dans des directions discrètes (figure III.1). Les pics de diffractions sont alors la résultante des figures d'interférences des photons X diffusés par les électrons des atomes de la maille.

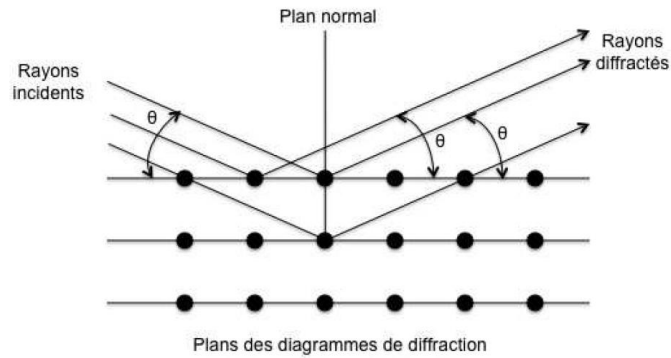


Figure III.1 – Diffraction des rayons X sur un cristal d'après la loi de Bragg

Les atomes étant empilés de manière périodique dans un même grain, on définit les familles de plans (hkl). Les plans d'une même famille (hkl) sont à une distance  $d_{hkl}$  appelée distance interréticulaire. La distance interréticulaire étant du même ordre de grandeur que la longueur d'onde  $\lambda$  des photons X le phénomène de diffraction suit la loi de Bragg :

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda \quad (\text{III.1})$$

Avec  $\theta$  l'angle de réflexion et  $n$  l'ordre de diffraction. En utilisant la loi de Bragg et la distance interréticulaire du plan (hkl) il est possible de savoir à quel angle le plan en question diffractera. A l'inverse, en connaissant l'angle de diffraction du plan, on peut accéder à sa distance interréticulaire. On comprend alors que la figure de diffraction va dépendre de la symétrie cristalline et du paramètre de maille du cristal. L'analyse DRX peut être utilisée pour l'identification de phase en permettant d'avoir des informations sur la structure cristalline diffractante. En revanche, l'intensité de diffraction va dépendre de la nature du rayonnement et de l'ordre chimique, c'est-à-dire la nature et la position des atomes, dans le matériau étudié. Cette intensité est donnée par le facteur de structure :

$$F_{hkl} = \sum_{\substack{\text{atomes } j \text{ de} \\ \text{la maille}}} f_j \exp[2i\pi(hx_j + ky_j + lz_j)] \quad (\text{III.2})$$

Avec  $f_j$  le facteur de diffusion de l'atome  $j$  de coordonnées  $(x_j, y_j, z_j)$  dans le plan (hkl). Lorsqu'un rayonnement monochromatique de rayons X balaye la surface d'un matériau, une famille de plan dans les conditions de Bragg va pouvoir diffracter. On représente couramment l'intensité en fonction de la position angulaire  $2\theta$  du détecteur par rapport à la source de rayons X. Différentes grandeurs mesurées sur le pic correspondent à des caractéristiques du cristal (figure III.2). On commence par définir la hauteur maximale du pic comme son intensité maximale. Le pic est entouré du bruit de fond qui peut provenir de différentes sources comme la fluorescence X ou la diffusion incohérente. On définit alors la hauteur nette du pic par la différence entre le bruit de fond et l'intensité maximale. Dans le cas d'un cristal parfait, le pic de diffraction devrait ressembler à un pic de Dirac. La largeur à mi-hauteur du pic, appelée FWHM (Full Width Half Maximum) est la largeur en degré (ou en radian) du pic à la moitié de son intensité maximale et est corrélée à la taille des

domaines diffractant (cristallites) et des microdéformations (ou hétérogénéités des contraintes d'un cristallite à l'autre dans un même grain). On définit enfin la largeur intégrale comme la surface sous le pic, pondérée par son intensité nette.

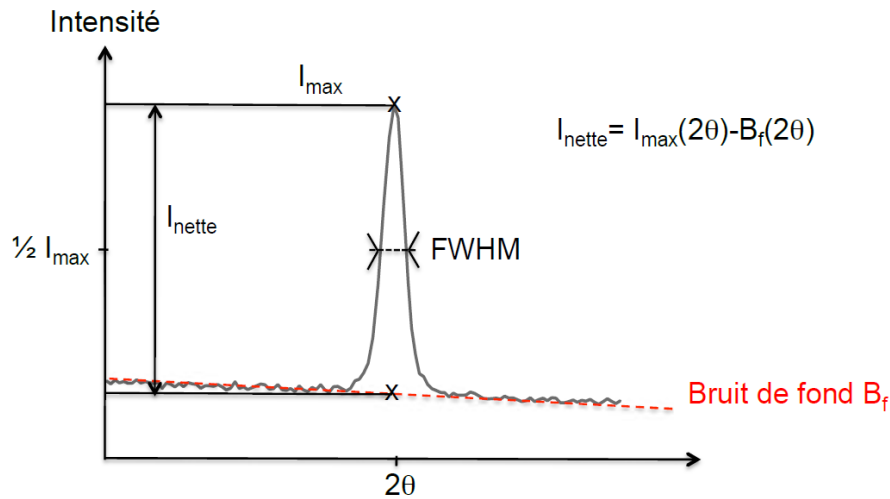


Figure III.2 – Pic de diffraction (Deleuze, 2010)

## B) De la déformation aux contraintes

La détermination des contraintes résiduelles par DRX se fait par la mesure de la variation de la distance interréticulaire d'un plan (hkl) donné. En effet, une variation de la distance interréticulaire du matériau  $\Delta d_{hkl}$  conduira à une variation de l'angle de diffraction mesuré  $\Delta\theta_{hkl}$ . Cette variation de l'angle de diffraction correspond à la différence entre l'angle  $\theta_{hkl}$  auquel on mesure le pic diffracté et l'angle  $\theta_{hkl}^0$  angle de diffraction du même pic dans le matériau non contraint. On donne la déformation du plan cristallin (hkl) en fonction du décalage de l'angle de diffraction  $\theta_{hkl}$ , découlant de la loi de Bragg, dans l'équation III.3 :

$$\epsilon_{hkl} = -\cotan\theta_{hkl} \cdot \Delta\theta_{hkl} \quad (\text{III.3})$$

Il est important de noter que seule la déformation élastique aura un impact sur la variation de l'angle de diffraction  $\theta$ , la déformation plastique n'ayant que pour effet d'augmenter la largeur du pic de diffraction (Cullity and Stock, 2014). On remarque aussi que la grandeur mesurée est la déformation et non la contrainte. Pour déterminer la contrainte, on peut relier la déformation à la contrainte par la loi de Hooke dans le cas de mesure dans les directions principales, comme c'est le cas en diffraction de neutrons. En diffraction de rayons X on utilise la méthode des  $\sin^2\psi$  (Dolle and Hauk, 2018). Cette méthode consiste à mesurer la déformation à la surface de l'échantillon suivant plusieurs directions repérées par les angles  $\varphi$  et  $\psi$  (figure III.3).

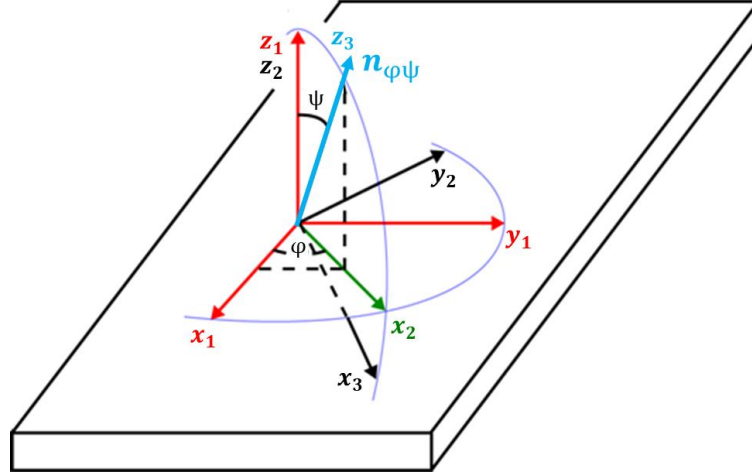


Figure III.3 – Déformation mesurée suivant une direction marquée par les angles  $\varphi$  et  $\psi$

La déformation  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  selon la direction  $\mathbf{n}_{\varphi\psi}$  repérée par les angles  $\psi$  et  $\varphi$  s'écrit en fonction du tenseur exprimé dans le repère de l'échantillon. On peut ainsi relier la déformation mesurée au tenseur des contraintes qu'on souhaite déterminer. On donne le détail du calcul dans l'annexe 3.

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1}{2}S_2 \sin^2\psi [\sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi + 2\sigma_{12}\sin\varphi\cos\varphi - \sigma_{33}] + \frac{1}{2}S_2 \sin 2\psi (\sigma_{13}\cos\varphi + \sigma_{32}\sin\varphi) + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22}) + \sigma_{33}(\frac{1}{2}S_2 + S_1) \quad (\text{III.4})$$

On réduit généralement cette équation à :

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1}{2}S_2\sigma_{\varphi} \sin^2\psi + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (\text{III.5})$$

Avec  $\sigma_{\varphi} = \sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi$

Cette équation n'est toutefois valable que si certaines hypothèses sont vérifiées :

- La mesure reste superficielle, c'est-à-dire en extrême surface où la contrainte peut être supposée biaxiale ( $\sigma_{33} = 0$ ).
- Le matériau est homogène, continu et isotrope
- L'état macroscopique des contraintes et déformations est homogène dans le domaine diffractant
- Les contraintes de cisaillement sont nulles

Les constantes  $S_1$  et  $\frac{1}{2}S_2$  sont les Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques (CER) du matériau et dépendent de la chimie, de la structure cristalline et du plan réticulaire. Comme nous mesurons la déformation  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  suivant un plan (hkl) donné, il faut utiliser les CER du plan concerné. Les expressions des CER issues de la loi des  $\sin^2\psi$  s' :

$$S_1^{hkl} = -\left(\frac{\nu}{E}\right)^{hkl} \quad \frac{1}{2}S_2^{hkl} = \left(\frac{1+\nu}{E}\right)^{hkl} \quad (\text{III.6})$$

Une fois la déformation mesurée suivant plusieurs directions  $\mathbf{n}_{\varphi\psi}$ , on trace la déformation en fonction de  $\sin^2\psi$ . Dans le cas idéal, une courbe linéaire est obtenue (figure III.4.a) et connaissant les angles  $\psi$ ,  $\varphi$  et les CER la pente et l'ordonnée à l'origine des droites aux différents  $\varphi$  permet d'accéder au tenseur complet des contraintes résiduelles. Dans le cas où les conditions d'application de la méthode ne sont plus vérifiées la représentation de la loi des  $\sin^2\psi$  n'est plus linéaire que sur la figure III.4.a. Dans le cas de texture, c'est-à-dire que les grains ne sont pas dans des orientations cristallographiques aléatoires, on obtient une courbe en forme de 'serpent' (figure III.4.b). Dans le cas d'un gradient important de contrainte ou de composition chimique, une courbe à l'allure parabolique apparaît (figure III.4.c). Si un cisaillement est présent, le terme en  $\sin 2\psi$  de l'équation III.4 n'est plus nul et deux courbes apparaissent : une pour les  $\psi$  positif et une pour les  $\psi$  négatifs (figure III.4.d). Si les grains diffractant sont trop gros, la position de la courbe sera difficile à cerner (figure III.4.e) en raison d'un manque de donnée statistique.

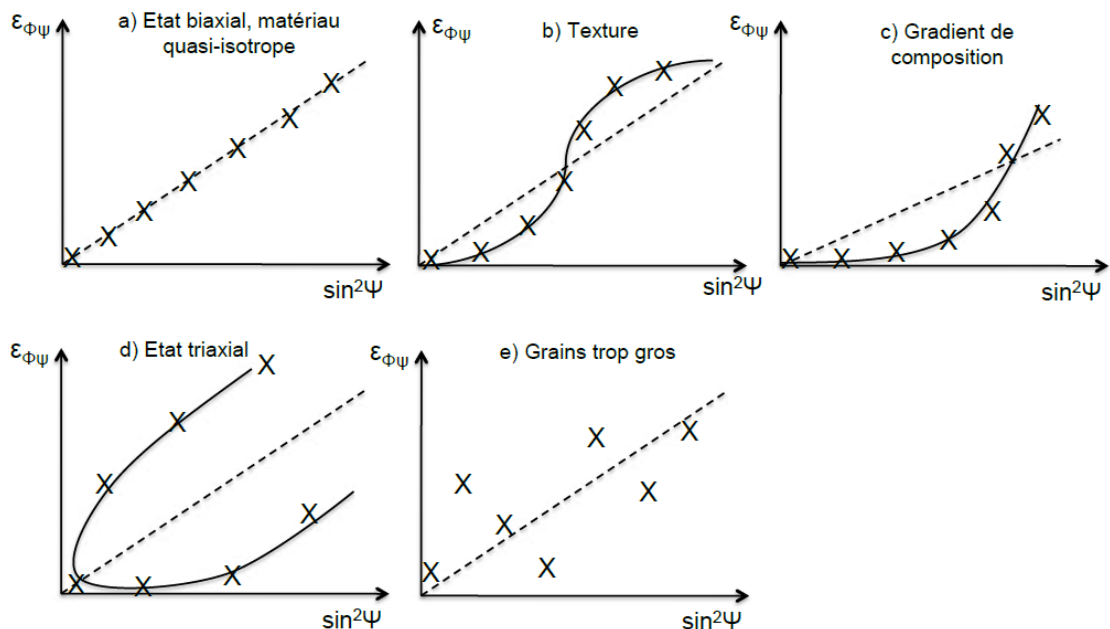


Figure III.4 – Déformations en fonction de  $\sin^2\psi$  (Hadmar, 1996; Sprael, 1994)

Dans le cas de cette étude le logiciel Leptos a été utilisé pour déterminer les contraintes résiduelles par DRX. Nous avons sélectionné l'état biaxial de la contrainte et une détermination de la position du pic en « sliding gravity » qui est particulièrement adapté aux pics de titane qui peuvent présenter une asymétrie. La méthode « gravity » simple consiste à faire le barycentre du pic, en soustrayant au-dessous d'un seuil, généralement à 20% de la hauteur maximum du pic. Le « sliding gravity » consiste à prendre le barycentre du pic en soustrayant au-dessous de plusieurs seuils, généralement de 10 à 80% de la hauteur du pic, et de faire la moyenne des positions déterminées. Ainsi, la méthode « sliding gravity » rend mieux compte de la position des pics asymétriques. Si ce logiciel utilise la méthode des  $\sin^2\psi$  pour déterminer les contraintes, il ne permet cependant ni de vérifier les valeurs acquises en raison d'une erreur dans l'édition du rapport ni de retirer un point aberrant de la liste.



### C) Méthode de courbure des ponts

Une fois les profils de ponts mesurés en utilisant la méthode détaillée au chapitre II nous pouvons essayer de déterminer leur courbure. A partir de la moyenne des cinq traces mesurées à la surface du pont nous accédons au profil de celui-ci (figure III.5.a). A partir de ce profil, nous faisons un lissage avec un polynôme de degré 2 qui est redressé ensuite (figure III.5.b) et la flèche correspond au minimum de cette courbe.

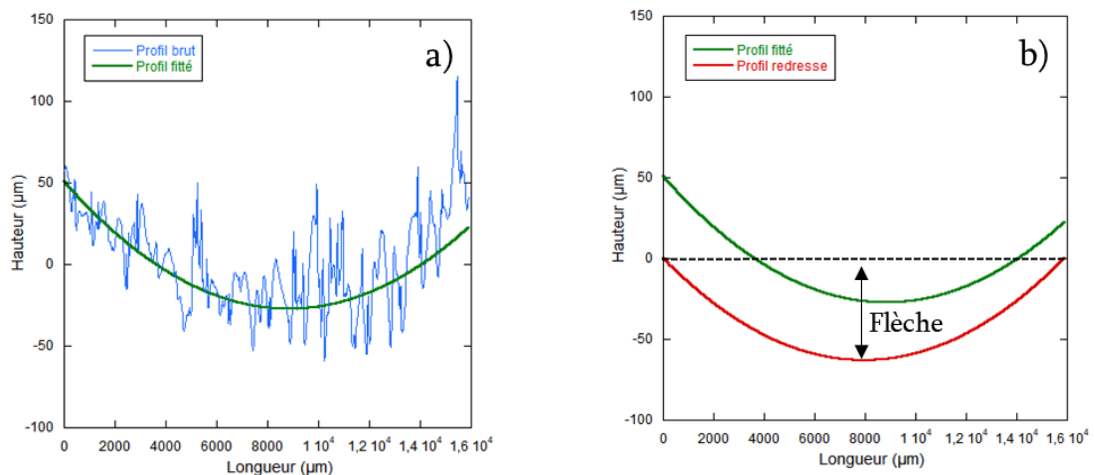


Figure III.5 – a) Profil brut de rugosité d'un pont et b) profil redressé et lissé par un polynôme de degré 2

Afin de lier la flèche mesurée expérimentalement à une contrainte, un abaque a été réalisé en simulation par éléments finis utilisant Cast3m (Cast3m) par des étudiants de projet de 2<sup>ème</sup> année de l'ENSIACET (Landron Thomas, Paquerreau Matthieu, Roirand Hugo et Tencé Quentin). Le module d'Young et le coefficient de Poisson sont les grandeurs utilisées pour alimenter le calcul. Dans le cas de cette étude, les caractéristiques du TA6V forgé ont été sélectionnées ( $E = 112 \text{ GPa}$  et  $\nu = 0,34$ ). La limite d'élasticité du TA6V a été prise comme contrainte maximale admissible dans le modèle ( $Y_s = 1200 \text{ MPa}$ ). En raison des symétries du système, le modèle du pont a été pris en deux dimensions (figure III.6). Les déformations suivant la direction perpendiculaire au plan 2D ont été fixées nulles.

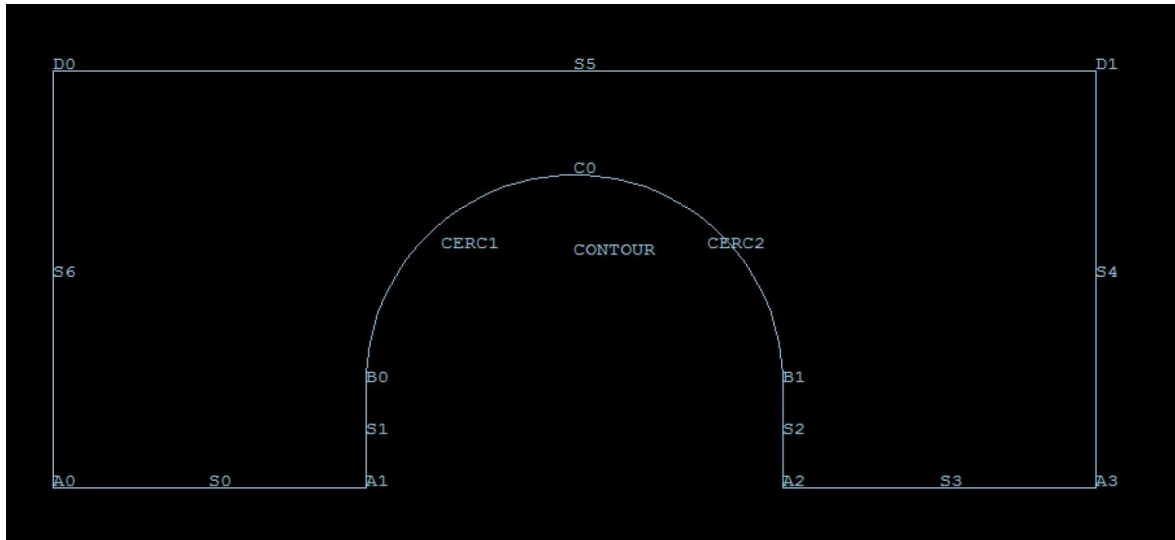


Figure III.6 – Modèle du pont en deux dimensions sélectionné

Expérimentalement, lors de la séparation du pont avec son support, on détache d'abord un premier pilier, puis l'autre. Afin de rendre compte de cette temporalité, on considère comme fixe le pilier gauche, et libre le pilier droit. Une contrainte est appliquée à ce second pilier, verticale et vers le haut, qui va provoquer une distorsion de la pièce, causant l'apparition d'une flèche. La mesure expérimentale de la flèche nous donne alors, à travers ce modèle par éléments finis, une approximation macroscopique de la contrainte nécessaire à déformer le pont. Pour déterminer cette flèche, on accède à la position en coordonnée Y de trois points sur la face supérieure du pont: Le point A à l'extrémité gauche du pont ( $x_A = 0$  mm), le point B à l'extrémité droite du pont ( $x_B = 20$  mm) et le point C au centre du pont ( $x_C = 10$  mm). La flèche est alors calculée en utilisant la relation suivante :

$$Flèche = \sqrt{(x_C - x_A - 0,5 * (x_B - x_A))^2 + (y_C - y_A - 0,5 * (y_B - y_A))^2} \quad (III.7)$$

On comprend que pour une même flèche il peut exister un grand nombre de distribution de contraintes différentes. Ainsi, la représentation donnée sur la figure III.7 ne montre qu'un cas extrême où toutes les contraintes sont localisées sur la fermeture de voute. Il est alors important de noter que cette représentation des contraintes par la méthode BCM ne constitue pas une estimation des contraintes sur l'ensemble du pont. Par exemple, on ne peut pas prédire l'état de contrainte dans les piliers du pont avec certitude en utilisant cette méthode.

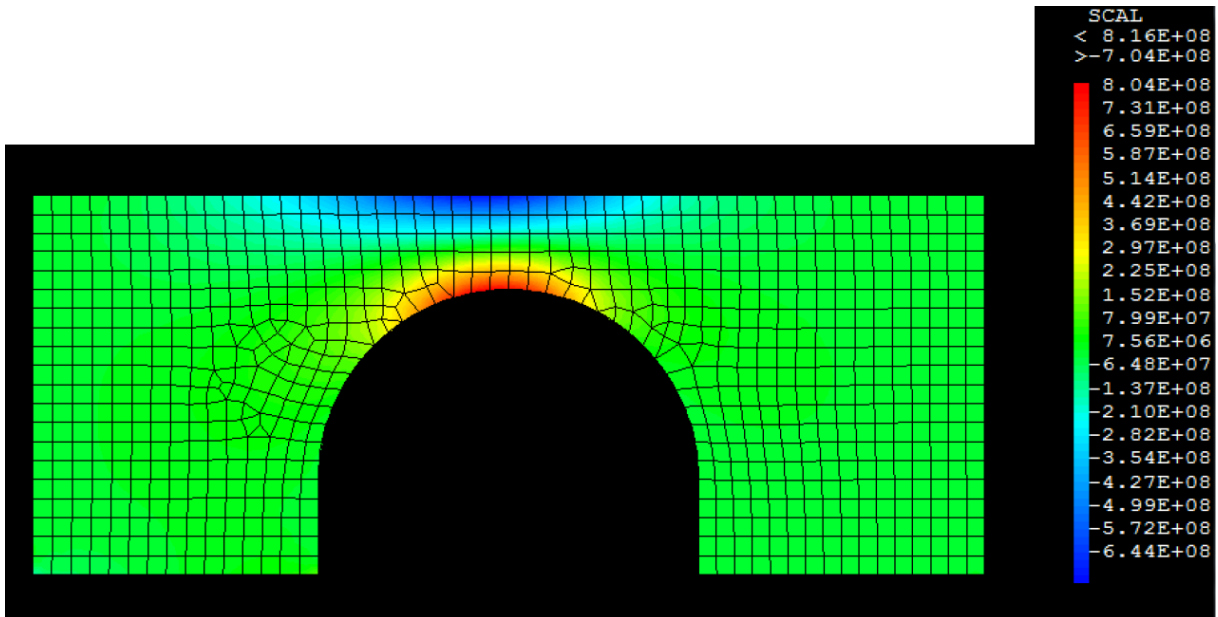


Figure III.7 – Répartition des contraintes  $\sigma_x$  dans le pont encore attaché à son support

Nous pouvons voir que la majorité des contraintes est concentrée dans l'arche. Ici, on est en compression sur le dessus et en traction en dessous de l'arche, ce qui est en accord avec les modèles rencontrés dans la littérature (Vrancken et al., 2013a). Expérimentalement on trouve plutôt l'inverse, c'est-à-dire le dessus en traction et les couches précédentes en compression (Liu et al., 2016). Cette inversion s'explique par le fait qu'expérimentalement, c'est la contrainte dans la pièce qui génère la déformation alors qu'en simulation c'est la déformation appliquée qui génère la contrainte dans la pièce.

On trace la flèche déterminée en fonction de la contrainte  $\sigma_x$  sur la surface supérieure du pont (figure III.8). On remarque sur cet abaque que la flèche évolue linéairement avec la contrainte en surface.

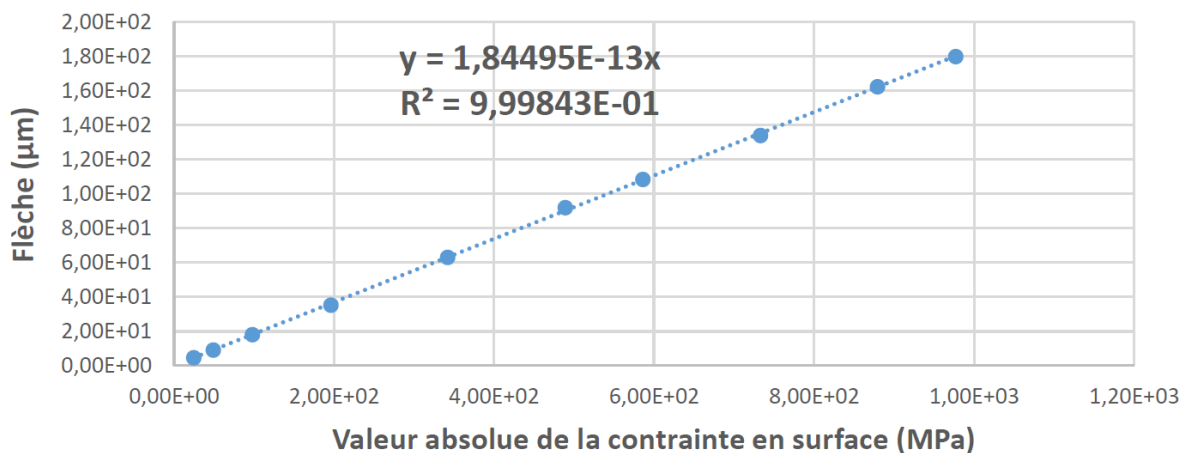


Figure III.8 – Abaque permettant de relier la flèche déterminée à la contrainte appliquée sur le pilier droit

Dans la littérature, cette méthode est utilisée pour accéder à une valeur quantitative de la contrainte entre le bas et le haut de l'arche du pont (Vrancken et al., 2013a), qui est principalement à l'origine de la courbure générant la flèche. Afin d'éviter de rajouter des incertitudes provenant du modèle nous avons fait le choix de ne pas faire le lien de la valeur de la flèche à celle de la contrainte. Les états de contraintes sont qualitativement comparés à la flèche mesurée. D'après (Vrancken et al., 2013a), le passage de flèche à contrainte n'est pas représentatif de l'état de contrainte réel et ne représente qu'un cas de figure particulier. Pour comparer des échantillons dans le même matériau et procédé dans les mêmes conditions, la comparaison de la valeur de la flèche est suffisante.

#### D) Discussion sur les méthodes de détermination de contraintes

La méthode de détermination de contrainte la plus couramment utilisée en laboratoire est la DRX. En raison de l'énergie des photons envoyés à la surface de l'échantillon, le volume sondé se situe en extrême surface. La profondeur de pénétration dépendant à la fois de la anode et du matériau étudié. Dans le cas présent avec une anode de cobalt et un échantillon en titane la longueur de pénétration est d'environ 3  $\mu\text{m}$ . Avec une surface de spot de 1  $\text{mm}^2$  en sortie du collimateur le volume de jauge prend la forme d'une nappe de 0,003 x 1 x 1  $\text{mm}^3$ , dont l'étalement peut varier en fonction de l'angle d'incidence. L'étude se concentre uniquement sur la dernière couche lasée lors de l'élaboration par fabrication additive. Comme on peut le voir sur la figure III.9 la dernière couche lasée reste rugueuse ce qui va empirer le rapport signal sur bruit, déjà affaibli par la fluorescence du titane avec la radiation provenant de l'anode en cobalt. Si le pic de diffraction est mal défini, une erreur importante peut s'ajouter à la détermination des contraintes. Une solution peut être de rallonger le temps d'acquisition.

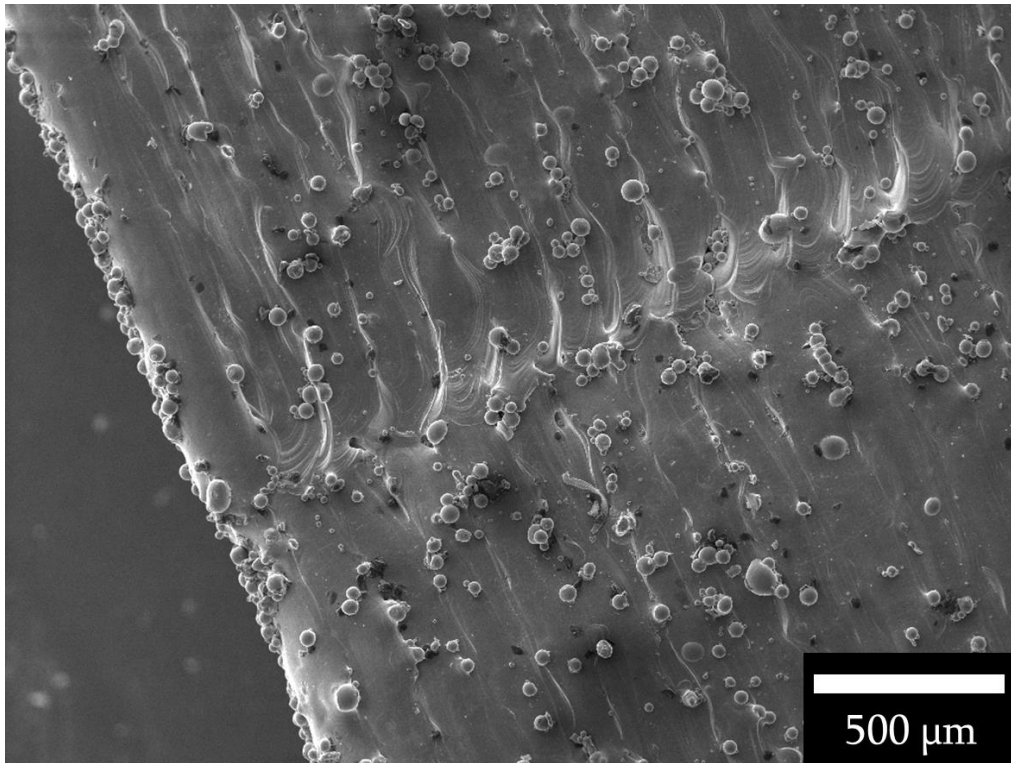


Figure III.9 – Rugosité des échantillons issus de la fabrication additive

Une solution peut être de polir la surface de l'échantillon afin d'en enlever la rugosité. Comme on peut le voir sur la figure III.10, cette solution a le désavantage de modifier l'état de contrainte en surface de l'échantillon on le faisant passer en compression. Le polissage a été fait avec un papier SiC grade 4000 humidifié à l'eau distillée. L'échantillon a été simplement posé sur le papier et polis à la main.

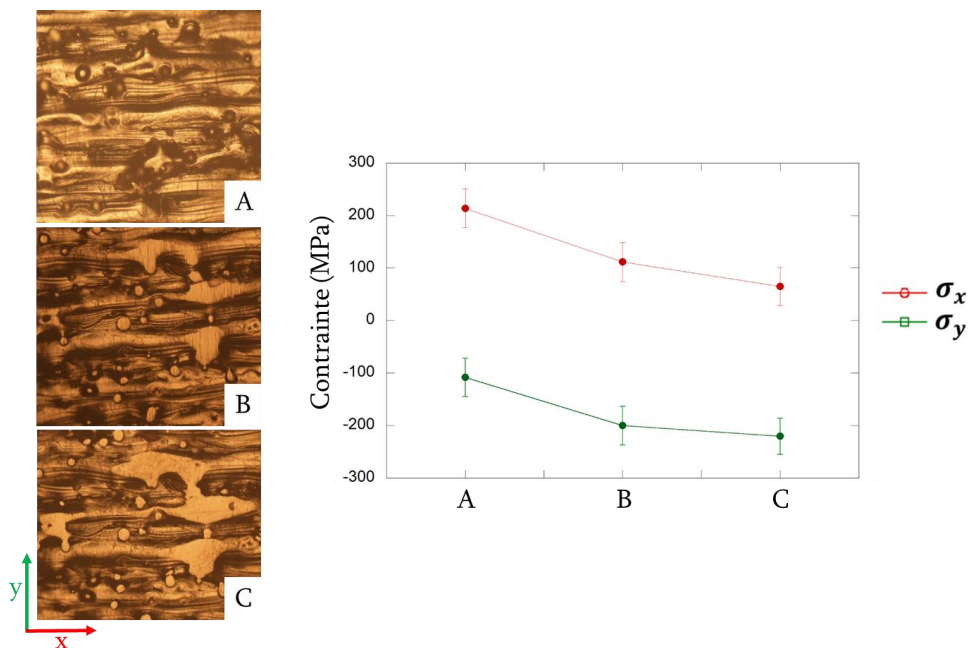


Figure III.10 – Polissage de la surface brute avec l'état de contrainte déterminé par DRX à chaque pas montrant le passage vers un état plus comprimé par le traitement de surface

Le traitement de surface modifiant l'état de contrainte du matériau étudié, on choisit de garder l'échantillon brut de fabrication. Cette méthode nécessite un temps d'acquisition plus grand pour pallier au bruit généré par l'état de surface. Après plusieurs essais, un temps d'acquisition de 20h par échantillon a été jugé suffisamment satisfaisant. De plus, cette méthode ne permet d'analyser que la contrainte en extrême surface suivant  $\sigma_x$  et  $\sigma_y$  uniquement, puisque  $\sigma_z$  est considéré nulle. Les mesures réalisées dans cette étude par DRX de laboratoire ne donne des informations que sur l'extrême surface de l'échantillon, soit la dernière couche fabriquée.

Afin d'accéder aux contraintes dans un volume plus représentatif de l'échantillon et suivant les trois directions principales  $\sigma_x$ ,  $\sigma_y$  et  $\sigma_z$  on utilise la diffraction de neutrons. La diffraction de neutrons permet de déterminer les contraintes résiduelles au cœur d'échantillons issus de la fabrication additive. L'angle entre le rayon incident et le rayon diffracté étant idéalement proche de  $90^\circ$ , le volume de jauge pourra avoir une forme cubique. Ceci permettant de mesurer la déformation dans le même volume suivant les trois directions de l'espace. Dans le cas de la diffraction de neutron, c'est dans le choix du matériau étudié que peut se situer le problème. En effet, la longueur de diffusion en diffraction de neutrons ne dépend pas du numéro atomique et se trouve proche d'un minimum pour le titane comme expliqué au chapitre précédent. Le faible facteur de structure du fait d'une petite valeur de longueur de diffusion impliquera un rapport signal sur bruit plus important, augmentant l'incertitude de mesure lorsque le temps d'acquisition est insuffisant.

Un autre grand instrument peut être utilisé pour déterminer les contraintes résiduelles : le rayonnement synchrotron. Si le rapport signal sur bruit et la longueur de pénétration sont ici satisfaisants, c'est la forme du volume de jauge qui pose problème pour la détermination des contraintes résiduelles en synchrotron. En effet, contrairement aux neutrons le détecteur n'est pas placé à  $90^\circ$  de la direction incidente mais à de faibles angles, ce qui mène à une géométrie du volume de jauge en forme de losange. Les volumes de jauges en diffraction de neutrons et en synchrotron sont représentés à la figure III.11.

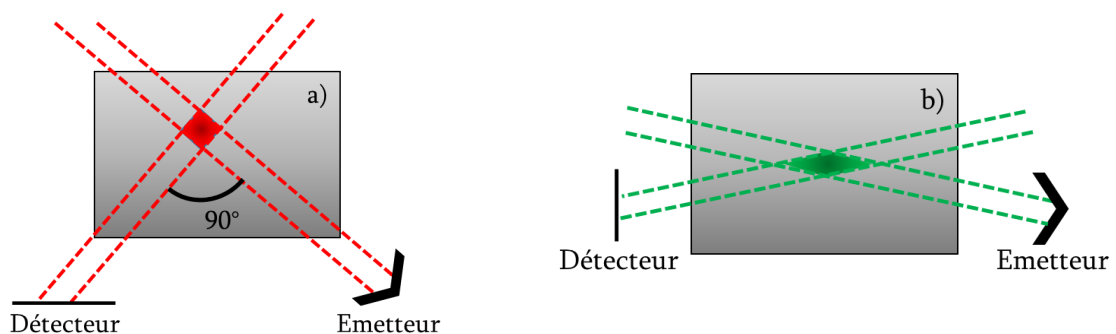


Figure III.11 – Volumes de jauges typiques en a) diffraction de neutrons et en b) analyse par radiation synchrotron où l'angle de diffraction est inférieur à  $8^\circ$ .

L'inconvénient de l'anisotropie du volume de jauge en synchrotron est que les mesures suivant les trois directions de l'espace ne sont plus équivalentes. Si ce n'est pas un problème pour mesurer une déformation, c'en est un pour déterminer les contraintes résiduelles. La contrainte suivant une direction  $i$  dépend de la déformation suivant les trois directions de l'espace. Les déformations suivant les trois directions n'étant pas mesurées dans le même volume, la détermination des contraintes à partir de ces valeurs n'a pas de sens dans le cas d'une contrainte non homogène dans le matériau, ce qui est fréquent en fabrication additive.

La méthode BCM permet d'estimer les contraintes résiduelles en mesurant la flèche à la surface d'un pont. Ce type d'analyse donne une information macroscopique de la contrainte et ne peut être utilisée que sur des pièces spécialement conçues pour cette méthode, avec une géométrie en forme de pont. Néanmoins, cette méthode permet d'étudier qualitativement les effets de certains paramètres.

Cette réflexion sur l'adaptabilité des différentes méthodes d'analyse est résumée le tableau III.1. Le rayonnement synchrotron ne sera pas adapté à l'étude d'échantillons élaborés par fabrication additive mais adapté à de faibles gradients de contrainte et à la mesure de la déformation. La diffraction de rayons X permettra l'étude de la dernière couche élaborée tout en étant facile d'accès et peu coûteuse. L'étude de la courbure des ponts donne une information macroscopique donc moyennée. Cependant la courbure doit être modélisée afin de remonter à une cartographie des contraintes en 2D ou 3D. La méthode alliant le mieux précision et fiabilité pour la détermination des contraintes résiduelles d'échantillons de titane élaborés par fabrication additive est la diffraction de neutrons. La géométrie du volume de jauge et la longueur de pénétration permettent déterminer les contraintes résiduelles au cœur du matériau et dans un même volume de jauge, malgré un rapport signal sur bruit demandant un temps d'acquisition important.

Tableau III.1 – Caractéristiques des différentes méthodes de détermination des contraintes résiduelles pour des échantillons issus de la fabrication additive

	Volume d'analyse	Précision (Incertitude, répétabilité)	Adapté à l'étude du titane	Adapté aux échantillons LBM	Temps de mesure
DRX	Extrême surface	V	V (Sauf fluo. source Co)	X	Important
Neutrons	Cubique	V	X	V	Important
Synchrotron	Losange	V	V	X	Faible
Flexion	Pièce entière	X	V	X	Faible

Dans cette première partie nous avons pu présenter différentes méthodes permettant de déterminer les contraintes résiduelles par diffractions, ainsi que leurs avantages et inconvénients. La diffraction de rayons X donnera principalement une information sur les dernières couches fabriquées, la diffraction de neutrons donnera de bonnes informations sur l'état de contrainte au cœur du matériau tandis que les études en flexion, notamment

par la méthode BCM, donneront une information macroscopique sur les contraintes résiduelles.

## II) Calculs sur l'élasticité

Dans cette seconde partie, nous détaillerons dans un premier temps la méthode de détermination du tenseur des rigidités  $C_{ij}$  par simulation DFT en utilisant le code VASP. Puis, nous présenterons les calculs permettant de convertir le tenseur des rigidités en CER. Enfin, nous présenterons un calcul sur une problématique portant sur le coefficient de Poisson d'un plan cristallin dans un cristal anisotrope.

### A) Simulations DFT

Des simulations atomistiques par DFT ont été réalisées avec Damien Connétable en utilisant le code VASP (Vienna *ab initio* Simulation Package) (Kresse and Hafner, 1993) afin de déterminer le tenseur des rigidités  $C_{ij}$  de la phase martensitique  $\alpha'$ . Les équations auto-cohérentes de Kohn-Sham sont résolues en utilisant les ondes à pseudo-potentiels augmentés par projecteur (Kresse and Joubert, 1999). La fonctionnelle d'échange et corrélation de Perdew-Burke-Ernzerhof a été utilisée (Perdew et al., 1997). Pour déterminer le tenseur des rigidités, on commence par définir une maille. On définit une super-cellule de titane dans une maille hexagonale de 24 atomes dans laquelle on ajoute en substitution des atomes de vanadium et d'aluminium. Cinq simulations différentes ont été réalisées, dont on donne la composition chimique des mailles dans le tableau III.2 avec les pourcentages atomiques entre parenthèse. La dernière simulation du tableau, Ti+2Al+V, étant celle dont la composition chimique se rapproche le plus du TA6V et dans une maille hexagonale, simulera la phase  $\alpha'$  martensitique du TA6V.

Tableau III.2 – Simulations de super cellules de titane avec aluminium et vanadium en substitution

	Phase	Ti	Al	V
Ti	$\alpha$	24	0	0
Ti+Al		23	1 (4,2 %)	0
Ti+V		23	0	1 (4,2 %)
Ti+Al+V		22	1 (4,2 %)	1 (4,2 %)
Ti+2Al+V	$\alpha'$	21	2 (8,4 %)	1 (4,2 %)

Afin de déterminer les composantes du tenseur des rigidités, on commence par appliquer une distorsion  $\delta$  au cristal, sous la forme d'une matrice. Cette matrice dépendra de la composante du tenseur des rigidités que l'on souhaite déterminer. Comme il existe cinq composantes indépendantes du tenseur des rigidités pour la maille hexagonale, il faudra appliquer cinq matrices différentes, qu'on donne dans le tableau 3. A partir des distorsions de la maille, les paramètres de l'énergie de déformation élastiques  $E[\delta]$  sont ajustés. Ces



énergies étant liées aux  $C_{ij}$  du cristal, une fois calculées on peut accéder à la composante du tenseur des rigidités voulue en suivant les relations du tableau III.3.

Tableau III.3 - Composantes du tenseur de distorsion pour les systèmes hexagonaux

Cas	Matrice de distorsion	Energie $E[\delta]$
1	$\begin{pmatrix} 1+\delta & 0 & 0 \\ 0 & 1+\delta & 0 \\ 0 & 0 & 1+\delta \end{pmatrix}$	$E[\delta] = E_0 + 9V_0 B_V \delta^2 / 2$
2	$\begin{pmatrix} 1+\delta & 0 & 0 \\ 0 & 1+\delta & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	$E[\delta] = E_0 + V_0 (C_{11} + C_{12}) \delta^2$
3	$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1+\delta \end{pmatrix}$	$E[\delta] = E_0 + V_0 C_{33} \delta^2 / 2$
4	$\begin{pmatrix} 1+\delta & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	$E[\delta] = E_0 + V_0 C_{11} \delta^2 / 2$
5	$\begin{pmatrix} 1 & 0 & \delta \\ 0 & 1 & \delta \\ \delta & \delta & 1 \end{pmatrix}$	$E[\delta] = E_0 + 4V_0 C_{44} \delta^2$

$E_0$  correspond à l'énergie du système à l'équilibre,  $V_0$  le volume à l'équilibre et  $B_V$  est donné par la relation ci-dessous :

$$B_V = \frac{2C_{11} + C_{33} + 2C_{12} + 4C_{13}}{9} \quad (\text{III.8})$$

### B) Passage du tenseur des rigidités $C_{ij}$ aux CER

Les expressions des CER issues de la loi des sinus carré psi s'appliquent à un volume diffractant polycristallin isotrope (François, 2003). Elles s'écrivent :

$$S_1^{hkl} = -\left(\frac{\nu}{E}\right)^{hkl} \quad \frac{1}{2}S_2^{hkl} = \left(\frac{1+\nu}{E}\right)^{hkl} \quad (\text{III.9})$$

Dans le cas d'un polycristal anisotrope, les CER doivent être calculées grâce à un modèle de transition d'échelle tel que les modèles de Reuss (Reuss, 1929) ou de Voigt (Voigt, 1910). Nous proposons ci-dessous de reprendre le calcul dans le modèle de Reuss en s'appuyant sur la littérature (Zhang et al., 2006). Nous développons le calcul afin de montrer l'anisotropie transverse du coefficient de Poisson dans le cas de la phase  $\alpha'$ .

Pour relier les grandeurs précédentes, on utilise ensuite plusieurs repères :

- $R_0 (\mathbf{X}, \mathbf{Y}, \mathbf{Z})$  : Repère des axes du cristal hexagonal (hkl)
- $R_1 (\mathbf{X}_1, \mathbf{Y}_1, \mathbf{Z}_1)$  : Repère orthonormé  $\mathbf{X} = \mathbf{X}_1$ ,  $\mathbf{Z} = \mathbf{Z}_1$ ,  $\mathbf{Y}_1$  à  $90^\circ$  de  $\mathbf{X}$  et à  $30^\circ$  de  $\mathbf{Y}$
- $R_2 (\mathbf{X}_2, \mathbf{Y}_2, \mathbf{Z}_2)$  : Repère dans lequel  $\mathbf{Z}_2$  est normal au plan (hkl)

On représente le passage du repère  $R_0$  à  $R_1$  sur la figure III.12.a et le passage du repère  $R_1$  à  $R_2$  sur la figure III.12.b.

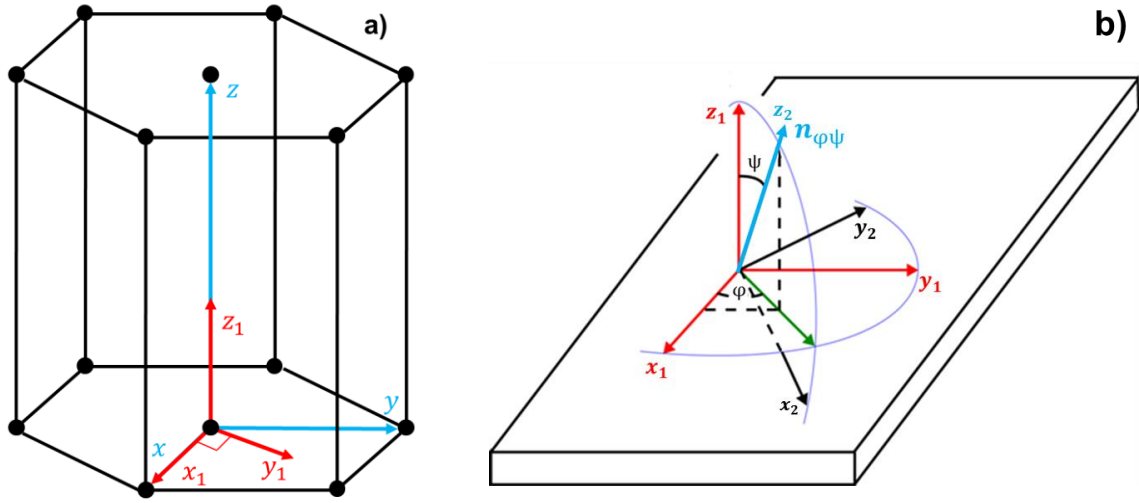


Figure III.12 – a) Passage du repère  $R_0$  à  $R_1$  avec  $R_1$  orthonormé et b) passage de  $R_1$  à  $R_2$  où  $Z_2$  est normal au plan  $(hkl)$  étudié

On définit  $S_{ij}$  dans le repère  $R_1$  et  $S'_{ij}$  dans  $R_2$ . On donne la matrice de passage  $a$  qui permet de passer de  $R_1$  à  $R_2$ :

$$a = \begin{pmatrix} \cos \psi & 0 & -\sin \psi \\ 0 & 1 & 0 \\ \sin \psi & 0 & \cos \psi \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \cos \varphi & \sin \varphi & 0 \\ -\sin \varphi & \cos \varphi & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (\text{III.10})$$

$$a = \begin{pmatrix} \cos \psi \cos \varphi & \cos \psi \sin \varphi & -\sin \psi \\ -\sin \varphi & \cos \varphi & 0 \\ \sin \psi \cos \varphi & \sin \psi \sin \varphi & \cos \psi \end{pmatrix} \quad (\text{III.11})$$

La normale au plan  $(hkl)$  est la direction  $[hkl]^*$  du réseau réciproque que l'on peut exprimer dans le repère  $R_1$ :

$$\begin{aligned} [hkl]^* &= ha^* + kb^* + lc^* \\ c^* &= \frac{\mathbf{a} \wedge \mathbf{b}}{V} = \frac{\frac{\sqrt{3}}{2} a^2 \mathbf{Z}_1}{\frac{\sqrt{3}}{2} a^2 c} = \frac{1}{c} \mathbf{Z}_1 \\ b^* &= \frac{\mathbf{c} \wedge \mathbf{a}}{V} = \frac{ac}{\frac{\sqrt{3}}{2} a^2 c} \mathbf{Y}_1 = \frac{2}{\sqrt{3}a} \mathbf{Y}_1 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mathbf{a}^* &= \frac{\mathbf{b} \wedge \mathbf{c}}{V} = \frac{2}{\sqrt{3}a} \left( \frac{\sqrt{3}}{2} \mathbf{X}_1 + \frac{1}{2} \mathbf{Y}_1 \right) = \frac{1}{a} \left( \mathbf{X}_1 + \frac{1}{\sqrt{3}} \mathbf{Y}_1 \right) \\ [hkl]^* &= h \frac{1}{a} \left( \mathbf{X}_1 + \frac{1}{\sqrt{3}} \mathbf{Y}_1 \right) + k \frac{2}{\sqrt{3}a} \mathbf{Y}_1 + l \frac{1}{c} \mathbf{Z}_1 \\ [hkl]^* &= h \mathbf{X}_1 + \left( \frac{h+2k}{\sqrt{3}} \right) \mathbf{Y}_1 + l \frac{a}{c} \mathbf{Z}_1 \\ [hkl]^* &= h \mathbf{X}_1 + K \mathbf{Y}_1 + L \mathbf{Z}_1\end{aligned}$$

Avec  $K = \frac{h+2k}{\sqrt{3}}$  et  $L = l \frac{a}{c}$

On peut alors écrire :

$$\begin{aligned}\cos \varphi &= \frac{h}{\sqrt{h^2 + K^2}} & \sin \varphi &= \frac{L}{\sqrt{h^2 + K^2 + L^2}} \\ \cos \psi &= \frac{K}{\sqrt{h^2 + K^2}} & \sin \psi &= \frac{\sqrt{h^2 + K^2}}{\sqrt{h^2 + K^2 + L^2}}\end{aligned}$$

Pour définir l'élasticité dans la direction normale au plan (hkl) on écrit le tenseur S dans le repère  $R_2$ .

$$S'_{ijkl} = S_{uvrt} a_{iu} a_{jv} a_{kr} a_{lt}$$

En tenant compte des seules composantes non nulles de S pour le système hexagonal on a :

$$\begin{aligned}S'_{ijkl} &= S_{11} [a_{i1} a_{j1} a_{k1} a_{l1} + a_{i2} a_{j2} a_{k2} a_{l2}] + S_{12} [a_{i1} a_{j1} a_{k2} a_{l2} + a_{i2} a_{j2} a_{k1} a_{l1}] \\ &+ S_{13} [a_{k3} a_{l3} \delta_{ij} + a_{i3} a_{j3} \delta_{kl}] + S_0 [a_{i3} a_{j3} a_{k3} a_{l3}] \\ &+ \frac{1}{4} S_{44} [a_{j3} a_{l3} \delta_{ik} + a_{j3} a_{k3} \delta_{il} + a_{i3} a_{l3} \delta_{jk} + a_{i3} a_{k3} \delta_{jl}] + \frac{1}{4} S_{66} [a_{i1} a_{j2} a_{k1} a_{l2} \\ &+ a_{i1} a_{j2} a_{k2} a_{l1} + a_{i2} a_{j1} a_{k1} a_{l2} + a_{i2} a_{j1} a_{k2} a_{l1}]\end{aligned}$$

Avec  $S_0 = S_{33} - 2S_{13} - S_{44}$  et  $S_{66} = 2(S_{11} - S_{12})$

On calcule ensuite le module d'Young  $E^{hkl}$  et le coefficient  $\nu^{hkl}$  :

$$\frac{1}{E^{hkl}} = S'_{3333} \quad \nu^{hkl} = -\frac{S'_{2233}}{S'_{3333}}$$

On commence par calculer  $S'_{3333}$  :

$$\begin{aligned}S'_{3333} &= S_{11} (a_{31}^4 + a_{32}^4) + S_{12} (2a_{31}^2 a_{32}^2) + 2S_{13} a_{33}^2 + (S_{33} - 2S_{13} - S_{44}) a_{33}^4 + S_{44} a_{33}^2 \\ &+ S_{66} a_{32}^2 a_{31}^2 \\ S'_{3333} &= S_{11} (a_{31}^4 + a_{32}^4) + S_{12} (2a_{31}^2 a_{32}^2) + (2S_{13} + S_{44}) (a_{33}^2 - a_{33}^4) + S_{33} a_{33}^4 + S_{66} a_{32}^2 a_{31}^2\end{aligned}$$

$$S'_{3333} = S_{11} \left[ \underbrace{\sin^4 \psi \cos^4 \varphi + \sin^4 \psi \sin^4 \varphi}_A \right] + 2S_{12} \left[ \underbrace{\sin^4 \psi \cos^2 \varphi \sin^2 \varphi}_B \right] \\ + (2S_{13} + S_{44}) \left[ \underbrace{\cos^2 \psi - \cos^4 \psi}_C \right] + S_{33} \cos^4 \psi + S_{66} \left[ \underbrace{\sin^4 \psi \cos^2 \varphi \sin^2 \varphi}_B \right]$$

On pose les grandeurs A, B et C afin de simplifier le calcul et de réduire leurs expressions comme suit :

$$A = \sin^4 \psi [\cos^4 \varphi + \sin^4 \varphi] = \sin^4 \psi [(\cos^2 \varphi + \sin^2 \varphi)^2 - 2\cos^2 \varphi \sin^2 \varphi]$$

$$A = \sin^4 \psi \left[ 1 - 2 \left( \frac{1}{2} \sin 2\varphi \right)^2 \right] = \sin^4 \psi \left[ 1 - \frac{1}{2} \sin^2 2\varphi \right]$$

$$B = \sin^4 \psi \cos^2 \varphi \sin^2 \varphi = \sin^4 \psi \left( \frac{1}{2} \sin 2\varphi \right)^2 = \frac{1}{4} \sin^4 \psi \sin^2 2\varphi$$

$$C = \cos^2 \psi - \cos^4 \psi = \cos^2 \psi (1 - \cos^2 \psi) = \cos^2 \psi \sin^2 \psi$$

L'expression de  $S'_{3333}$  devient alors :

$$S'_{3333} = S_{11} \sin^4 \psi \left[ 1 - \frac{1}{2} \sin^2 2\varphi \right] + 2S_{12} \frac{1}{4} \sin^4 \psi \sin^2 2\varphi + (2S_{13} + S_{44}) \cos^2 \psi \sin^2 \psi \\ + S_{33} \cos^4 \psi + S_{66} \frac{1}{4} \sin^4 \psi \sin^2 2\varphi$$

On utilise  $S_{66} = 2(S_{11} - S_{12})$

$$S'_{3333} = S_{11} \sin^4 \psi + (2S_{13} + S_{44}) (\cos^2 \psi \sin^2 \psi) + S_{33} \cos^4 \psi$$

On obtient ici l'expression de la composante  $S'_{3333}$  reliant la déformation à la contrainte dans la direction de l'axe  $\mathbf{Z}_2$ , parallèle à  $[hkl]^*$  :

$$S'_{3333} = S_{11} a_{13}^4 + (2S_{13} + S_{44}) (a_{33}^2 a_{13}^2) + S_{33} a_{33}^4 \quad (\text{III.12})$$

On peut maintenant calculer le module d'Young :

$$\frac{1}{E^{hkl}} = S'_{3333} = S_{11} a_{13}^4 + (2S_{13} + S_{44}) (a_{33}^2 a_{13}^2) + S_{33} a_{33}^4$$

On peut aussi écrire  $\frac{1}{E^{hkl}}$  en fonction des indices (hkl) :

$$\frac{1}{E^{hkl}} = S_{11} \frac{(h^2 + K^2)^2}{(h^2 + K^2 + L^2)^2} + (2S_{13} + S_{44}) \frac{L^2 (h^2 + K^2)^2}{(h^2 + K^2 + L^2)^2} + S_{33} \frac{L^4}{(h^2 + K^2 + L^2)^2}$$

$$E^{hkl} = \frac{(h^2 + K^2 + L^2)^2}{S_{11} (h^2 + K^2)^2 + S_{33} L^4 + (2S_{13} + S_{44}) L^2 (h^2 + K^2)^2} \quad (\text{III.13})$$

Le coefficient de Poisson est défini comme le rapport de la déformation transverse sur longitudinale. Comme direction transverse on aurait pu autant choisir  $S'_{2233}$  que  $S'_{1133}$ , dans la littérature la direction  $S'_{2233}$  est choisie arbitrairement. On se penchera sur les problèmes que cela peut provoquer dans la partie suivante.

On calcule maintenant  $S'_{2233}$  :

$$S'_{2233} = S_{11}(a_{21}^2 a_{31}^2 + a_{22}^2 a_{32}^2) + S_{12}(a_{21}^2 a_{32}^2 + a_{22}^2 a_{31}^2) + S_{13}(a_{33}^2 + a_{23}^2) \\ + (S_{33} - 2S_{13} - S_{44})(a_{23}^2 a_{33}^2) + S_{44} a_{23} a_{33} + 2(S_{11} - S_{12}) a_{21} a_{22} a_{31} a_{32}$$

On simplifie car comme on peut le voir dans la relation III.11,  $a_{23}$  est nul :

$$S'_{2233} = S_{11}(a_{21}^2 a_{31}^2 + a_{22}^2 a_{32}^2 + 2a_{21} a_{22} a_{31} a_{32}) + S_{12}(a_{21}^2 a_{32}^2 + a_{22}^2 a_{31}^2 - 2a_{21} a_{22} a_{31} a_{32}) \\ + S_{13} \left( a_{33}^2 + \underbrace{a_{23}^2}_{=0} - 2 \underbrace{a_{23}^2}_{=0} a_{33}^2 \right) + S_{44} \left( \underbrace{a_{23}^2}_{=0} a_{33} - \underbrace{a_{23}^2}_{=0} a_{33}^2 \right) + S_{33} \left( \underbrace{a_{23}^2}_{=0} a_{33}^2 \right)$$

$$S'_{2233} = S_{11} \left[ \underbrace{\sin^2 \varphi \sin^2 \psi \cos^2 \varphi + \cos^2 \varphi \sin^2 \psi \sin^2 \varphi + 2(-\cos^2 \varphi \sin^2 \psi \sin^2 \varphi)}_{=0} \right] \\ + S_{12} \left[ \underbrace{\sin^4 \varphi \sin^2 \psi + \cos^4 \varphi \sin^2 \psi + 2\cos^2 \varphi \sin^2 \psi \sin^2 \varphi}_D \right] + S_{13} \cos^2 \psi$$

On pose D afin d'en réduire l'expression :

$$D = \sin^2 \psi [\sin^4 \varphi + \cos^4 \varphi + 2\cos^2 \varphi \sin^2 \varphi] = \sin^2 \psi [\sin^2 \varphi + \cos^2 \varphi]^2 = \sin^2 \psi$$

On obtient alors l'expression de  $S'_{2233}$ , déformation dans une direction transverse à l'axe  $Z_2$  :

$$S'_{2233} = S_{12} \sin^2 \psi + S_{13} \cos^2 \psi = S_{12} a_{13}^2 + S_{13} a_{33}^2 \quad (\text{III.14})$$

On peut maintenant calculer le coefficient de Poisson :

$$\nu^{hkl} = -\frac{S'_{2233}}{S'_{3333}} = -\frac{S_{12} a_{13}^2 + S_{13} a_{33}^2}{S_{11} a_{13}^4 + (2S_{13} + S_{44})(a_{33}^2 a_{13}^2) + S_{33} a_{33}^4} \\ \nu^{hkl} = -\frac{S'_{2233}}{S'_{3333}} \\ = -\frac{S_{12} \frac{(h^2 + K^2)}{(h^2 + K^2 + L^2)} + S_{13} \frac{L^2}{(h^2 + K^2 + L^2)}}{S_{11} \frac{(h^2 + K^2)^2}{(h^2 + K^2 + L^2)^2} + (2S_{13} + S_{44}) \frac{L^2 (h^2 + K^2)^2}{(h^2 + K^2 + L^2)^2} + \frac{L^4}{(h^2 + K^2 + L^2)^2}}$$

$$v^{hkl} = -\frac{(h^2 + K^2 + L^2)(S_{12}(h^2 + K^2) + S_{13}L^2)}{S_{11}(h^2 + K^2)^2 + S_{33}L^4 + (2S_{13} + S_{44})L^2(h^2 + K^2)^2} \quad (\text{III.15})$$

On peut finalement calculer les CER,  $S_1^{hkl}$  et  $\frac{1}{2}S_2^{hkl}$  en utilisant les relations vues précédemment :

$$S_1^{hkl} = -\frac{v^{hkl}}{E^{hkl}} \quad \frac{1}{2}S_2^{hkl} = \frac{1 + v^{hkl}}{E^{hkl}}$$

$$S_1^{hkl} = \frac{\frac{(h^2 + K^2 + L^2)(S_{12}(h^2 + K^2) + S_{13}L^2)}{S_{11}(h^2 + K^2)^2 + S_{33}L^4 + (2S_{13} + S_{44})L^2(h^2 + K^2)^2}}{(h^2 + K^2 + L^2)^2}$$

$$S_1^{hkl} = \frac{S_{12}(h^2 + K^2) + S_{13}L^2}{S_{11}(h^2 + K^2)^2 + S_{33}L^4 + (2S_{13} + S_{44})L^2(h^2 + K^2)^2}$$

$$S_1^{hkl} = \frac{S_{12}(h^2 + K^2) + S_{13}L^2}{h^2 + K^2 + L^2}$$

On peut alors exprimer  $S_1^{hkl}$  en fonction des indices hkl :

$$S_1^{hkl} = \frac{S_{12} \left( h^2 + \left( \frac{h + 2k}{\sqrt{3}} \right)^2 \right) + S_{13} \left( l \frac{a}{c} \right)^2}{h^2 + \left( \frac{h + 2k}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( l \frac{a}{c} \right)^2} \quad (\text{III.16})$$

$$\frac{1}{2}S_2^{hkl} = \frac{1 - \frac{(h^2 + K^2 + L^2)(S_{12}(h^2 + K^2) + S_{13}L^2)}{S_{11}(h^2 + K^2)^2 + S_{33}L^4 + (2S_{13} + S_{44})L^2(h^2 + K^2)^2}}{(h^2 + K^2 + L^2)^2}$$

$$\frac{1}{2}S_2^{hkl} = \frac{S_{11}(h^2 + K^2)^2 + S_{33}L^4 + (2S_{13} + S_{44})L^2(h^2 + K^2)^2}{S_{11}(h^2 + K^2)^2 + S_{33}L^4 + (2S_{13} + S_{44})L^2(h^2 + K^2)^2}$$

$$\frac{1}{2}S_2^{hkl} = \frac{S_{11}(h^2 + K^2)^2 + S_{33}L^4 + (2S_{13} + S_{44})L^2(h^2 + K^2)^2}{(h^2 + K^2 + L^2)^2} - \frac{S_{12}(h^2 + K^2) + S_{13}L^2}{h^2 + K^2 + L^2}$$

On exprime finalement  $\frac{1}{2}S_2^{hkl}$  en fonction des indices hkl :

(III.17)

$$\frac{1}{2}S_2^{hkl} = \frac{S_{11} \left( h^2 + \left( \frac{h+2k}{\sqrt{3}} \right)^2 \right)^2 + S_{33} \left( l \frac{a}{c} \right)^4 + (2S_{13} + S_{44}) \left( l \frac{a}{c} \right)^2 \left( h^2 + \left( \frac{h+2k}{\sqrt{3}} \right)^2 \right)^2}{\left( h^2 + \left( \frac{h+2k}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( l \frac{a}{c} \right)^2 \right)^2} - \frac{S_{12} \left( h^2 + \left( \frac{h+2k}{\sqrt{3}} \right)^2 \right) + S_{13} \left( l \frac{a}{c} \right)^2}{h^2 + \left( \frac{h+2k}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( l \frac{a}{c} \right)^2}$$

### C) Coefficient de Poisson et anisotropie

Le coefficient de Poisson est défini comme le rapport de la déformation longitudinale sur la déformation transversale en faisant l'hypothèse implicite que toutes les déformations transverses sont équivalentes. Si cela peut être vrai à l'échelle macroscopique d'un polycristal, ce n'est pas vrai dans le cas général pour un plan cristallin (hkil). Si on exprime le coefficient de Poisson pour une direction comprise dans le plan (0001) la direction transverse peut être soit  $[10\bar{1}0]$  soit  $[0001]$ . En raison de l'anisotropie de la maille hexagonale ces deux directions, comprises respectivement dans le plan basal et dans la direction de l'axe  $c$ , ne sont pas équivalentes. Afin de rendre compte de cela il est possible de revenir sur le passage des  $C_{ij}$  aux CER détaillé dans la partie précédente. Au lieu d'utiliser la matrice de passage donnée précédemment, on peut en utiliser une faisant intervenir l'angle de rotation  $\theta$  autour de l'axe  $Z_2$ . L'axe  $Z_2$  étant la direction étudiée, dans l'exemple précédent la direction comprise dans le plan (0001). Cette rotation  $\theta$  permet de rendre compte des différentes directions qui ne sont pas équivalentes. On donne la nouvelle matrice de passage ci-dessous :

$$a = \begin{pmatrix} \cos \psi \cos \varphi \cos \theta - \sin \theta \sin \varphi & \cos \theta \cos \psi \sin \varphi + \sin \theta \cos \varphi & -\cos \theta \sin \psi \\ -\sin \theta \sin \varphi \cos \psi - \cos \theta \sin \varphi & -\sin \theta \cos \psi \sin \varphi + \cos \theta \cos \varphi & \sin \theta \sin \psi \\ \sin \psi \cos \varphi & \sin \psi \sin \varphi & \cos \psi \end{pmatrix} \quad (\text{III.18})$$

La définition du coefficient de Poisson pour le plan hkil est  $\nu^{hkl} = -\frac{S'_{1133}}{S'_{3333}}$  où  $S'_{3333}$  reste le même et  $S'_{1133}$  prend une définition dépendant maintenant de  $\theta$  à travers les composantes de la matrice de passage  $a$ .

$$S'_{1133} = S_{11}(a_{11}^2 a_{31}^2 + a_{12}^2 a_{32}^2) + S_{12}(a_{11}^2 a_{32}^2 + a_{12}^2 a_{31}^2) + S_{13}(a_{33}^2 + a_{13}^2) + (S_{33} - 2S_{13} - S_{44})(a_{13}^2 a_{33}^2) + S_{44} a_{23} a_{33} + 2(S_{11} - S_{12}) a_{11} a_{12} a_{31} a_{32}$$

$$S'_{3333} = S_{11} a_{13}^4 + (2S_{13} + S_{44})(a_{33}^2 a_{13}^2) + S_{33} a_{33}^4 \quad (\text{III.19})$$

On trace numériquement  $\nu^{hkl} = f(\theta)$  pour différents plans où  $\theta$  est dans le plan (hkl) et on obtient les graphes présentés à la figure III.13 :

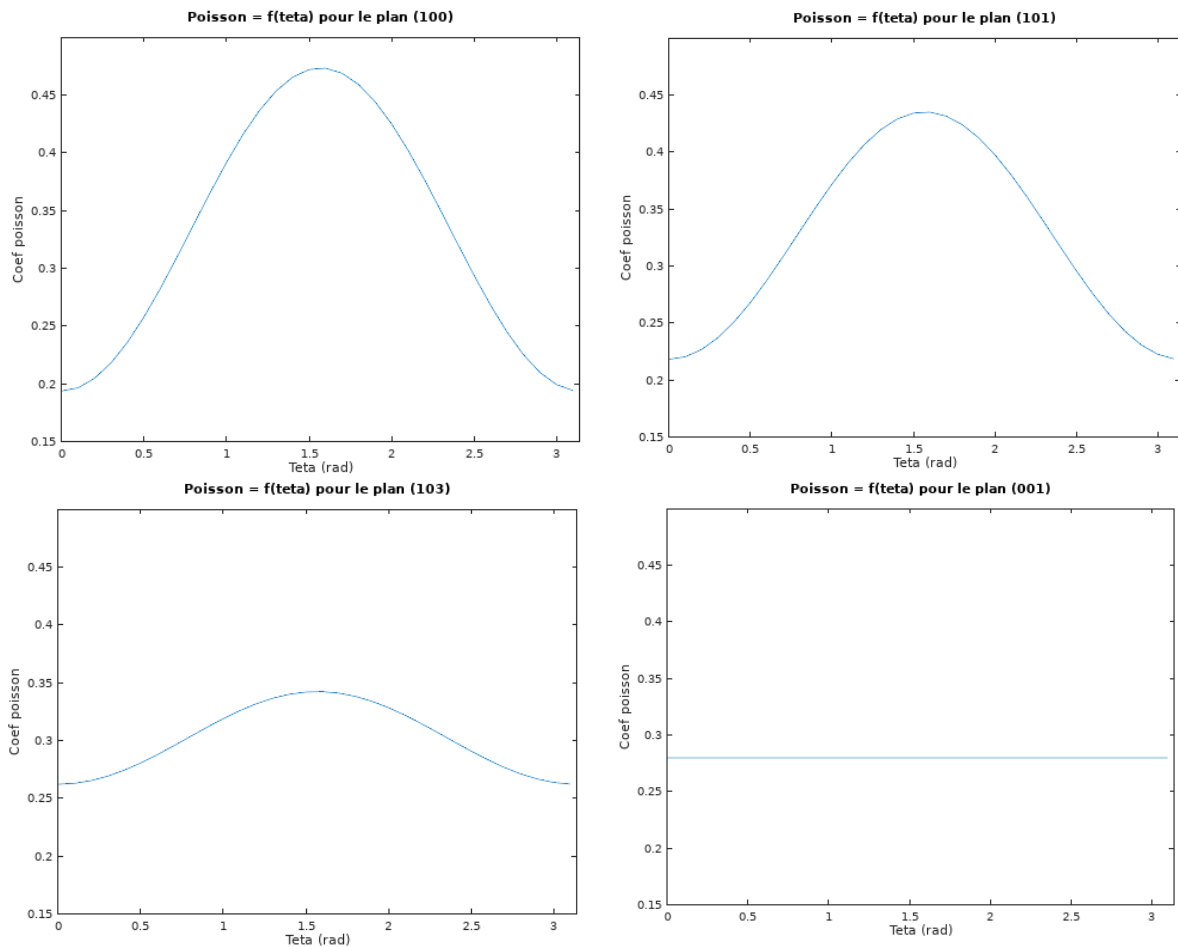


Figure III.13 – Variation du coefficient de Poisson en fonction de la direction transverse pour différents plans

On peut voir ainsi que pour un plan donné, le coefficient de Poisson dépend fortement de la direction transverse que l'on choisit, hormis dans le cas du plan (0001) où la symétrie hexagonale rend équivalentes toutes les directions transverses. Dans la définition des CER, on donne le coefficient de Poisson en fonction d'un plan cristallin sans définir la direction transverse utilisée pour exprimer ce dernier. Ce défaut du modèle peut être une source d'erreur qui participe à augmenter la taille des intervalles de confiance des mesures. Cette erreur pourra notamment être importante lorsqu'on essaiera d'exprimer le tenseur des rigidités à partir des CER déterminées expérimentalement.



### III) Détermination des intervalles de confiance

Afin d'estimer la fiabilité des CER déterminées expérimentalement dans cette étude, nous en calculons les intervalles de confiance. L'objectif de cette partie est de préciser la méthode de détermination des intervalles de confiance utilisée dans cette étude. Cette technique est une méthode des moindres carrés pour déterminer un intervalle de confiance à 95% conjoint à deux paramètres indépendant.

Après une régression linéaire simple, on se retrouve face à ce type d'équation :

$$\hat{y} = b_0 + b_1x \quad (\text{III.20})$$

Où  $b_0$  est une constante,  $b_1$  la pente parfois appelée aussi coefficient de régression,  $x$  est une variable indépendante et  $\hat{y}$  est la valeur prédite de la variable dépendante de  $x$ . Cette approche n'est valide que dans le cas où la variable  $\hat{y}$  dépend bien de la variable  $x$  de manière linéaire, ce qui est le cas de notre relation utile à la détermination des CER, exprimée ci-dessous où  $\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}$  et  $S_1^{\{hkl\}}$  dépendent linéairement de  $\varepsilon_{\psi,hkl}$  :

$$\varepsilon_{\psi,hkl} = \frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}\sigma_A \sin^2\psi + S_1^{\{hkl\}}\sigma_A \quad (\text{III.21})$$

On définit ensuite la matrice  $\hat{\beta}$  contenant les variables recherchées, dans notre cas on a :

$$\hat{\beta} = \begin{vmatrix} S_1 \\ S_2 \end{vmatrix} \quad (\text{III.22})$$

Et  $X$  une grandeur d'entrée appelée le régresseur, dans notre cas ce sont les grandeurs en facteur de  $S_1$  et  $S_2$  dans l'équation III.21. On a donc :

$$X = \begin{vmatrix} \sigma_A \\ \frac{1}{2}\sigma_A \sin^2\psi \end{vmatrix} \quad (\text{III.23})$$

On définit la somme quadratique des résidus avec l'équation ci-dessous :

$$\sum \hat{\varepsilon}^2 = \sum (y_i - \hat{y})^2 \quad (\text{III.24})$$

Pour déterminer l'intervalle de confiance à 95%, il faut trouver les paramètres  $\hat{\beta}$  pour lesquels la relation suivante est respectée :

$$\sum \hat{\varepsilon}^2 \leq (p - 1)S_{\hat{\varepsilon}}^2 F_{95;p,n} \quad (\text{III.25})$$

Avec  $p$  le nombre de paramètres, ici deux,  $n$  le nombre de mesures, ici une par plan cristallin par échantillon,  $S_{\hat{\varepsilon}}^2$  l'estimateur défini dans l'équation III.24 et  $F_{95;p,n}$  le facteur de Fisher.

$$S_{\hat{\varepsilon}}^2 = \frac{\hat{\varepsilon}^t \hat{\varepsilon}}{n - p} \quad (\text{III.26})$$

Ainsi, sur la figure III.14, le point rouge correspond à la valeur moyenne de  $y_1$  pour  $y_2$  et l'ellipse marque la zone dans laquelle l'équation III.25 est vérifiée pour ces deux grandeurs.

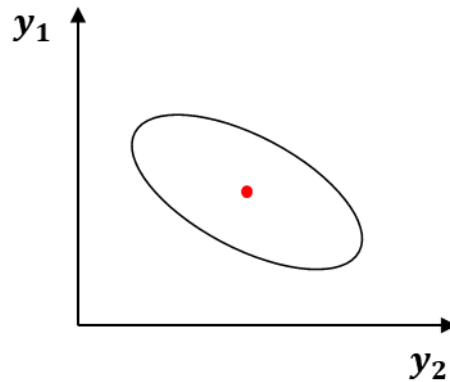


Figure III.14 – Exemple d'intervalle de confiance pour les grandeurs  $y_1$  et  $y_2$

Dans ce chapitre, nous avons montré les différentes techniques de déterminations des contraintes résiduelles ainsi que leurs avantages et inconvénients. Nous avons pu voir que la diffraction de rayons X était adaptée à l'étude en extrême surface de la dernière couche élaborée tandis que la diffraction de neutrons permettait d'obtenir des informations sur plusieurs couches au cœur du matériau étudié. Les méthodes de flexions quant à elle permettent d'avoir des informations macroscopiques moyennes sur l'état de contrainte de la pièce élaborée. Nous avons ensuite détaillé la méthode de détermination numérique du tenseur des rigidités  $C_{ij}$  par simulation DFT ainsi que la méthode de calcul permettant de passer des  $C_{ij}$  aux CER. Nous avons présenté une problématique portant sur le coefficient de Poisson exprimé pour un plan cristallin dans un cristal anisotrope pour lequel plusieurs valeurs sont possibles en fonction de la direction transverse choisie. Finalement, nous avons expliqué comment les fonctions de régression linéaire déterminent les intervalles de confiance afin de discuter de la fiabilité de nos résultats portant sur les CER.



# Chapitre IV : Résultats

Dans ce chapitre nous présentons, dans un premier temps, les micrographies obtenues par diverses techniques de microscopie (MET, MEB et EBSD) ainsi que les différentes phases en présence avant et après traitement thermique par DRX. Dans un second temps, nous exposerons les caractéristiques mécaniques du matériau étudié, déterminées expérimentalement ou par simulations. Enfin, les résultats portant sur les contraintes résiduelles déterminées par différentes techniques (mesure de courbure des ponts, diffraction de rayons X et de neutrons) sont décrits.

## I) Microstructure

Dans cette première partie, nous étudions des micrographies à différentes échelles afin d'identifier les grandeurs caractéristiques de la microstructure du TA6V élaboré par LBM. Nous nous intéressons aux tailles de grains suivant différentes orientations, aux tailles d'aiguilles  $\alpha'$  ainsi qu'aux textures morphologiques et cristallines. Enfin, nous étudierons l'évolution microstructurale de nos échantillons après un traitement thermique identique aux traitements de détensionnement utilisés dans l'industrie.

### A) Matériau brut de fabrication

Les grains colonnaires sont observés suivant la direction de fabrication (direction Z) et prennent la forme du bain de fusion comme on peut le voir sur la figure IV.1 en microscopie optique. Sur cette micrographie, on observe des lignes perpendiculaires à la direction de fabrication qui correspondent aux couches fondues lors de la fabrication. Ces lignes sont espacées d'environ 100  $\mu\text{m}$ , dimension supérieure à celle de la couche de poudre qui est de 60  $\mu\text{m}$ . Lors de la fabrication de l'échantillon observé sur la figure IV.1, la stratégie de balayage comprenait un *hatch angle* à 90°. Ainsi les lignes observées sur cette micrographie sont visibles tous les 100  $\mu\text{m}$  environ, c'est-à-dire une couche sur deux, ce qui correspond à la couche dont les cordons de soudure sont orientés dans le plan d'observation.

Si on observe en MEB le matériau suivant un plan perpendiculaire à la direction de fabrication Z on observe des grains de forme carrée (figure IV.2). Cette géométrie particulière découle du *hatch angle* à 90° qui impose au laser des passes perpendiculaires entre elles d'une couche à l'autre, laissant apparaître dans les grains le motif de balayage des couches n et n-1. De par leur origine, ces carrés ont une dimension légèrement supérieure à celles du laser, puisque le bain de fusion est plus large que le diamètre du faisceau. Ces carrés font 75  $\mu\text{m}$  de côté contre 70  $\mu\text{m}$  pour le diamètre du faisceau. Cela permet aux bains de fusion de se toucher, sans qu'il y ait besoin de recouvrement du spot du laser. Ainsi, on minimise le nombre de passage du laser à la surface de la pièce ce qui permet de réduire le temps de fabrication. On comprend alors que le décalage du laser entre deux cordons

adjacents soit par défaut de 75  $\mu\text{m}$  dans la stratégie de base définie par le constructeur de la machine Phenix ProX200.

Afin d'étudier la texture, des observations ont ensuite été réalisées par EBSD (Electron Backscatter Diffraction) suivant des coupes parallèles et perpendiculaires à la direction de fabrication (figure IV.3). La figure IV.3.a) montre une texture morphologique avec les bords de fusion solidifiés allongés suivant la direction de fabrication (verticale sur la micrographie) similaire à la figure IV.1. Sur la figure IV.3.b) on peut voir les passes du laser générant des grains de forme carrée, similaire à ce qui est visible sur la figure IV.2.



Figure IV.1 – Grains observés par microscopie optique en champ sombre dans un plan parallèle à la direction de fabrication

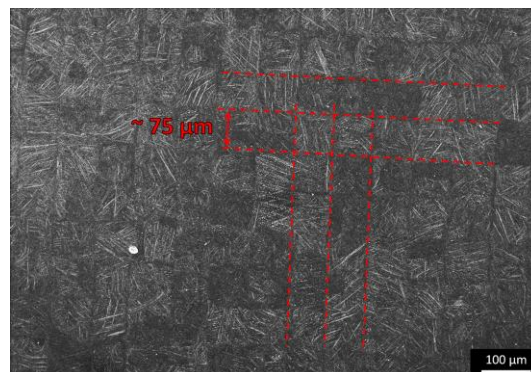


Figure IV.2 – Grains observés par MEB dans le plan perpendiculaire à la direction de fabrication

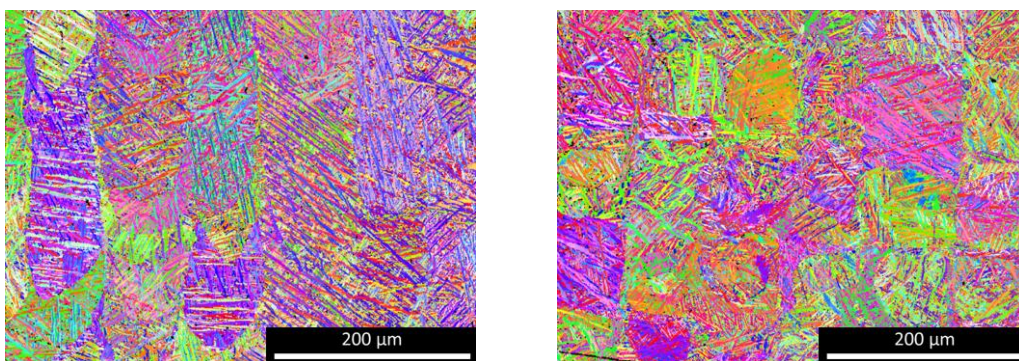


Figure IV.3 - Micrographie EBSD suivant un plan a) parallèle à la direction de fabrication et b) perpendiculaire à la direction de fabrication.

Très souvent, lorsqu'une texture morphologique des grains est observée, une texture cristallographique l'accompagne. Afin de développer ce dernier point, des figures de pôle sont présentées sur la figure IV.4 à deux grandissements différents d'une même zone. On peut voir sur la figure IV.4.a) que dans un seul bain de fusion ( $37,5 \times 37,5 \mu\text{m}^2$ ) une texture cristallographique est présente, et correspond à un ex-grain beta. En revanche, sur la figure IV.4.b) qui correspond à une zone d'analyse de  $1,1 \times 0,9 \text{ mm}^2$  sur plusieurs ex-grains beta, aucune texture n'est observée. Ce dernier résultat montre qu'aucune orientation cristallographique n'est privilégiée lors de la solidification de plusieurs bains de fusion, en dépit de la texture morphologique observée.

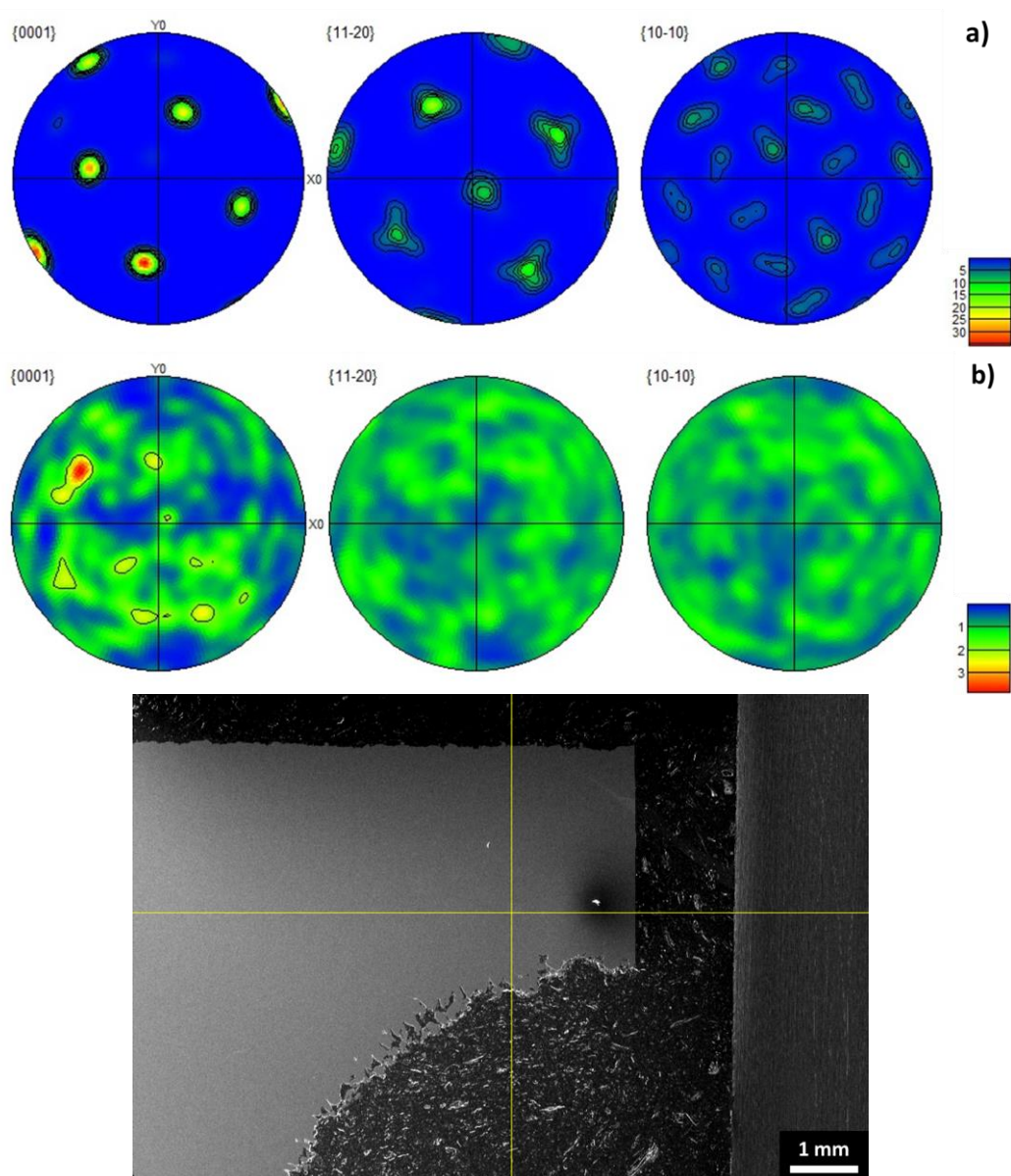


Figure IV.4 - Figures de pôle de bain(s) de fusion à différents grandissements : a) 1 bain avec une surface de  $37,5 \times 37,5 \mu\text{m}^2$  et b) plusieurs bains sur une surface de  $1,1 \times 0,9 \text{ mm}^2$  c) image MEB de la zone dans laquelle l'observation EBSD est faite (arche du pont)

Des analyses de textures par DRX ont aussi été réalisées avec le D8-Discover de Bruker sur les éprouvettes de traction (figure IV.5). On peut voir qu'aucune texture n'est visible sur ces figures de pôle acquises sur les échantillons provenant de la machine M2-Cusing.

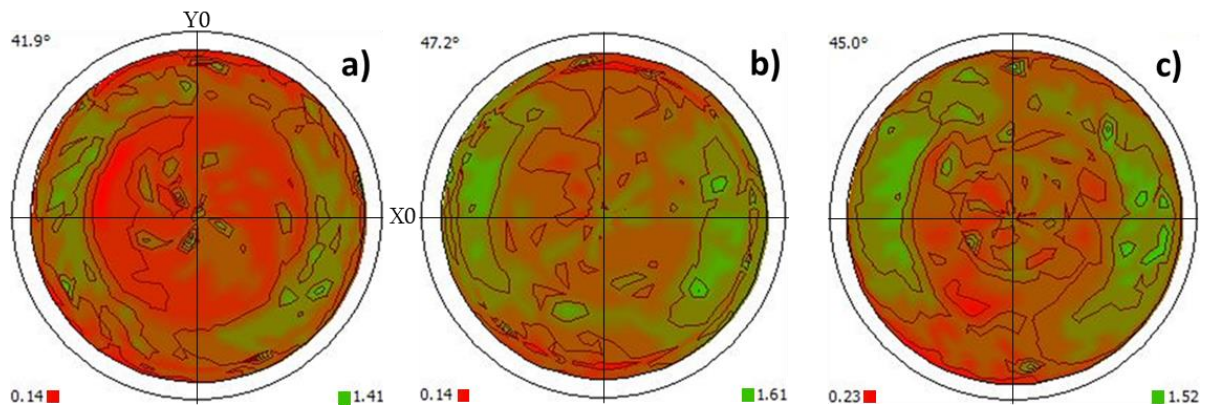


Figure IV.5 – Figures de pôles d'un éprouvette ayant servi à déterminer les CER pour les plans a)  $(01\bar{1}0)$ , b)  $(01\bar{1}1)$  et c)  $(0002)$

Une étude par DRX a été réalisée sur des éprouvettes de tractions fabriquées sur la machine M2-Cusing afin d'identifier les phases en présence. Sur la figure IV.6 on peut voir que tous les pics de diffraction observables sont associés à une unique phase hexagonale compacte, identifiée comme la phase martensitique  $\alpha'$ , avec comme paramètres de maille  $a = 292,9$  pm et  $c = 465,5$  pm.

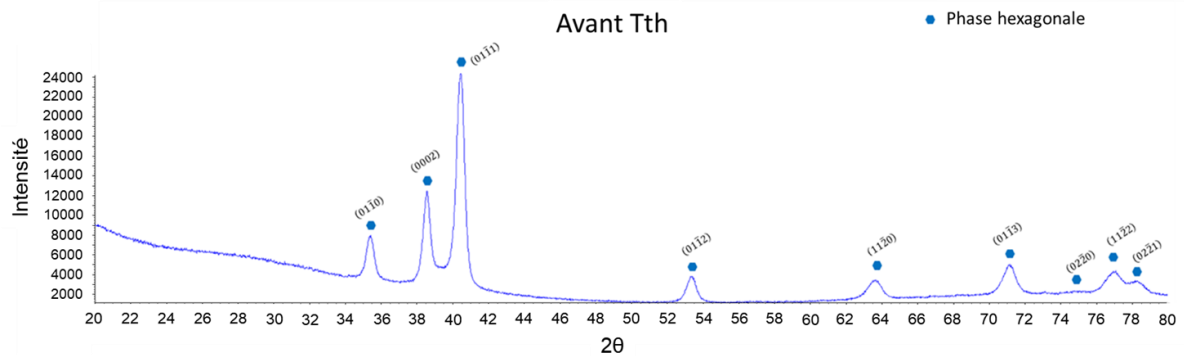


Figure IV.6 – Etude de composition de phase par DRX avant traitement thermique d'une éprouvette de traction

Une seule phase est donc présente dans le matériau brut : certainement la phase martensitique  $\alpha'$  au vu des refroidissements imposés. Comme vu dans le chapitre I, la phase  $\alpha'$  prend la forme d'aiguilles qui peuvent prendre diverses tailles en raison des cycles thermiques imposés par le laser lors de la fabrication des couches (Yang et al., 2016). Ces aiguilles sont observées sur la micrographie de la figure IV.7. A partir des largeurs à mi-hauteur des pics de diffraction, comme indiqué dans le chapitre II.2.A.a on peut accéder à la taille moyenne des cristallites. Dans le cas présent, elles sont de l'ordre de 47 nm pour la maille hexagonale. Des macles auront un effet sur les caractéristiques mécaniques du

matériau car elles augmentent le nombre d'interfaces que rencontre une dislocation voulant les traverser. Rendre plus difficile le passage des dislocations en augmentant le nombre d'interfaces aura pour effet d'augmenter la limite d'élasticité du matériau et l'écroutissage.

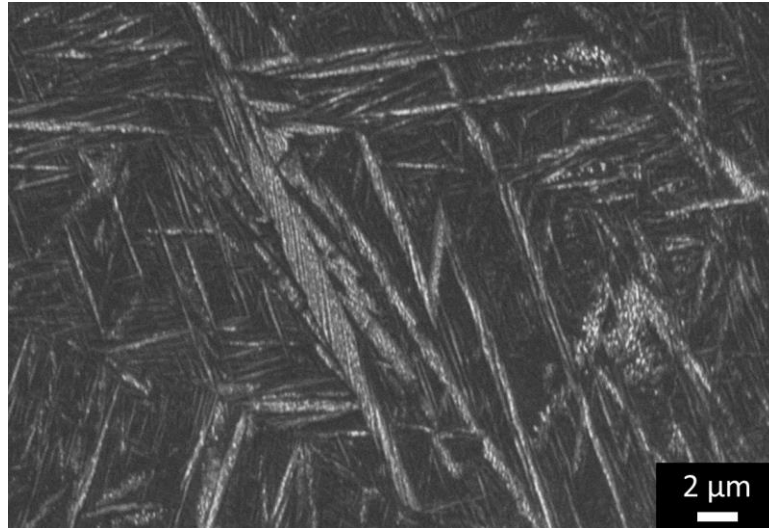


Figure IV.7 – Aiguilles de martensite  $\alpha'$

Des observations en MET ont été réalisées afin d'étudier à plus fort grossissement ces aiguilles sur les cubes 300/1800, 300/900 et 150/900 du lot n°6. On rappelle que le nom de ces échantillons correspond à la puissance et à la vitesse de balayage utilisée pendant la fabrication suivant le format : Puissance/Vitesse. Sur ces images (figure IV.8), on a pu remarquer les orientations d'aiguilles régulières entre elles. Lors de la précipitation de la phase  $\alpha'$ , celle-ci s'oriente cristallographiquement dans le grain  $\beta$  en suivant les relations de Burgers, correspondant aux différents variants. Parce que les aiguilles sont orientées cristallographiquement suivant les six mêmes variantes et parce qu'elles croissent suivant une direction cristalline privilégiée, on retrouve des orientations régulières dans la morphologie des aiguilles. On peut remarquer sur cette image des aiguilles dans lesquelles des macles sont présentes (flèches rouges figure IV.8).



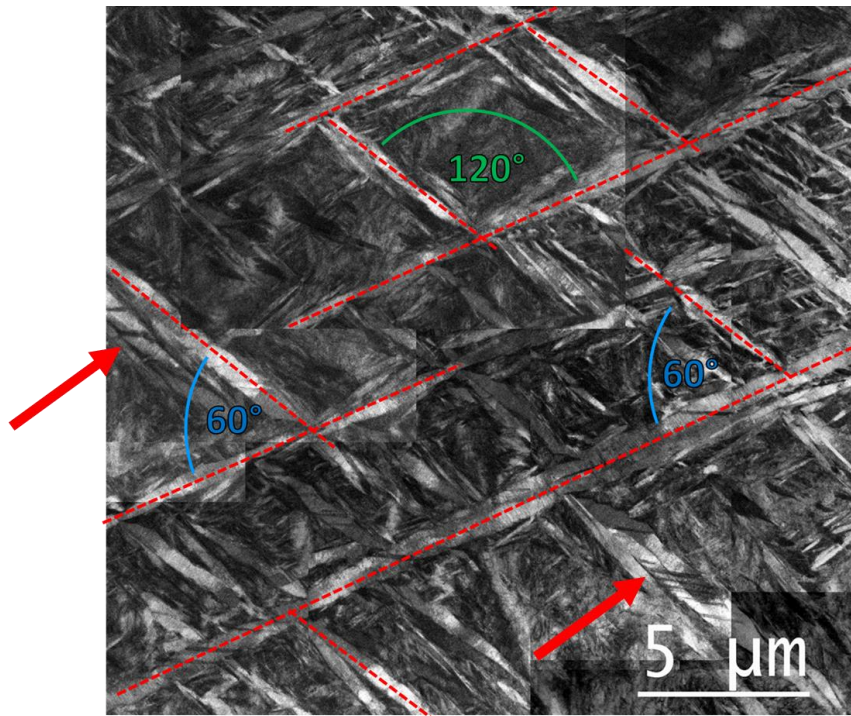


Figure IV.8 – Observations des aiguilles martensitiques au MET

La longueur du grand axe des aiguilles a été mesurée par observations au MET, les résultats sont donnés au tableau IV.1 ci-dessous.

Tableau IV.1 – Mesure de la longueur du grand axe des aiguilles par MET

Echantillons	Moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Minimum ( $\mu\text{m}$ )	Maximum ( $\mu\text{m}$ )	Erreur ( $\mu\text{m}$ )
300/1800	3,80	0,09	47,54	$\pm 0,22$
300/900	2,72	0,04	15,43	$\pm 0,14$
150/900	3,91	0,07	32,61	$\pm 0,26$

On peut remarquer que les deux échantillons ayant la même densité d'énergie (300/1800 et 150/900) ont des tailles moyennes d'aiguilles similaires. En revanche, si on compare les échantillons 150/900 et 300/900 on remarque qu'augmenter la densité d'énergie a pour effet de réduire la longueur du grand axe des aiguilles. De ce fait, on peut supposer que les aiguilles seront plus nombreuses, induisant un grand nombre d'interfaces s'opposant au mouvement des dislocations. Une plus grande densité d'énergie peut, en réduisant la taille des aiguilles  $\alpha'$ , augmenter la limite d'élasticité du matériau tout en augmentant son écrouissage.

Deux mesures de tailles des aiguilles ont été réalisées par EBSD sur un échantillon en forme de pont. La première mesure a été faite dans le support et la seconde dans la fermeture de voute. L'objectif étant de voir si les différences d'inertie thermique générées par la géométrie de la pièce peuvent influencer la taille des aiguilles. Une distribution de taille des aiguilles est donnée sur la figure IV.9. On peut ainsi voir que les distributions de taille sont similaires, indiquant que la proximité du support de fabrication impacte peu la taille des

aiguilles  $\alpha'$  dans le cas de ces ponts. La figure IV.9 donne des résultats différents du tableau IV.1. Le tableau IV.1 montre des résultats portant sur des échantillons de forme cubiques à différentes densité d'énergie et la figure IV.9 montre des observations de microstructures dans des échantillons en forme de pont. Cependant, la densité d'énergie utilisée étant la même ( $P = 300W$ ,  $v = 1800$  mm/s) et la position dans l'échantillon n'ayant pas d'effet clair sur la taille d'aiguille (figure IV.9.c), on peut comparer les tailles d'aiguilles mesurées dans ces deux échantillons entre elles. La différence observée dans la taille de ces aiguilles provient certainement du fait que les mesures du tableau IV.1 ont été réalisées à la main et qu'il est bien plus difficile de mesurer à la main les aiguilles les plus petites dont les contours ne sont pas précis à l'image. En revanche, l'EBSD permet cette mesure même sur de petits grains, à la condition d'arriver à indexer l'orientation cristalline de l'aiguille concernée.

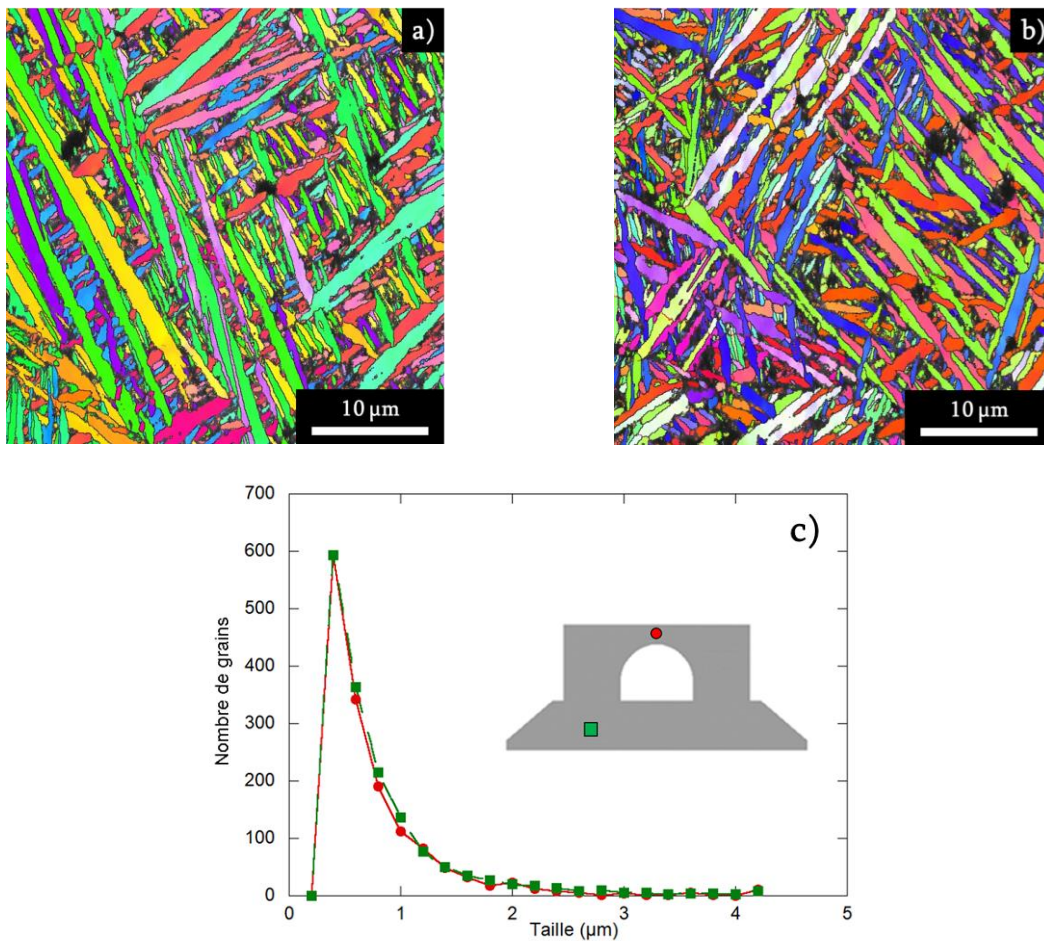


Figure IV.9 – Indexation des aiguilles dans a) le support et b) la voute par EBSD et c) distribution de taille des aiguilles dans le support (vert) et la voute (rouge) des ponts réalisés sur la machine du CIRIMAT

## B) Matériau traité thermiquement

La fabrication additive générant une microstructure martensitique  $\alpha'$  métastable dans le TA6V, un traitement thermique à bonne température provoquera un changement de phase  $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$  dans le matériau. Une seconde étude par DRX a été réalisée sur des échantillons

provenant des éprouvettes de tractions fabriquées sur la machine M2-Cusing après un traitement thermique à 700°C pendant 1h. Après traitement thermique on peut voir la phase hexagonale compact  $\alpha$  et 6%  $\pm$  1% de phase cubique centrée  $\beta$  (figure IV.10.a). La taille des cristallites est ici de l'ordre de 71 nm après traitement thermique pour la phase hexagonale, contre 47 avant traitement thermique. Cette différence peut provenir d'une diminution de la densité de dislocations dans le matériau ou d'une augmentation de la taille de grains, c'est-à-dire des aiguilles, qui a augmentée après le cycle thermique. On peut voir sur la figure IV.10.a qu'après le traitement thermique, les pics de la phase hexagonale semblent dédoublés et asymétriques. On peut voir sur la figure IV.10.b le pic (01 $\bar{1}$ 3) agrandi où le dédoublement et l'asymétrie sont présents. L'asymétrie, visible sur la partie gauche du pic, est due à l'existence de deux distributions de paramètres de mailles pour la phase  $\alpha$  cohabitant dans le matériau. Cette seconde population pourrait aussi être un résidu de phase  $\alpha'$ . Cette différence de paramètre de maille peut avoir pour origine un apport important en oxygène dans le cristal, faisant croître son paramètre de maille localement. L'oxygène ayant une grande solubilité dans le titane, celui-ci peut se positionner sur un site interstitiel de la maille hexagonale sans faire précipiter d'oxyde, qui serait visible sur le diffractogramme si elle précipitait. L'asymétrie apparaissant en raison du gonflement de la maille se manifesterait sur la gauche du pic (augmentation du paramètre de maille = diminution de l'angle de diffraction), ce qui est le cas ici. Le dédoublement des pics observé sur la droite provient des raies d'émission  $K_{\alpha 1}$  et  $K_{\alpha 2}$  et est plus facilement visible dans les grands angles comme on le voit sur la figure IV.10.a.

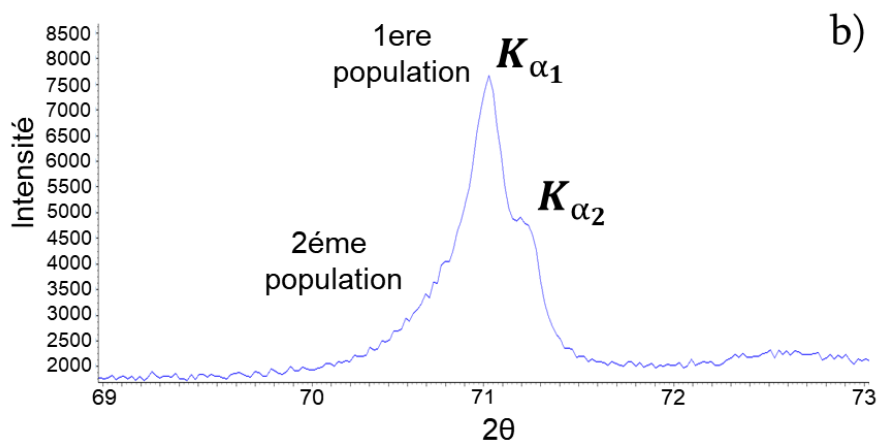
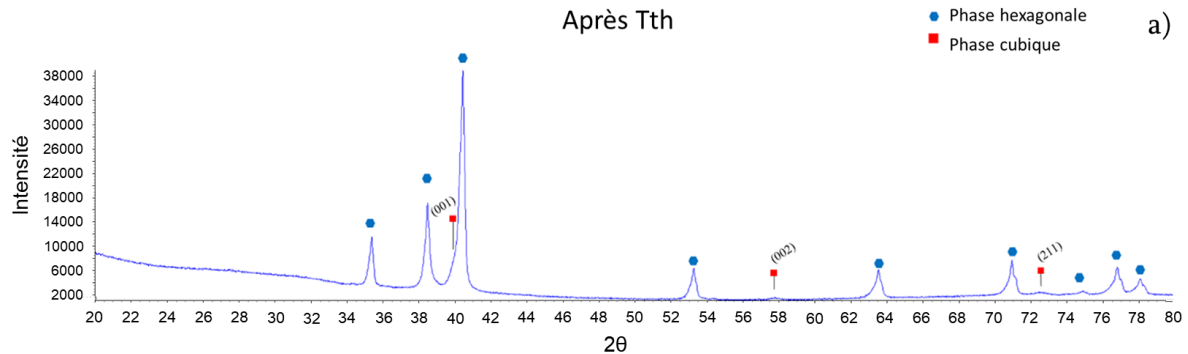


Figure IV.10 – Etude de composition de phase par DRX après traitement thermique d'une éprouvette de traction

Deux études par analyse thermodifférentielle (ATD) ont été effectuées sur un même échantillon provenant du cube 300/1800 du lot n°5. Ces échantillons ont subi une montée en température jusqu'à 1200°C à une vitesse de 5°C/min et une descente à l'inertie thermique du four. Ce cycle a été réalisé deux fois sur le même échantillon. Lors de la montée en température du premier cycle (figure IV.11.a), nous observons un pic vers 550°C, marquant la transition de phase  $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$ . Nous observons à la descente en température au cours des deux cycles un pic vers 900°C qui correspond à la transition de phase  $\beta \rightarrow \alpha$ . La descente en température étant lente, la précipitation martensitique n'a pas eu lieu lors du premier cycle, ainsi le pic de transformation  $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$  n'est pas visible lors du second cycle ATD (figure IV.11.b).

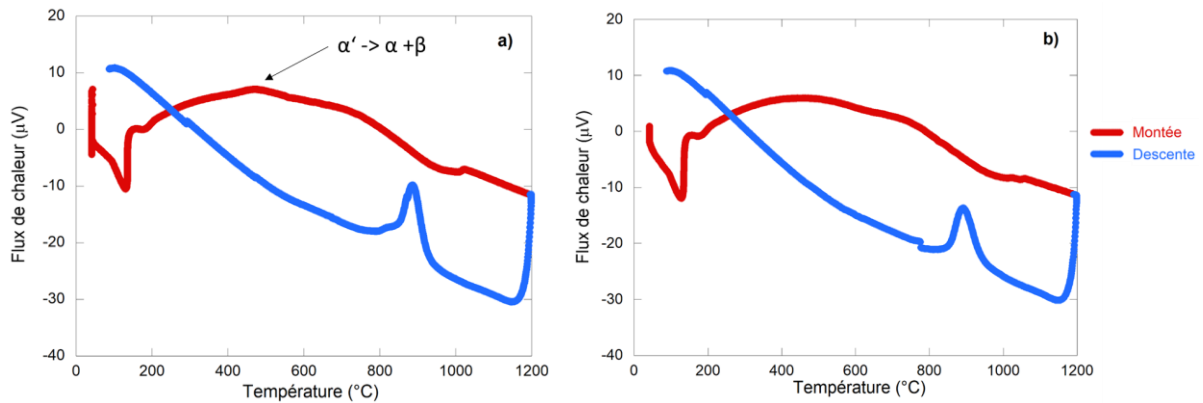


Figure IV.11 – a) Premier cycle ATD et b) second cycle ATD

Le traitement thermique appliqué au matériau lors de l'étude sur le module d'Young allant jusqu'à 700°C on n'atteint pas la fusion qui est à 1660°C (Boyer et al., 1994), la mémoire des grains  $\beta$ , qui correspondent aux bords de fusion, n'est pas perdue. De même, on n'atteint pas le transus  $\beta$  qui est à 995°C pour le TA6V, ainsi les aiguilles sont conservées. En revanche, on dépasse la température de 550°C à laquelle se situe la transition de phase  $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$ . La figure IV.12.a montre une micrographie EBSD du matériau après traitement thermique à l'intérieur d'un bain de fusion. On peut voir que la phase  $\beta$ , colorée en rouge, a pu apparaître après le traitement thermique. La proportion de phase  $\beta$  correspondant à environ 0,4% de la surface indexée. Nous donnons les figures de pôles des phases  $\alpha$  et  $\beta$  (figure IV.12). On peut voir sur les figures IV.12.b et IV.12.c que les relations d'orientation de Burgers sont respectées puisque les figures de pôle  $\{110\}_\beta$  et  $\{0001\}_\alpha$  se correspondent. De même pour les figures de pôle  $\{111\}_\beta$  et  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$ .

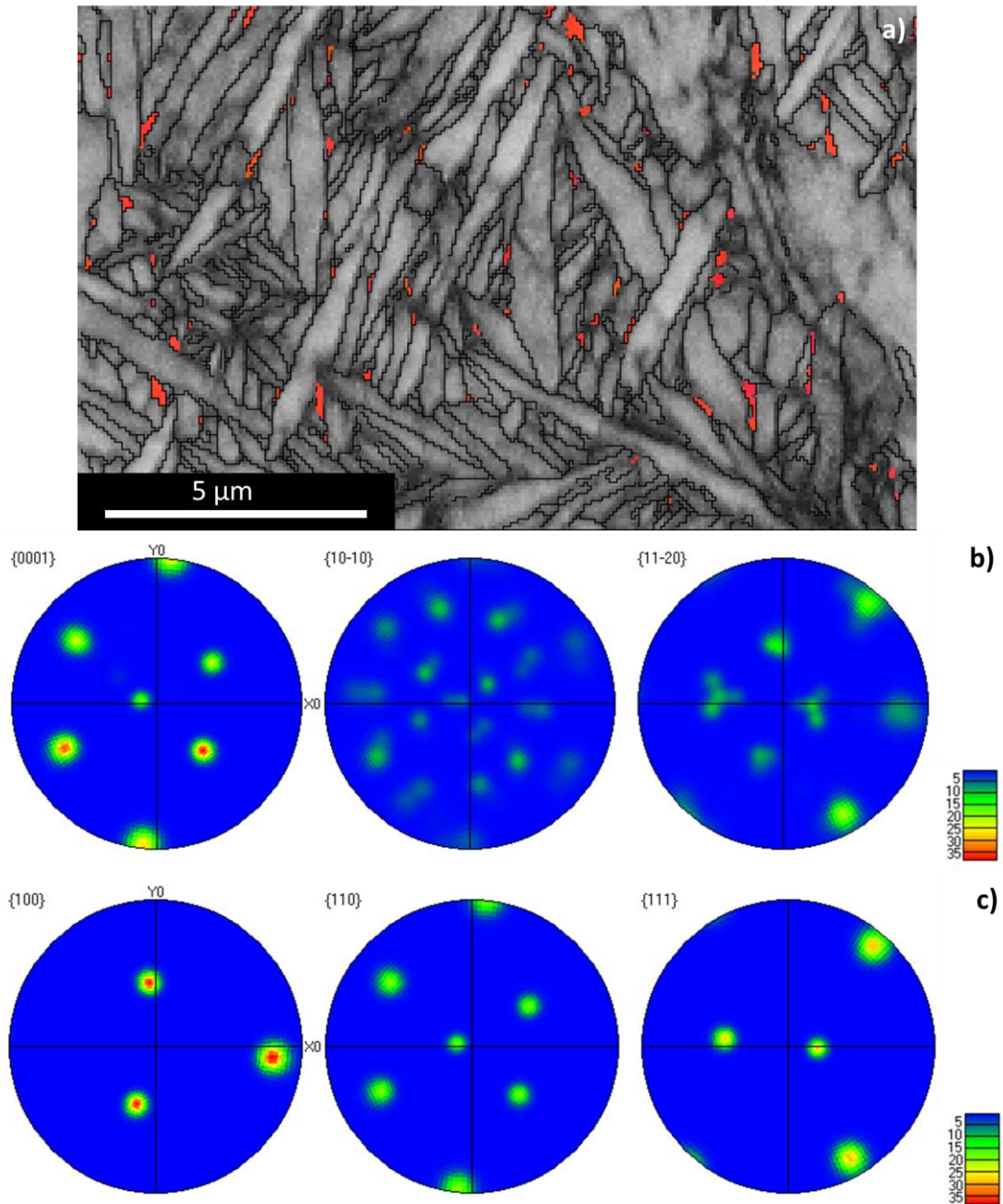


Figure IV.12 – a) Micrographie EBSD du matériau après traitement thermique, b) figure de pôles de la phase  $\alpha$  et c) de la phase  $\beta$

Les observations de la microstructure ont montré que le matériau brut de fabrication est constitué des fines aiguilles caractéristiques de la phase martensitique  $\alpha'$ , comme le prévoit la littérature. Les figures de pôles ont permis de révéler que les bains de fusions correspondent aux ex-grains  $\beta$ , dans lesquels précipitent les aiguilles martensitiques. Les grains issus des bains de fusion sont texturés morphologiquement, croissent de manière colonnaire dans la direction de fabrication Z mais le matériau n'est pas texturé cristallographiquement pour autant à l'échelle macro. Cependant, un bain de fusion est quant à lui texturé car provient d'un seul ex-grain beta. Nous avons aussi pu noter une transition de phase de  $\alpha'$  à  $(\alpha+\beta)$  qui a lieu aux alentours de 550°C.

## II) Caractéristiques mécaniques

Nous nous proposons dans cette partie d'étudier les caractéristiques mécaniques du TA6V élaboré par LBM. Pour étudier ses propriétés d'élasticité, nous commençons par exposer les résultats concernant la détermination du module d'Young par essais de traction et par vibration acoustique sur matériau brut de fabrication et après traitement thermique. Nous présentons ensuite les résultats sur les CER acquis par essais de tractions sous rayonnement synchrotron. Enfin, nous rapportons les résultats obtenus par simulation DFT nous ayant permis d'accéder au tenseur des rigidités  $C_{ij}$  de la maille hexagonale du titane avec et sans éléments en substitution.

### A) Module d'Young

#### 1) Traction

Les essais de tractions pour déterminer le module d'Young ont été réalisés sur trois éprouvettes de traction que nous nommons ici A, B et C et ayant une surface de 2 x 2 mm<sup>2</sup>. Un exemple d'essai de traction sur l'éprouvette B est donné sur la figure IV.13, avant et après traitement thermique. On précise que l'éprouvette C a rompu pendant l'essai de traction avant traitement thermique, on ne donnera donc que des résultats bruts de fabrication pour cet échantillon.

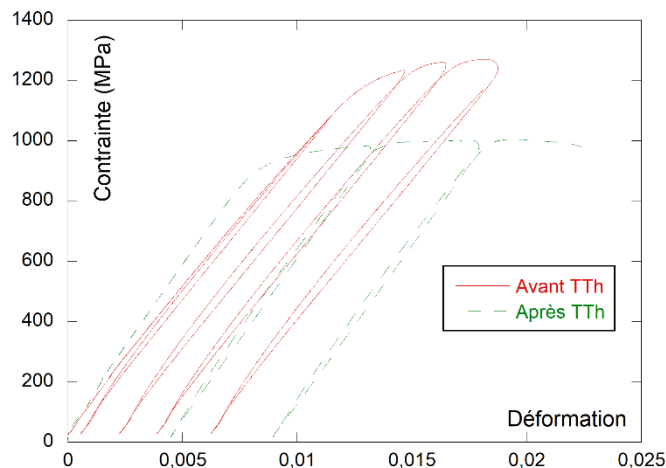


Figure IV.13 – Courbes de tractions de l'éprouvette B utilisées pour la détermination du module d'Young avant et après traitement thermique

Il est visible sur ces courbes que le traitement thermique a affecté les propriétés élastiques et plastiques du matériau. On peut aussi voir sur ce graphe que l'érouissage de la courbe diminue après traitement thermique. Cela montre que l'augmentation de la taille des aiguilles qui a lieu après traitement thermique facilite le déplacement des dislocations dans le matériau. La limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique décroît de 1172 MPa à 970 MPa après traitement thermique de 1h à 700°C pour l'échantillon A et de 1138 MPa à 1011 MPa après traitement thermique pour l'échantillon B. Pour l'échantillon C, la limite

élastique est de 1140 MPa avant traitement thermique. La pente du domaine élastique croit après traitement thermique, montrant une rigidité inférieure du matériau brut de fabrication. Sur chaque échantillon, cinq pentes sont mesurées pour accéder au module d'Young et très peu de variations dans les valeurs ont été constatées sur un même échantillon. L'écart de module d'Young entre deux mesures sur un même échantillon est inférieur à 1,7 GPa. Ainsi, pour nos deux échantillons le module d'Young augmente après traitement thermique, passant de 106 GPa brut de fabrication à 111 GPa après traitement thermique pour l'échantillon A et de 94 GPa à 106 GPa pour l'échantillon B. L'échantillon C était quant à lui à 107 GPa avant traitement thermique. Les différences significatives entre échantillons sont communes en fabrication additive, comme on peut le voir dans la littérature (Xu et al., 2015). Cet écart peut aussi provenir de la faible surface des éprouvettes de traction dans lesquels un défaut aurait un impact plus important que dans un volume plus grand. Cependant, ces résultats de module d'Young sont proches de ce qu'on trouve dans la littérature pour du TA6V élaboré par LBM (Facchini et al., 2010; He et al., 2019). Malgré la dispersion entre les deux échantillons, les essais de traction ont permis de montrer que la phase  $\alpha'$  du TA6V dispose d'un module d'Young inférieur à celui du matériau traité thermiquement ( $\alpha+\beta$ ).

## 2) Vibration acoustique

Les mesures du module d'Young par vibration acoustique ont été réalisées sur deux poutres différentes nommées D et E de dimensions 80 x 22 x 4 mm<sup>3</sup>. La figure IV.14 donne les résultats pour ces deux mesures différentes.

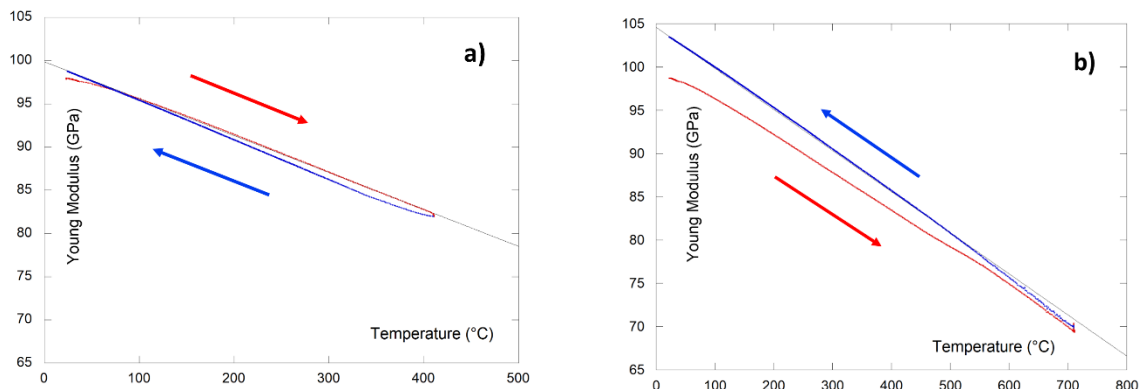


Figure IV.14 – Mesures du module d'Young pendant deux cycles différents : a) Jusqu'à 400°C et b) jusqu'à 700°C

La première mesure sur l'échantillon D a été réalisée au cours d'un traitement thermique consistant en une rampe à 5°C/min jusqu'à 400°C avec un palier de cinq minutes afin d'éviter tout changement de phase, puis descente à l'inertie thermique du four. En effet, puisque la phase martensitique est une phase métastable, on s'attend à ce qu'elle se décompose rapidement en ( $\alpha+\beta$ ) lors d'une montée en température. Sur la figure IV.14.a on peut voir le module d'Young mesuré en continu au cours de la variation de température. Le module

décroit linéairement en fonction de la température et les valeurs avant et après traitement thermique sont proches : 97,9 GPa +/- 1,7 GPa avant puis 98,8 GPa +/- 2,4 GPa après. Ce cycle permet de déterminer la variation linéaire du module d'Young macroscopique de la phase martensitique  $\alpha'$  en fonction de la température :

$$E_{\alpha'}(GPa) = 99,8 - 0,0427 \times T(^{\circ}C) \quad (IV.1)$$

Une seconde mesure a été réalisée sur l'échantillon E, avec cette fois-ci une rampe de 5°C/min jusqu'à 700°C puis un maintien d'une heure et descente en température à l'inertie thermique du four. La figure IV.14.b montre l'évolution du module d'Young en fonction de la température pendant ce cycle. Sur la montée en température le comportement est similaire à l'essai précédent, avec une valeur du module d'Young initial à 98,7 GPa. A partir de 500°C l'évolution du module d'Young dévie de sa linéarité. Durant le refroidissement une variation linéaire est retrouvée, indiquant un changement irréversible du module d'Young. Cette variation de pente qui s'opère à la montée à partir de 500°C est associée à la transition de phase de  $\alpha'$  à  $(\alpha+\beta)$ . Après le traitement thermique le module d'Young atteint 103 GPa. En raison de la linéarité de la courbe pendant le refroidissement il est possible d'exprimer le module d'Young macroscopique  $(\alpha+\beta)$  en fonction de la température :

$$E_{\alpha+\beta}(GPa) = 104,6 - 0,0475 \times T(^{\circ}C) \quad (IV.2)$$

Les valeurs données par cette équation et les données expérimentales à température ambiante sont en bon accord avec la littérature décrivant le comportement élastique du TA6V forgé (Boyer et al., 1994; Lee and Welsch, 1990). Les mesures du module d'Young par vibration acoustique ont permis de montrer que la phase  $\alpha'$  du TA6V avait un module d'Young inférieur à celui du matériau traité thermiquement  $(\alpha+\beta)$ . Ce résultat est en accord avec ce qui a été vu avec les essais de traction, cette fois-ci avec une méthode connue pour être plus précise dans la mesure du module d'Young.

## B) Constantes d'élasticité radiocristallographiques

Des essais de traction sous radiation synchrotron ont été réalisés pour déterminer les CER sur trois éprouvettes de section carrée 20 x 20 mm<sup>2</sup>, qui sont les mêmes qu'utilisées pour la détermination du module d'Young, et sur trois éprouvettes de sections rectangulaires 10 x 40 mm<sup>2</sup>. Nous donnons dans le tableau IV.2 les valeurs de CER de nos six échantillons pour cinq plans cristallins (hkil) de la maille hexagonale de la phase martensitique  $\alpha'$ .



Tableau IV.2 – CER en  $10^{-6} \text{ (MPa)}^{-1}$  déterminées expérimentalement sur trois échantillons

Echantillon	(11 $\bar{2}$ 0)		(10 $\bar{1}$ 1)		(10 $\bar{1}$ 2)		(10 $\bar{1}$ 3)		(0002)	
	S <sub>1</sub>	<sup>1</sup> / <sub>2</sub> S <sub>2</sub>	S <sub>1</sub>	<sup>1</sup> / <sub>2</sub> S <sub>2</sub>	S <sub>1</sub>	<sup>1</sup> / <sub>2</sub> S <sub>2</sub>	S <sub>1</sub>	<sup>1</sup> / <sub>2</sub> S <sub>2</sub>	S <sub>1</sub>	<sup>1</sup> / <sub>2</sub> S <sub>2</sub>
1	-5,00	16,30	-4,69	15,40	-4,26	14,10	-4,00	13,40	-3,64	12,30
2	-3,82	11,70	-3,71	11,40	-3,55	11,00	-3,45	10,80	-3,32	10,50
3	-2,98	12,40	-2,55	11,70	-1,94	10,60	-1,58	10,00	-1,05	9,14
4	-4,31	12,00	-4,34	11,60	-4,36	10,90	-4,37	10,60	-4,40	10,10
5	-3,77	11,80	-3,57	11,60	-3,28	11,20	-3,11	11,00	-2,86	10,70
6	-2,98	12,03	-4,57	15,40	-4,88	14,70	-5,06	14,30	-5,35	13,70
<b>Moyenne (1,2,3)</b>	<b>-3.93</b>	<b>13.47</b>	<b>-3.65</b>	<b>12.83</b>	<b>-3.25</b>	<b>11.90</b>	<b>-3.01</b>	<b>11.40</b>	<b>-2.67</b>	<b>10.65</b>

Premièrement, on peut voir dans ces valeurs qu'une anisotropie existe dans le cristal, puisqu'elles varient d'une orientation cristalline à l'autre. Deuxièmement, on voit que les CER sont plus élevées (en valeur absolue) pour les poles des plans prismatiques (11 $\bar{2}$ 0), ce qui est en accord avec ce qu'on trouve dans la phase  $\alpha$  du titane dans la littérature (Eigenmann and Macherauch, 1995). Cependant, on trouve deux échantillons qui font exception à cette évolution : l'échantillon 6 pour S<sub>1</sub> et <sup>1</sup>/<sub>2</sub>S<sub>2</sub> et l'échantillon 4 pour S<sub>1</sub>. Parmi les sources d'erreur les plus courantes, la plus importante et la plus commune dans la détermination des CER par diffraction est un volume de jauge trop faible. Combiné à des grains de grande taille en comparaison du volume de jauge, le matériau peut rapidement paraître texturé. Pour des raisons pratiques les échantillons rectangulaires 4,5 et 6 ont été installés dans l'appareil de traction de sorte que le faisceau synchrotron traverse l'éprouvette le long de sa plus faible dimension (1 mm). Pour cette raison, nous avons par la suite décidé d'écarter les échantillons 4, 5 et 6, dont le volume d'analyse a été jugé trop faible.

Afin de poursuivre l'analyse des CER, les valeurs moyennes de S<sub>1</sub> et <sup>1</sup>/<sub>2</sub>S<sub>2</sub> sont calculées pour chaque plan à partir des valeurs obtenues sur les échantillons 1, 2 et 3. Ces valeurs moyennes seront utilisées pour déterminer les contraintes résiduelles par diffraction dans la suite de l'étude.

### C) Tenseur des rigidités

Nous donnons dans le tableau IV.3 les valeurs des constantes d'élasticité C<sub>ij</sub> obtenues par simulation DFT à 0 K ainsi que les paramètres de maille a et c pour les différentes mailles définie dans le chapitre II.

L'ajout d'éléments d'alliage a un effet notable sur les composantes C<sub>11</sub> qui diminue et C<sub>33</sub> qui augmente. L'ajout d'aluminium et, surtout, de vanadium en substitution dans la maille augmente l'écart entre ces deux valeurs, montrant l'effet de ces éléments sur l'anisotropie. Les paramètres de maille quant à eux varient très peu, montrant que l'ajout d'éléments en substitution n'a pas d'effet significatif sur le volume de la maille hexagonale.

Tableau IV.3 – Composantes du tenseur des rigidités (GPa) et paramètres de mailles (pm) obtenu par calcul DFT

	C11	C12	C13	C33	C44	C66	a (pm)	c (pm)
Ti	178,4	80,9	76,9	189,2	43,4	48,8	293,7	464,8
Ti+Al	174,5	83,9	73,6	188,0	45,2	45,3	292,7	467,9
Ti+V	163,0	98,3	79,5	191,0	36,3	32,4	292,6	464,2
Ti+Al+V	162,9	100,9	77,4	193,2	40,8	31,0	291,8	463,8
Ti+2Al+V	161,0	104,3	75,8	198,6	43,0	28,4	291,2	464,1

Ces résultats portant sur l'élasticité de la phase martensitique  $\alpha'$  ont permis de montrer que son module d'Young était inférieur à celui de la phase  $\alpha$  mais qu'elle avait tendance à augmenter la limite d'élasticité du matériau. L'étude des CER a montré que la phase  $\alpha'$  était plus anisotrope que la phase  $\alpha$  et les simulations par DFT tendent à montrer que cette anisotropie découle de la teneur élevée en vanadium de la phase martensitique  $\alpha'$ . Dans le chapitre V nous comparerons les différentes grandeurs caractéristiques de l'élasticité du matériau entre elles afin d'en discuter la cohérence.

### III) Contraintes résiduelles

Dans cette troisième partie nous nous proposons d'exposer les résultats portant sur la détermination de contraintes réalisée par différentes méthodes (diffraction de rayons-X et de neutrons ou par méthode de courbure des ponts). Nous montrerons dans un premier temps les résultats montrant l'effet sur la genèse des contraintes résiduelles des paramètres procédés tels que la position des échantillons sur le plateau, la conductivité thermique du support et des différentes stratégies de fabrications. Ensuite, nous exposons les résultats portant sur l'effet de la géométrie des échantillons, comme la massivité, la hauteur ou encore l'orientation des pièces.

#### A) Influence des paramètres procédés

Avant de commencer la présentation de ces résultats, nous signalons que des mesures de densité ont été réalisées sur tous les échantillons étudiés ci-dessous par la méthode d'Archimède. Seuls trois échantillons avaient une densité inférieure à 97% : le 75/450 du lot n°3 et les 100/600 et 100/900 du lot n°4, dont nous préciserons les densités plus tard dans le texte. Nous considérerons une relaxation proportionnelle au taux de porosité de l'échantillon, si elle peut difficilement être ignorée pour les trois échantillons mentionnés plus tôt car supérieure à 10%, elle peut l'être pour des taux de porosité inférieurs à 3%.

##### a) Effet de la position sur le support

Afin d'étudier l'effet de la position des échantillons sur la déformation induite par les contraintes résiduelles, la méthode BCM a été utilisée pour analyser les échantillons sous forme de ponts fabriqués sur les lots n°9 et n°10. La seule différence entre ces deux plateaux est la poudre utilisée. Pour le lot n°9 une poudre recyclée ( $O_2 = 1000$  ppm) et pour le lot n°10 une poudre neuve dont nous avons détaillé les caractéristiques au chapitre II. Nous donnons une cartographie de la déformation en fonction de la position de l'échantillon sur les plateaux (figure IV.15).

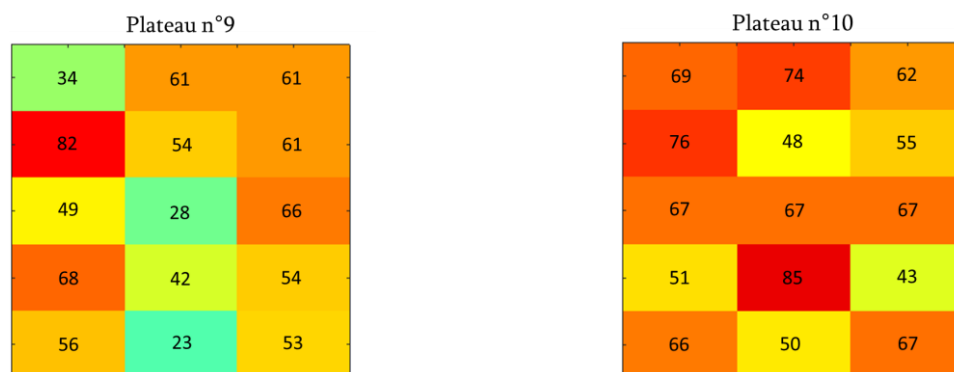


Figure IV.15 – Flèche mesurée ( $\mu\text{m}$ ) sur les ponts des plateaux positions n°9 (poudre recyclée) et n°10 (poudre neuve) avec une erreur de  $11 \mu\text{m}$

En comparant les résultats des deux lots il est compliqué de conclure sur un effet particulier et répétable de la position sur la déformation, et à fortiori sur les contraintes résiduelles. Nous pouvons néanmoins dire que le gradient thermique dépendra de l'évacuation de la chaleur dû à la surface de contact entre le support de fabrication et le support du plateau. D'une machine à l'autre cette surface de contact peut être différente. La dispersion obtenue sur ces plateaux indique un manque de répétabilité de la mesure, qui peut venir soit de la méthode de mesure, soit de l'élaboration des échantillons comme on le voit souvent dans la littérature pour les études d'élasticité (Facchini et al., 2010; Mertens et al., 2014; Qiu et al., 2013; Xu et al., 2015).

b) Effet de la conductivité thermique du support

La figure IV.16 montre les valeurs de déterminations de contraintes par DRX sur cinq points à la surface d'un pont du lot n°1 (paramètres constructeurs sur un plateau en titane) et les mêmes mesures faites sur un pont du lot n°2 (mêmes paramètres et même position sur un plateau en aluminium).

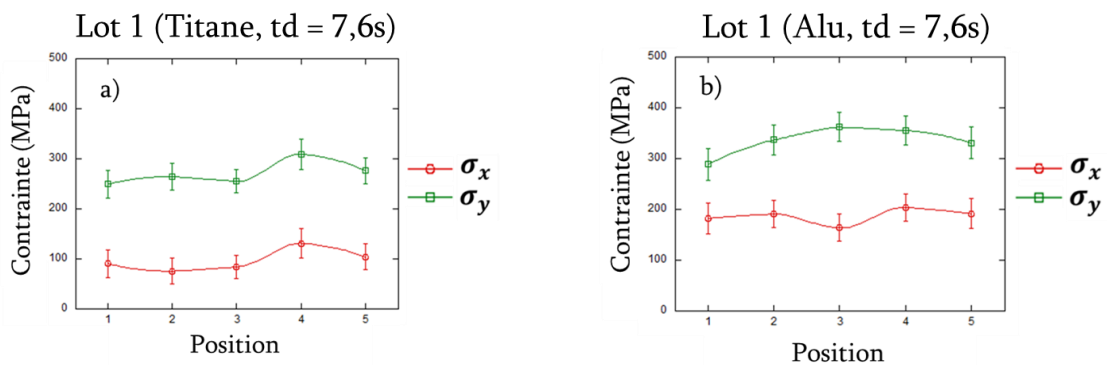


Figure IV.16 – Contraintes déterminées sur cinq points à la surface d'un pont élaboré avec les paramètres constructeurs a) sur support en titane et b) sur support en aluminium

La première chose visible sur ces mesures est que les contraintes suivant la direction Y sont plus élevées que suivant la direction X. Cela vient du fait que dans la dernière couche construite les cordons de soudure sont alignés suivant la direction Y. Ce résultat est attendu puisque le gradient thermique est très important suivant la direction du cordon de fusion (Parry et al., 2016) et que c'est suivant cette direction que la réduction de volume causée par le changement de phase liquide/solide est la plus importante. On peut voir sur ces graphes que les contraintes résiduelles déterminées sont plus élevées lorsque l'échantillon est fabriqué sur un plateau en aluminium. Parmi les paramètres qui entrent en jeu dans la variation des contraintes résiduelles on pourrait noter l'effet de la différence des coefficients de dilatation ou de la déformation plastique hétérogène, mais le paramètre qui semble de premier ordre est la conductivité thermique. Pour le titane elle est de  $20 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  et de  $237 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  pour l'aluminium. On note donc que les contraintes résiduelles augmentent lorsque la conductivité du support augmente. Ceci s'explique par le fait qu'une augmentation de la vitesse de dissipation de chaleur dans le matériau augmentera le gradient

de température dans la pièce. Un gradient de température élevé générera plus de contraintes (Liu et al., 2016; Mukherjee et al., 2018; Parry et al., 2016).

c) Effet du temps de repos

Sur la figure IV.17 nous comparons les contraintes déterminées par DRX sur l'échantillon de référence du lot n°4. Dans ce lot sont fabriqués neuf échantillons de plus que dans le lot n°1.

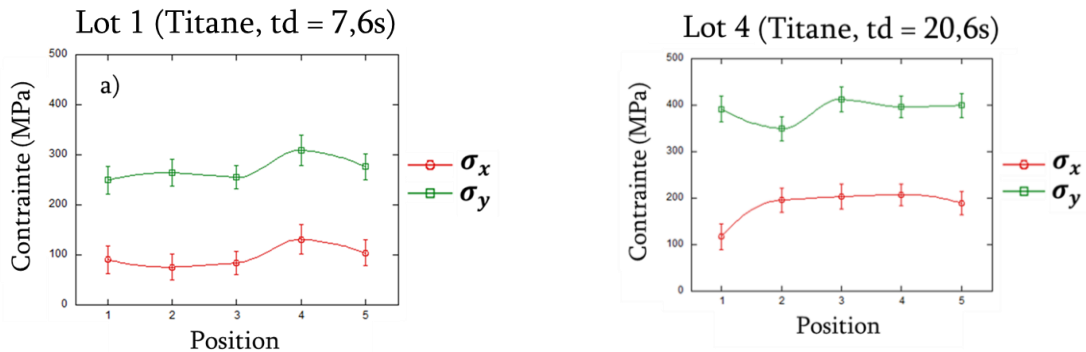


Figure IV.17 – Contraintes déterminées sur cinq points à la surface d'un pont élaboré avec les paramètres du constructeur sur le plateau n°4

Dans le lot n°1 le temps de repos, c'est-à-dire le temps entre le lasage de deux couches successives d'une même pièce, est d'environ 8 s en prenant en compte le temps de dépôt et d'étalement de la poudre. Dans le lot n°4, ce temps varie de 25 à 75 s. L'incertitude sur ces valeurs provient de deux facteurs : premièrement, du fait que la surface à laser varie d'une couche à l'autre puisque la pièce évolue au fil de la hauteur ; deuxièmement et comme cela a été précisé dans le chapitre II, l'élaboration de certains échantillons a dû être interrompue pendant la fabrication, ce qui a réduit le temps nécessaire au lasage d'une couche et donc le temps de pause. Lors des mesures par DRX, on a une très faible longueur de pénétration, ici 3  $\mu\text{m}$ , on ne détermine les contraintes que dans la dernière couche fabriquée. Afin d'éviter les incertitudes du temps de repos on exprime plutôt le temps de lasage de la dernière couche, dans laquelle la détermination des contraintes est réalisée. Le temps de lasage de la dernière couche du lot n°1 est de 7,6 s et de 20,6 s pour le lot n°4. On peut voir sur la figure IV.17 que les contraintes résiduelles sont plus élevées sur l'échantillon de référence du lot n°4 que dans le lot n°1. En augmentant le temps de repos, on laisse plus de temps à la chaleur pour se dissiper et on augmente le gradient thermique. Comme dit précédemment, une augmentation du gradient thermique conduit à une augmentation des contraintes résiduelles.

Parce que ces déterminations de contraintes utilisent la DRX de laboratoire la profondeur d'analyse est de quelques microns (3  $\mu\text{m}$ ), donc sur la surface de la dernière couche élaborée. Afin d'étudier l'effet du temps de repos à une échelle macroscopique, les échantillons des lots n°12 et n°13 ont été analysés par la méthode BCM qui permet de déterminer la flèche

induite par les contraintes résiduelles. En mesurant plusieurs fois la flèche sur un même échantillon, nous avons estimé l'erreur de mesure des flèches à 11  $\mu\text{m}$ . Nous donnons les valeurs des flèches sur les quatre échantillons de ces deux lots (figure IV.18).

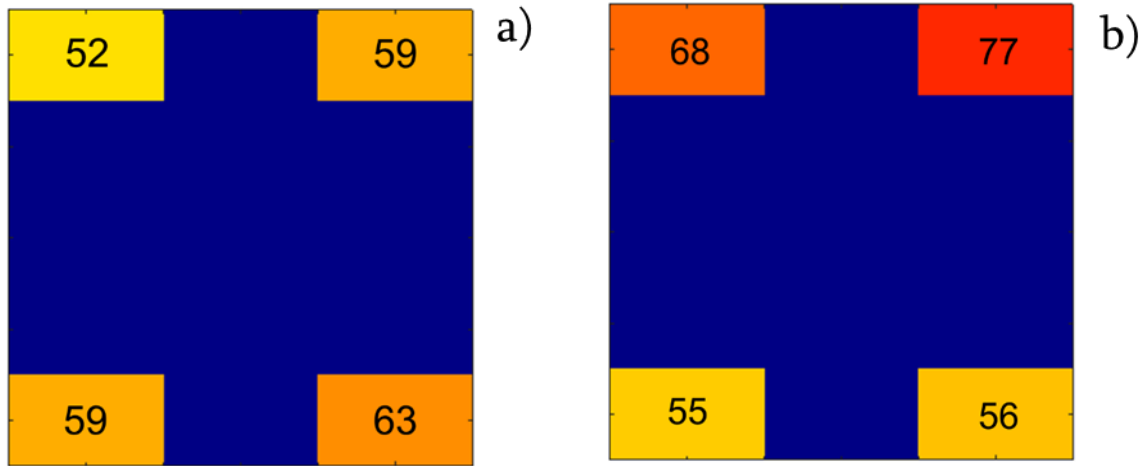


Figure IV.18 – Mesure de flèche estimée sur les échantillons des lots a) n°12 et b) n°13

La principale différence entre ces deux lots est le temps de repos : dans le lot n°12 onze échantillons fantômes ont été construits pour simuler la présence de pièces, avec les géométries de ponts, afin d'augmenter le temps de repos entre deux couches successives sans induire d'apport de chaleur supplémentaire dans le plateau. Selon les conclusions faites précédemment, la déformation mesurée devrait être plus élevée dans le lot n°12, cependant ce n'est pas ce qu'on observe sur la figure IV.18. La différence entre les flèches des deux plateaux étant proche de l'erreur estimée à 11  $\mu\text{m}$  il est difficile d'utiliser ces résultats pour conclure sur l'effet du temps de repos sur la flèche.

#### d) Effet du *hatch angle*

Sur la figure IV.19 sont comparées les contraintes résiduelles estimées par DRX sur deux ponts construits avec des *hatch angles* à 90° et 45° dans le lot n°7. Même si plusieurs échantillons ont été construits avec un *hatch angle* à 90°, on choisit celui du lot n°7 afin de comparer deux échantillons fabriqués dans les mêmes conditions, c'est à dire sur le même plateau.

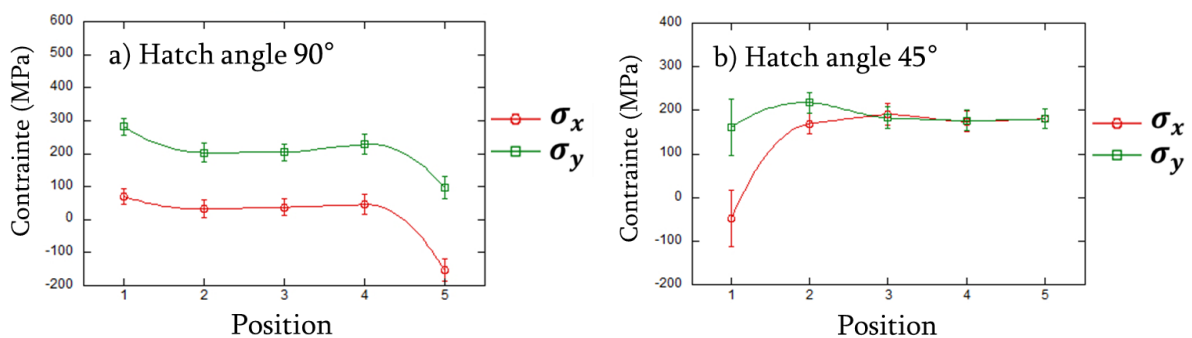


Figure IV.19 – Contraintes résiduelles estimées sur cinq points à la surface de ponts avec *hatch angle* à a) 90° et b) 45°

Sur l'échantillon avec un *hatch angle* à 90° les contraintes sont plus élevées suivant la direction Y que suivant la direction X. La dernière couche lasée pendant l'élaboration est orienté suivant la direction Y, donc avec les cordons de soudure dans cette direction. Sur l'échantillon au *hatch angle* à 45° on voit qu'à l'exception d'un point les directions X et Y sont équivalentes en termes de contraintes. Le dernier cordon de fusion est cette fois-ci dans une direction à 45° entre les directions X et Y. Aucune direction n'est privilégiée en termes de longueur de cordon et celles-ci deviennent équivalentes en termes de contraintes. Dans la littérature, le *hatch angle* est souvent choisis à 90° pour augmenter la densité de la pièce élaborée (Thijs et al., 2010). Afin de réduire les contraintes résiduelles l'objectif est de réduire la longueur des cordons de soudure. Si on souhaite conserver le *hatch angle* à 90° il est possible de changer l'angle  $\alpha$ , angle entre les directions principales de l'échantillon fabriqué et du motif de lasage.

#### e) Effet du motif de balayage

Dans le lot n°7 deux ponts ont été fabriqués avec une stratégie de balayage en spirale concentrique avec des espacements entre vecteurs différents (85  $\mu\text{m}$  et 70  $\mu\text{m}$ ). On donne sur la figure IV.20 les valeurs de contraintes déterminées par DRX sur ces deux échantillons, avec une photo en vue de dessus de l'échantillon avec un espacement de 85  $\mu\text{m}$ . On peut voir sur les figures IV.20.a et IV.20.b que les contraintes suivant la direction X sont maximales au centre de l'échantillon tandis que pour la direction Y elles sont maximales sur les bords de l'échantillon et minimales au centre. Si on corrèle ces observations sur les contraintes déterminées avec la photographie de la figure IV.20.c on peut comprendre que les contraintes sont maximales dans la direction du cordon de fusion : Sur les bords les cordons sont alignés dans la direction Y et les contraintes sont plus importantes dans cette direction ; Au centre, les cordons sont alignés dans la direction X et les contraintes sont plus importantes dans cette direction. Ceci est en accord avec les résultats obtenus précédemment avec le *hatch angle* et ce qu'on trouve dans la littérature (Parry et al., 2016) : les contraintes sont plus importantes le long du cordon de fusion.

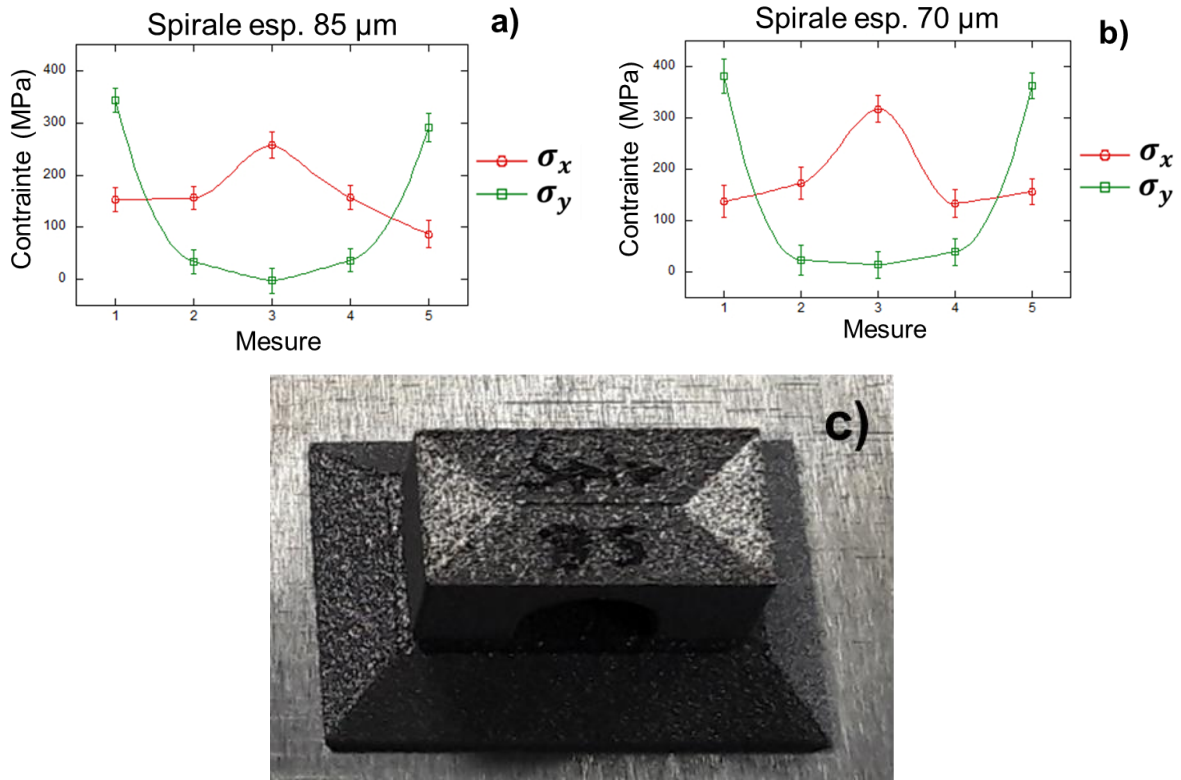


Figure IV.20 – Echantillons construits en utilisant des stratégies de balayage en spirale concentrique avec un espacement de vecteur de a) 85  $\mu\text{m}$  et b) 70  $\mu\text{m}$  avec c) une photo de l'échantillon avec un espacement de 85  $\mu\text{m}$

f) Effet du couple puissance et vitesse

Sur la figure IV.21 sont représentées les moyennes des contraintes résiduelles déterminées à la surface des ponts pour deux densités d'énergies différentes : 31,75 J/mm<sup>3</sup> et 47,62 J/mm<sup>3</sup>. Nous représentons sur le même graphique les densités volumiques des échantillons mesurées par la méthode d'Archimède.

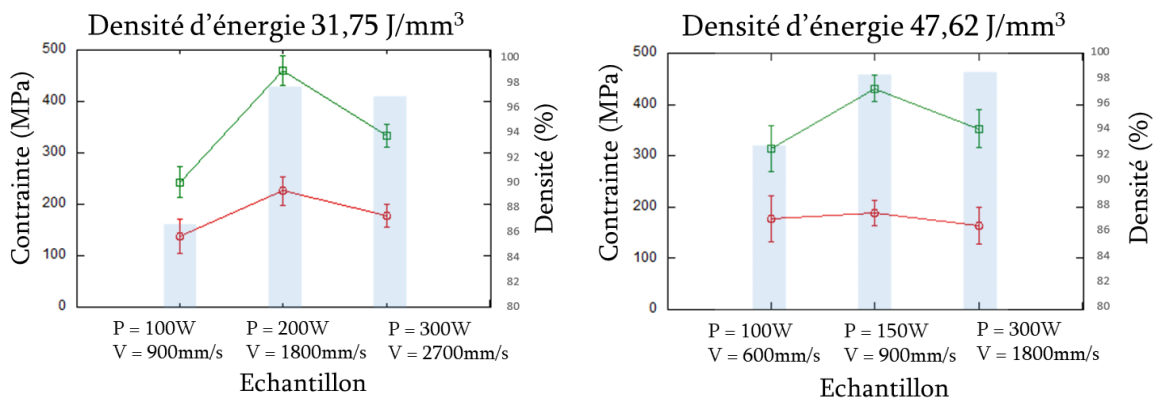


Figure IV.21 – Contraintes résiduelles et densités d'échantillons construits avec deux densités d'énergie différentes : a) 31,75 J/mm<sup>3</sup> et b) 47,62 J/mm<sup>3</sup>



En diminuant la valeur des couples puissance/vitesse, les contraintes augmentent dans un premier temps, puis diminuent : on passe un maximum. Lorsqu'on réduit les couples de puissance/vitesse on voit dans un premier temps une augmentation des contraintes résiduelles. En augmentant la vitesse, on rend le gradient thermique plus homogène dans une même couche. Moins de temps s'écoule entre la fusion de deux cordons de soudure concomitants, réduisant le gradient de température dans la couche. Quand on poursuit la diminution du couple puissance/vitesse, on voit ensuite une diminution des contraintes résiduelles. Sur ces couples-là, les puissances et vitesses ne sont plus suffisamment bien choisies pour permettre une fusion totale du lit de poudre, générant des défauts de densité dans l'échantillon. En raison des porosités, les contraintes résiduelles sont moins importantes car se relaxent près des surfaces libres. Cette étude permet de montrer que la densité d'énergie n'est pas un paramètre fiable pour comparer des échantillons entre eux. On peut voir ici qu'avec une même densité d'énergie le matériau peut obtenir des caractéristiques très différentes en termes de porosité ou de contraintes résiduelles.

## B) Influence des paramètres de géométrie

Dans cette partie nous exposons les résultats portant sur les effets des paramètres de géométrie. Nous présentons ici les effets de massivité, hauteurs différentes et effets de forme.

### a) Effet de la massivité

Dans le lot n°7, trois pavés de mêmes proportions mais de dimensions différentes ont été construits pour étudier l'effet de la massivité sur les contraintes résiduelles. Pour rappel, ces pavés font  $20 \times 20 \times 40 \text{ mm}^3$ ,  $15 \times 15 \times 30 \text{ mm}^3$  et  $10 \times 10 \times 20 \text{ mm}^3$ . La figure IV.22 montre la moyenne des contraintes déterminées par DRX en sept points à la surface des pavés. On peut voir que les contraintes sont similaires pour les pavés les plus gros et plus élevées pour le pavé de plus faible dimension. La dernière couche du plus petit pavé étant plus proche du support de fabrication nous supposons que l'évacuation de la chaleur en est facilitée, augmentant le gradient thermique et de ce fait les contraintes résiduelles. Il apparaît qu'à partir d'une certaine hauteur la contrainte sur le haut de l'échantillon n'augmente plus.

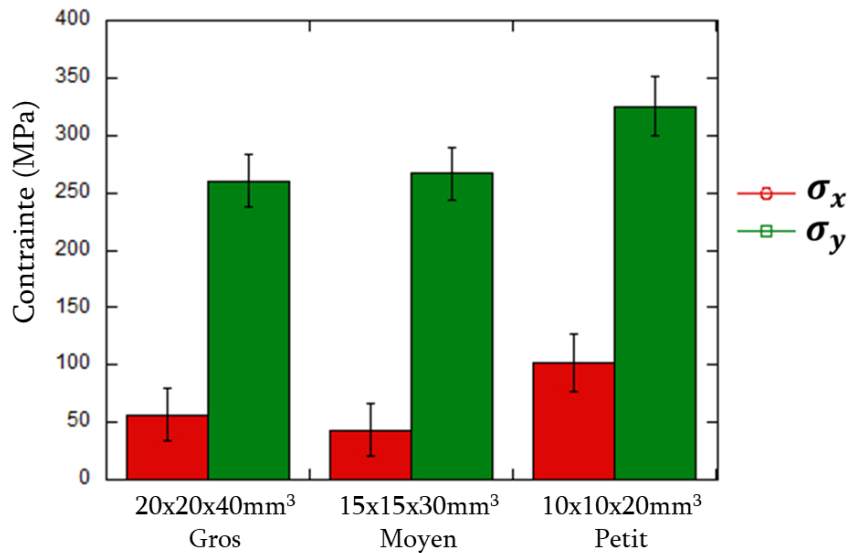


Figure IV.22 – Moyenne des contraintes résiduelles déterminées en sept points à la surface des pavés de différentes dimensions

Afin de pousser ce point, les échantillons des murs de différentes hauteurs du plateau n°14 ont été étudiés par diffraction de neutrons.

#### b) Effet de la hauteur

La diffraction de neutrons permet d'obtenir le tenseur des contraintes en volume dans les échantillons. Nous donnons une cartographie des contraintes de pression sur la figure IV.23. Ces contraintes calculées à partir des contraintes résiduelles  $\sigma_x$ ,  $\sigma_y$  et  $\sigma_z$  suivant la formule suivante :  $\sigma_p = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3}$ . Nous choisissons de représenter les contraintes de pression afin d'éviter la redondance des trois directions qui donnent les mêmes résultats. L'erreur de mesure est de l'ordre de +/- 20 MPa. Nous précisons que sur ces représentations (figure IV.23), la contrainte aux coins des échantillons est fixée à 0 MPa.

On peut voir sur la figure IV.23 qu'il n'y a pas d'effet cumulatif de la hauteur sur les contraintes résiduelles : en valeur absolue elles n'augmentent pas au fur et à mesure de la construction. En revanche nous observons une asymétrie des contraintes résiduelles dans les murs de 15 et 45 mm de haut. Cette asymétrie peut avoir différentes sources : le compactage de la poudre lors de la mise en couche de celle-ci, qui se fait dans le sens des X décroissants, ou une asymétrie due au motif de lasage qui commence toujours par le même côté pour un *hatch angle* donné.

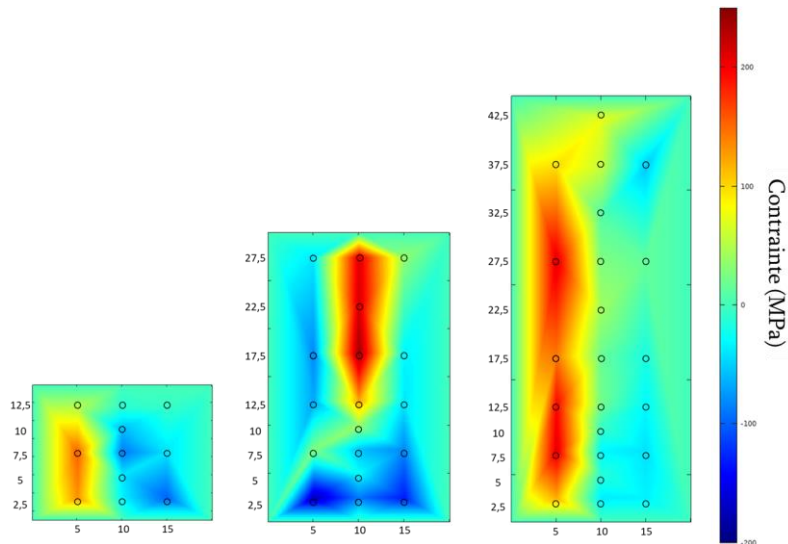


Figure IV.23 – Contraintes (MPa) de pression mesurées par diffraction de neutrons en différents points sur des murs de différentes hauteurs (15, 30 et 45mm)

C'est pour essayer d'expliquer cette inhomogénéité des contraintes dans le volume que le lot n°14 a été construit et étudié par diffraction de neutrons au HZB à Berlin. Nous donnons les résultats sur la figure IV.24 ci-dessous. L'asymétrie des contraintes le long de la largeur n'est pas visible sur ces mesures, ce qui peut être expliqué de différentes façons. La première est un manque de représentativité des zones étudiées par rapport à l'ensemble de l'échantillon. Pour des raisons de temps, nous n'avons pas pu faire des scans complets des échantillons, mais seulement six points par échantillons, rendant compliquée la localisation d'une inhomogénéité. Une seconde raison pourrait être qu'aucun de ces paramètres (stratégie de balayage asymétrique ou passage du rouleau) n'est à l'origine de cette inhomogénéité des contraintes. Nous représentons sur la figure IV.24.e les contraintes déterminées lors de la campagne précédente et tirées de la figure IV.23. On peut voir sur la figure IV.24.e qu'une asymétrie existe bien, plus importante que sur les autres graphes de la figure IV.24.

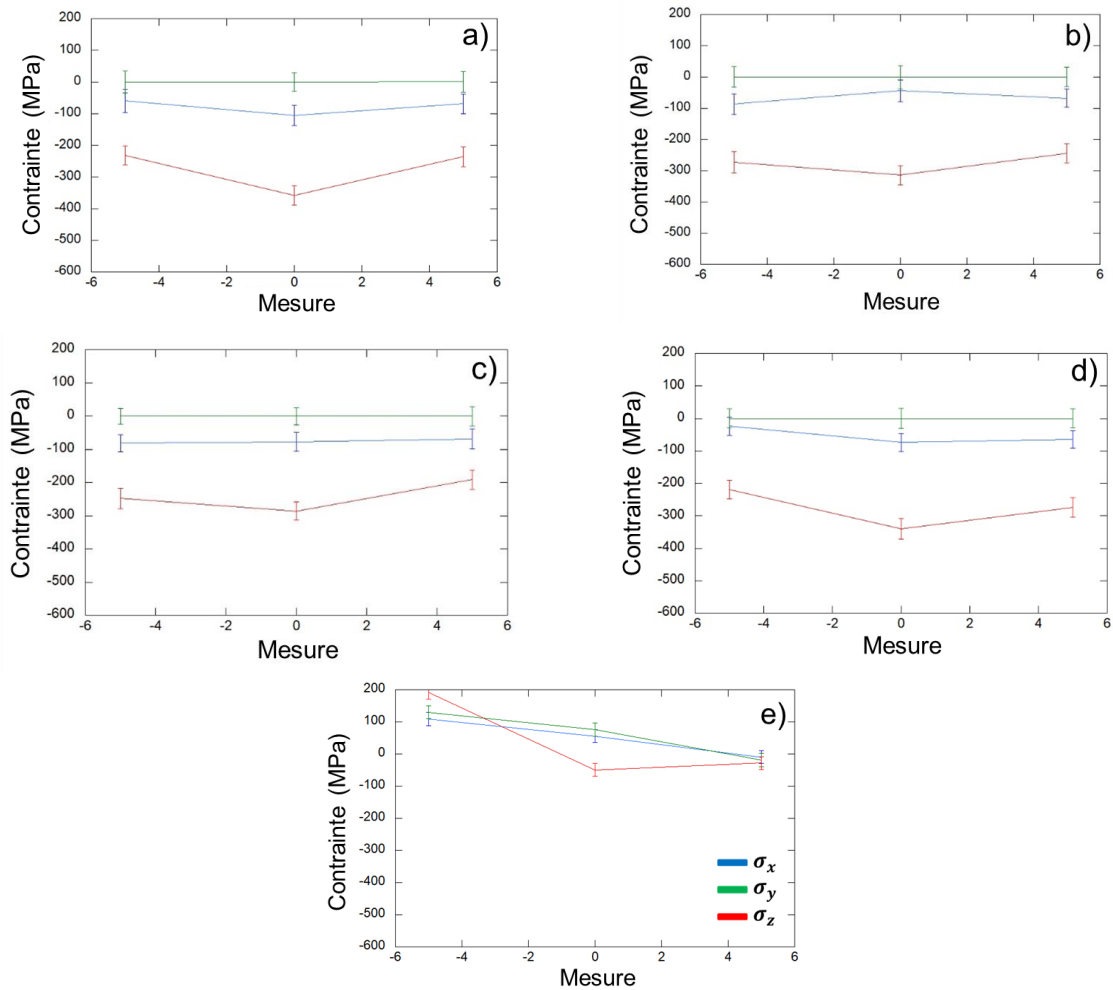


Figure IV.24 – Mesures le long de l'épaisseur dans les murs du lot n°15 à une hauteur  $h = 15$  mm avec a) stratégie de balayage en hexagones, b) stratégie du constructeur et échantillon perpendiculaire au sens du racleur, c) stratégie de balayage en zig-zag, d) stratégie du constructeur, parallèle au sens du racleur et e) comparaison avec l'échantillon de même géométrie observé à l'ILL par diffraction de neutron à une hauteur  $h = 17,5$  mm

### c) Effet de la forme

Sur le plateau n°13 ont été fabriqués des échantillons en T. Ceux-ci ont été analysés par diffraction de neutrons suivant dix points le long de leurs hauteurs. La figure IV.25 montre les valeurs de contraintes déterminées en fonction de la hauteur pour un T et un T renversé, noté  $\perp$ .

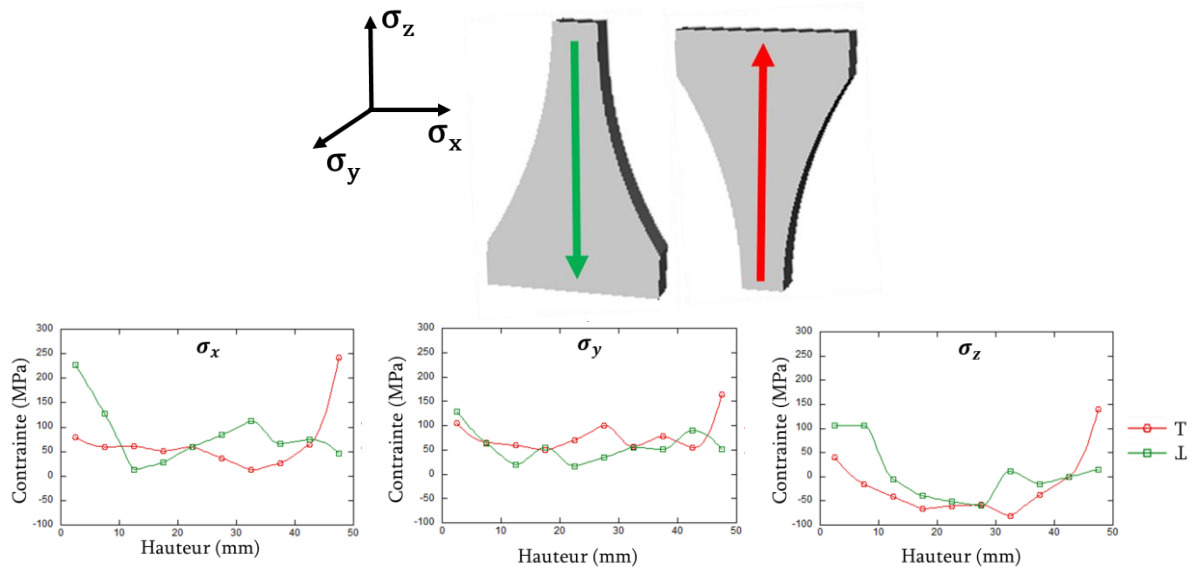


Figure IV.25 – Contraintes résiduelles suivant les directions a) x, b) y et c) z dans les échantillons en forme de T et  $\perp$

On peut voir sur les figures IV.25 que si les contraintes sont équivalentes sur la quasi longueur des échantillons T et  $\perp$ , elles diffèrent uniquement sur les points les plus extrêmes, c'est-à-dire les zones les plus étroites et les plus larges. Visible notamment sur le graphe  $\sigma_x$ , on peut observer que les contraintes dans la zone étroite du  $\perp$  sont équivalentes aux contraintes dans la zone étroite du T, de même pour les zones larges. Afin de se focaliser sur les différences imposées par la géométrie et l'orientation sur ces pièces, nous représentons sur la figure IV.26 les contraintes déterminées sur ces mêmes échantillons mais à deux hauteurs différentes : un point dans la partie étroite et cinq dans la partie large. On voit à nouveau que les contraintes dans le point seul et dans les cinq points sont équivalentes d'un échantillon à l'autre (sauf dans le cas de  $\sigma_y$  où elles semblent plus éloignées dans la partie mince).

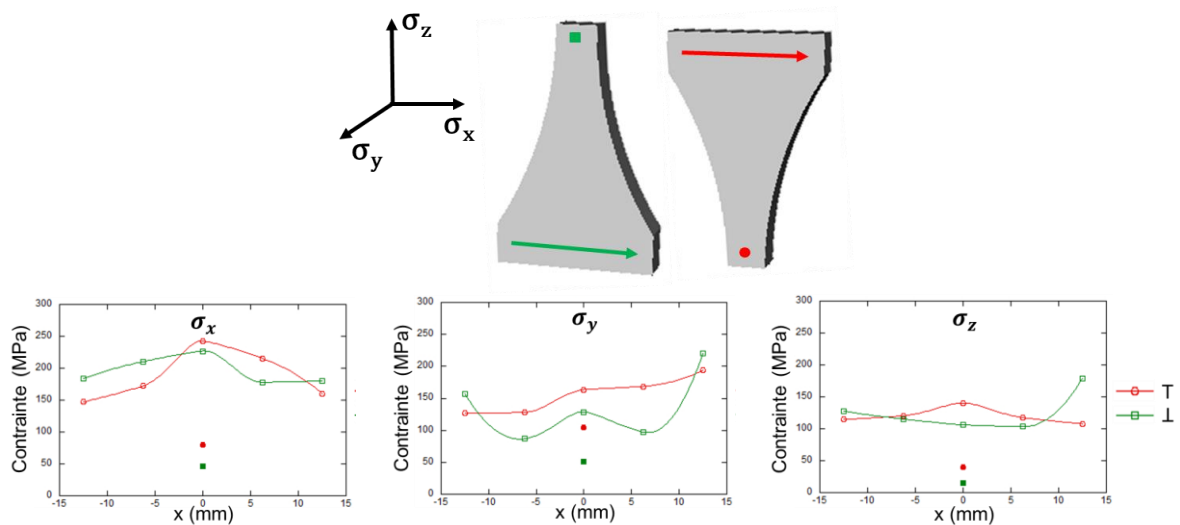


Figure IV.26 – Contraintes résiduelles suivant les directions a) x, b) y et c) z dans les échantillons en forme de T et  $\perp$

Ce résultat indique que dans le cas de cette géométrie particulière, la géométrie a plus d'impact sur les contraintes que le positionnement de la pièce sur le plateau. Et ce en dépit de la surface de contact entre la pièce et le support de fabrication, permettant dans un cas une grande évacuation de la chaleur et dans l'autre un échange limité. On voit que la contrainte est en grande partie imposée par la géométrie de la pièce, en accord avec ce qui a été vu dans le cas du *hatch angle* et des longueurs de cordons de soudure.

La détermination des contraintes résiduelles a permis d'identifier les paramètres pertinents dans la genèse des contraintes résiduelles. Ces différents paramètres ont tous un effet important sur le gradient thermique. Parmi ceux-ci on trouve la densité d'énergie, la stratégie de balayage, la géométrie ou encore le temps de repos. Les résultats ont aussi montré que la longueur des cordons de soudure joue un rôle prépondérant dans la genèse des contraintes résiduelles. Il n'est toutefois pas clair dans les résultats que cette augmentation des contraintes provienne d'un gradient thermique important ou d'un effet de réduction du volume lors de la solidification du bain de fusion.

Dans ce chapitre nous avons pu montrer différents résultats. La microstructure est paradoxalement texturée morphologiquement mais pas cristallographiquement. Les bains de fusions, qui sont les ex-grains  $\beta$ , sont composé d'aiguilles de martensite  $\alpha'$ . Cette microstructure dispose de caractéristiques élastiques propres : Son module d'Young est plus faible que celui de la phase  $\alpha$  (du titane pur et du TA6V), mais sa limite d'élasticité est plus grande et son anisotropie cristalline plus importante. Finalement, nous avons pu identifier certains paramètres comme ayant un impact sur la genèse des contraintes résiduelles. A l'inverse, nous avons pu voir que certains paramètres n'avaient pas d'effet sur les contraintes résiduelles. Par exemple, aussi contre-intuitif que cela puisse paraître la hauteur de la pièce n'a pas d'effet cumulatif sur les contraintes.



# Chapitre V : Discussion

Dans ce chapitre nous discutons des résultats du chapitre précédent en les comparant entre eux et à la littérature. Dans un premier temps les discussions portent sur l'étude des propriétés d'élasticité en détaillant les différentes méthodes de détermination des CER et en comparant entre elles les différentes grandeurs caractérisant l'élasticité du matériau. Dans un second temps, nous discutons des valeurs de déterminations de contraintes. Dans cette deuxième partie, nous discutons des paramètres procédés permettant l'élaboration de pièces « en bon état », en comparant les différentes techniques de détermination de contraintes en fabrication additive.

## I) Elasticité

### A) Constantes d'élasticité radiocristallographiques

Comme nous avons pu le voir dans le chapitre résultat, la détermination des CER présente une forte dispersion entre différents échantillons. Nous rappelons dans le tableau V.1 les résultats de CER déterminées dans cette étude pour les échantillons 1, 2 et 3 ainsi que leur moyenne.

Tableau V.1 – CER en  $10^{-6}(\text{MPa})^{-1}$  déterminées expérimentalement sur trois échantillons

Echantillons	(11 $\bar{2}$ 0)		(10 $\bar{1}$ 1)		(10 $\bar{1}$ 2)		(10 $\bar{1}$ 3)		(0002)	
	S <sub>1</sub>	1/2S <sub>2</sub>	S <sub>1</sub>	1/2S <sub>2</sub>	S <sub>1</sub>	1/2S <sub>2</sub>	S <sub>1</sub>	1/2S <sub>2</sub>	S <sub>1</sub>	1/2S <sub>2</sub>
1	-5,00	16,30	-4,69	15,40	-4,26	14,10	-4,00	13,40	-3,64	12,30
2	-3,82	11,70	-3,71	11,40	-3,55	11,00	-3,45	10,80	-3,32	10,50
3	-2,98	12,40	-2,55	11,70	-1,94	10,60	-1,58	10,00	-1,05	9,14
<b>Moyenne</b>	<b>-3,93</b>	<b>13,47</b>	<b>-3,65</b>	<b>12,83</b>	<b>-3,25</b>	<b>11,90</b>	<b>-3,01</b>	<b>11,40</b>	<b>-2,67</b>	<b>10,65</b>

La raison la plus souvent énoncée pour justifier une telle dispersion en détermination de CER est une texture cristalline importante de l'échantillon. Même si nous avons réalisé des figures de pôles sur ces échantillons afin de nous assurer que ces échantillons n'étaient pas texturés (chapitre IV), on peut explorer cette idée. Les matériaux texturés ne peuvent plus être décrits par les CER, mais sont décrit par les Facteurs d'Elasticité Radiocristallographiques (FER)  $F_{ij}$  (Hauk, 1997). Une façon d'avoir une idée de la texture du matériau est de tracer la composante  $F_{11}$ , qui est la pente de la contrainte appliquée en fonction de la déformation  $\varepsilon_{\psi}$  pour chaque valeur de  $\sin^2\psi$ . Cette courbe est tracée sur la figure V.1 pour le plan (10 $\bar{1}$ 3). Sur ce type de tracé, un matériau non texturé montrerait une variation linéaire de  $F_{11}$ , indiquée ici par la ligne en pointillés sur la figure V.1, alors que les oscillations observées sur les données expérimentales pourraient révéler l'existence d'une texture cristalline. Nous pouvons voir sur la figure V.1 que les variations de  $F_{11}$  pourraient indiquer la présence d'une texture.



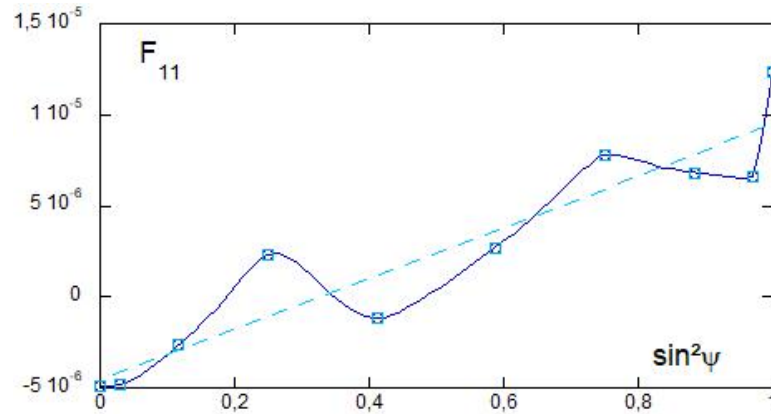


Figure V.1 – Facteur d'élasticité radiocrystallographique  $F_{11}$  pour la mise en charge de l'échantillon 1

Cependant, le nombre limité de niveaux de contraintes appliquées (cinq paliers) utilisés pour tracer cette courbe peut contribuer à la dispersion observée sur la figure IV.1 et donner la fausse impression d'une texture. Nous avons pu voir sur la figure IV.5 que ces échantillons ne sont pas texturés. Les variations visibles sur la figure V.1 proviennent donc plus probablement du manque de paliers que de la texture.

Une autre possibilité expliquant la dispersion des résultats dans les CER du tableau V.1 peut être une variation de microstructure ou de porosité locale dans l'échantillon. Cela peut arriver en raison de la nature très locale de la mesure ou de la position de l'échantillon sur le plateau au cours de l'élaboration. La nature locale de la mesure peut être un problème dans le cas d'une trop faible taille de volume de jauge au regard de la taille des grains. Cependant le volume de jauge étant de  $300 \times 400 \times 2000 \mu\text{m}^3$ , et la taille d'un ex-grain  $\beta$  de  $50 \times 50 \times 150 \mu\text{m}^3$ , nous obtenons environ 640 ex-grains beta par volume de jauge. Si nous considérons maintenant la taille moyenne d'une aiguille martensitique qui est en moyenne de  $50 \times 50 \times 500 \text{ nm}^3$ , et si seulement 1% de ces cristaux diffractent, on obtient dans chaque volume diffractant environ 2 millions d'aiguilles, ce qui semble suffisant pour une bonne statistique.

Un travail sur l'incertitude de ces données a été réalisé à partir des méthodes décrites dans le chapitre III. Sur la figure V.2 nous montrons les valeurs des CER de  $\alpha'$  pour différents plans (hkil) sur les trois échantillons (carrés rouges), intervalle de confiance pour 95% (ellipses noires) et la moyenne des valeurs des trois échantillons (cercles bleus)

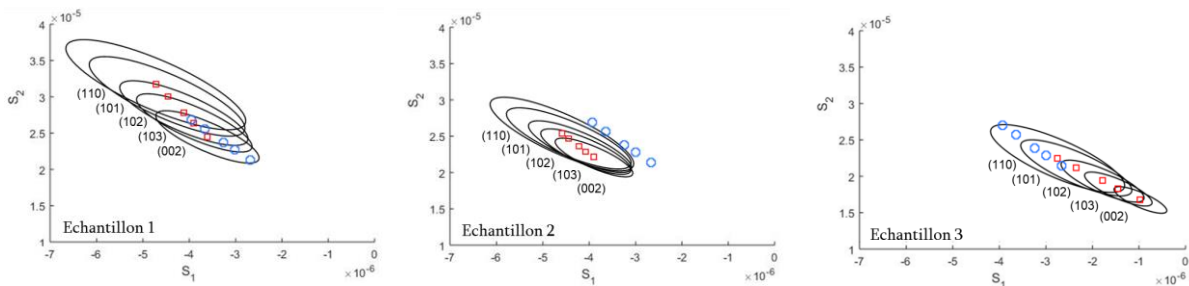


Figure V.2 – Valeurs (carré rouge) des CER pour chaque échantillon avec leurs intervalles de confiance (ellipsoïde noir) et la valeur moyenne (cercle bleu) sur les trois échantillons

Malgré la grande taille des intervalles de confiance on perçoit nettement l'évolution des CER selon le plan cristallin, reflétant l'anisotropie du cristal observée plus tôt. On remarque aussi que la moyenne des trois échantillons est comprise uniquement dans les intervalles de confiance des valeurs de l'échantillon 1, ce qui montre encore l'écart important entre échantillons.

Une source d'erreur peut provenir du modèle. Dans le modèle utilisé ici, on définit généralement les CER  $S_1$  et  $1/2S_2$  en fonction du module d'Young  $E$  et du coefficient de Poisson  $\nu$  pour un plan (hkil) suivant les relations ci-dessous :

$$S_1^{hkil} = -\left(\frac{\nu}{E}\right)^{hkil} \quad \frac{1}{2}S_2^{hkil} = \left(\frac{1 + \nu}{E}\right)^{hkil} \quad (V.1)$$

Nous avons vu au cours du chapitre III que pour un plan cristallin donné, le coefficient de Poisson d'un plan (hkil) donné peut prendre différentes valeurs en fonction de la direction transversale choisie, ce qui peut faire varier les valeurs de CER.

On donne dans le tableau V.2 les valeurs moyenne de CER obtenues dans cette étude pour la phase  $\alpha'$  et provenant de la littérature pour la phase  $\alpha$  du titane pur (Eigenmann and Macherauch, 1995) et pour la phase  $\alpha$  du TA6V forgé (Bruno and Dunn, 1997).

Tableau V.2 – CER déterminées expérimentalement et de la littérature  $10^{-6}(\text{MPa})^{-1}$

	(11 $\bar{2}$ 0)		(10 $\bar{1}$ 1)		(10 $\bar{1}$ 2)		(10 $\bar{1}$ 3)		(0002)	
	$S_1$	$1/2S_2$	$S_1$	$1/2S_2$	$S_1$	$1/2S_2$	$S_1$	$1/2S_2$	$S_1$	$1/2S_2$
$\alpha'$ Cette étude	<b>-3.93</b>	<b>13.47</b>	<b>-3.65</b>	<b>12.83</b>	<b>-3.25</b>	<b>11.90</b>	<b>-3.01</b>	<b>11.40</b>	<b>-2.67</b>	<b>10.65</b>
$\alpha$ Ti pur	-2.98	12.03	-2.90	11.80	-2.74	11.28	-2.56	10.83	-2.34	10.16
$\alpha$ Ti64 forgé			-3.26	13.38						

De grandes différences entre la phase  $\alpha$  du titane pur et la phase martensitique  $\alpha'$  sont observées pour les valeurs de CER. La différence entre les deux jeux de valeur est la plus importante pour le plan prismatique et peut atteindre 32% pour  $S_1^{11\bar{2}0}$  et 12% pour  $1/2S_2^{11\bar{2}0}$ . Cette différence diminue jusqu'à 14% pour  $S_1^{0002}$  et 5% pour  $1/2S_2^{0002}$ . Cette différence est aussi réduite lorsqu'on compare les valeurs de CER de la phase  $\alpha'$  avec celles de la phase  $\alpha$  du TA6V forgé, pour laquelle seules ont été trouvées des valeurs de CER du plan (10 $\bar{1}$ 1). Cependant, on peut voir que la différence notée entre les phases  $\alpha'$  et  $\alpha$  est inférieure à la dispersion entre échantillons visible dans le tableau V.1.

Les CER sont utilisées pour la détermination des contraintes résiduelles et lorsque c'est précisé dans la littérature celles choisies dans pour l'étude du TA6V sont celles de la phase  $\alpha$  du titane pur (Mishurova et al., 2017), même lorsque l'échantillon est élaboré par fabrication additive. Une erreur importante peut être ajoutée à des mesures de contraintes déterminées par diffraction si le mauvais jeu de CER est utilisé et c'est pour cela que nous avons utilisé les CER de la phase  $\alpha'$  dans cette étude.

## B) Comparaison des méthodes

Dans cette partie, nous comparons entre elles les différentes grandeurs caractérisant l'élasticité du matériau. Pour cela, on commence par discuter du tenseur des rigidités puis des différentes grandeurs qu'il permet de calculer : modules d'Young, de compressibilité, de cisaillement et finalement les CER.

A partir des valeurs de CER déterminées dans cette étude et provenant de la littérature on accède également au tenseur des rigidités en utilisant la méthode détaillée dans le chapitre III à partir de la littérature (Zhang et al., 2006) basé sur le modèle de Reuss. Nous donnons dans le tableau V.3 les valeurs de  $C_{ij}$  provenant des CER de la phase  $\alpha'$  du TA6V et de la phase  $\alpha$  du titane pur (Eigenmann and Macherauch, 1995).

Tableau V.3 – Composantes du tenseur des rigidité (GPa) calculées à partir des CER de la phase  $\alpha'$  du TA6V (cette étude) et de la phase  $\alpha$  du titane pur (Eigenmann and Macherauch, 1995)

	$C_{11}$	$C_{12}$	$C_{13}$	$C_{33}$	$C_{44}$	$C_{66}$
$\alpha'$	177	99	92	190	48	39
$\alpha$	148	65	64	190	45	41

Dans le tableau V.3, la phase  $\alpha$  révèle une anisotropie plus importante que la phase  $\alpha'$  (différence entre  $C_{11}$  et  $C_{33}$  plus importante), ce qui va à l'encontre de ce qui a été observé dans les résultats obtenus par les calculs DFT. Les valeurs de CER ayant de grands intervalles de confiance ainsi qu'une grande dispersion, cette diminution d'anisotropie n'est pas significative. Pour cette raison, nous choisissons de ne pas utiliser plus loin les valeurs de  $C_{ij}$  déterminées à partir de valeurs expérimentales des CER.

Nous avons pu voir dans le chapitre IV que l'ajout d'éléments d'alliage a un effet notable sur les composantes du tenseur de rigidité  $C_{11}$  qui augmente et  $C_{33}$  qui diminue dont on rappelle les valeurs dans le tableau V.4. L'ajout d'aluminium et, surtout, de vanadium en substitution dans la maille augmente l'écart entre ces deux valeurs, montrant l'effet de ces éléments sur l'anisotropie. Des calculs DFT ont été réalisés par (Wilson et al., 2015) pour du titane pur avec différents éléments de substitutions, se limitant en revanche à un seul élément à la fois avec une teneur maximale de 3% atomique. Bien que moindre, l'augmentation d'anisotropie est aussi visible dans les résultats du travail de (Wilson et al., 2015) reportés dans le tableau V.4 :  $C_{11}$  diminue tandis que  $C_{33}$  augmente avec l'ajout d'aluminium et encore plus avec l'ajout de vanadium.

Tableau V.4 – Composantes du tenseur des rigidités (GPa) provenant de nos simulations DFT ainsi que la littérature pour du titane pur et mailles avec substitutions à 3% at

		C <sub>11</sub>	C <sub>12</sub>	C <sub>13</sub>	C <sub>33</sub>	C <sub>44</sub>	C <sub>66</sub>
Simulations DFT (Cette étude)	Ti	178,4	80,9	76,9	189,2	43,4	48,8
	Ti+Al	174,5	83,9	73,6	188,0	45,2	45,3
	Ti+V	163,0	98,3	79,5	191,0	36,3	32,4
	Ti+Al+V	162,9	100,9	77,4	193,2	40,8	31,0
	Ti+2Al+V	161,0	104,3	75,8	198,6	43,0	28,4
Expérimental (Ogi et al., 2004)	Ti	160,0	90,0	72,3	183,0	45,0	35,0
Simulation (Wilson et al., 2015)	Ti	175,0	89,0	84,0	192,0	45,0	43,0
	Ti+Al	171,9	94,1	84,1	190,6	39,2	38,9
	Ti+V	164,8	99,8	86,4	191,0	30,2	32,5

A partir des valeurs de  $C_{ij}$  déterminées dans cette étude par DFT et des données de la littérature on peut exprimer le module d'Young en fonction de l'angle  $\psi$ .  $\psi$  est l'angle entre la direction étudiée et la direction  $c$  de la maille hexagonale. On définit alors  $E$  comme  $\frac{1}{S'_{3333}}$  où  $S'_{3333}$  est la composante du tenseur des souplesses le long de la direction marquée par l'angle  $\psi$  où  $a_{ij}$  vient des équations III.9 et III.12.

Sur la figure V.3, nous traçons le module d'Young en fonction de l'angle  $\psi$  calculé à partir des  $C_{ij}$  des phases  $\alpha$  et  $\alpha'$  simulées dans cette étude, simulées dans la littérature (Wilson et al., 2015) et déterminées expérimentalement dans la littérature (Ogi et al., 2004).

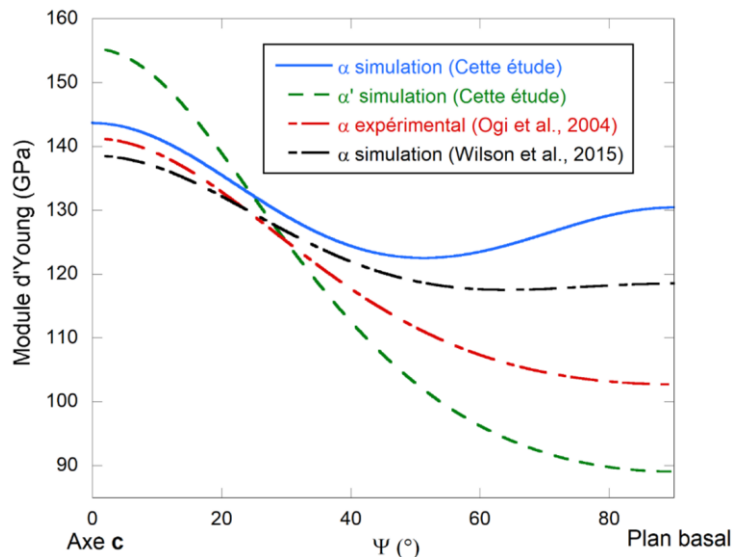


Figure V.3 – Module d'Young en fonction de l'angle  $\psi$ , compris entre le plan basal et l'axe  $c$  de la maille hexagonale pour différents tenseurs des rigidités provenant de simulations issues de cette étude, de la littérature et d'une détermination expérimentale de la littérature

On peut voir sur la figure V.3 que la phase présentant la plus grande anisotropie est la phase  $\alpha'$ , où l'écart entre le module d'Young suivant l'axe  $c$  et le plan basal est le plus grand. Le

comportement suivant l'angle  $\psi$  du module d'Young de la phase  $\alpha$  semble cependant différer d'un jeu de  $C_{ij}$  à l'autre : le minimum semble varier en  $\psi$ . Expérimentalement, il se situe à  $90^\circ$  ce qui semble cohérent vis-à-vis de la symétrie de la maille hexagonale, mais se situe entre  $45^\circ$  et  $55^\circ$  pour les deux simulations de DFT. Ce comportement a pu être observé avec toutes les valeurs de  $C_{ij}$  obtenues par DFT trouvées dans la littérature, montrant la répétitivité du phénomène sans pour autant l'expliquer (Bercegeay and Bernard, 2005; Hao et al., 2008; Hennig et al., 2008; Ikehata et al., 2004).

A partir des tenseurs des rigidités obtenus dans cette étude par DFT, nous pouvons calculer différentes grandeurs macroscopiques comme le module d'Young  $E$ , de compression isostatique  $K$ , de cisaillement  $G$  et le coefficient de Poisson  $\nu$  en utilisant le modèle de Hill (tableau V.5), qui est la moyenne des modèles de Voigt (hypothèse iso-déformation) et de Reuss (hypothèse iso-contrainte) (Reuss, 1929; Voigt, 1910). Nous pouvons aussi calculer les facteurs d'anisotropie de traction  $f_E$  et d'anisotropie de cisaillement  $f_G$  (Tromans, 2011). Nous rappelons que les simulations DFT se font à 0K.

Tableau V.5 – Modules calculés en utilisant le modèle de Hill

	K (GPa)	G (GPa)	E (GPa)	$\nu$	$f_E$	$f_G$
Simulation $\alpha'$ Ti-2Al-V (cette étude)	115	39	105	0,35	1,74	1,26
Simulation $\alpha$ Ti (cette étude)	113	44	118	0,33	1,16	0,98
Simulation $\alpha$ Ti (Wilson et al., 2015)	117	45	121	0,33	1,17	1,02
Simulation $\alpha$ Ti + V (Wilson et al., 2015)	117	34	94	0,37	1,40	0,96
Expérimental $\alpha$ Ti (Ogi et al., 2004)	108	42	112	0,33	1,37	1,14

On a pu voir sur la figure V.3 que l'anisotropie du module d'Young augmentait lorsqu'on passait de  $\alpha$  à  $\alpha'$  ce qui se confirme bien par le calcul des coefficients  $f_E$  et  $f_G$ , en revanche les modules de compressibilité  $K$  et de cisaillement  $G$  varient peu d'une phase à l'autre, comme on le voit dans le tableau V.5. Cela montre que la phase martensitique  $\alpha'$  du TA6V a un comportement élastique différent de la phase  $\alpha$  du titane pur suivant certaines sollicitations (traction) mais identiques suivant d'autres (cisaillement, compression

isostatique et déformation transverse avec le coefficient de Poisson). On peut aussi voir dans le tableau V.5 que le facteur d'anisotropie  $f_E$ , marquant la différence de comportement entre la direction de l'axe  $c$  et une direction transverse, est nettement plus important pour la phase  $\alpha'$  que pour la phase  $\alpha$ . Il en va de même pour le facteur d'anisotropie de cisaillement  $f_G$ . De plus  $G$  varie d'environ 10% de la phase  $\alpha'$  à la phase  $\alpha$ . On peut voir sur la simulation Ti + V provenant de la littérature que l'ajout de vanadium dans le cristal augmente grandement le facteur  $f_E$ , en plus de réduire le module d'Young du matériau de plus de 20 MPa. L'anisotropie accrue observée ici peut être reliée aux observations réalisées sur la figure V.3 et dans le chapitre IV sur les simulations DFT : cette anisotropie provient de l'ajout en aluminium et, surtout, en vanadium.

Nous donnons dans le tableau V.6 des valeurs du module d'Young provenant des données expérimentales, de simulations de cette étude et de la littérature.

Tableau V.6 – Module d'Young (GPa) déterminé expérimentalement et par simulation

	Expérimental	Simulation
$\alpha$	113 (Ogi et al., 2004)	125
$\alpha'$	99	105
$\alpha + \beta$	103	---

On peut remarquer que même si les valeurs diffèrent entre les mesures expérimentales et la simulation, elles évoluent dans le même sens. La phase  $\alpha$  a un module d'Young plus élevé que la phase martensitique  $\alpha'$ . De même, le module d'Young  $\alpha'$  est plus faible que celui du TA6V ( $\alpha+\beta$ ), en sachant que la phase  $\beta$  présente un module plus bas que la phase  $\alpha$ , entre 74 à 85 GPa (Boyer et al., 1994).

Les différents modèles de simulation rencontrés dans la littérature (Cao et al., 2016; Denlinger and Michaleris, 2016) reposent sur l'élasticité et utilisent les valeurs du TA6V forgé. Une différence de comportement élastique entre le TA6V  $\alpha'$  et  $\alpha+\beta$  impliquera qu'une simulation du TA6V élaboré par fabrication additive ne pourra être fidèlement réalisée en utilisant les données du TA6V forgé, comme c'est le cas aujourd'hui.

A partir du tenseur des rigidités il est possible de calculer les CER suivant les relations données au chapitre III. Nous donnons dans le tableau V.7 les CER obtenues à partir du tenseur des rigidités provenant des simulations DFT de la littérature et de nos propres déterminations de CER.

Tableau V.7 – CER en  $10^{-6}(\text{MPa})^{-1}$  provenant du tenseur de rigidités de cette étude et de la littérature en comparaison des CER déterminées ici

	$(11\bar{2}0)$		$(10\bar{1}1)$		$(10\bar{1}2)$		$(10\bar{1}3)$		$(0002)$	
	$S_1$	$1/2S_2$	$S_1$	$1/2S_2$	$S_1$	$1/2S_2$	$S_1$	$1/2S_2$	$S_1$	$1/2S_2$
Expérimental $\alpha'$ Ti-2Al-V (cette étude)	-3,93	13,47	-3,65	12,83	-3,25	11,90	-3,01	11,40	-2,67	10,65
Simulation $\alpha'$ Ti-2Al-V (cette étude)	-6,41	17,64	-5,37	15,84	-3,94	13,05	-3,09	11,22	-1,84	8,28
Simulation $\alpha$ Ti (cette étude)	-2,59	10,26	-2,47	10,73	-2,30	10,65	-2,21	10,21	-2,06	9,02
Simulation $\alpha$ Ti (Wilson et al., 2015)	-3,19	11,63	-2,99	11,49	-2,71	10,98	-2,54	10,48	-2,30	9,52
Expérimental $\alpha$ (Ogi et al., 2004)	-4,55	14,28	-3,98	13,34	-3,20	11,82	-2,74	10,80	-2,05	9,13
Expérimental $\alpha$ (Eigenmann and Macherauch, 1995)	-2,98	12,03	-2,90	11,80	-2,74	11,28	-2,56	10,83	-2,34	10,16

La première chose visible sur ces résultats est que dans chaque cas les CER diminuent en valeur absolue lorsqu'elles évoluent du plan  $(11\bar{2}0)$  au plan  $(0002)$ . Ces observations ont été faites pour toutes nos valeurs expérimentales et se sont confirmées avec tous les jeux de valeurs analysés que nous avons tirés de la littérature. On peut en revanche observer une grande variation des valeurs de CER entre elles pour une même phase, montrant l'amplitude de variation qu'on peut rencontrer dans la détermination des CER.

Il y a cependant une exception à l'évolution graduelle des CER dans le tableau V.7 : dans les résultats de la simulation  $\alpha$  Ti,  $1/2S_2$  augmente en passant de la direction  $(11\bar{2}0)$  à la direction  $(10\bar{1}1)$ , avant de diminuer à nouveau dans les plans suivants. Cette augmentation singulière peut être l'équivalent en CER du minimum local observé sur la figure V.3 pour  $E(\psi=45^\circ)$  pour les résultats de cette simulation.

Nous avons pu voir dans cette étude et par différentes méthodes que la phase martensitique  $\alpha'$  se différencie de la phase  $\alpha$  du titane pur par son anisotropie bien plus importante et son module d'Young inférieur. En revanche, les deux phases peuvent se comporter élastiquement de la même manière suivant certaines sollicitations : puisque K varie peu d'une phase à l'autre,  $\alpha$  et  $\alpha'$  ont un comportement similaire en compression isostatique.

## II) Contraintes résiduelles

### A) Paramètres procédés

#### a) Domaines de fabrication

Lors de l'élaboration de nos échantillons, des complications ont été rencontrées et la fabrication de certains échantillons a dû être interrompue. Durant la fabrication, lorsque nous remarquons qu'un échantillon va avoir des problèmes d'élaboration nous préférons arrêter la construction de celui-ci immédiatement plutôt que de risquer d'endommager la machine ou de mettre en péril la fabrication de l'ensemble du lot. Ces problèmes de fabrication proviennent généralement de grains de poudre fondus et brûlés qui sont projetés et retombent sur le lit de poudre où ils seront ensuite fusionnés à nouveau lors de l'élaboration de la prochaine couche. Ces grains de poudre, souvent appelés « scories », vont alors créer un surélévation de la zone lasée pouvant aller jusqu'à bloquer le passage du racleur et ce faisant empêcher la fabrication de se poursuivre. Ce problème est souvent rencontré sur des pièces où la quantité d'énergie provenant du laser est très importante. A l'inverse, lorsque la quantité d'énergie est faible, des défauts de fusion apparaissent et génèrent un taux de porosité élevé dans la pièce.

Ces problèmes nous ont permis de cerner mieux le domaine de fabrication optimal de pièces en TA6V par LBM. Nous donnons sur la figure V.4 un graphe récapitulant les domaines de fabrication 'sans problème' permettant une élaboration complète des échantillons, enrichie par les résultats provenant de la littérature (Gong et al., 2013; Song et al., 2012).

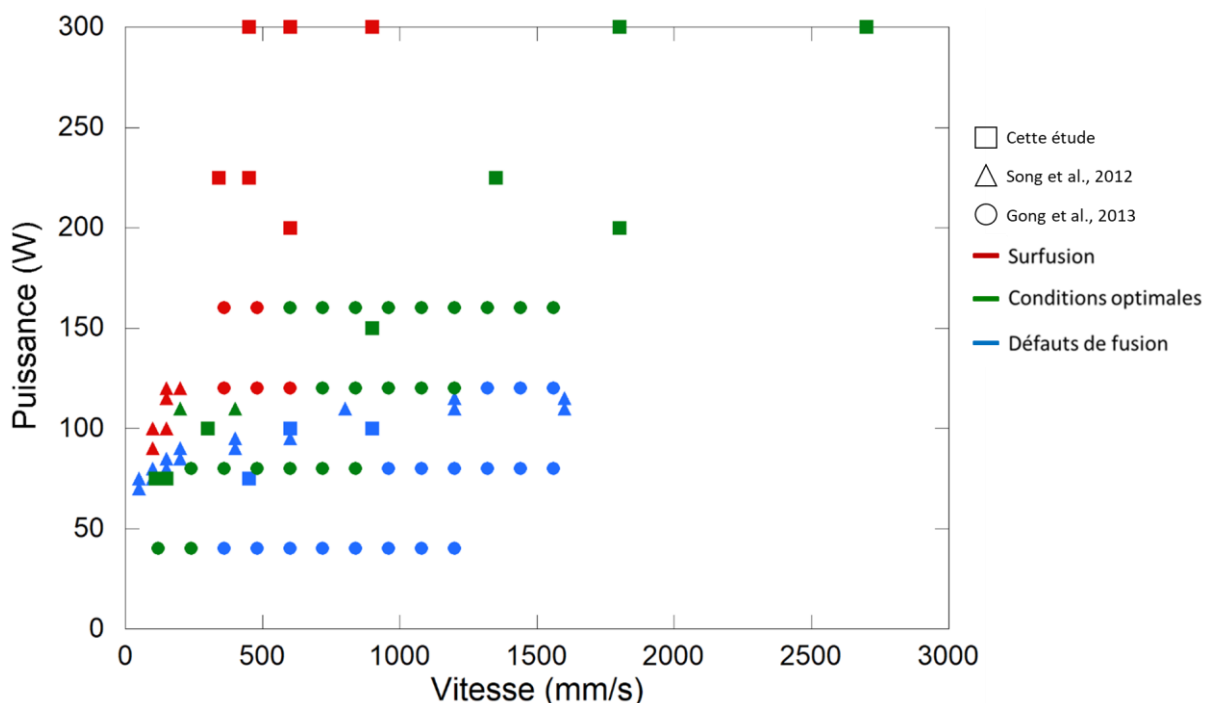


Figure V.4 – Domaines de fabrication

La littérature et les résultats de cette étude semblent en accord et définissent les trois zones définies de surfusion, conditions optimales et défauts de fusion. Nous voyons sur la figure



V.4 que trois domaines se révèlent. Tandis que les couples de faible puissance et vitesse sont très proches, ils se distinguent plus facilement sur des valeurs de l'ordre de 1500 mm/s et 200 W. Nous pouvons ainsi définir des domaines de fabrication optimum pour le TA6V, représentés par les points verts. Dans les petites vitesses et faibles puissances, ces domaines se distinguent moins les uns des autres permettant de voir une variabilité en fabrication additive provenant des différences de machine, de poudre utilisée ou encore de méthode dans les trois études comparées ici.

#### b) Répétabilité en fabrication additive

Lors de cette étude, nous avons pu constater une variation des caractéristiques mécaniques de nos échantillons, notamment dans les études par essais de traction sur les échantillons A, B et C. Dans la littérature, de nombreux travaux font état de fortes dispersions des caractéristiques mécaniques de pièces élaborées par fabrication additive (Facchini et al., 2010; He et al., 2019; Xu et al., 2015). Ces différences peuvent provenir de différents facteurs, comme l'utilisation de machines différentes, mais subsistent malgré tout lorsque les échantillons sont fabriqués sur une même machine dans un même lot de poudre comme c'est le cas de notre étude.

Les caractéristiques mécaniques déterminées par des essais de traction sont très dépendantes du taux et du type de porosités du matériau. Comme nous l'avons vu dans le chapitre I, différents types de porosités peuvent apparaître dans le matériau : sphériques ou anguleuses (Thijs et al., 2010). Les défauts anguleux auront un effet délétère sur les propriétés mécaniques dès 1% de porosité en volume (Gong et al., 2015). Parce que ce type de défaut peut rapidement altérer les propriétés mécaniques de la pièce, ils vont avoir tendance à altérer la reproductibilité des pièces. Les porosités anguleuses proviennent principalement des défauts de fusion. Une sélection précise des paramètres de puissance et vitesse de balayage du laser permet d'en minimiser la présence, comme nous l'avons montré dans la partie précédente.

La répétabilité est une problématique importante pour les échantillons issus de la fabrication additive. Puisque deux pièces construites dans des conditions similaires peuvent présenter des caractéristiques différentes, il est compliqué de comparer deux pièces élaborées différemment afin d'étudier l'effet d'un paramètre donné. Dans le cas idéal, lors de l'étude d'un paramètre sur une caractéristique donnée, il conviendrait d'étudier d'abord la répétabilité de la fabrication de cet échantillon. Pour l'étude des contraintes résiduelles par exemple, il serait pertinent de produire plusieurs échantillons identiques et de vérifier que ceux-ci ont des niveaux de contrainte équivalents avant de produire de nouveaux échantillons en faisant varier un paramètre. C'est ce qui a été fait dans les lots n°9 et 10, où tous les ponts fabriqués sont identiques. On peut voir sur la figure IV.15 que leur état de contrainte varie d'un échantillon à l'autre. Dans ce cas précis, cela montre que la dispersion provenant de la conception par LBM est plus importante que la dispersion provenant de la position des échantillons sur le plateau de fabrication. Nous entrerons plus dans le détail

dans la partie suivante de ce chapitre. Il est cependant possible de discuter de l'effet d'un paramètre si la variation imposée par ce paramètre est supérieure à la dispersion observée d'un échantillon à l'autre et inhérente à la fabrication par LBM.

Pour vérifier cette répétabilité, il faudrait construire plusieurs fois le même échantillon à chaque fois sur un plateau différent et s'assurer que le même état de contrainte est observé sur chacun d'eux. Cette solution n'a pas été choisie dans cette étude car aurait demandé des moyens considérables en termes de matériel (un plateau support par échantillon) et en temps (élaboration d'un lot pour chaque échantillon).

## B) Mesures

### a) Répétabilité des mesures

La répétabilité des mesures sur des échantillons provenant de la fabrication additive peut aussi être problématique. En ce qui concerne les contraintes, nous avons pu voir avec les lots n°9 et 10, dont nous avons présenté les résultats dans la figure IV.15, qu'il est difficile d'exprimer clairement un effet de la position sur les contraintes. Dans ces deux lots, la flèche induite par les CR a été mesurée et une importante dispersion a été notée d'un lot à l'autre. Cette dispersion peut provenir de la méthode ou de la dispersion inhérente à la fabrication additive. Plusieurs mesures ont été réalisées sur un même échantillon afin d'estimer la dispersion d'une mesure à l'autre. L'écart maximum d'une mesure à la moyenne des mesures est de 11  $\mu\text{m}$ . Sur la figure IV.15 on peut voir que d'un lot à l'autre, l'écart entre deux échantillons à la même position sur le plateau dépasse souvent les 11  $\mu\text{m}$  : dans ce cas-là ce n'est pas la précision de la méthode mais la dispersion due à la fabrication additive qui génère cette différence.

Pour ce qui est des contraintes déterminées par DRX, des estimations ont été réalisées sur des échantillons afin d'en vérifier la répétabilité. Une seconde détermination a été réalisée six mois après la première et on peut voir sur la figure V.5 que les contraintes avaient relaxé de manière importante sur cet échantillon.

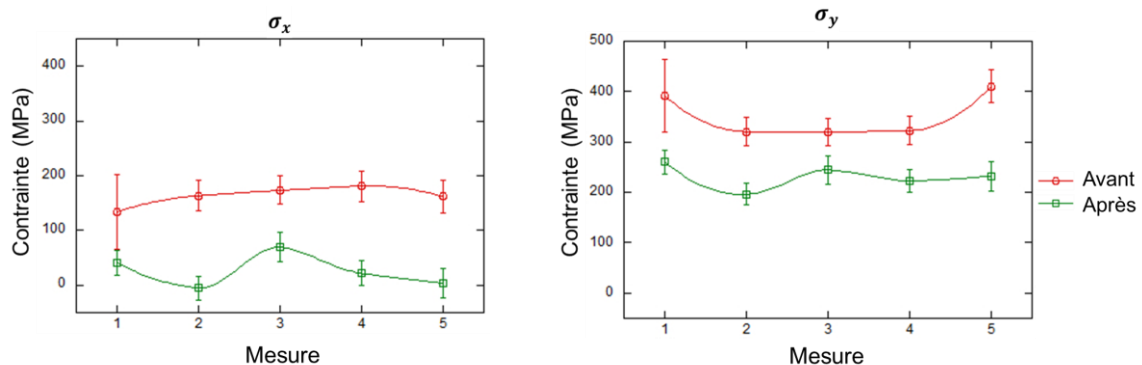


Figure V.5 – Contraintes résiduelles déterminées une semaine après fabrication puis six mois plus tard

Parce que le titane a la particularité de fluer à température ambiante (Boyer et al., 1994), la relaxation des contraintes sur une durée de six mois n'est pas surprenante. Cependant, à

notre connaissance, aucune étude dans la littérature ne fait mention de ce fait. A l'inverse, au cours de discussion en conférence la relaxation des contraintes n'a pas été observée dans d'autres équipes qui ont déterminé des contraintes élevées même plusieurs mois après fabrication. Afin d'explorer ce point, des déterminations de contrainte ont été réalisées sur un même point d'un échantillon pendant plusieurs jours directement après sa fabrication afin d'en voir une évolution. Nous faisons l'hypothèse selon laquelle, s'il y a relaxation des contraintes, elle devrait se produire en majeure partie dans les premiers jours après la fabrication. Sur la figure V.6 on peut voir qu'aucune relaxation de contrainte n'a été remarquée sur l'échantillon observé, provenant du lot n°10. On peut voir ici que l'incertitude de mesure peut aller jusqu'à  $\pm 50$  MPa, ce qui est plus important que les valeurs d'incertitudes découlant de la méthode des  $\sin^2\psi$  estimée par le logiciel de traitement des données.

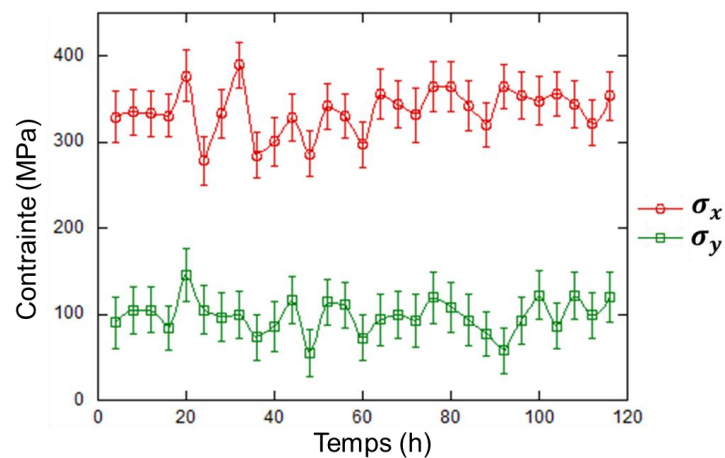


Figure V.6 – Contraintes déterminées sur un point d'un échantillon du lot n°10 pendant 3 jours

#### b) Comparaison simulation et mesures expérimentales

Dans cette partie, nous comparons différentes méthodes d'analyse des contraintes résiduelles avec des simulations numériques réalisées par éléments finis.

Une détermination des contraintes résiduelles a été réalisée par diffraction de neutrons sur un pont en différents points dans le volume :

- En cinq points en sub-surface de l'échantillon, c'est-à-dire à 1 mm sous la surface avec un volume de jauge de  $2 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$
- En trois points à différentes hauteurs dans les deux colonnes du pont. La figure V.6 montre les contraintes résiduelles déterminées par diffraction de neutrons dans le pont n°11 du lot n°10.

Ce que l'on voit sur la figure V.6 c'est d'abord une asymétrie des contraintes d'un pilier à l'autre : les contraintes sont globalement inférieures dans le pilier gauche, notamment sur le point central. Ce qui est en accord avec ce qui a été vu dans les murs de différentes hauteurs dont nous avons présenté les résultats au chapitre IV : même si la géométrie est symétrique, la distribution de contrainte ne l'est pas. Cette asymétrie peut provenir de deux

facteurs : La stratégie de balayage qui commence toujours du même côté et peut induire une cinétique de refroidissement générant des états de contraintes asymétriques, ou encore du passage du rouleau de mise en couche qui peut compacter la poudre. Comme expliqué au chapitre IV c'est pour savoir lequel de ces deux paramètres jouait dans l'asymétrie de l'état de contrainte que nous avons réalisé une campagne de mesure par diffraction de neutrons au HZB à Berlin. Cependant, la figure IV.24 résumant ces résultats ne permet pas de montrer d'où provient l'asymétrie de l'état de contrainte déterminée sur ces échantillons.

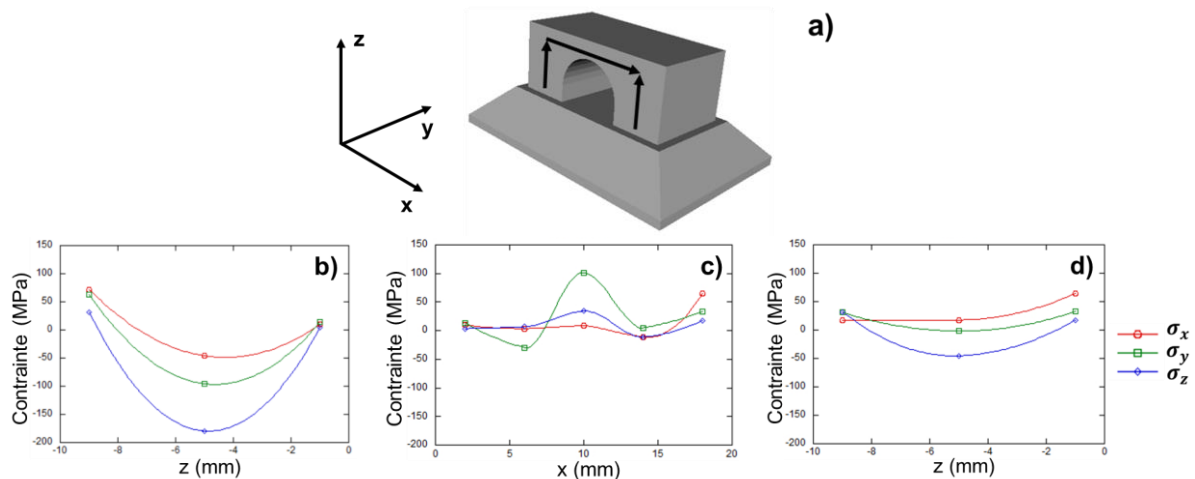


Figure V.6 – Contraintes déterminées par diffraction de neutrons dans un pont dans b) le pilier gauche, c) en sub-surface et d) dans le pilier droit avec une erreur de  $\pm 22$  MPa

Nous pouvons cependant comparer les résultats de la figure V.6 aux contraintes déterminées par DRX de laboratoire sur d'autres ponts, par exemple avec les mesures réalisées sur la référence du lot n°3. La figure V.7 rappelle les contraintes résiduelles déterminées sur cet échantillon.

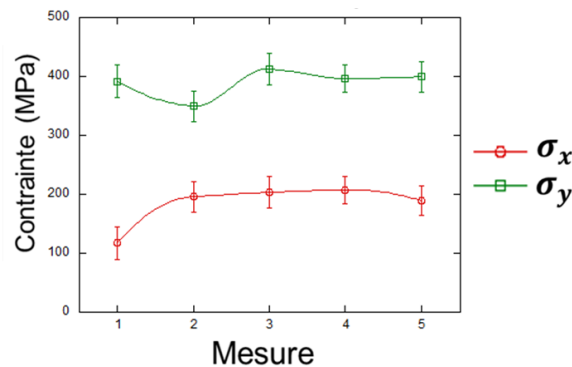


Figure V.7 – Contraintes déterminées par diffraction de rayons X dans le pont référence du lot n°3

Sur la figure V.6.c on voit que les contraintes déterminées par diffraction de neutrons en sub-surface sont très proches de 0 MPa, sauf au centre de l'échantillon, alors qu'en DRX elles sont de l'ordre de 400 MPa, donc en traction, sur l'ensemble de la surface de l'échantillon étudié. Comme cela a été vu dans la littérature, seules les dernières couches

fabriquées sont dans un état de contrainte en traction (Liu et al., 2016). C'est ce que nous voyons en DRX (figure V.7) car la mesure se fait en extrême surface (environ 3  $\mu\text{m}$ ), les contraintes sont déterminées dans le haut de la dernière couche fabriquée (qui fait environ 60  $\mu\text{m}$ ). La contrainte déterminée en sub-surface par diffraction de neutron est quant à elle très faible et éloignée des 400 MPa mesurés en DRX. Les dernières couches étant la zone dans laquelle les contraintes s'inversent, il n'est pas surprenant que dans le volume de jauge de 2 x 2 x 2 mm<sup>3</sup> les contraintes soient, en moyenne, très faibles.

Afin de discuter de ces résultats avec les valeurs obtenues par simulation, on peut se reporter aux modélisations réalisées par éléments finis détaillées dans le chapitre III. La figure V.8.a rappelle la distribution de contraintes dans le pont modélisé et la figure V.8.b montre une modélisation par élément fini provenant de la littérature (Vrancken et al., 2013a).

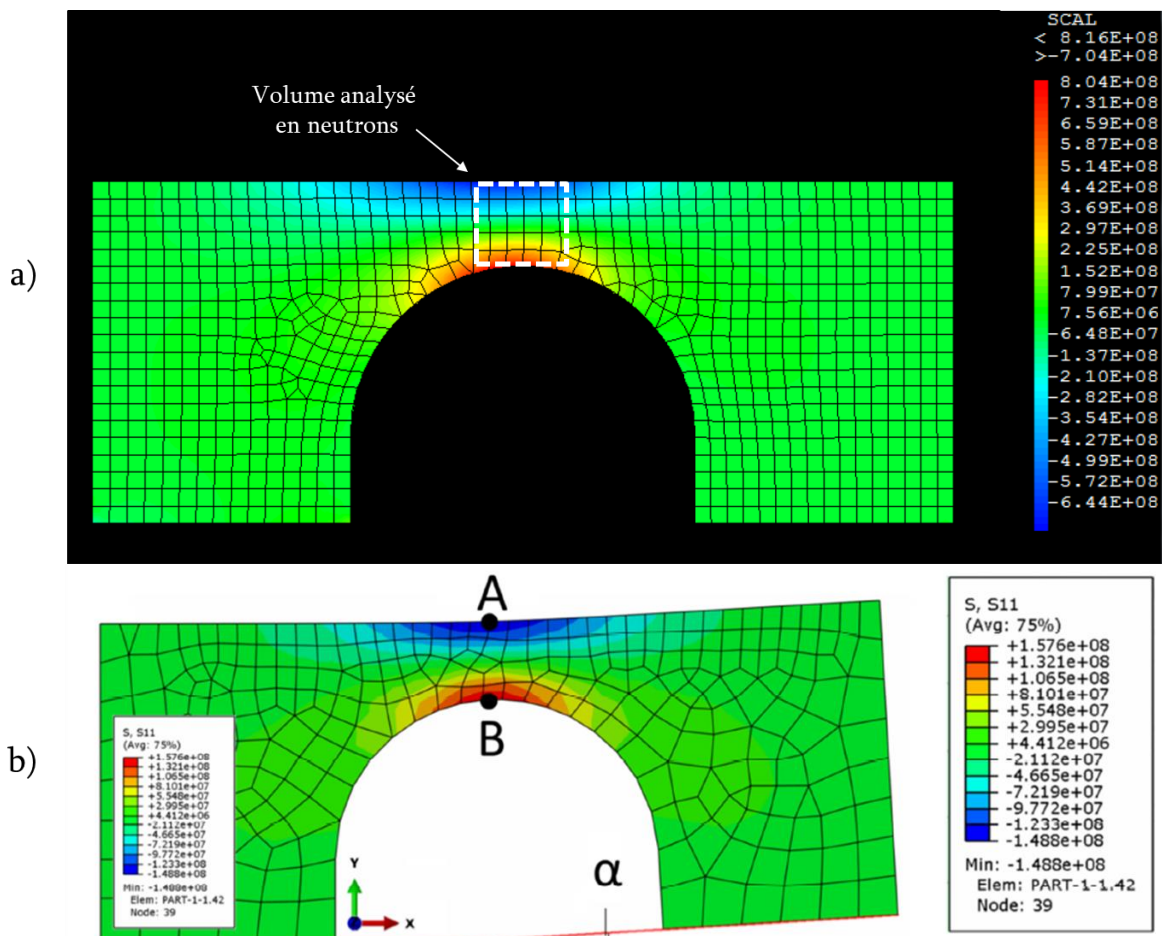


Figure V.8 – Distribution de contraintes  $\sigma_x$  dans un pont simulée par éléments finis a) dans cette étude et b) provenant de la littérature (Vrancken et al., 2013a)

La DRX de laboratoire permet d'obtenir des informations concernant l'état de contrainte en extrême surface de notre échantillon tandis que la diffraction de neutrons permet d'obtenir des informations au cœur du matériau mais moyennées sur l'ensemble du volume de jauge, qui est plus important qu'en DRX. La simulation par éléments finis ne permet quant à elle que de déterminer une distribution de contraintes qui correspondrait à une variation

linéaire en  $z$  de la déformation inélastique (thermique + plastique). Elle ne rend pas compte de la distribution réelle des contraintes résiduelles dans l'ensemble du pont.

### C) Genèse des contraintes résiduelles

#### a) Gradient thermique

La littérature est unanime quant à l'origine des contraintes résiduelles en fabrication additive : pour l'expliquer il est nécessaire de comprendre l'apparition du gradient thermique qui va générer les contraintes résiduelles. Liu et ses co-auteurs proposent de définir trois régions avec des histoires thermiques différentes dans le matériau au cours de la fabrication dont on s'inspire ici pour élaborer cette interprétation (Liu et al., 2016). Sur la figure V.9, on peut voir ces trois zones. La première en rouge est la zone fondue par le laser, la seconde en jaune est la zone affectée thermiquement qui se dilate sous l'effet de la chaleur et la troisième zone en gris est la zone non-affectée thermiquement qui ne subit pas l'effet thermique du passage du laser. Pour simplifier la discussion, on choisit un rectangle qui traverse les trois zones. Ce rectangle est choisi dans la direction verticale, donc la direction de fabrication, mais aurait pu être choisi dans une direction horizontale.

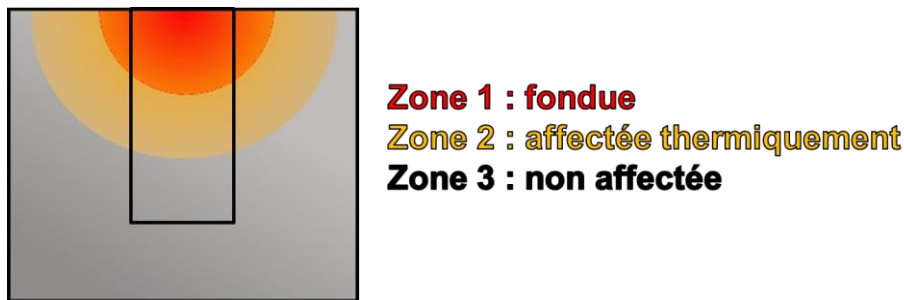


Figure V.9 – Séparation des trois régions dont l'histoire thermique va être différente en raison du passage du laser

Nous représentons l'évolution du gradient thermique au cours de trois étapes du refroidissement sur la figure V.10. A l'étape A, la zone 1 représente le bain de fusion à l'état liquide et est dans un état libre de contrainte. La zone 2 est affectée thermiquement et tend à se dilater mais est contraint par la zone 3 qui elle ne se dilate pas. La zone 2 est donc dans un état de compression tandis que la région 3 est en traction. Lors de l'étape B la première région se solidifie, réduisant son volume tout en étant contraint par la zone en dessous. Elle se retrouve dans un état de traction tandis que la zone 2 est en compression et que la zone 3 est toujours en traction mais avec une valeur moindre pour équilibrer les forces dans le volume de la pièce. A l'étape C, la zone 1 est complètement refroidie et dans un état de traction plus important. La zone 2 reste en compression et la zone 3 passe en compression à son tour pour équilibrer les forces dans l'ensemble de la pièce.

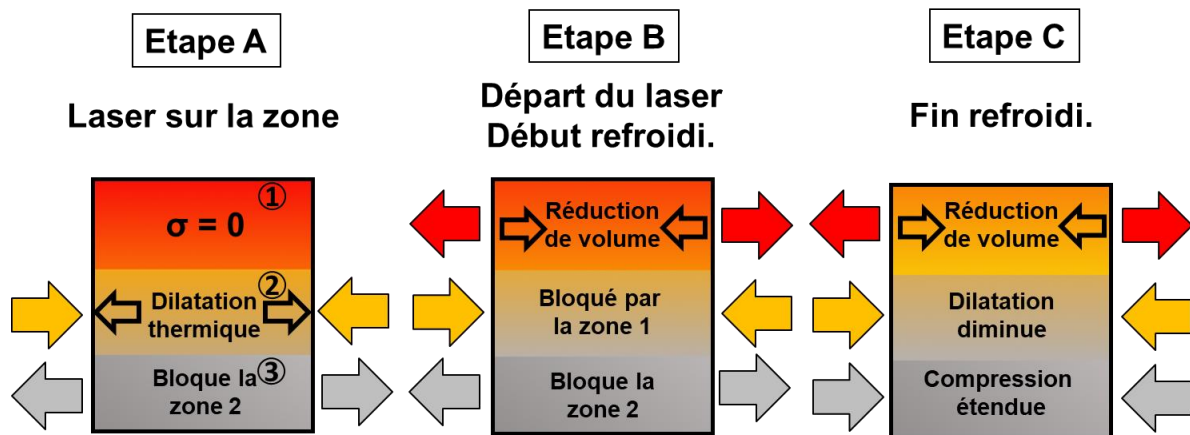


Figure V.10 – Schématisation de l'origine des contraintes résiduelles en fabrication additive

Ce modèle permet de comprendre pourquoi les dernières couches fabriquées sont souvent en traction alors que le volume de la pièce en dessous est dans un état de compression (Merçelis, P. and Kruth, J-P., 2006). De plus, c'est ce que nous avons pu voir sur la totalité de nos échantillons en DRX où les contraintes étaient en traction sur la dernière couche. Les contraintes résiduelles en traction en surface ont tendance à ouvrir des fissures dans la pièce, rendant cette dernière couche particulièrement sensible aux défaillances quand elle n'est pas traitée. Afin de passer la dernière couche en compression on peut appliquer à celle-ci un grenailage ou, comme c'est le cas parfois en fabrication additive, un traitement thermique à l'aide du laser servant à l'élaboration. Cependant, nous n'avons pas vu uniquement des contraintes en compression dans le volume de nos échantillons analysés par diffraction de neutrons. En effet, dans les pièces en forme de murs et de T nous avons déterminé des contraintes de traction et de compression.

Dans la littérature, nous trouvons souvent que les contraintes résiduelles s'alignent avec les cordons de soudure et sont d'autant plus importantes que le cordon est long (Parry et al., 2016). C'est en accord avec ce que nous avons vu dans les résultats de cette étude. Premièrement, les comparaisons à différents *hatch angle* ont montré que les contraintes s'alignaient en effet suivant la direction du cordon de fusion. En effet, sur la machine utilisée dans cette étude, lorsqu'on choisit un *hatch angle*  $\theta$ , la dernière couche est lasée avec un *hatch angle* de  $\theta$  et en DRX on détermine les contraintes dans cette dernière couche. Deuxièmement, les contraintes déterminées par diffraction de neutrons dans la partie large des T suivant la direction X sont supérieures aux contraintes suivant la direction Y dans cette même zone montre que la contrainte est d'autant plus importante que les cordons de soudure sont long. S'il ne fait pas de doute que le cordon de fusion impacte la genèse des contraintes résiduelles en fabrication additive, la raison n'en est en revanche par certaine. Comme expliqué dans le chapitre I, le cordon de fusion peut générer des contraintes pour deux raisons : le gradient thermique généré par son refroidissement et la réduction de volume engendré par le changement de phase liquide/solide. La figure V.11 représente le profil de température du lit de poudre de TA6V pendant le passage du laser obtenu par modélisation.

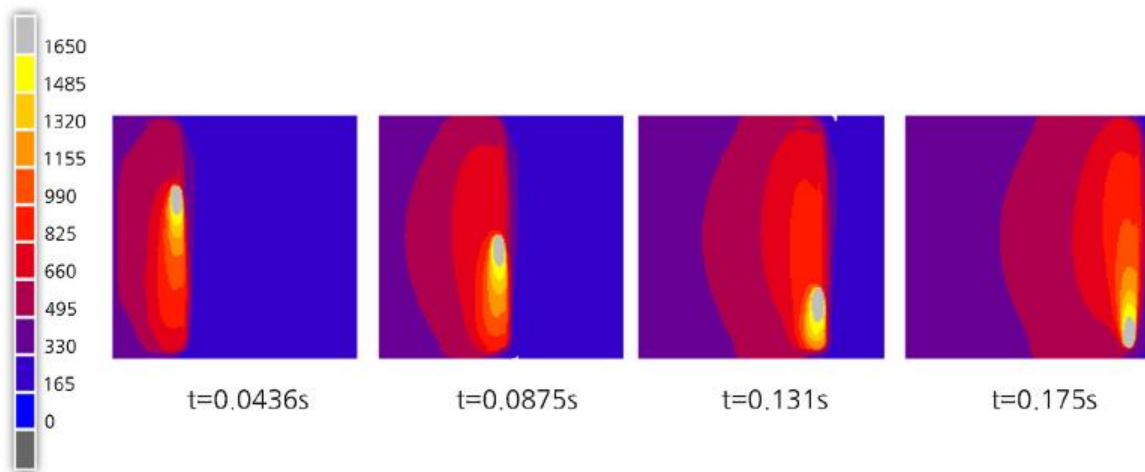


Figure V.11 – Profil de température en °C dans un lit de poudre simulé à plusieurs intervalles de temps (Parry et al., 2016)

On peut voir sur cette figure que le gradient thermique est plus important suivant la direction transverse au passage du laser que le long du cordon de fusion, puisque moins graduel dans cette première direction. Nous avons cependant pu remarquer dans notre étude que les contraintes étaient plus importantes le long du cordon de fusion, malgré un gradient thermique moins important. Cette dernière remarque tend à montrer que les contraintes résiduelles générées dans le cordon de fusion proviennent plutôt de la réduction de volume due au changement de phase que du gradient thermique. Cependant, aucun des résultats présents dans cette étude ne permet clairement de distinguer l'effet de ces deux sources de contraintes sur la genèse des contraintes résiduelles. Il serait pour cela intéressant de déterminer le gradient thermique à chaque couche au cours de l'élaboration de la pièce afin d'en avoir toutes les informations et de les corrélérer à des déterminations de contraintes résiduelles. En corrélant gradient thermique et contraintes résiduelles il pourrait être possible d'identifier le paramètre responsable de la genèse des contraintes résiduelles : incompatibilité de dilatation thermique ou réduction de volume lors de la solidification.

#### b) Hiérarchie des paramètres dans la genèse des contraintes

A partir des expériences réalisées, il est possible de déterminer une hiérarchie des paramètres influents sur les contraintes résiduelles et à optimiser en premier lieu.

Tout d'abord, certains paramètres peuvent être optimisés dès le choix du matériau. Certains résultats présentés ici sont valables dans le cas du TA6V mais peuvent ne pas être vrais pour chaque matériau. Ces paramètres n'auront que peu d'incidence en fonction de la géométrie choisie ou de la mise en œuvre de l'élaboration des pièces.

Dans le cas du TA6V, on a pu voir qu'un faible temps de repos ainsi qu'une conductivité thermique du support de fabrication faible étaient préférables afin de réduire l'évacuation de chaleur durant l'élaboration et ainsi de réduire les contraintes résiduelles générées pendant la fabrication. Puissance et vitesse de balayage doivent être choisis ensemble afin



d'éviter des surfusions, qui peuvent faire perdre la précision des cotes, et les défauts de fusions, qui génèrent des porosités anguleuses de grande taille dans le matériau. On a pu voir avec les échantillons en T que la géométrie avait un impact plus fort sur les contraintes que l'orientation de la pièce, puisque c'est la géométrie qui va imposer la longueur des cordons de soudure. La géométrie est souvent fixée afin de permettre à la pièce de définir une fonction. La géométrie peut être adaptée en fabrication additive par une optimisation topologique dans laquelle on peut supprimer la matière inutile à la résistance mécanique. Cette étape doit prendre en compte la minimisation de la longueur des cordons de soudure afin d'être efficace dans la réduction des contraintes résiduelles générées lors de l'élaboration. L'orientation peut aussi être utilisée pour minimiser la longueur des cordons de soudure.

Parmi les paramètres de première importance on trouve les paramètres qui génèrent directement des contraintes résiduelles : Temps de repos, conductivité thermique du support et longueur de cordon de fusion.

Les pavés de différentes dimensions ont montré qu'à partir d'une certaine hauteur d'échantillon (15 mm) les contraintes résiduelles n'augmentaient plus. Avec les échantillons en forme de mur (hauts de 15, 30 et 45 mm) il a été vu que les contraintes résiduelles étaient équivalentes suivant les différentes hauteurs étudiées. Au-delà d'une certaine valeur, les contraintes n'évoluent plus. Au-dessus de 15 mm, la hauteur n'a que peu d'impact sur les contraintes résiduelles. Les problèmes rencontrés couramment avec les pièces de forte massivité proviennent du fait que l'effort sur l'ensemble de la pièce augmente du fait de la quantité de matière contrainte et ce même si les contraintes résiduelles n'augmentent pas en valeur absolue.

Parmi les paramètres de seconde importance on trouve la hauteur de pièce qui n'aura plus d'effet à partir d'un certain seuil.

La position sur le plateau quant à elle semble affecter les contraintes résiduelles en fonction de la machine et de l'évacuation de chaleur qui se fait principalement par le support de fabrication. Dans le cas du TA6V élaboré par LBM, une puissance de 300 W avec une vitesse de balayage de 1800 mm/s, stratégie du constructeur de la machine utilisée, correspond à des paramètres optimum au regard de la figure V.4 et permet d'obtenir un matériau dense. La densité peut altérer l'état de contrainte car les pores libres peuvent relaxer les contraintes comme on l'a vu sur au chapitre précédent sur la figure V.21.

Parmi les paramètres de troisième importance on trouve ceux dont l'effet sur les contraintes n'est pas direct ou clair : La position sur le plateau et la densité d'énergie.

Dans cette seconde partie du chapitre discussion, nous avons pu définir des domaines de fabrication optimum au regard de la densité en fonction de la puissance et de la vitesse du laser choisie. Nous avons pu aborder un problème majeur en fabrication additive qu'est la répétabilité tant de la fabrication des pièces que des mesures faites sur celles-ci en détermination de contraintes résiduelles. Une comparaison des différentes méthodes de déterminations des contraintes résiduelles en fabrication additive a été réalisée, permettant

d'identifier les particularités de chacune d'elles. Puis, à l'aide de la littérature et des résultats obtenus dans cette étude nous avons établi un schéma d'apparition du gradient thermique lors de la fabrication par LBM afin d'expliquer la genèse des contraintes résiduelles. Finalement, nous avons établi une hiérarchie des paramètres pertinents et impactant la genèse des contraintes résiduelles.

Dans ce chapitre nous avons pu mettre en relation les résultats obtenus dans cette étude entre eux mais aussi avec ceux provenant de la littérature. Nous avons pu discuter de la variation des CER déterminées dans cette étude et montrer leur importance dans la détermination des contraintes résiduelles par diffraction. En comparant les différentes grandeurs déterminées ici nous avons pu rendre compte de l'importante anisotropie de la phase  $\alpha'$  et de sa rigidité inférieure à celle de la phase  $\alpha$ . Nous avons complété les observations présentes dans la littérature quant aux domaines de fabrication optimum en termes de puissance et vitesse pour le TA6V en LBM. La répétabilité de la fabrication des échantillons s'est avérée être un problème majeur en fabrication additive dont nous avons essayé de faire une description des limites ici afin de pouvoir discuter des différences observées entre pièces. Les différentes méthodes de déterminations de contraintes se sont montrées cohérentes entre elles et avec les simulations en éléments finis, à l'exception de l'inhomogénéité des contraintes observées en diffraction de neutrons. A l'aide des résultats et de la littérature nous avons proposé un schéma de l'origine des contraintes résiduelles issues du gradient thermique en fabrication additive, provenant des différentes zones affectées différemment par le passage du laser. Cette étude a finalement permis d'établir une hiérarchie des paramètres influents sur la genèse des contraintes résiduelles en LBM.



# Conclusion

Au cours de cette étude, nous avons pu étudier la microstructure de pièces avant et après traitement thermique de détensionnement. Nous avons ainsi pu étudier la phase martensitique  $\alpha'$  qui précipite initialement dans le matériau brut de fabrication. Nous avons pu mettre en évidence par des analyses EBSD le fait que la microstructure n'évoluait pas en fonction de la hauteur de l'échantillon et que les contrastes laissés par les bains de fusion, visibles dans les micrographies, correspondaient bien aux ex-grains  $\beta$ . Nous avons pu voir que le matériau brut de fabrication est texturé morphologiquement mais pas cristallographiquement. De même, nous avons étudié la transition de phase de  $\alpha'$  à  $(\alpha+\beta)$  qui intervient lors d'un traitement thermique vers 550°C. Nous avons constaté la présence de deux distributions de paramètre de maille pour la phase  $\alpha$  après traitement thermique, dont on suppose l'oxydation locale comme origine de ce gonflement de la maille.

Dans un second temps nous avons étudié l'élasticité expérimentalement et par calculs atomistiques. Les simulations DFT utilisant le code VASP ont permis de déterminer le tenseur des rigidités  $C_{ij}$ . L'étude expérimentale a été menée à l'échelle macroscopique par des essais de traction et de vibration acoustique, afin de déterminer le module d'Young, et localement par diffraction de rayons X afin de déterminer les CER. L'ensemble des résultats obtenus indique que la phase martensitique  $\alpha'$  est moins rigide mais plus anisotrope que la phase  $\alpha$ . Nous avons pu noter une variation du module d'Young de l'ordre de 15% d'une phase à l'autre, ainsi que des modules d'élasticité variant plus fortement du plan basal à un plan prismatique dans la phase  $\alpha'$ .

Enfin, l'effet des paramètres de fabrication additive sur les contraintes résiduelles a été étudié par différentes méthodes. Nous avons ainsi pu montrer que la conductivité thermique du support, le temps de repos et la longueur du cordon de fusion avaient un effet important sur les contraintes résiduelles, tandis qu'aucun effet clair de la position sur le plateau, de la hauteur d'échantillon ou de la densité d'énergie n'a pu être mis en évidence. L'identification de ces paramètres permet une meilleure optimisation de ceux-ci afin d'éviter les écueils qui empêchaient la production de certaines pièces en TA6V. Nous avons ensuite étudié l'effet des combinaisons de puissance et vitesse du laser et les corrélés avec les informations provenant de la littérature afin de définir des domaines de fabrications dans lesquels le matériau présente le moins de porosité.

En guise de perspective, il serait maintenant intéressant d'étudier le gradient thermique au cours de l'élaboration de pièce. La mesure de la température sur le lit de poudre, à l'aide d'une caméra thermique par exemple, pourrait permettre de comprendre l'évolution de la température, et donc du gradient thermique, au cours de la fabrication. La compréhension du gradient thermique corrélée aux déterminations de contraintes (en surface par DRX et/ou en volume par diffraction de neutrons) permettrait d'améliorer la compréhension de la genèse des contraintes résiduelles en fabrication additive par fusion laser sur lit de poudre.

De plus, nous avons remarqué la présence d'une asymétrie de répartition des contraintes dans nos échantillons dont nous n'avons pas réussi à trouver l'origine, si ce n'est qu'elle ne provient ni du motif de balayage ni du passage du rouleau compacteur de poudre. Il serait intéressant de tester d'autres paramètres afin d'identifier lequel peut provoquer cette répartition des contraintes dans le matériau.

Actuellement, aucune pièce réalisée en fabrication additive n'est employée telle quelle dans une application. Un traitement de détensionnement est systématiquement utilisé pour relaxer les contraintes. Il serait intéressant d'utiliser les résultats obtenus dans cette étude afin d'arriver à réaliser des pièces dont les contraintes résiduelles seraient suffisamment faibles pour que ce traitement thermique de détensionnement ne soit pas nécessaire. Le fait d'éviter ce traitement thermique pourrait permettre de conserver la microstructure martensitique, qui possède des caractéristiques particulières étudiées ici, tout en s'économisant cette étape de la production.

# Annexes

## Annexe 1 : Notations cristallographiques à quatre indices

Afin de décrire le système de symétrie hexagonal présent dans le titane, on définit les notations cristallographiques dans le système hexagonal en utilisant quatre indices. Cette notation permet de retrouver des familles de plans équivalents par permutation circulaire des trois premiers indices. La figure A1.1 illustre le repère du système hexagonal dont les axes principaux sont donnés par les directions **a**, **b** et **c**, avec  $-(a+b)$  comme quatrième indice.

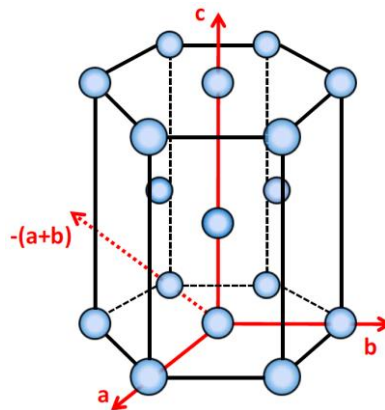


Figure A1.1 – Repère cristallographique de la maille hexagonale (Surand, 2013)

La figure A1.2 donne les relations de conversion des notations à trois indices aux notations à quatre indices pour les plans et les directions. La figure A1.3 quant à elle nomme les différents plans du système hexagonal en donnant les équivalences pour les systèmes à trois et quatre indices.

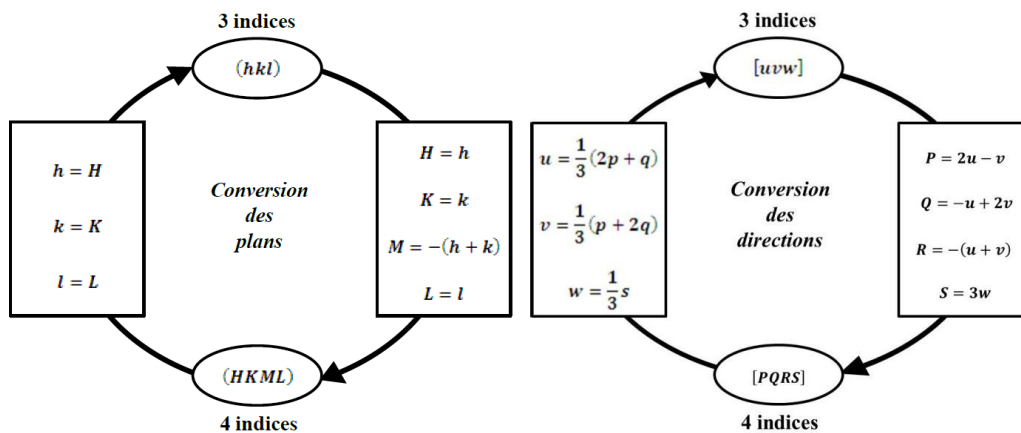


Figure A1.2 – Relations de conversions des notations à trois indices aux notations à quatre indices pour les plans et les directions (Surand, 2013)

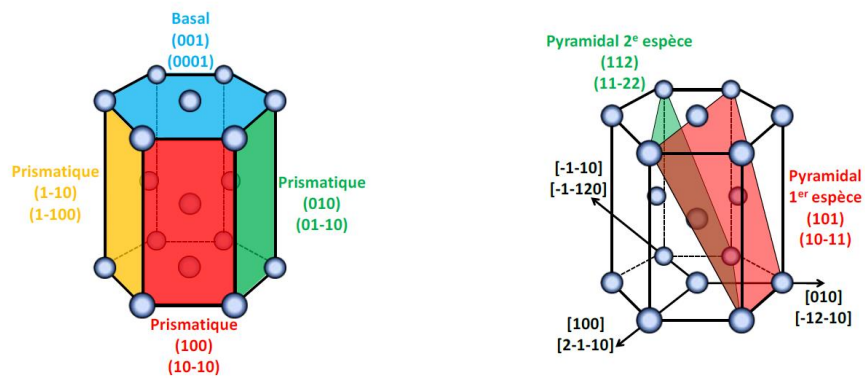


Figure A1.3 – Notations et correspondances dans les repères à trois ou quatre indices des différents directions dans le système hexagonal (Surand, 2013)

## Annexe 2 : Photos des différents lots élaborés

Nous montrons dans cette annexe les différents lots d'échantillons élaborés sur la machine Phoenix Prox200 au CIRIMAT.

Les deux premiers plateaux n'ont que deux pièces chacun et on montre le lot n°2 sur la figure A2.1.

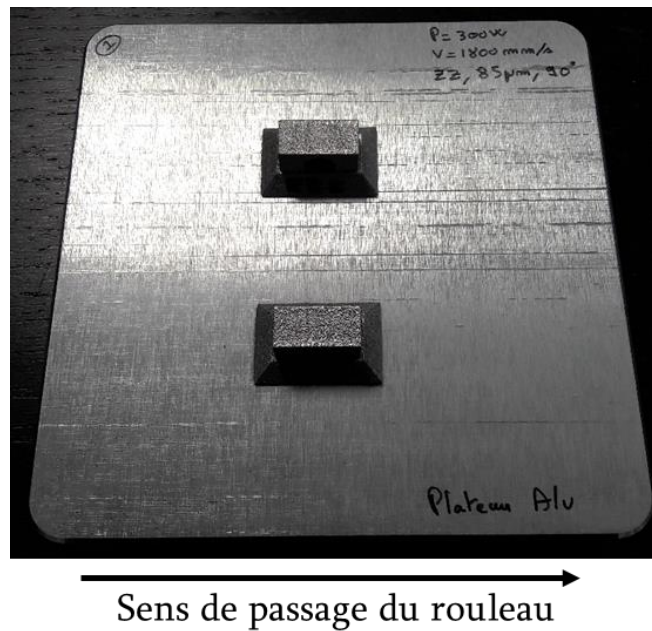


Figure A2.1 – Lot n°2 avec deux échantillons sur un support en aluminium

Sur la figure A2.2 on peut voir le lot n°3 sur lequel 9 échantillons où trois échantillons ont été interrompu au cours de la fabrication.

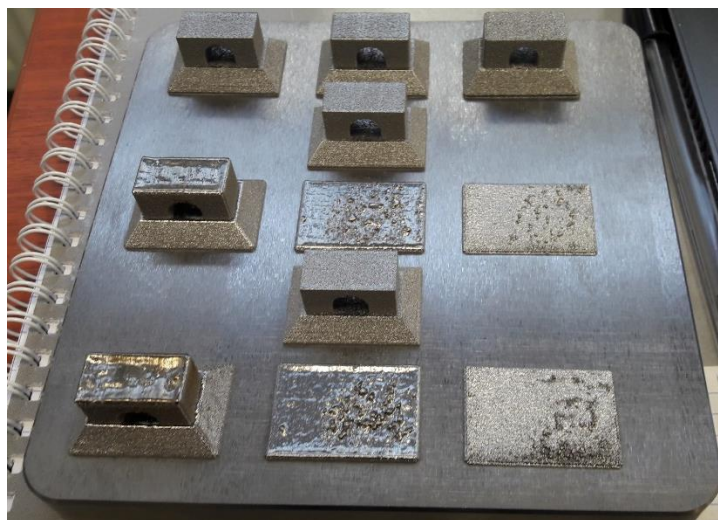


Figure 2 – Lot n°3 avec neufs échantillons avec puissance et vitesses différentes et deux échantillons de référence aux mêmes positions que dans les lots n°1 et 2



La figure A2.3 illustre le lot n°5 sur lequel 9 échantillons en forme de cubes ont été construits avec les mêmes paramètres que les échantillons du lot n°3.

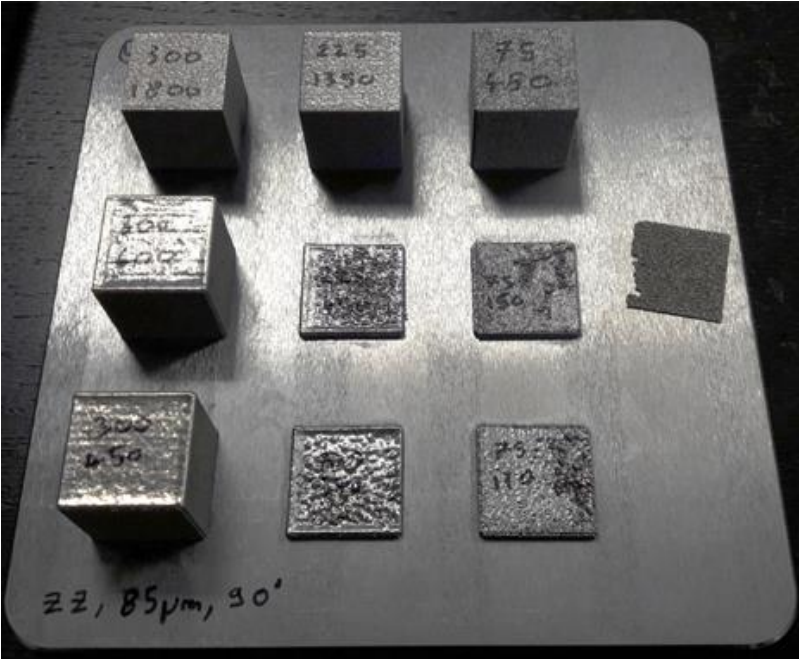


Figure A2.3 – Lot n°3 avec neuf échantillons en forme de cubes avec puissance et vitesses identiques au lot n°3

Le lot contenant les échantillons destiné à l'étude de la massivité, du motif de balayage, du *hatch angle* et de la *hatch distance* est représenté sur la figure A2.4.

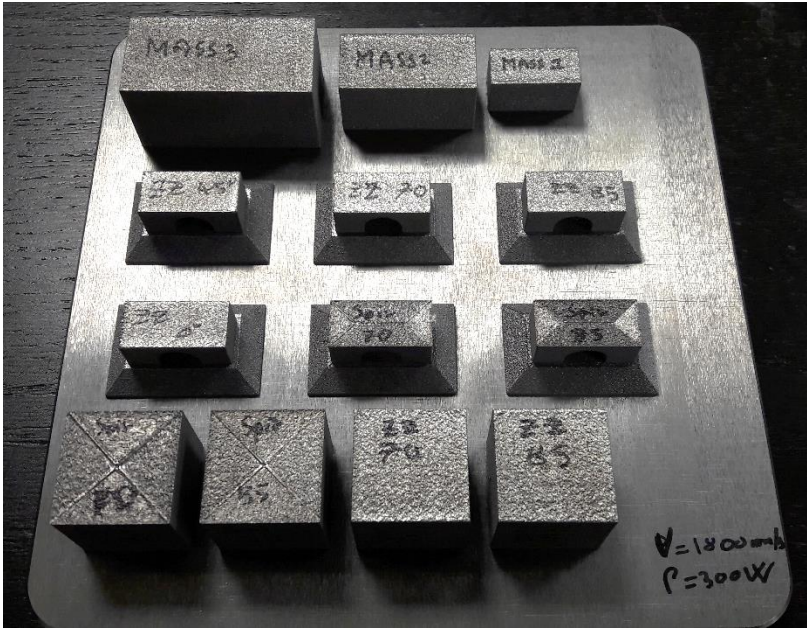


Figure A2.4 – Plateau n°7 pour l'étude de la massivité, du motif de balayage, du *hatch angle* et de la *hatch distance*

La figure A2.5 illustre le lot n°8 destiné à l'étude par diffraction de neutron sur lequel les T et les murs ont été construits.



Figure A2.5 – Lot n°8 sur lequel les T et les murs sont construits en vue d'être étudié par diffraction de neutrons

Sur la figure A2.6 nous montrons les lots n°9 et 10 sur lesquels 15 ponts sont construits pour étudier l'effet de la position sur le plateau sur les contraintes résiduelles.

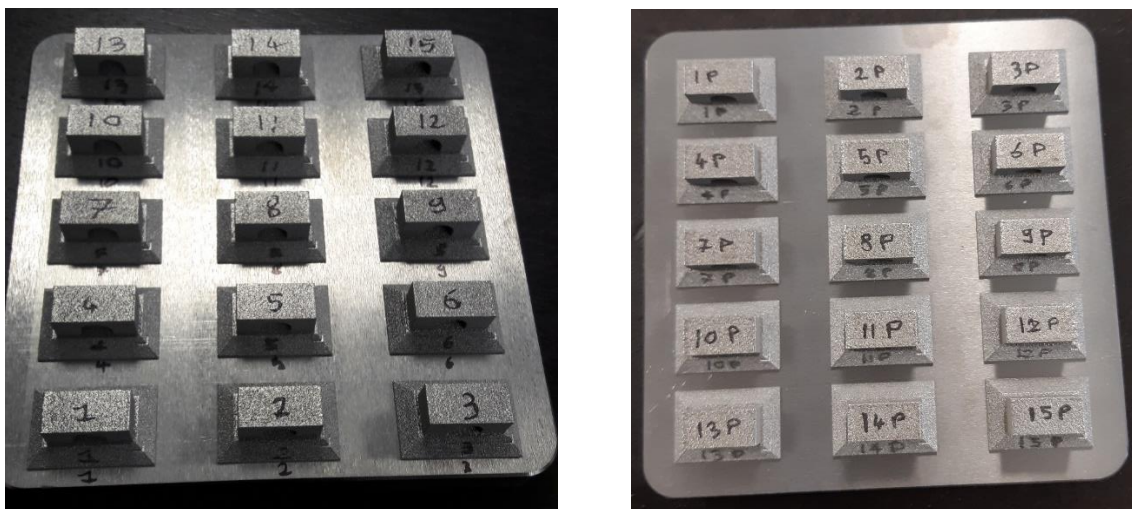


Figure A2.6 – Lots n°9 (à gauche) et 10 (à droite) destinés à l'étude de l'effet de la position sur les contraintes

La figure A2.7 comprend les photos des lots n°11 et 12 sur lesquels seuls quatre ponts ont été fabriqués pour étudier l'effet du temps de repos. Sur le lot n°12 le laser « fabrique » 11

échantillons avec une puissance très faible pour simuler le temps de lasage nécessaire à la fabrication de 15 échantillons en tout sans ajouter de chaleur au support de fabrication.



Figure A2.7 – Lots n°11 (gauche) et 12 (droite) destinés à l'étude de l'effet du temps de repos

Enfin, sur la figure A2.8 on peut voir une photo du lot n°14 conçu pour rechercher le paramètre induisant l'asymétrie de la répartition des contraintes dans les échantillons destiné à être étudié par diffraction de neutrons au HZB à Berlin.



Figure A2.8 – Lots n°14 contenant les échantillons étudiés au HZB à Berlin

## Annexe 3 : Lien entre déformation et tenseur des contraintes résiduelles

Pour accéder aux contraintes, on commence par projeter la déformation  $\varepsilon$  suivant la direction  $n_{\varphi\psi}$  :

$$\begin{aligned}\varepsilon_{\varphi\psi} &= (\sin\psi \cos\varphi \quad \sin\psi \sin\varphi \quad \cos\psi) \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sin\psi \cos\varphi \\ \sin\psi \sin\varphi \\ \cos\psi \end{pmatrix} \\ &= (\sin\psi \cos\varphi \varepsilon_{11} + \sin\psi \sin\varphi \varepsilon_{21} + \cos\psi \varepsilon_{31} \quad \sin\psi \cos\varphi \varepsilon_{12} + \sin\psi \sin\varphi \varepsilon_{22} + \cos\psi \varepsilon_{32} \quad \sin\psi \cos\varphi \varepsilon_{13} + \sin\psi \sin\varphi \varepsilon_{23} + \cos\psi \varepsilon_{33}) \begin{pmatrix} \sin\psi \cos\varphi \\ \sin\psi \sin\varphi \\ \cos\psi \end{pmatrix} \\ &= \varepsilon_{11}(\sin\psi \cos\varphi)^2 + \varepsilon_{22}(\sin\psi \sin\varphi)^2 + \varepsilon_{33}\cos^2\psi + 2\varepsilon_{12}(\sin^2\psi \sin\varphi \cos\varphi) + 2\varepsilon_{13}(\sin\psi \cos\varphi \cos\psi) + 2\varepsilon_{23}(\sin\psi \sin\varphi \cos\psi)\end{aligned}$$

On exprime alors la déformation pour un matériau isotrope homogène en fonction des contraintes à partir de :

$$\varepsilon_i = S_{ij}\sigma_j$$

$$\varepsilon = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{23} \\ 2\varepsilon_{13} \\ 2\varepsilon_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E} & -\frac{\nu}{E} & -\frac{\nu}{E} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu}{E} & \frac{1}{E} & -\frac{\nu}{E} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu}{E} & -\frac{\nu}{E} & \frac{1}{E} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu)}{E} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu)}{E} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu)}{E} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix}$$

On pose  $S_1 = -\frac{\nu}{E}$  et  $\frac{1}{2}S_2 = \frac{1+\nu}{E}$  en faisant l'hypothèse que ces grandeurs sont isotropes. La matrice (S) devient :

$$\begin{pmatrix} S_1 + \frac{1}{2}S_2 & S_1 & S_1 & 0 & 0 & 0 \\ S_1 & S_1 + \frac{1}{2}S_2 & S_1 & 0 & 0 & 0 \\ S_1 & S_1 & S_1 + \frac{1}{2}S_2 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_2 \end{pmatrix}$$

$$\varepsilon = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{23} \\ 2\varepsilon_{13} \\ 2\varepsilon_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{2}S_2\sigma_{11} + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \\ \frac{1}{2}S_2\sigma_{22} + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \\ \frac{1}{2}S_2\sigma_{33} + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \\ S_2\sigma_{23} \\ S_2\sigma_{13} \\ S_2\sigma_{12} \end{pmatrix}$$

$$\varepsilon = \begin{pmatrix} \frac{1}{2}S_2\sigma_{11} + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) & \frac{1}{2}S_2\sigma_{12} & \frac{1}{2}S_2\sigma_{13} \\ \frac{1}{2}S_2\sigma_{21} & \frac{1}{2}S_2\sigma_{22} + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) & \frac{1}{2}S_2\sigma_{23} \\ \frac{1}{2}S_2\sigma_{31} & \frac{1}{2}S_2\sigma_{32} & \frac{1}{2}S_2\sigma_{33} + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \end{pmatrix}$$

On remplace dans l'équation  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  :

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\varphi\psi} &= [\frac{1}{2}S_2\sigma_{11} + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33})](\sin\psi \cos\varphi)^2 + [\frac{1}{2}S_2\sigma_{22} + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33})](\sin\psi \sin\varphi)^2 + [\frac{1}{2}S_2\sigma_{33} + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22} \\ &\quad + \sigma_{33})] \cos^2\psi + 2\frac{1}{2}S_2\sigma_{12}(\sin^2\psi \sin\varphi \cos\varphi) + 2\frac{1}{2}S_2\sigma_{13}(\sin\psi \cos\varphi \cos\psi) + 2\frac{1}{2}S_2\sigma_{23}(\sin\psi \sin\varphi \cos\psi) \\ &= \frac{1}{2}S_2 \sin^2\psi [\sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi + 2\sigma_{12}\sin\varphi \cos\varphi - \sigma_{33}] + \frac{1}{2}S_2\sigma_{33} + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \frac{1}{2}S_2 \sin 2\psi (\sigma_{13} \cos\varphi + \sigma_{32} \sin\varphi) \\ &\quad + S_1 \sin^2\psi [(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \cos^2\varphi + (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \sin^2\varphi - (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33})] \end{aligned}$$

D'où l'équation reliant la déformation  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  au tenseur des contraintes résiduelles :

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1}{2}S_2 \sin^2\psi [\sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi + 2\sigma_{12}\sin\varphi \cos\varphi - \sigma_{33}] + \frac{1}{2}S_2 \sin 2\psi (\sigma_{13} \cos\varphi + \sigma_{32} \sin\varphi) + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22}) + \sigma_{33}(\frac{1}{2}S_2 + S_1)$$

# Références bibliographiques

Agius, D., Kourousis, K.I., Wallbrink, C., and Song, T. (2017). Cyclic Plasticity and Microstructure of As-built SLM Ti-6Al-4V: The Effect of Build Orientation. *Mater. Sci. Eng. A* *701*, 85–100.

Ali, H., Ghadbeigi, H., and Mumtaz, K. (2018). Effect of scanning strategies on residual stress and mechanical properties of Selective Laser Melted Ti6Al4V. *Mater. Sci. Eng. A* *712*, 175–187.

Aurock (2019). Mesure de module d'Young par résonance acoustique sur un échantillon en TA6V (Albi: Société Aurock).

Bercegeay, C., and Bernard, S. (2005). First-principles equations of state and elastic properties of seven metals. *Phys. Rev. B* *72*, 214101.

Boyer, R., Collings, E.W., and Welsch, G. (1994). *Materials Properties Handbook : Titanium Alloys (USA)*.

Bruno, G., and Dunn, B.D. (1997). The precise measurement of Ti6Al4V microscopic elastic constants by means of neutron diffraction. *Meas. Sci. Technol.* *8*, 1244–1249.

Burgers, W.G. (1934). On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium. *Physica* *1*, 561–586.

Cao, J., Gharghoury, M.A., and Nash, P. (2016). Finite-element analysis and experimental validation of thermal residual stress and distortion in electron beam additive manufactured Ti-6Al-4V build plates. *J. Mater. Process. Technol.* *237*, 409–419.

Casavola, K., and Pappalettere, C. (2008). Experimental Analysis of Residual Stresses in the Selective Laser, In Proceedings of the XIth International Congress and Exposition, Society for Experimental Mechanics Inc.

Cast3m <http://www-cast3m.cea.fr/>.

CEA Documentation du Laboratoire Léon Brillouin.

Combres, Y. (2013). Traitements thermiques des alliages de titane. *Tech. Ing. M1335 V3*.

Conrad, H. (1981). Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium. *Prog. Mater. Sci.* *26*, 123–403.

Cullity, B.D., and Stock, S.R. (2014). *Elements of X-Ray Diffraction - 3rd Edition (Prentice Hall)*.

D&Consultants (2017). Etude sur les impacts technologiques et industriels de la fabrication additive sur les filières de la sous-traitance industrielle en région Occitanie/Pyrénées-Méditerranée (Occitanie: Madeeli).

Deleuze, C. (2010). Méthodologie d'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X sur des pièces d'alliage de titane de nuance Ti-10V-2Fe-3Al. Thèse (Paris). Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers.

Denlinger, E.R., and Michaleris, P. (2016). Effect of stress relaxation on distortion in additive manufacturing process modeling. *Addit. Manuf.* *12, Part A*, 51–59.

Denlinger, E.R., Heigel, J.C., and Michaleris, P. (2014). Residual stress and distortion modeling of electron beam direct manufacturing Ti-6Al-4V. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part B J. Eng. Manuf.* *229*, 1803–1813.

Denlinger, E.R., Heigel, J.C., Michaleris, P., and Palmer, T.A. (2015). Effect of inter-layer dwell time on distortion and residual stress in additive manufacturing of titanium and nickel alloys. *J. Mater. Process. Technol.* *215*, 123–131.

Dolle, and Hauk (2018). Röntgenographische Bestimmung von Mikrospannungen in polykristallinen Werkstoffen und ihr Verhalten bei statischer Verformung und schwingender Beanspruchung (Mainz).

Edwards, P., and Ramulu, M. (2014). Fatigue performance evaluation of selective laser melted Ti-6Al-4V. *Mater. Sci. Eng. A* *598*, 327–337.

Edwards, P., and Ramulu, M. (2015). Effect of build direction on the fracture toughness and fatigue crack growth in selective laser melted Ti-6Al-4 V. *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* *38*, 1228–1236.

Eigenmann, B., and Macherach, E. (1995). Röntgenographische Untersuchung von Spannungszuständen in Werkstoffen.

Facchini, L., Magalini, E., Robotti, P., Molinari, A., Höges, S., and Wissenbach, K. (2010). Ductility of a Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting of prealloyed powders. *Rapid Prototyp. J.* *16*, 450–459.

François, M. (2003). Scale transition models and X-ray stress analysis. *Rev. Métallurgie* *100*, 1137–1149.

Gong, H., Rafi, K., Starr, T., and Stucker, B. (2013). The Effects of Processing Parameters on Defect Regularity in Ti-6Al-4V Parts Fabricated By Selective Laser Melting and Electron Beam Melting. (Austin, Texas, USA: Proceeding of the Solid Freeform Fabrication Symposium), p. 17.

- Gong, H., Rafi, K., Gu, H., Janaki Ram, G.D., Starr, T., and Stucker, B. (2015). Influence of defects on mechanical properties of Ti-6Al-4 V components produced by selective laser melting and electron beam melting. *Mater. Des.* *86*, 545–554.
- Gray, G.T., Luetjering, G., and Williams, J.C. (1990). The influence of oxygen on the structure, fracture, and fatigue crack propagation behavior of Ti-8.6 Wt Pct Al. *Metall. Trans. A* *21*, 95–105.
- Grum, J., and Šturm, R. (2004). A new experimental technique for measuring strain and residual stresses during a laser remelting process. *J. Mater. Process. Technol.* *147*, 351–358.
- Hadmar, P. (1996). Contribution à l'étude par diffractométrie X du comportement mécanique d'alliages métalliques polyphasés. Thèse. Université d'Aix-Marseille II.
- Hao, Y.-J., Zhang, L., Chen, X.-R., Li, Y.-H., and He, H.-L. (2008). First-principles phase transition and equation of state of titanium. *Solid State Commun.* *146*, 105–109.
- Hauk, V. (1997). *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods* (Elsevier).
- He, J., Li, D., Jiang, W., Ke, L., Qin, G., Ye, Y., Qin, Q., and Qiu, D. (2019). The Martensitic Transformation and Mechanical Properties of Ti6Al4V Prepared via Selective Laser Melting. *Materials* *12*, 321.
- Heidelbach, F., Riekkel, C., and Wenk, H.-R. (1999). Quantitative texture analysis of small domains with synchrotron radiation X-rays. *J. Appl. Crystallogr.* *32*, 841–849.
- Hennig, R.G., Lenosky, T.J., Trinkle, D.R., Rudin, S.P., and Wilkins, J.W. (2008). Classical potential describes martensitic phase transformations between the  $\alpha$ ,  $\beta$ , and  $\omega$  titanium phases. *Phys. Rev. B* *78*.
- Hillert, M. (1961). A solid-solution model for inhomogeneous systems. *Acta Metall.* *9*, 525–535.
- Hocheid, B., Kilma, A., Beauvais, C., Rapin, M., and Roux, C. (1970). Study of transformations of Titanium alloy TA6V under isothermal conditions, *Memoires Scientifiques de la Revue de Metallurgie.* *67*, 583.
- Hodge, N.E., Ferencz, R.M., and Vignes, R.M. (2016). Experimental comparison of residual stresses for a thermomechanical model for the simulation of selective laser melting. *Addit. Manuf.* *12*, 159–168.
- Huez, J., Feugas, X., Helbert, A.L., Guillot, I., and Clavel, M. (1998). Damage Process in Commercially Pure alpha-Titanium Alloy without (Ti40) and with (Ti40-H) Hydrides. *Metall. Mater. Trans. A* *29*, 1615–1628.



- Ikehata, H., Nagasako, N., Furuta, T., Fukumoto, A., Miwa, K., and Saito, T. (2004). First-principles calculations for development of low elastic modulus Ti alloys. *Phys. Rev. B* *70*, 174113.
- Keller, N., and Ploshikhin, V. (2014). New Method for Fast Predictions of Residual Stress and Distortion of AM Parts. (Austin, Texas, USA: Proceeding of the Solid Freeform Fabrication Symposium), p. 25.
- Kresse, G., and Hafner, J. (1993). Ab initio molecular dynamics for liquid metals. *Phys. Rev. B* *47*, 558–561.
- Kresse, G., and Joubert, D. (1999). From ultrasoft pseudopotentials to the projector augmented-wave method. *Phys. Rev. B* *59*, 1758–1775.
- Kruth, J.-P., Deckers, J., Yasa, E., and Wauthlé, R. (2012). Assessing and comparing influencing factors of residual stresses in selective laser melting using a novel analysis method. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part B J. Eng. Manuf.* *226*, 980–991.
- Lagutkin, S., Achelis, L., Sheikhaliev, S., Uhlenwinkel, V., and Srivastava, V. (2004). Atomization process for metal powder. *Mater. Sci. Eng. A* *383*, 1–6.
- Le Maitre, F. (1970). Etude des transformations en refroidissement continu de l'alliage de titane TA6V. *Memoires Sci. Rev. Metall.* *563*.
- Lee, Y.S., and Zhang, W. (2016). Modeling of heat transfer, fluid flow and solidification microstructure of nickel-base superalloy fabricated by laser powder bed fusion. *Addit. Manuf.* *12*, 178–188.
- Lee, Y.T., and Welsch, G. (1990). Young's modulus and damping of Ti-6Al-4V alloy as a function of heat treatment and oxygen concentration. *Mater. Sci. Eng. A* *128*, 77–89.
- Liu, Y., Yang, Y., and Wang, D. (2016). A study on the residual stress during selective laser melting (SLM) of metallic powder. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* *87*, 1–10.
- Lutjering, G., and Williams, J.C. (2003). *Titanium* (Springer).
- Maisonneuve, J. (2008). Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718: projection et fusion sélective par laser. Thèse (Paris). École nationale supérieure des mines.
- Megahed, M., Mindt, H.-W., N'Dri, N., Duan, H., and Desmaison, O. (2016). Metal additive-manufacturing process and residual stress modeling. *Integrating Mater. Manuf. Innov.* *5*, 61–93.
- Mercelis, P., and Kruth, J.-P. (2006). Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting. *Rapid Prototyp. J.* *12*, 254–265.

- Mertens, A., Reginster, S., Paydas, H., Contrepois, Q., Dormal, T., Lemaire, O., and Lecomte-Beckers, J. (2014). Mechanical properties of alloy Ti-6Al-4V and of stainless steel 316L processed by selective laser melting: influence of out-of-equilibrium microstructures. *Powder Metall.* *57*, 184–189.
- Mishurova, T., Cabeza, S., Artzt, K., Haubrich, J., Klaus, M., Genzel, C., Requena, G., and Bruno, G. (2017). An Assessment of Subsurface Residual Stress Analysis in SLM Ti-6Al-4V. *Materials* *10*, 348–352.
- Molchanova, E.K. (1965). Phase diagrams of Titanium Alloys (Jerusalem: Israel Program for Scientific Translation).
- Mukherjee, T., Manvatkar, V., De, A., and DebRoy, T. (2017). Mitigation of thermal distortion during additive manufacturing. *Scr. Mater.* *127*, 79–83.
- Mukherjee, T., Wei, H.L., De, A., and DebRoy, T. (2018). Heat and fluid flow in additive manufacturing—Part I: Modeling of powder bed fusion. *Comput. Mater. Sci.* *150*, 304–313.
- Ng, C.C., Savalani, M.M., Lau, M.L., and Man, H.C. (2011). Microstructure and mechanical properties of selective laser melted magnesium. *Appl. Surf. Sci.* *257*, 7447–7454.
- Ogi, H., Kai, S., Ledbetter, H., Tarumi, R., Hirao, M., and Takashima, K. (2004). Titanium's high-temperature elastic constants through the hcp–bcc phase transformation. *Acta Mater.* *52*, 2075–2080.
- Papadakis, L., Loizou, A., Risse, J., and Schrage, J. (2014). Numerical Computation of Component Shape Distortion Manufactured by Selective Laser Melting. *Procedia CIRP* *18*, 90–95.
- Parry, L., Ashcroft, I.A., and Wildman, R.D. (2016). Understanding the effect of laser scan strategy on residual stress in selective laser melting through thermo-mechanical simulation. *Addit. Manuf.* *12, Part A*, 1–15.
- Perdew, J.P., Burke, K., and Ernzerhof, M. (1997). Generalized Gradient Approximation Made Simple [Phys. Rev. Lett. *77*, 3865 (1996)]. *Phys. Rev. Lett.* *78*, 1396–1396.
- Qiu, C., Adkins, N.J.E., and Attallah, M.M. (2013). Microstructure and tensile properties of selectively laser-melted and of HIPed laser-melted Ti-6Al-4V. *Mater. Sci. Eng. A* *578*, 230–239.
- Reuss, A. (1929). Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle. *ZAMM - Z. Für Angew. Math. Mech.* *9*, 49–58.
- Roehling, J.D., Smith, W.L., Roehling, T.T., Vrancken, B., Guss, G.M., McKeown, J.T., Hill, M.R., and Matthews, M.J. (2019). Reducing residual stress by selective large-area diode

surface heating during laser powder bed fusion additive manufacturing. *Addit. Manuf.* **28**, 228–235.

Rosenberg, H.W. (1970). Titanium Alloying in Theory and Practice. In *The Science, Technology and Application of Titanium*, R.I. Jaffee, and N.E. Promisel, eds. (Pergamon), pp. 851–859.

Sakai, T., and Fine, M.E. (1974). Failure of Schmid's law in Ti–Al alloys for prismatic slip. *Scr. Metall.* **8**, 541–544.

Schneider, C.A., Rasband, W.S., and Eliceiri, K.W. (2012). NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. *Nat. Methods* **9**, 671–675.

Shiomi, M., Osakada, K., Nakamura, K., Yamashita, T., and Abe, F. (2004). Residual Stress within Metallic Model Made by Selective Laser Melting Process. *CIRP Ann. - Manuf. Technol.* **53**, 195–198.

Simonelli, M., Tse, Y.Y., and Tuck, C. (2014). Effect of the build orientation on the mechanical properties and fracture modes of SLM Ti–6Al–4V. *Mater. Sci. Eng. A* **616**, 1–11.

Song, B., Dong, S., Zhang, B., Liao, H., and Coddet, C. (2012). Effects of processing parameters on microstructure and mechanical property of selective laser melted Ti6Al4V. *Mater. Des.* **35**, 120–125.

Sprauel, J.M. (1994). *Evaluation des contraintes résiduelles dans les matériaux polyphasés* (A. Lodini and M.Perrin, editors).

Strantza, M., Vafadari, R., de Baere, D., Vrancken, B., van Paepegem, W., Vandendael, I., Terryn, H., Guillaume, P., and van Hemelrijck, D. (2016). Fatigue of Ti6Al4V Structural Health Monitoring Systems Produced by Selective Laser Melting. *Materials* **9**, 106.

Surand, M. (2013). *Etude du Comportement Viscoplastique en Traction et en Fluage de l'Alliage TA6V de 20 à 600 Degres Celsius*. Thèse. Université de Toulouse.

Szost, B.A., Terzi, S., Martina, F., Boisselier, D., Prytuliak, A., Pirling, T., Hofmann, M., and Jarvis, D.J. (2016). A comparative study of additive manufacturing techniques: Residual stress and microstructural analysis of CLAD and WAAM printed Ti–6Al–4V components. *Mater. Des.* **89**, 559–567.

Thijs, L., Verhaeghe, F., Craeghs, T., Humbeeck, J.V., and Kruth, J.-P. (2010). A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti–6Al–4V. *Acta Mater.* **58**, 3303–3312.

Tricot, R. (1988). *Traitements thermomécaniques des alliages de titane pour l'aéronautique*. *Matér. Tech.* **76**, 47–64.

- Tromans, D. (2011). Elastic Anisotropy of HCP metal crystals and polycrystals. *Int. J. Res. Rev. Appl. Sci.* *6*, 462–483.
- Vasinonta, A., Beuth, J., and Griffith, M. (2000). Process Maps for Controlling Residual Stress and Melt Pool Size in Laser-Based SFF Processes. (Austin, Texas, USA: Proceeding of the Solid Freeform Fabrication Symposium), pp. 200–208.
- Vilaro, T., Colin, C., and Bartout, J.D. (2011). As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting. *Metall. Mater. Trans. A* *42*, 3190–3199.
- Voigt, W. (1910). *Lehrbuch der kristallphysik* (Leipzig, Berlin, B.G. Teubner).
- Vrancken, R. Wauthle, J.-P. Kruth, and J. Van Humbeeck (2013a). Study of the influence of material properties on residual stress in selective laser meltings. (Austin, Texas, USA: Proceeding of the Solid Freeform Fabrication Symposium), p.
- Vrancken, B., Wauthlé, R., Kruth, J.-P., and Van Humbeeck, J. (2013b). Study of the Influence of Material Properties on Residual Stress.
- Vrancken, B., Cain, V., Knutsen, R., and Van Humbeeck, J. (2014). Residual stress via the contour method in compact tension specimens produced via selective laser melting. *Scr. Mater.* *87*, 29–32.
- Wang, Z., Stoica, A.D., Ma, D., and Beese, A.M. (2017). Stress relaxation behavior and mechanisms in Ti-6Al-4V determined via in situ neutron diffraction: Application to additive manufacturing. *Mater. Sci. Eng. A* *707*, 585–592.
- Williams, S. (2018). Production of large scale titanium engineering structures using wire based additive manufacture, Journées Technologiques du Titane (Nantes, France).
- Williams, J.C., Sommer, A.W., and Tung, P.P. (1972). The Influence of Oxygen Concentration on the Internal Stress and Dislocation Arrangements in Titanium. *Metall. Mater. Trans. B* *2*, 2979–2984.
- Wilson, N.C., McGregor, K., Gibson, M.A., and Russo, S.P. (2015). The effect of dopant incorporation on the elastic properties of Ti metal. *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.* *23*, 015005.
- Xu, W., Brandt, M., Sun, S., Elambasseril, J., Liu, Q., Latham, K., Xia, K., and Qian, M. (2015). Additive manufacturing of strong and ductile Ti–6Al–4V by selective laser melting via in situ martensite decomposition. *Acta Mater.* *85*, 74–84.
- Yang, J., Yu, H., Yin, J., Gao, M., Wang, Z., and Zeng, X. (2016). Formation and control of martensite in Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting. *Mater. Des.* *108*, 308–318.

Zhang, J.-M., Zhang, Y., Xu, K.-W., and Ji, V. (2006). General compliance transformation relation and applications for anisotropic hexagonal metals. *Solid State Commun.* *139*, 87–91.

Zhao, X., Li, S., Zhang, M., Liu, Y., Sercombe, T.B., Wang, S., Hao, Y., Yang, R., and Murr, L.E. (2016). Comparison of the microstructures and mechanical properties of Ti–6Al–4V fabricated by selective laser melting and electron beam melting. *Mater. Des.* *95*, 21–31.

Zhou, X., Liu, X., Zhang, D., Shen, Z., and Liu, W. (2015). Balling phenomena in selective laser melted tungsten. *J. Mater. Process. Technol.* *222*, 33–42.