

Titre: Comportement mécanique monotone et cyclique d'éprouvettes de section millimétrique mises en forme par fusion laser sur lit de poudre
Title:

Auteur: Nicolas Wawrzyniak
Author:

Date: 2023

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Wawrzyniak, N. (2023). Comportement mécanique monotone et cyclique d'éprouvettes de section millimétrique mises en forme par fusion laser sur lit de poudre [Thèse de doctorat, Polytechnique Montréal]. PolyPublie.
Citation: <https://publications.polymtl.ca/10805/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/10805/>
PolyPublie URL:

Directeurs de recherche: Myriam Brochu, & Mathieu Brochu
Advisors:

Programme: Génie mécanique
Program:

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

**Comportement mécanique monotone et cyclique d'éprouvettes de section
millimétrique mises en forme par fusion laser sur lit de poudre**

NICOLAS WAWRZYNIAK

Département de génie mécanique

Thèse présentée en vue de l'obtention du diplôme de *Philosophiæ Doctor*

Génie mécanique

Février 2023

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

Cette thèse intitulée :

Comportement mécanique monotone et cyclique d'éprouvettes de section millimétrique mises en forme par fusion laser sur lit de poudre

présentée par **Nicolas WAWRZYNIAK**

en vue de l'obtention du diplôme de *Philosophiæ Doctor*

a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de :

Sylvain Turenne, président

Myriam Brochu, membre et directrice de recherche

Mathieu Brochu, membre et codirecteur de recherche

Jean-Philippe Harvey, membre

Louise Toualbi, membre externe

DÉDICACE

À Dillon Ojo

REMERCIEMENTS

Je tiens d'abord à remercier mon équipe de direction, Pre. Myriam Brochu à Polytechnique et Pr. Mathieu Brochu à McGill, pour leur soutien et leurs conseils pendant plus de quatre ans. Merci aussi à Priti Wanjara et Javad Gholipour du NRC-CTFA, et Pr. Etienne Pessard de l'ENSAM pour leur temps et leurs conseils.

Merci au CRIAQ et aux partenaires industriels : NRC-CNRC, Bell Helicopter Textron, Bombardier Inc., Edmit Industries Inc., Equispheres, Héroux-Devtek, Liburdi, MDA, Pratt & Whitney Canada, et Precision ADM.

Merci aux membres du jury pour leur implication.

Pour leur précieuse aide technique, un grand merci à : Maxime Guérin et Xavier Pelletier au CTFA (NRC-CNRC), Etienne Bousser et Philippe Plamondon au CM², Marie-Hélène Bernier au département de Génie Physique, Kambiz Chizari au LM2, Alexandre Bois-Brochu au CMQ, Jose Muñiz Lerma, Abhi Gosh, Xianglong Wang, et Fatih Sikan à McGill.

J'en profite pour saluer les membres de l'équipe et étudiants du département : Simon, Cécile, Paul, Mohammed, Bénédicte, Anais, Meysam, Luiz, Yanis, Aidin, Forough, Davoud, Elvire, Jérianne, Mohammed, Kashim, Andrea, Thomas, Hugo, Josée, Nicolas, Maxime, Heidar, Apratim.

Enfin, merci à ma famille et mes proches de toujours me soutenir et me supporter.

RÉSUMÉ

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'un programme de recherche collaboratif entre le milieu académique et des acteurs industriels du secteur aérospatial au Québec. Le projet constitue un effort vers la certification des pièces technologiques obtenues par fabrication additive des métaux. L'objectif principal de ce doctorat consiste à proposer des stratégies de mesures justes et précises pour la caractérisation en traction et en fatigue d'éprouvettes de section millimétrique mises en forme par fusion laser sur lit de poudre (LPBF). Aucune norme n'existe à ce jour pour l'utilisation de telles éprouvettes.

Dans un premier temps, une méthodologie d'essais de traction a été développée avec des éprouvettes rectangulaires ayant des dimensions dans la section réduite de $1 \times 1,5 \times 7 \text{ mm}^3$. Ces éprouvettes miniatures ont été utilisées pour mesurer les propriétés en traction de l'acier inoxydable 316L mis en forme par LPBF. Trois états de surface ont été considérés : telle que fabriquée par LPBF avec une rugosité de surface moyenne R_a de $7,4 \text{ }\mu\text{m}$ et $14,5 \text{ }\mu\text{m}$, et usinée et polie. L'aire dans la section réduite a été mesurée selon quatre méthodes non destructives. Une résistance mécanique moyenne de 558 MPa a été mesurée pour les éprouvettes miniatures telles que fabriquées, comparée à une moyenne de 625 MPa mesurée avec des éprouvettes de dimensions normalisées. Cette différence a été expliquée par deux éléments. Premièrement, un effet d'échelle technologique : le dépôt de sections millimétriques a résulté en une microstructure plus grossière comparée à celle des sections plus épaisses. Deuxièmement, un effet métrologique : lorsque comparée à l'aire dans la section réduite mesurée par tomodynamométrie, l'aire obtenue à partir de mesures des dimensions avec un micromètre à pointe représentait une surestimation de 5% . Cela a mené à une sous-estimation de la résistance mécanique de 5% . Un allongement à la rupture moyen de 39% a été mesuré avec des éprouvettes à la surface telle que fabriquée avec un fini grossier. Les autres groupes d'éprouvettes ont mené à un allongement à la rupture autour de 55% . Cette réduction de ductilité a été expliquée par l'effet de la rugosité de surface. Les effets métrologiques et technologiques ainsi mis en évidence ont permis de rationaliser la dispersion sur la résistance en traction et l'allongement à la rupture du 316L mis en forme par LPBF dans la littérature.

Dans un second temps, les propriétés en traction du Ti6Al4V mis en forme par LPBF ont été mesurées avec des éprouvettes rectangulaires ayant des dimensions dans la section réduite de

$1 \times 1,5 \times 7$ et $3 \times 3 \times 12,5$ mm³, ainsi qu'avec des éprouvettes de dimensions normalisées. L'aire dans la section réduite a été mesurée à l'aide d'un pied à coulisse, d'un micromètre à pointe, et par tomodynamométrie. Aucun effet des dimensions déposées sur la microstructure ou la microdureté n'a été détecté. Comme observé avec le 316L, la mesure des dimensions avec un micromètre à pointe a mené à une surestimation de l'aire dans la section réduite. Cela a mené à une sous-estimation de la résistance mécanique de 7 %. En utilisant l'aire minimale dans la section réduite obtenue par tomodynamométrie, des résistances mécaniques similaires ont été obtenues pour les trois géométries d'éprouvettes. Un allongement à la rupture moyen de 9,4 % a été mesuré avec les plus petites éprouvettes, comparé à 12,3 % avec les deux autres géométries. Cette réduction de ductilité a été expliquée par un rapport de minceur supérieur, une densité relative réduite, et un effet de la rugosité relativement plus important pour les éprouvettes de petites dimensions, comparativement aux éprouvettes de dimensions normalisées.

Une méthodologie d'essais de fatigue uniaxiale avec des éprouvettes de section millimétrique, aux surfaces usinées et polies, a ensuite été développée. La résistance à 10^6 cycles d'éprouvettes de 316L mis en forme par LPBF a été déterminée par une méthode de chargement par paliers. Des mâchoires spécifiquement conçues pour la sollicitation mécanique d'éprouvettes miniatures ont été utilisées. Un abattement de la résistance en fatigue de l'ordre de 150 MPa, comparé à des éprouvettes de dimensions normalisées, a été expliqué par une population de discontinuités de fabrication de plus grandes dimensions au sein des éprouvettes de petite taille.

Les méthodologies d'essais ont été mises en œuvre pour la caractérisation en fatigue uniaxiale du Ti6Al4V mis en forme par LPBF avec des éprouvettes d'un diamètre de 1,5 mm dans la section réduite. La résistance à 10^6 cycles a été quantifiée grâce à la méthode de chargement par paliers. La résistance en fatigue d'éprouvettes normalisées a aussi été déterminée. La comparaison des éléments microstructuraux, de la microdureté, et de la densité relative n'a pas révélé de différence entre les deux géométries d'éprouvettes. L'examen des faciès de rupture pour les deux géométries a révélé des amorces de fissures de fatigue depuis des discontinuités en surface ou internes, de nature variée : pores sphériques, hétérogénéités microstructurales fragiles, particules riches en Si à la surface. Une résistance à 10^6 cycles de 857 ± 56 MPa a été mesurée avec les éprouvettes miniatures, contre 698 ± 98 MPa (1 écart-type) pour les éprouvettes normalisées. La représentation des résultats sur un diagramme de Kitagawa-Takahashi a permis de rationaliser les variations de résistance en fatigue par l'effet d'échelle statistique et la taille des discontinuités. La

réduction du volume sollicité en fatigue réduit la probabilité d'y trouver une discontinuité de grandes dimensions, et mène à l'amorce de fissures depuis des discontinuités moins critiques. Finalement, à partir de la répartition statistique des résultats expérimentaux, un diagramme de Kitagawa-Takahashi probabiliste a été proposé pour prédire la résistance en fatigue du Ti6Al4V de haute densité mis en forme par LPBF.

Des méthodologies expérimentales permettant la mesure juste et précise des propriétés de traction et de fatigue d'éprouvettes de section millimétrique mises en forme par LPBF ont ainsi été développées. Ce travail de doctorat a mené à quatre conclusions. Premièrement, l'effet métrologique affecte la mesure des propriétés de traction. Deuxièmement, l'effet d'échelle technologique affecte les propriétés de traction. Ensuite, les méthodologies d'essais de fatigue développées, et la qualité métallurgique du Ti6Al4V de LPBF étudié, ont donné accès à des résistances en fatigue supérieures aux valeurs dans la littérature. Enfin, le modèle probabiliste proposé permet de prédire la résistance en fatigue du Ti6Al4V de LPBF, indépendamment des dimensions d'éprouvettes.

ABSTRACT

This work is part of a collaborative research program between academic and industrial actors of the aerospace sector in Quebec. The program constitutes an effort towards the certification of additively manufactured metallic parts. The objective of this PhD thesis is to propose experimental methodologies for the precise and accurate measurement of the tensile and fatigue properties of millimetric specimens fabricated by laser powder bed fusion (LPBF).

First, a tensile test methodology was developed using rectangular specimens with a reduced section of $1 \times 1,5 \times 7 \text{ mm}^3$. These miniature specimens were employed for the tensile characterization of 316L stainless steel produced by LPBF. Three surface conditions were considered: as-built by LPBF, with an average surface roughness R_a of $7,4 \text{ }\mu\text{m}$ and $14,5 \text{ }\mu\text{m}$, as well as machined and polished. The cross-sectional area was measured using four non-destructive methods. As-built miniature specimens yielded an average ultimate tensile strength of 558 MPa, compared to 625 MPa measured with standard-sized specimens. Two aspects explained this difference. Firstly, a technological size effect: printing millimetric sections resulted in a coarser microstructure, compared to the thicker sections. Secondly, a metrological aspect: when compared with the cross-sectional area measured on computed tomography scans, the cross-sectional area based the dimensions measured with a point micrometer was larger by 5 %. This led to a 5 % underestimation of the ultimate tensile strength. An elongation at break of 39 % was measured using specimens with surfaces in rough as-built condition. The other specimen groups yielded values of elongation at break around 55 %. This reduction in ductility was explained by the effect of the surface roughness. The technological size effect and the metrological effect rationalized the dispersion on the ultimate tensile strength and elongation at break of LPBF 316L in the literature.

Next, the tensile properties of LPBF Ti6Al4V were measured using rectangular specimens with dimensions in the reduced section of $1 \times 1,5 \times 7$ and $3 \times 3 \times 12,5 \text{ mm}^3$, as well as standard-sized specimens. The cross-sectional area was measured using a caliper, a point micrometer, and computed tomography. Printed dimensions had no detectable effect on the microstructure or microhardness. As was observed for 316L, measuring the dimensions using a point micrometer led to an overestimation of the cross-sectional area. This resulted in a 7 % underestimation of the ultimate tensile strength. Comparable values of mechanical strength were obtained with specimens of the three geometries when using the minimal area measured on computed tomography scans.

The smallest specimens yielded an average elongation at break of 9,4 %, compared to 12,3 % measured with specimens of the two other geometries. This reduction in ductility was explained by a higher slinness ratio, a lower relative density, and a stronger effect of the surface roughness for smaller specimens compared with the standard-sized coupons.

A fatigue test methodology was then developed using millimetric specimens with machined and polished surfaces in the reduced section. The fatigue strength at 10^6 cycles of LPBF 316L was evaluated using a step-loading method. Grips that were specifically designed for the mechanical characterization of small specimens were used. A 150 MPa reduction in the fatigue strength was related to a population of larger manufacturing discontinuities in the miniature specimens compared to the standard-size coupons.

The test methodologies were implemented for the fatigue characterization of LPBF Ti6Al4V specimens with a 1,5 mm diameter in the reduced section. The fatigue strength at 10^6 cycles was evaluated using the step-loading method. The fatigue strength of standard-size specimens was also measured. The comparative evaluation of the microstructure, microhardness, and relative density revealed no difference between specimens of the two geometries. The fractographic analysis revealed that fatigue cracks initiated from internal or surface discontinuities of several types: spherical pores, brittle microstructural heterogeneities, Si-rich particles. A fatigue strength at 10^6 cycles of 857 ± 56 MPa was measured with the small specimens, compared to 698 ± 98 MPa (1 standard deviation) for the standard-size specimens. Plotting the results on a Kitagawa-Takahashi diagram rationalized the variations in fatigue strength by the statistical size effect and the size of the discontinuities. Reducing the volume subjected to fatigue stress reduces the probability to find a large discontinuity, and leads to fatigue crack initiation from less critical features. Finally, based on the statistical distribution of the experimental results, a probabilistic Kitagawa-Takahashi diagram was proposed to predict the fatigue strength of high density LPBF Ti6Al4V.

Experimental methodologies were developed for the precise and accurate measurement of tensile and fatigue properties of millimetric specimens fabricated by LPBF. This study led to four conclusions. Firstly, the metrological effect affects the measurement of the tensile properties. Secondly, the technological size effect affects the tensile properties. Thirdly, the fatigue test methodologies that were developed, in addition to the high-density LPBF Ti6Al4V studied,

allowed the measurement of fatigue strengths higher than the values in the literature. Finally, the probabilistic model that was proposed can be used for the prediction of the fatigue strength of LPBF Ti6Al4V, independently of specimen dimensions.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	iii
REMERCIEMENTS	iv
RÉSUMÉ.....	v
ABSTRACT	viii
TABLE DES MATIÈRES	xi
LISTE DES TABLEAUX.....	xvii
LISTE DES FIGURES	xix
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	xxviii
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 2 ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES	3
2.1 Éléments bibliographiques généraux	3
2.1.1 Principe de la fusion laser sur lit de poudre	3
2.1.2 Discontinuités internes	5
2.1.3 État de surface et justesse géométrique	6
2.1.4 Anisotropie des pièces de LPBF	7
2.1.5 Caractéristiques du 316L mis en forme par LPBF	8
2.1.6 Caractéristiques du Ti6Al4V mis en forme par LPBF	12
2.1.7 Analyse des résultats de fatigue : diagramme de Kitagawa-Takahashi	19
2.2 Caractérisation mécanique des pièces de LPBF avec des éprouvettes de dimensions réduites	22
2.2.1 Besoin d'éprouvettes de dimensions réduites dans le domaine	22
2.2.2 Caractérisation en traction monotone avec des éprouvettes de dimensions réduites	23
2.2.3 Caractérisation en fatigue avec des éprouvettes de dimensions réduites	26

2.3	Points saillants de la revue de littérature	30
CHAPITRE 3 DÉMARCHE SCIENTIFIQUE		31
3.1	Organisation du programme CRIAQ MANU 1708	31
3.2	Description des objectifs de la thèse	31
3.3	Stratégie expérimentale pour atteindre les objectifs	32
3.3.1	Choix des matériaux étudiés	32
3.3.2	Production d'échantillons et travail expérimental	32
3.3.3	Techniques expérimentales particulières	34
3.4	Stratégie de publication	41
3.4.1	Article 1 : influence des dimensions d'éprouvettes et de l'état de surface sur la mesure des propriétés en traction du 316L mis en forme par LPBF	41
3.4.2	Article 2 : influence des dimensions d'éprouvettes sur la mesure des propriétés en traction du Ti6Al4V mis en forme par LPBF avec les surfaces telles que fabriquées	42
3.4.3	Résultats préliminaires au chapitre 7 : caractérisation en fatigue du 316L mis en forme par LPBF avec des éprouvettes de section millimétrique	42
3.4.4	Caractérisation en fatigue du Ti6Al4V mis en forme par LPBF avec des éprouvettes de section millimétrique	43
CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : TENSILE PROPERTIES OF SS316L PRODUCED BY LPBF: INFLUENCE OF SPECIMEN DIMENSIONS AND SURFACE CONDITION		44
4.1	Abstract	44
4.2	Introduction	45
4.3	Methodology	47
4.3.1	Sample geometry and layout	47
4.3.2	Material and laser powder bed fusion process	48
4.3.3	Measurement of surface roughness and as-built cross-sectional area	50

4.3.4	Tensile test conditions	51
4.3.5	Microstructural characterization and microhardness	52
4.4	Results	52
4.4.1	Dimensional accuracy and relative density	52
4.4.2	Measurement of cross-sectional area	55
4.4.3	Tensile results.....	56
4.4.4	Microstructure and microhardness	57
4.5	Discussion	60
4.5.1	Effect of methodology on the measurement of tensile properties.....	60
4.5.2	Variations of the material affecting tensile properties	65
4.5.3	Scatter in the tensile properties of LPBF 316L reported in the literature	68
4.6	Summary and conclusions.....	70
4.7	Acknowledgement.....	71
CHAPITRE 5 ARTICLE 2 : MEASURING THE TENSILE PROPERTIES OF Ti6Al4V FABRICATED BY LASER POWDER BED FUSION: INFLUENCE OF SPECIMEN DIMENSIONS		72
5.1	Abstract	72
5.2	Introduction	73
5.3	Methodology	75
5.3.1	Specimen geometries and layout.....	75
5.3.2	Material and laser powder bed fusion process	76
5.3.3	Microstructural characterization and microhardness	77
5.3.4	Measurement of surface roughness, cross-sectional area and relative density	78
5.3.5	Tensile test conditions.....	79
5.4	Results and discussion.....	80

5.4.1	Relative density, microstructure and microhardness.....	80
5.4.2	Tensile results.....	82
5.4.3	Surface condition and non-destructive measurement of the as-built cross-sectional area	84
5.4.4	Effect of the measurement of the cross-sectional area on stress levels.....	89
5.4.5	Fractographic observations	90
5.5	Summary and conclusions.....	92
5.6	Acknowledgement.....	93
CHAPITRE 6 RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES AU CHAPITRE 7 : CARACTÉRISATION EN FATIGUE DU 316L MIS EN FORME PAR LPBF AVEC DES ÉPROUVETTES DE SECTION MILLIMÉTRIQUE		94
6.1	Contexte et introduction	94
6.2	Méthodes expérimentales	94
6.2.1	Géométrie, mise en forme et préparation des éprouvettes	94
6.2.2	Discontinuités de fabrication et microstructure	95
6.2.3	Essais de fatigue uniaxiale	96
6.3	Résultats et discussion.....	98
6.3.1	Densité relative et microstructure	98
6.3.2	Résistance en fatigue et fractographies	99
6.4	Conclusions	102
CHAPITRE 7 CARACTÉRISATION EN FATIGUE DU Ti6Al4V MIS EN FORME PAR LPBF AVEC DES ÉPROUVETTES DE SECTION MILLIMÉTRIQUE.....		104
7.1	Introduction et contexte.....	104
7.2	Méthodes expérimentales	104
7.2.1	Géométrie, mise en forme et préparation des éprouvettes	104

7.2.2	Mesure des contraintes résiduelles	106
7.2.3	Discontinuités de fabrication et microstructure	107
7.2.4	Essais de fatigue uniaxiale	108
7.3	Résultats	109
7.3.1	Qualité métallurgique	109
7.3.2	Résultats de tomодensitométrie	111
7.3.3	Microstructure et microdureté	112
7.3.4	Contraintes résiduelles	113
7.3.5	Résultats bruts de fatigue	114
7.3.6	Faciès de rupture et nature des discontinuités	116
7.4	Discussion	122
7.4.1	Comparaison des résultats avec les données issues de la littérature	122
7.4.2	Construction d'un diagramme de Kitagawa-Takahashi	124
7.4.3	Construction d'un diagramme de Kitagawa-Takahashi probabiliste	126
7.4.4	Valeur de la résistance en fatigue sans discontinuité	130
7.5	Conclusions	132
CHAPITRE 8	DISCUSSION GÉNÉRALE	133
8.1	Retour sur les objectifs spécifiques	133
8.1.1	Objectif 1 : développement de méthodologies d'essais de traction avec des éprouvettes millimétriques.....	133
8.1.2	Objectif 2 : évaluation de la justesse et de la précision des propriétés de traction mesurées	135
8.1.3	Objectif 3 : développement de méthodologies d'essais de fatigue avec des éprouvettes millimétriques.....	137

8.1.4	Objectif 4 : évaluation de la justesse et de la précision des propriétés de fatigue mesurées	138
8.2	Applicabilité des résultats pour l'industrie.....	139
CHAPITRE 9	CONCLUSIONS ET FUTURS TRAVAUX	142
RÉFÉRENCES	145

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 Composition chimique de l'acier inoxydable 316L telle que décrite dans la norme ASTM A240/A240M (2022).....	8
Tableau 2.2 Composition chimique de l'alliage de titane Ti6Al4V telle que décrite dans la norme ASTM F3001 (2014a).	12
Tableau 3.1 Récapitulation de la production d'échantillons.	33
Tableau 3.2 Récapitulation du travail expérimental associé aux objectifs spécifiques.	34
Tableau 3.3 Protocole de polissage mis en œuvre pour le 316L de LPBF.	34
Tableau 3.4 Protocole de polissage mis en œuvre pour le Ti6Al4V de LPBF.	35
Tableau 4.1 Summary of the four groups of specimens considered in this study.	49
Tableau 4.2 <i>UTS</i> and elongation at break determined from the engineering tensile curves for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens. Stress was calculated using the cross-sectional area $t \times w$ based on point micrometer measurements.	57
Tableau 5.1 Chemical composition of the Ti6Al4V alloy as per ASTM F2924 (ASTM, 2014a). ..	77
Tableau 5.2 LPBF AM parameters employed to fabricate the Ti6Al4V build.	77
Tableau 5.3 Imaging parameters associated with μ CT conducted on E8, MMT and MT samples.	79
Tableau 5.4 Tensile properties extracted from engineering stress-strain curves for the E8, MMT, and MT specimens. The stress was calculated using the cross-sectional area based on point micrometer measurements A_{PM} . Values are reported as the average \pm the standard deviation.	84
Tableau 5.5 Evaluation of uncertainty on the cross-sectional area based on caliper measurements $A_{Caliper}$ for the E8, MMT, and MT specimens.	88
Tableau 5.6 Evaluation of uncertainty on the cross-sectional area based on point micrometer measurements A_{PM} for the E8, MMT, and MT specimens.	89
Tableau 7.1 Caractéristiques géométriques d'intérêt pour les éprouvettes Ø5 et miniF.....	106

Tableau 7.2 États de surface considérés pour les mesures de contraintes résiduelles.	107
Tableau 7.3 Résultats bruts des essais de fatigue pour les éprouvettes des deux géométries.	115
Tableau 8.1 Récapitulation de la caractérisation en traction du 316L et du Ti6Al4V de LPBF avec des éprouvettes millimétriques.....	134
Tableau 8.2 Récapitulation des éléments méthodologiques pour la mesure de la résistance en fatigue d'éprouvettes de section millimétrique.	137

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 Représentation schématique du procédé de fabrication LPBF.	4
Figure 2.2 (a) Pore de type bulle de gaz et (b) manque de fusion observés au sein d'éprouvettes de Ti6Al4V de LPBF (adaptés de (Le et al., 2020)) ; (c) pores sphériques de type trou de serrure observés proche de la surface sur une reconstruction tomodensitométrie d'une pièce de 316L de LPBF (adapté de (Murphy-Leonard et al., 2021)).	6
Figure 2.3 État de surface d'une pièce verticale mise en forme par LPBF montrant la rugosité primaire et secondaire (adapté de (Elambasseril et al., 2022)).	7
Figure 2.4 (a) Image obtenue au MEB (électrons secondaires) montrant la structure de bains de fusions, de grains colonnaires et de sous-cellules dans les grains ; (b) image de microscopie électronique en transmission (fond clair) montrant la structure de sous-cellules et les parois riches en dislocations ; (c) image de microscopie électronique en transmission par balayage (fond sombre) montrant les parois de sous-cellules riches en dislocations et précipités (adapté de Morris Wang et al., 2018).....	10
Figure 2.5 Résistance en traction en fonction de l'allongement à la rupture pour le 316L de LPBF, recensés dans la littérature pour des éprouvettes produites verticalement et sans traitement thermique. Les lignes pointillées représentent la résistance en traction et l'allongement à la rupture minimaux requis dans la norme ASTM F3184 (ASTM, 2016b; Ahmed Obeidi et al., 2021; Chao et al., 2021; Choo et al., 2020; Coughlin et al., 2020; Dryepondt et al., 2021; Ghosh et al., 2021; Ghosh et al., 2022; Kurzynowski et al., 2018; Marattukalam et al., 2020; Murphy-Leonard et al., 2021; Pauzon et al., 2020; Pitrmuc et al., 2022; Riabov et al., 2021; Roach et al., 2020; Röttger et al., 2020; Shrestha et al., 2016; Voloskov et al., 2020; Wang, X. et al., 2019; Wang, X. et al., 2018; Yu et al., 2020).....	11
Figure 2.6 Microstructure du Ti6Al4V (a) tel que mis en forme par LPBF, montrant une structure hiérarchique d'aiguilles martensitiques, et (b) après un traitement thermique à 720°C pendant 2 h, montrant la phase β entre des lamelles α/α' (adapté de Gaillard et al., 2022).	14
Figure 2.7 Résistance en traction en fonction de l'allongement à la rupture pour le Ti6Al4V de LPBF, recensés dans la littérature pour des éprouvettes produites verticalement. Les lignes pointillées représentent la résistance en traction et l'allongement à la rupture minimaux requis	

dans la norme ASTM F2924 (ASTM, 2014a; Cutolo et al., 2019; Dzukan et al., 2018; Fousova et al., 2018; Kasperovich & Hausmann, 2015; Leuders et al., 2013; Liu et al., 2020; Meng et al., 2022; Mertová, K & Džugan, 2019; Mezzetta et al., 2018; Palanivel et al., 2016; Vilaro et al., 2011; Voisin et al., 2018; Zhao et al., 2022; Zhou et al., 2018).....	15
Figure 2.8 Résultats de la littérature : dépendance de la limite d'élasticité à la largeur des lamelles α/α' du Ti6Al4V de LPBF (Barba et al., 2020; Bhandari & Gaur, 2022; Xu et al., 2015; Xu et al., 2017).....	16
Figure 2.9 Contrainte maximale en fonction du nombre de cycles à la rupture pour le Ti6Al4V de LPBF, recensés dans la littérature pour des éprouvettes produites verticalement (Akgun et al., 2022; Alegre et al., 2022; Le et al., 2020; Moran et al., 2022; Phutela et al., 2019; Vayssette et al., 2018; Wycisk et al., 2015; Wycisk et al., 2014).....	18
Figure 2.10 Mesure de l'aire d'une discontinuité en fonction de la distance à la surface libre d'après (Murakami, 2019).....	21
Figure 2.11 Représentation schématique d'un diagramme K-T. L'axe horizontal et vertical sont en échelle logarithmique.	21
Figure 2.12 Éprouvettes normalisées d'essai de fatigue et de traction représentées sur une plaque de fabrication de LPBF à proximité d'une pièce technologique comportant des parois millimétriques.....	23
Figure 2.13 Différentes valeurs possibles pour l'aire dans la section, représentées sur une vue de tomographie (a) perpendiculaire et (b) parallèle à la direction de fabrication (adapté de (Persenot, Théo et al., 2018)	26
Figure 2.14 Eprouvettes de fatigue de dimensions réduites reportées par (a) Höllander et al. (Höllander et al., 2016), (b) Džugan et al. (Džugan et al., 2015), (c) Džugan et al. (Dzukan, Jan et al., 2017), (d) Brandl et al. (Brandl et al., 2011), (e) Pegues et al. (Pegues et al., 2018) et (f) Persenot et al. (Persenot, Théo et al., 2018). Toutes les dimensions sont en mm.	27
Figure 2.15 Résistance en fatigue en fonction du VHS mesurés avec des concentrateurs de contraintes artificiels par Pessard et al. (Pessard et al., 2021). Les barres d'erreur représentent 1 écart-type.	29

Figure 3.1 État de surface d'une éprouvette de fatigue de Ø5 mm en 316L produit par LPBF (a) après tournage et (b) après polissage, avec la mesure du diamètre minimal.	36
Figure 3.2 Illustration de la mesure des éléments microstructuraux pour (a) le 316L de LPBF et (b) le Ti6Al4V de LPBF.	37
Figure 3.3 Courbe de traction obtenue avec une éprouvette miniature de Ti6Al4V de LPBF, avec les images de DIC après analyse pour trois valeurs de déformation. L'échelle de couleur indique la déformation locale dans la section réduite.	38
Figure 3.4 Représentation schématique de la méthode de tomodensitométrie par rayons X.....	39
Figure 3.5 Étapes expérimentales pour la préparation et l'observation en coupe d'une discontinuité sur une surface de rupture.	40
Figure 4.1 (a) Specimen dimensions consistent with ASTM E8 with relative dimensions of miniature specimens; (b) Specimen dimensions for miniature specimens (all dimensions in mm; general tolerances: 0.1 mm); (c) LPBF build layout (not to scale).....	48
Figure 4.2 (a) Rotation along the z axis of a small specimen as-built by LPBF and measurement of minimal width, maximal diagonal and minimum thickness. (b) Rounded rectangle model used to evaluate the cross-sectional area of small as-built specimens based on optical measurements.	51
Figure 4.3 From left to right: surface condition, polished reduced section, surface roughness parameters and average Vickers microhardness for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens.	54
Figure 4.4 Representative slices from CT-scans conducted in the reduced section of a (a) MTC and (b) MTNC specimen.....	54
Figure 4.5 Comparison of the cross-sectional area divided with the designed section for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens, illustrating the effect of methodology on the measurement of section (PM: point micrometer).	56
Figure 4.6 Engineering tensile curves for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens. Stress was calculated using the cross-sectional area $t \times w$ based on point micrometer measurements.	57

- Figure 4.7 Representative SEM microstructural observations conducted on MTwE showing (a) melt pool borders (solid line) and grains (dashed line), and (b) dendritic sub-grains at higher magnification.....58
- Figure 4.8 PDAS as a function of distance to the center of the reduced section for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens. Bold lines represent the surface position. Error bars represent one standard deviation ($N = 6$).59
- Figure 4.9 Vickers microhardness as a function of distance to the center of the reduced section for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens. Vertical bold lines represent the surface position. Error bars represent one standard deviation ($N = 3$)......60
- Figure 4.10 (a) Illustration of the blade of a caliper and the tip of a point micrometer (PM) in contact with a surface as-built by LPBF. (b) Dimensions measured with a caliper represented against the same dimensions measured with a point micrometer for MTC and MTNC. (c) Caliper measurements corrected by surface roughness represented against point micrometer measurements for MTC and MTNC.62
- Figure 4.11 Variations of UTS with different measurement methods for cross-sectional area for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens (PM: point micrometer).63
- Figure 4.12 UTS as a function of elongation at break for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens, represented with experimental error bars based on the measurement of load, cross-sectional area and elongation.64
- Figure 4.13 UTS as a function of average microhardness, represented with experimental error bars and compared to data and model from Wang et al. (Wang, X. et al., 2018)......66
- Figure 4.14 Elongation at break as a function of surface roughness parameter R_a for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens.67
- Figure 4.15 (a) UTS and (b) elongation at break represented against tensile sample section for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens, compared to data from the recent literature. Square and round markers indicate machined and as-built surface condition respectively. Dashed lines represent the minimum requirement for UTS and elongation at breaks from ASTM standard F3184-16 (ASTM, 2016b). Data from (Ahmed Obeidi et al., 2021; Chao et al., 2021; Choo et al., 2020; Coughlin et al., 2020; Dryepondt et al., 2021; Ghosh et al., 2021;

Ghosh et al., 2022; Kurzynowski et al., 2018; Marattukalam et al., 2020; Murphy-Leonard et al., 2021; Pauzon et al., 2020; Pitrmuc et al., 2022; Riabov et al., 2021; Roach et al., 2020; Röttger et al., 2020; Shrestha et al., 2016; Voloskov et al., 2020; Wang, X. et al., 2019; Wang, X. et al., 2018; Yu et al., 2020).	69
Figure 5.1 (a) Dimensions of the E8, MMT and MT tensile specimen geometries (all dimensions in mm, general tolerance 0.1 mm) and (b) LPBF layout (not to scale) including vertical E8, MMT and MT specimens as well as blank cylinders.	76
Figure 5.2 Representative μ CT micrographs for the (a) E8, (b) MMT, and (c) MT specimens. Sub-surface pores are indicated by red arrows.	81
Figure 5.3 Representative OM micrographs, SEM microstructural observations and XRD pattern for the (a),(b),(c) E8, (d),(e),(f) MMT, and (g),(h),(i) MT specimens. A prior- β grain is outlined with a black dotted line and its width is indicated.	82
Figure 5.4 Representative engineering stress-strain curves for the E8, MMT, and MT specimens. The stress was calculated using the cross-sectional area based on point micrometer measurements A_{PM} .	83
Figure 5.5 (a) Apparent E , (b) YS , and (c) UTS extracted from the engineering stress-strain curves for the E8, MMT, and MT specimens. The stress was calculated using the cross-sectional area based on point micrometer measurements A_{PM} .	84
Figure 5.6 Surface condition in the reduced section of the E8, MMT and MT tensile specimens. SEM micrograph insert shows particles stuck to the wavy surface.	85
Figure 5.7 Cross-sectional areas $A_{Caliper}$, A_{PM} , and A_{CT} normalized by A_{CAD} for a representative E8, MMT, and MT specimen.	86
Figure 5.8 Schematic representation of the effect of particles stuck to the surface and rounded corners on the measurement of $A_{Caliper}$ (orange), A_{PM} (blue), and A_{CT} (black) for a MT specimen.	87
Figure 5.9 Engineering stress-strain curves for a representative E8, MMT, and MT specimen. The stress was calculated using the cross-sectional area based on caliper measurements, point micrometer measurements, and measured on μ CT images.	90

- Figure 5.10 Fracture surfaces of (a) E8, (b) MMT, and (c) MT specimens. The central zone normal to the load vector is contoured with a yellow dashed line on each surface. Subsurface pores are indicated by red arrows, and an observation at higher magnification is featured in the insert.91
- Figure 6.1 Géométrie d'éprouvettes de fatigue uniaxiale (a) Ø5 mm et (b) miniatures. Les surfaces laissées en état tel que fabriqué sont grisées. Les lignes pointillées montrent la géométrie des pièces brutes. Toutes les dimensions sont en mm avec une tolérance générale de 0,1 mm...95
- Figure 6.2 (a) Mâchoires miniatures et cadre permettant la protection et l'alignement des éprouvettes miniatures ; (b) Maintien en position des éprouvettes miniatures dans les mâchoires miniatures, elles-mêmes prises dans les mâchoires hydrauliques ; (c) éprouvette miniature en position pour le cyclage après retrait du cadre.97
- Figure 6.3 (a) Histogramme et densité cumulée en *aire* pour les pores observés au sein d'une éprouvette Ø5 mm et miniature, (b) pore de gaz typique observé au sein des éprouvettes des deux géométries et (c) manque de fusion observé au sein d'une éprouvette miniature.98
- Figure 6.4 Observations au microscope optique et au MEB (SE) de la microstructure après attaque électrochimique pour une éprouvette (a), (b) Ø5 mm et (c), (d) miniature.99
- Figure 6.5 Paliers de chargements pour les éprouvettes Ø5 mm et miniatures.100
- Figure 6.6 Observations optiques et au MEB (SE) des faciès de rupture pour (a) et (d) l'amorce à une discontinuité de surface pour une éprouvette Ø5 mm, (b) et (e) l'amorce à une discontinuité interne pour une éprouvette Ø5 mm et (c) et (f) l'amorce à une discontinuité de surface pour une éprouvette miniature. La propagation est délimitée en pointillés, et les sites d'amorce sont entourés en rouge. Une flèche indique une discontinuité secondaire.100
- Figure 6.7 Diagramme de Kitagawa-Takahashi à 10^6 cycles et $R = 0,1$ pour le 316L de LPBF avec les résultats issus de la littérature récente (Andreau, 2019; Kotzem et al., 2021; Merot et al., 2022). Les droites pointillées bleu et rouge représentent le modèle LEFM pour des amorces de fissure en surface et internes, respectivement.102
- Figure 7.1 Géométrie d'éprouvettes de fatigue uniaxiale (a) Ø5 et (b) miniF. Les surfaces laissées en état tel que fabriqué sont grisées. Les lignes pointillées montrent la géométrie des pièces

brutes. Toutes les dimensions sont en millimètres avec une tolérance générale de 0,1 mm.	105
Figure 7.2 Rapport de la contrainte sur la contrainte maximale en fonction de la distance au centre de la section réduite pour les éprouvettes Ø5 et miniF.	106
Figure 7.3 Maintien en position des éprouvettes miniF dans la machine MTS ACUMEN.....	109
Figure 7.4 Observations métallographiques dans le plan perpendiculaire à la direction de fabrication pour un cylindre avec un diamètre de (a) 16 mm et (b) 6 mm. Des pores sphériques proches de la surface sont indiqués par les flèches.	110
Figure 7.5 Probabilité cumulative en fonction du paramètre <i>aire</i> des discontinuités observées sur les plans xy polis pour un cylindre de diamètre 16 mm et 6 mm.....	111
Figure 7.6 Résultats de tomodensitométrie pour l'éprouvette miniF : (a) σ/σ_{max} en fonction de la distance au centre de la section réduite ; (b) fraction solide en fonction de la distance au centre de la section réduite ; (c) image 2D proche du centre montrant un pore ; (d) image 2D à environ 1 mm du centre montrant un pore.	112
Figure 7.7 Observation optique et au MEB (BSE) de la microstructure pour les cylindres avec une diamètre de (a),(b) 16 mm et (c),(d) 6 mm.....	113
Figure 7.8 Mesure de contraintes résiduelles à la surface d'éprouvettes Ø5 et miniF avec quatre états de surface.	114
Figure 7.9 Observation (a) optique et (b) au MEB (SE) du faciès de rupture d'une éprouvette Ø5 (550 MPa, 46 068 cycles).....	116
Figure 7.10 Faciès de rupture représentatif pour les éprouvettes Ø5 avec une amorce en (a) surface ($\sigma_{max,eq} = 567$ MPa) et (b) interne ($\sigma_{max,eq} = 861$ MPa) ; pour les éprouvettes miniF avec une amorce en (c) surface ($\sigma_{max,eq} = 903$ MPa) et (d) interne ($\sigma_{max,eq} = 940$ MPa). Les sites d'amorce sont indiqués en rouge et la zone de propagation de fissure est délimitée par une ligne pointillée jaune.	117
Figure 7.11 Micrographies obtenues au MEB (SE) des pores internes observés au site d'amorce pour l'éprouvette (a) Ø5-10 ($\sigma_{max,eq} = 861$ MPa), (b) Ø5-9 avec une HMF ($\sigma_{max,eq} = 734$ MPa), et (c) miniF-13 ($\sigma_{max,eq} = 940$ MPa).....	118

- Figure 7.12 Observation au MEB (SE) de la HMF au site d'amorce de l'éprouvette Ø5-12 ($\sigma_{max,eq} = 650$ MPa), montrant des précipités blancs identifiés comme du tungstène par EDS ; (b) image CT 2D pour une éprouvette de traction issue du même lot que les éprouvettes de fatigue, avec une particule dense (blanche) de quelques dizaines de micromètres ; (c) observation au MEB (SE) d'une inclusion riche en W sur la surface polie d'un cylindre Ø16. 119
- Figure 7.13 Micrographies obtenues au MEB (SE) des discontinuités au site d'amorce de l'éprouvette (a) Ø5-14 en surface ($\sigma_{max,eq} = 597$ MPa) et (b) miniF-5 ($\sigma_{max,eq} = 792$ MPa). Les cartes EDS montrent une couronne riche en C et pauvre en Al. (c) Observation au MEB (BSE) du site d'amorce de l'éprouvette Ø5-14 après découpe au FIB..... 120
- Figure 7.14 (a) Observation MEB (SE) de la HMF au site d'amorce de l'éprouvette Ø5-7 ($\sigma_{max,eq} = 565$ MPa), avec des dendrites et des globules nanométriques visibles dans un pore interne ; (b) observation au MEB (BSE) du même site d'amorce après découpe FIB ; (c) Observation MEB (SE) de la HMF au site d'amorce de l'éprouvette Ø5-2 ($\sigma_{max,eq} = 657$ MPa), avec des globules nanométriques..... 121
- Figure 7.15 Particules riches en silicium observées (MEB, SE) (a) au site d'amorce pour une éprouvette miniF-4 ($\sigma_{max,eq} = 825$ MPa) et (b) à l'origine d'une fissure secondaire sur la surface latérale d'une éprouvette miniF. 122
- Figure 7.16 Résultats expérimentaux comparés aux données de la littérature pour la fatigue uniaxiale du Ti6Al4V de LPBF d'orientation verticale, avec les surfaces usinées, et à $R = 0,1$ 123
- Figure 7.17 Résultats expérimentaux représentés sous la forme d'un diagramme de Kitagawa-Takahashi, avec des résultats issus de la littérature (Le et al., 2020; Pessard et al., 2021).. 125
- Figure 7.18 Détermination des paramètres des lois de Weibull pour (a) les valeurs de ΔK associées à l'amorce de fissure depuis une discontinuité et (b) la contrainte maximale pour des bris depuis le plateau. 127
- Figure 7.19 Diagramme de Kitagawa-Takahashi probabiliste avec les courbes iso-probabilités à 10, 50 et 90 % de rupture pour des amorces en surface et internes. 128

Figure 7.20 Diagramme de Kitagawa-Takahashi probabiliste modifié avec les courbes iso- probabilités à 10, 50 et 90 % de rupture en fonction du paramètre $aequ = Y^2 aire$	129
Figure 7.21 Diagramme de Kitagawa-Takahashi probabiliste modifié en considérant les sites d'amorces des éprouvettes Ø5-7 et Ø5-14 comme internes.....	130
Figure 8.1 Courbes de traction représentatives obtenues avec une éprouvette normalisée et millimétrique pour le 316L et le Ti6Al4V. Les contraintes ont été calculées avec l'aire obtenue (a) avec les mesures avec un micromètre à pointe et (b) sur les images CT. Les barres d'erreur représentent la précision liée à la mesure d'aire.	136

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

α	Phase alpha
α'	Martensite
$A\%, EB$	Allongement à la rupture (<i>elongation at break</i>)
A_{CAD}	Aire dans la section réduite d'une éprouvette telle que conçue par ordinateur (mm ²)
$A_{Caliper}$	Aire calculée à partir des mesures avec un pied à coulisse (mm ²)
A_{CT}	Aire minimale mesurée sur les images de tomodensitométrie (mm ²)
A_{Cor}	Aire d'une éprouvette corrigée par la rugosité de surface (mm ²)
A_{PM}	Aire calculée à partir des mesures avec un micromètre à pointe (mm ²)
a_{equ}	Paramètre de Murakami modifié pour la taille et la position de discontinuités (μm)
$aire_{eff}$	Aire effective d'une discontinuité (μm ²)
\sqrt{aire}	Paramètre de Murakami pour la taille de discontinuités (μm)
\sqrt{aire}_0	Valeur seuil du paramètre \sqrt{aire} (μm)
β	Phase beta
BD	Direction de fabrication (<i>build direction</i>)
BSE	Électrons rétrodiffusés (<i>backscattered electrons</i>)
CAD	Conception assistée par ordinateur (<i>computer assisted design</i>)
CT	Tomodensitométrie par rayons X (<i>computed tomography</i>)
d	Diagonale maximale d'un rectangle arrondi (mm)
$d_{Surface}$	Distance depuis le centre d'une discontinuité jusqu'à la surface libre (μm)
DIC	Corrélation d'images numériques (<i>digital image correlation</i>)
$\varnothing_{Particles}$	Diamètre des particules à la surface d'une pièce de LPBF (μm)
ΔK	Variation du facteur d'intensité de contraintes (MPa.m ^{1/2})
ΔK_{th}	Valeur seuil de la variation du facteur d'intensité de contraintes (MPa.m ^{1/2})

$\Delta K_{th,e}$	Paramètre d'échelle de la distribution de Weibull sur ΔK (MPa)
$\Delta\sigma$	Amplitude de contraintes (MPa)
e, t	Épaisseur d'une éprouvette de section rectangulaire (<i>thickness</i> , mm)
E	Module d'Young (GPa)
EDS	Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (<i>energy-dispersive spectroscopy</i>)
EDM	Procédé d'électroérosion (<i>electrical discharge machining</i>)
f_1	Fonction de densité de probabilité de la distribution de Weibull sur ΔK
f_2	Fonction de densité de probabilité de la distribution de Weibull sur σ_{max}
F	Force (N)
FIB	Sonde ionique focalisée (<i>focused ion beam</i>)
FA, AM	Fabrication additive (<i>additive manufacturing</i>)
HIP	Pressage isostatique à chaud (<i>hot isostatic pressing</i>)
HMF	Hétérogénéités microstructurales fragiles, observées aux sites d'amorce
k	Rapport de minceur d'une éprouvette (<i>slimness ratio</i>)
LPBF	Procédé de fusion laser sur bain de poudre (<i>laser powder bed fusion</i>)
l, w	Largeur d'une éprouvette de section rectangulaire (<i>width</i> , mm)
m_1	Paramètre de forme de la distribution de Weibull sur ΔK
m_2	Paramètre de forme de la distribution de Weibull sur σ_{max}
MEB, SEM	Microscope électronique à balayage (<i>scanning electron microscope</i>)
MT	Éprouvette de traction miniature (<i>miniature tensile</i>)
MTC	Éprouvette de traction miniature, imprimée avec un lasage de contour
MTNC	Éprouvette de traction miniature, imprimée sans lasage de contour
MMT	Éprouvette de traction « moyen-miniature »
N_f	Nombre de cycles à la rupture

N_c	Nombre de cycles à la censure
OM	Microscope optique (<i>optical microscope</i>)
P_1	Probabilité cumulative de survie pour la distribution de Weibull sur ΔK
P_2	Probabilité cumulative de survie pour la distribution de Weibull sur σ_{max}
$P_{1,2}$	Probabilité cumulative de survie pour une éprouvette de fatigue
P_B	Probabilité cumulative de bris pour une éprouvette de fatigue
PDAS	Distance interdendritique (<i>primary dendrite arm spacing</i> , μm)
PM	Micromètre à pointe (<i>point micrometer</i>)
r	Rayon d'une discontinuité circulaire (μm)
R_a	Rugosité de surface moyenne linéique (μm)
R_z	Rugosité de surface maximale linéique (μm)
R	Rapport de contraintes
S_a	Rugosité de surface moyenne surfacique (μm)
S_z	Rugosité de surface maximale surfacique (μm)
SE	Électrons secondaires (<i>secondary electrons</i>)
SR	Traitement thermique de relaxation des contraintes résiduelles (<i>stress relief</i>)
σ_{th}	Résistance à 10^6 cycles d'un matériau exempt de discontinuité (MPa)
$\sigma_{th,e}$	Paramètre d'échelle de la distribution de Weibull sur σ_{max} (MPa)
$\sigma_{max,eq}$	Résistance équivalente à 10^6 cycles (MPa)
$\sigma_{max,1}$	Contrainte maximale au premier palier de chargement (MPa)
$\sigma_{max,n}$	Contrainte maximale au palier n (MPa)
$\sigma_{max,n-1}$	Contrainte maximale au palier n-1 (MPa)
σ_z	Contraintes résiduelles selon la longue direction d'une éprouvette (MPa)
u_A	Incertitude sur une mesure d'aire (mm^2)

u_t	Incertitude sur une mesure d'épaisseur (mm)
u_w	Incertitude sur une mesure de largeur (mm)
UE	Allongement uniforme (<i>uniform elongation</i> , %)
UTS	Résistance à la traction (<i>ultimate tensile strength</i> , MPa)
VHS	Volume hautement sollicité en fatigue (mm ³)
XRD	Diffraction des rayons X (<i>X-rays diffraction</i>)
Y	Coefficient d'interaction entre une discontinuité et la surface libre
YS	Limite d'élasticité à 0,2 % (<i>yield strength</i> , MPa)

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

Dans une logique d'augmentation des performances et de réduction de la consommation de combustible, le secteur aérospatial s'intéresse aux procédés de fabrication additive (FA) des métaux. Les procédés comme la fusion laser sur lit de poudre (LPBF) permettent de fabriquer des composants avec des complexités géométriques qui sont inatteignables avec des procédés de mise en forme conventionnels. Des pièces allégées à la fonctionnalité élevée peuvent être conçues et fabriquées plus rapidement. Ces technologies novatrices commencent à pénétrer le marché, comme illustré par la mise en service récente des injecteurs GE pour les moteurs d'avions LEAP¹, ou des supports à la topologie optimisée d'Airbus². Pourtant, la certification des pièces de FA pour des applications critiques se heurte encore à plusieurs questions scientifiques et technologiques, qui sont à la source de ce projet de recherche.

Le programme de recherche MANU 601 (janvier 2014 – décembre 2017) subventionné en partie par le Consortium de recherche en aéronautique au Québec (CRIAQ) a permis d'approfondir la compréhension du lien entre le procédé, les microstructures, et les propriétés mécaniques pour l'alliage de titane Ti6Al4V mis en forme par LPBF. Des éprouvettes de dimensions normalisées ont été utilisées. Ces éprouvettes massives ne sont pas adaptées à la caractérisation des pièces technologiques issues de la LPBF. Les procédés d'impression 3D permettent de produire des topologies organiques, avec des sections millimétriques et des variations brutales de sections qui sont susceptibles d'influencer les caractéristiques mécaniques. En effet, il est suspecté que ces singularités géométriques, ainsi que la position des composants au sein de la chambre de fabrication, mènent à des variations locales de l'historique thermique, et donc à des hétérogénéités des structures de solidification et des propriétés mécaniques.

¹<https://www.ge.com/additive/stories/new-manufacturing-milestone-30000-additive-fuel-nozzles>

²<https://www.metal-am.com/airbus-defence-and-space-develops-aluminium-bracket-for-new-eurostar-e3000-satellite-platforms/>

En lien avec ces problématiques, l'objectif principal de ce doctorat consiste à **proposer des stratégies pour la mesure des propriétés en traction et en fatigue d'éprouvettes de section millimétrique mises en forme par fusion laser sur lit de poudre.**

Cette thèse s'inscrit dans le programme de recherche CRIAQ MANU 1708 qui fait suite au CRIAQ MANU 601. Les partenaires industriels du secteur aérospace s'intéressent à la compréhension des variations de propriétés mécaniques au sein d'une pièce ou d'un lot mis en forme par le procédé LPBF. Les méthodologies d'essais mécaniques développées au cours de ce doctorat seront éventuellement utilisées pour caractériser de telles variations.

La revue de littérature (Chapitre 2) présentera les éléments propres au procédé de fabrication, aux matériaux considérés, et aux méthodes de caractérisation mécanique proposées dans la littérature. Le Chapitre 3 décrira le projet global, ainsi que les objectifs de recherche. La stratégie expérimentale sera détaillée, ainsi que la stratégie de publication. Les articles 1 et 2 (Chapitre 4 et Chapitre 5) présenteront les résultats obtenus lors du développement de méthodologies d'essai de traction monotone. Le développement d'une méthode d'essai de fatigue sera décrit au Chapitre 6, tandis que le Chapitre 7 présentera les résultats obtenus après l'application de ces méthodologies pour le Ti6Al4V mis en forme par LPBF. Une discussion générale sera proposée au Chapitre 8, et les conclusions et potentiels futurs travaux seront listés au Chapitre 9.

CHAPITRE 2 ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES

Ce chapitre établit l'état de l'art pertinent à l'ensemble de la thèse. On se propose d'abord de définir les concepts utilisés dans la thèse qui concernent le procédé de fabrication, les matériaux considérés et leurs propriétés, et les méthodes d'analyse des résultats de fatigue. La seconde partie de ce chapitre présente l'état de l'art pour la caractérisation en traction monotone et en fatigue uniaxiale d'éprouvettes de dimensions réduites mises en forme par le procédé d'intérêt. On établira enfin les points saillants de la revue de littérature, qui permettront d'établir la question de recherche du doctorat et de définir les objectifs spécifiques.

2.1 Éléments bibliographiques généraux

2.1.1 Principe de la fusion laser sur lit de poudre

Blakey-Milner (2021) a récapitulé les applications des procédés de FA des métaux pour le domaine de l'aérospatial. Ces nouvelles méthodes de mise en forme offrent des avantages en terme de coûts et de délais de production des pièces technologiques. La liberté géométrique accrue par rapport aux procédés conventionnels permet de réduire le poids, et d'augmenter la complexité et la fonctionnalité des pièces. Les différents procédés de FA des métaux se distinguent par la forme du métal de base (fil, poudre...), le mode d'apport (poudre projetée, bain de poudre...), et le mode d'apport de l'énergie (laser, faisceau d'électrons, arc électrique...). Dans cette étude, on s'intéressera au procédé de fusion laser sur lit de poudre (ou, en anglais, *laser powder bed fusion*, LPBF), qui est le procédé de FA des métaux le plus commun.

La LPBF permet la production de pièces de géométrie complexe avec de hautes densités relatives et un fini de surface relativement bon. Le principe de production est illustré à la Figure 2.1. Les dimensions de la chambre de fabrication sont typiquement de $250 \times 250 \times 250 \text{ mm}^3$. La fabrication se fait de bas en haut, couche par couche. Le fichier de stéréo-lithographie de la pièce est transmis à la machine de fabrication. Sous atmosphère de gaz inerte, une couche de poudre métallique d'une épaisseur typiquement comprise entre 20 et 80 μm est étalée sur le plateau de fabrication. Un laser balaye les zones à solidifier avec une puissance et un temps d'exposition donnés. L'apport d'énergie mène à la fusion locale de la poudre, qui se solidifie ensuite avec des taux de

refroidissements autour de 10^4 K/s (Vilaro et al., 2011). Une fois la première couche complétée, le plateau de fabrication descend et le rouleau de distribution dépose une nouvelle épaisseur de poudre. L'exposition de la deuxième couche de la pièce par le laser mène à la re-fusion partielle des zones précédemment solidifiées situées directement en dessous. Cela permet la solidarisation des couches successives. Cette étape est répétée jusqu'à la complétion de la production. La poudre non consolidée qui entoure la pièce est alors retirée. Les éventuels traitements thermiques peuvent ensuite être appliqués avant de séparer la pièce du plateau de fabrication. Cette découpe s'effectue de façon routinière avec une scie à ruban ou par le procédé d'électroérosion au fil (ou, en anglais, *wire electrical discharge machining*, *wire-EDM*).

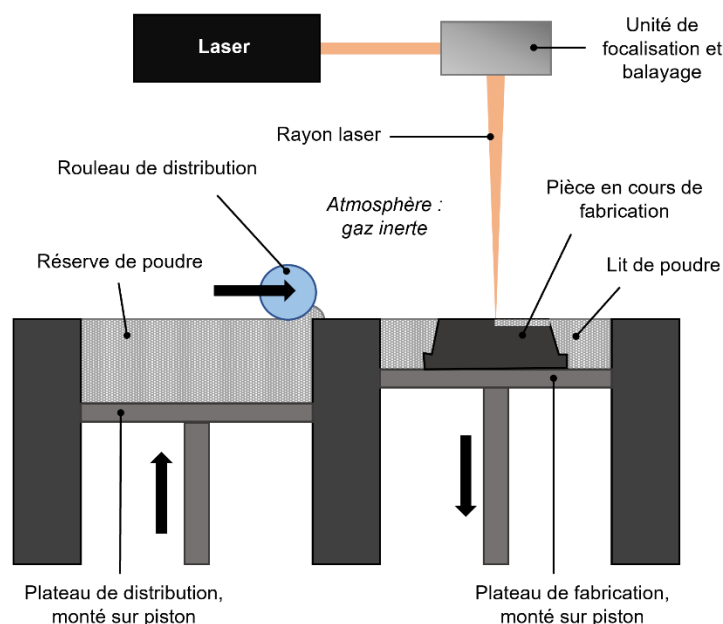


Figure 2.1 Représentation schématique du procédé de fabrication LPBF.

La maîtrise du procédé LPBF est complexe du fait de la variété des paramètres pouvant être contrôlés (Kasperovich et al., 2016). La densité relative de la pièce solidifiée dépend de l'apport d'énergie volumétrique à la poudre, qui est fonction de la puissance du laser, du temps d'exposition linéique, de la distance inter-passe, et de l'épaisseur de la couche de poudre. La stratégie de balayage exerce aussi une influence majeure sur la formation de pores. L'identification des

conditions de fabrication optimisées, permettant l'obtention de pièces de densité relative supérieure à 99,5 %, aux propriétés physiques et mécaniques satisfaisantes, est encore un sujet majeur de la recherche. C'est notamment le cas pour les nouveaux alliages. La présente étude ne porte pas sur cette problématique d'optimisation, le procédé de fabrication étant bien maîtrisé pour les alliages d'intérêt.

2.1.2 Discontinuités internes

Même pour des conditions de fabrication optimisées menant à des densités relatives supérieures à 99,5 %, les phénomènes de fusion répétée sont à l'origine de discontinuités internes communes à la majorité des alliages mis en forme par LPBF. Zhang et al. (2017) ont résumé les différents types de discontinuités et leur formation. Les discontinuités les plus communes sont les bulles de gaz, comme illustré à la Figure 2.2 (a). Ces pores sphériques de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres de diamètre peuvent provenir de porosité dans la poudre de base, ou de gaz inerte piégé dans le bain de fusion lors de la solidification. Le second type de pore communément observé, représenté à la Figure 2.2 (b), est le manque de fusion. Ces discontinuités de forme irrégulière s'étendent dans le plan perpendiculaire à la direction de fabrication, avec des dimensions pouvant atteindre plusieurs centaines de micromètres. Les manques de fusion sont causés par un recouvrement latéral ou vertical insuffisant des bains de fusions successifs, et sont ainsi retrouvés entre couches ou le long des passes de balayage. Ils peuvent inclure des grains de poudre non fondus et piégés. Les grandes dimensions et les angles aigus font de ce type de discontinuité le plus critique vis-à-vis des propriétés mécaniques. Les pores de type « trou de serrure » constituent le troisième type de pores. La formation de ces discontinuités a été décrite par Wang et al. (2022). La vaporisation d'une colonne de métal et l'avance du bain de fusion mènent au piégeage de bulles dans le métal solidifié. Les pores résultants sont sphériques et présentent des dimensions n'excédant généralement pas 50 μm . Comme illustré à la Figure 2.2 (c), ils sont couramment observés à 100-200 μm de la surface, là où l'intersection entre les cordons de remplissage et de contour mènent à des ralentissements du laser, et donc à une augmentation de l'apport d'énergie, comme décrit par Andreau dans sa thèse (2019).

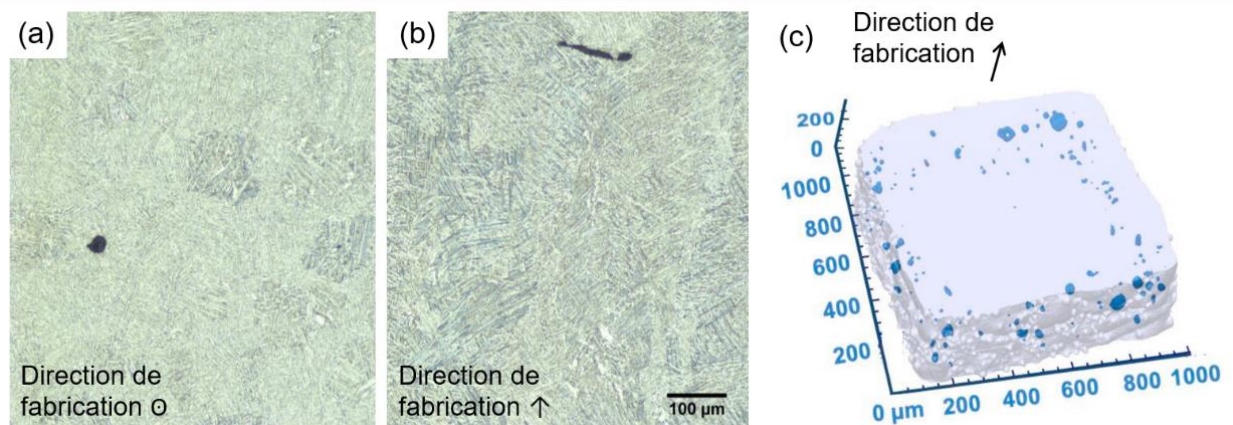


Figure 2.2 (a) Pore de type bulle de gaz et (b) manque de fusion observés au sein d'éprouvettes de Ti6Al4V de LPBF (adaptés de (Le et al., 2020)) ; (c) pores sphériques de type trou de serrure observés proche de la surface sur une reconstruction tomodensitométrique d'une pièce de 316L de LPBF (adapté de (Murphy-Leonard et al., 2021)).

2.1.3 État de surface et justesse géométrique

Les surfaces telles que fabriquées par LPBF montrent une rugosité à plusieurs échelles, issue de la solidification couche par couche à partir de la poudre. Elambasseril et ses coauteurs (2022) ont résumé les différents éléments constituant cette rugosité et leur origine pour le Ti6Al4V. La Figure 2.3 montre l'état de surface typiquement obtenu par LPBF. Premièrement, la solidification des bains de fusions et des couches successives mène à une rugosité primaire constituée d'une ondulation à la surface. Cette caractéristique est d'autant plus apparente pour des surfaces non verticales, par l'effet de « marches d'escalier ». La rugosité de surface secondaire est composée de particules de poudre collées à la surface. Ces particules peuvent être partiellement fondues ou frittées au contact du métal solidifié. Elles peuvent aussi être issues de projections et présenter de plus petites dimensions et une apparence moins régulière. La stratégie de balayage est communément modifiée pour minimiser la rugosité de surface. Une ou plusieurs passes « contour » lors de la solidification d'une nouvelle couche permettent d'éviter que les cordons de remplissage ne débordent de la section et ainsi obtenir un meilleur fini de surface.

Les pièces produites par LPBF montrent couramment un écart de dimensions entre le dessin et la pièce, en plus d'une imprécision géométrique, notamment des arêtes arrondies. Ce phénomène est

dû à l'effet couplé de la taille du laser au focus, de l'imprécision sur le balayage, de la contraction du métal lors de la solidification et de la rugosité de surface. Comme observé par Wang et al. (2018), l'écart de dimensions devient plus important (relativement) pour des sections plus petites. Sombatmai et al. (2021) ont signalé un surdimensionnement pour des cylindres de diamètres inférieurs à 0,5 mm et un sous-dimensionnement atteignant 13% de la cible pour des diamètres supérieurs à 0,6 mm. Comme illustré par Murchio et al. (2021), l'écart géométrique devient aussi plus important pour des sections inclinées par rapport à la verticale. Cet aspect présente un défi pour la conception et la caractérisation mécanique des pièces incluant des sections minces.

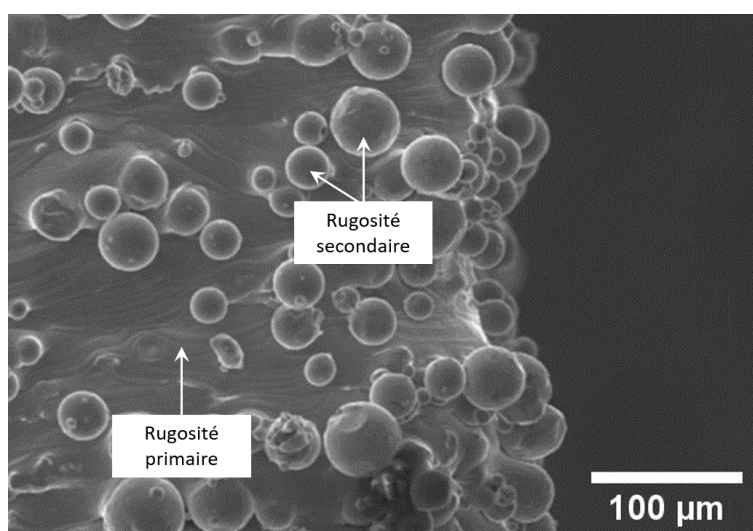


Figure 2.3 État de surface d'une pièce verticale mise en forme par LPBF montrant la rugosité primaire et secondaire (adapté de (Elambasseril et al., 2022)).

2.1.4 Anisotropie des pièces de LPBF

La fabrication couche par couche par LPBF mène à des microstructures, des discontinuités de fabrication, et des états de surface anisotropes. Cette anisotropie à plusieurs niveaux cause des variations de propriétés mécaniques avec la direction de sollicitation.

Pour des éprouvettes de Ti6Al4V de LPBF ayant subi un traitement de relaxation des contraintes, Simonelli et al. (2014) ont noté un faible effet de la direction de fabrication sur la résistance en traction. En revanche, ils ont mesuré un allongement à la rupture de $12,4 \pm 0,7 \%$ pour des

éprouvettes produites horizontalement, comparé à $9,6 \pm 0,9$ % des éprouvettes verticales. Ils ont noté une propagation préférentielle de fissure le long des joints de grains parents β colonnaires. Becker et al. (2020) ont mesuré une amplitude de concentration de contraintes seuil $\Delta K_{th} = 3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{\frac{1}{2}}$ pour une propagation de fissure dans le plan vertical, selon une direction parallèle à la direction de fabrication. Pour une propagation perpendiculaire à la direction de fabrication, une valeur de $2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{\frac{1}{2}}$ a été rapportée. Enfin, Le et al. (2019) ont mesuré des résistances en fatigue inférieures d'environ 20 % avec des éprouvettes produites verticalement comparées aux éprouvettes horizontales, du fait de l'orientation en mode I (ouverture) des discontinuités de fabrication.

Afin de restreindre l'étendue de l'étude, l'anisotropie des pièces de LPBF ne sera pas abordée dans la suite du document. On considèrera une sollicitation mécanique parallèle à la direction de fabrication des éprouvettes pour la traction monotone et la fatigue uniaxiale.

2.1.5 Caractéristiques du 316L mis en forme par LPBF

Les aciers inoxydables sont utilisés dans le domaine aéronautique et spatial pour leurs bonnes propriétés mécaniques spécifiques (propriétés divisées par la densité), résistance à la corrosion et résistance à l'usure (Blakey-Milner et al., 2021). L'acier inoxydable 316L (désignation UNS A31603) est un acier austénitique bas carbone présentant une résistance à la corrosion améliorée par rapport à l'alliage plus commun 304L. La composition chimique de l'alliage telle que décrite dans la norme ASTM A240/A240M (2022) est détaillée dans le Tableau 2.1. Le molybdène augmente la résistance à la corrosion et la résistance mécanique à hautes températures.

Tableau 2.1 Composition chimique de l'acier inoxydable 316L telle que décrite dans la norme ASTM A240/A240M (2022).

Élément	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo	N
Composition (wt%)	0,03	2,00	0,045	0,030	0,75	16,0-18,0	10,0-14,0	2,00-3,00	0,10

2.1.5.1 Microstructure du 316L de LPBF

La mise en forme du 316L à partir de poudre atomisée au gaz est bien maîtrisée et largement documentée dans la littérature. La Figure 2.4 montre la microstructure à plusieurs échelles du 316L de LPBF. Comme décrit par Morris Wang et al. (2018), le passage du laser est visible par la présence de bains de fusion. La solidification couche par couche résulte en une structure de grains austénitiques colonnaires, de grande dimension parallèle à la direction de fabrication, larges de quelques dizaines de micromètres et longs de plusieurs dizaines à quelques centaines de micromètres (Figure 2.4 (a)). À l'intérieur de ces grains sont observées des sous-cellules aciculaires, larges de quelques centaines de nanomètres, s'étendant dans la direction cristallographique $\langle 001 \rangle$ de la maille cubique centrée (Figure 2.4 (b)). Les sous-cellules sont communément désignées comme cellules de solidification, sous-grains, dendrites, ou aiguilles. Les parois des sous-cellules montrent une concentration élevée de dislocations et d'éléments d'alliage ségrégés, principalement du chrome et du molybdène. Des précipités nanométriques contenant du Mn, Si, O, N et Al y ont été observés (Figure 2.4 (c)). Les parois des sous-cellules constituent enfin une grande population de joints à faible défaut d'orientation. Chao et al. (2021) ont mesuré des contraintes résiduelles de compression de l'ordre de - 250 MPa au sein du 316L tel que mis en forme par LPBF. L'application de traitements thermiques au-dessus de 400°C peut permettre la relaxation des contraintes résiduelles mais mène à l'annihilation de la structure de sous-cellules et à la diminution de la limite d'élasticité et de la ductilité. Le 316L de LPBF est habituellement étudié en état tel que fabriqué.

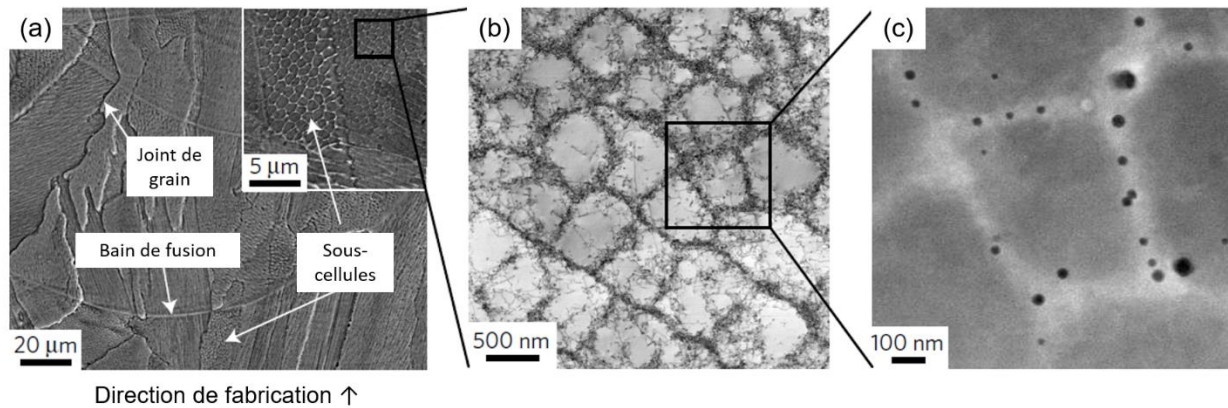


Figure 2.4 (a) Image obtenue au MEB (électrons secondaires) montrant la structure de bains de fusions, de grains colonnaires et de sous-cellules dans les grains ; (b) image de microscopie électronique en transmission (fond clair) montrant la structure de sous-cellules et les parois riches en dislocations ; (c) image de microscopie électronique en transmission par balayage (fond sombre) montrant les parois de sous-cellules riches en dislocations et précipités (adapté de Morris Wang et al., 2018).

2.1.5.2 Propriétés en traction du 316L de LPBF

Les propriétés en traction du 316L de LPBF, sollicité suivant la direction de fabrication et sans traitement thermique post-fabrication, sont comparées aux spécifications de la norme ASTM F3184 (2016b) dans le graphique à la Figure 2.5. La résistance en traction du 316L de LPBF est généralement supérieure à celle du même alliage mis en forme de façon conventionnelle. Des variations importantes sont cependant observées, notamment sur l'allongement à la rupture. Cette dispersion sur les propriétés de traction du 316L de LPBF peut venir des variations de poudres, de machines et de paramètres de fabrication utilisés (Ahmed Obeidi et al., 2021). On se propose d'étudier l'effet de la microstructure et de l'état de surface sur la résistance mécanique et la ductilité du 316L de LPBF.

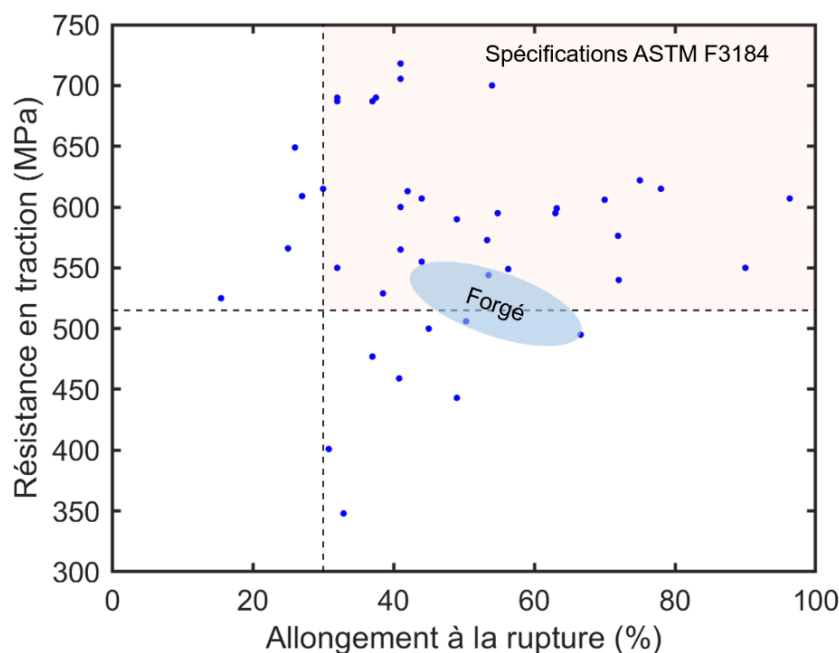


Figure 2.5 Résistance en traction en fonction de l'allongement à la rupture pour le 316L de LPBF, recensés dans la littérature pour des éprouvettes produites verticalement et sans traitement thermique. Les lignes pointillées représentent la résistance en traction et l'allongement à la rupture minimaux requis dans la norme ASTM F3184 (ASTM, 2016b; Ahmed Obeidi et al., 2021; Chao et al., 2021; Choo et al., 2020; Coughlin et al., 2020; Dryepondt et al., 2021; Ghosh et al., 2021; Ghosh et al., 2022; Kurzynowski et al., 2018; Marattukalam et al., 2020; Murphy-Leonard et al., 2021; Pauzon et al., 2020; Pitrmuc et al., 2022; Riabov et al., 2021; Roach et al., 2020; Röttger et al., 2020; Shrestha et al., 2016; Voloskov et al., 2020; Wang, X. et al., 2019; Wang, X. et al., 2018; Yu et al., 2020).

Aucun lien clair entre la largeur des grains colonnaires et les propriétés de traction n'a été établi dans la littérature. Wang et al. (2018) et Chao et al. (2021) ont mis en évidence une diminution de la résistance mécanique avec l'élargissement des sous-cellules. Une relation de type Hall-Petch a été établie entre la largeur des sous-cellules et la limite d'élasticité et résistance en traction. Le même type de relation a été établi pour la microdureté moyenne. D'après Qiu et al. (2018), le réseau de sous-cellules ralentit le mouvement des dislocations sans les bloquer totalement, ce qui mène aux hautes valeurs de résistance observées. La finesse du réseau de sous-cellules participe à la haute ductilité du matériau. Wang et al. (2019) et Pham et al. (2017) ont aussi noté que la formation

importante de macles permet les hautes valeurs d'allongement observées. Comme illustré par Wilson-Heid et al. (2018), la présence de pores internes affecte peu les propriétés de traction du 316L de LPBF. Aucune diminution de l'allongement à la rupture, de la limite d'élasticité, ou de la résistance en traction n'a été observée en présence de vides artificiels de diamètre atteignant 20% du diamètre de l'éprouvette. La rugosité de surface semble plutôt affecter la ductilité. Par simulation, Ghosh et al. (2022) ont noté une diminution de l'allongement uniforme de 50 % à environ 40 % en présence de concentrateurs de contrainte en surface. La comparaison d'éprouvettes aux surfaces telles que fabriquées et parachevées par micro-usinage a confirmé ces résultats.

2.1.6 Caractéristiques du Ti6Al4V mis en forme par LPBF

L'alliage Ti6Al4V (aussi couramment désigné Ti64 ou TA6V) représente environ 50 % de toute la production d'alliages de titane. Il est largement utilisé dans le secteur aérospatial pour sa haute résistance spécifique, sa stabilité thermique et sa résistance à la corrosion (Blakey-Milner et al., 2021). Le Tableau 2.2 détaille la composition de cet alliage telle que spécifiée dans la norme ASTM F-2924 (2014a). Comme récapitulé par Lütjering et Williams (2007), l'aluminium permet de stabiliser la phase alpha (α) et d'augmenter la température de transition beta (β). Le vanadium permet de stabiliser la phase β à température ambiante.

Tableau 2.2 Composition chimique de l'alliage de titane Ti6Al4V telle que décrite dans la norme ASTM F3001 (2014a).

Élément	Al	V	Fe	O	C	N	H	Y	Autre, chacun	Autre, total
Composition (wt%)	5,50-6,50	3,50-4,50	<0,25	<0,13	<0,08	<0,05	<0,012	<0,005	<0,10	<0,40

2.1.6.1 Microstructure

La mise en forme de l'alliage de titane Ti6Al4V par LPBF est largement documentée dans la littérature. Après le passage du laser, la phase liquide se solidifie autour de 1660°C en grains

colonnaires β (structure cubique centrée) dont la grande dimension est parallèle à la direction de fabrication. La largeur de ces grains est proche de la distance interpasse (Gaillard et al., 2022). Le refroidissement rapide (> 1000 K/s) depuis la transition β (~ 975 - 1000°C) mène à la transformation $\beta \rightarrow \alpha'$ en une structure martensitique métastable (structure hexagonale compacte) dans les grains parents β . La structure résultante d'aiguilles hiérarchiques est représentée à la Figure 2.6 (a) : des aiguilles primaires traversent la largeur des grains parents, tandis que des aiguilles d'ordre supérieur croissent entre les primaires. La transformation martensitique s'accompagne des relations cristallographiques :

- $\{110\}_\beta \rightarrow \{0001\}_\alpha$
- $\langle 111 \rangle_\beta \rightarrow \langle 1120 \rangle_\alpha$

Ces relations mènent à 12 orientations possibles pour les aiguilles de martensite, et expliquent l'absence de texture cristallographique marquée pour le Ti6Al4V produit par LPBF (Voisin et al., 2018). Comme illustré par Pauzon et al. (2021), et Gaillard et al. (2022), la solidification mène à des contraintes résiduelles de traction pouvant atteindre 800 MPa, qui peuvent causer des déformations importantes lors de la séparation avec le plateau de fabrication. Un traitement thermique de relaxation des contraintes à 593°C pendant 2 heures, tel que décrit dans la norme AMS2801B (2014), est mis en œuvre de façon routinière sans effet majeur sur la microstructure. Lors de traitements thermiques à des températures supérieures, la martensite se décompose par précipitation de la phase β au niveau de dislocations ou entre les aiguilles. Etesami et al. (2022) ont ainsi observé la présence de particules β après 2 h à 611°C . La microstructure obtenue après un traitement de recuit est visible à la Figure 2.6 (b). Les traitements thermiques entre 704°C et la température de transition β (~ 975 - 1000°C) mènent à la décomposition de la martensite en une structure de lamelles α dans une matrice β . Comme mesuré par Xu et al. (2017), la phase β est riche en vanadium, avec une concentration pouvant atteindre 30 %, et appauvrie en aluminium. Un enrichissement en fer est aussi remarqué. Le maintien en température lors des traitements thermiques de recuit mène à la croissance des lamelles et à l'augmentation de la fraction de phase β , comme observé par Cao et al. (2018) en comparant les microstructures obtenues après un traitement thermique à 800°C pendant 2 h, 6 h et 12 h.

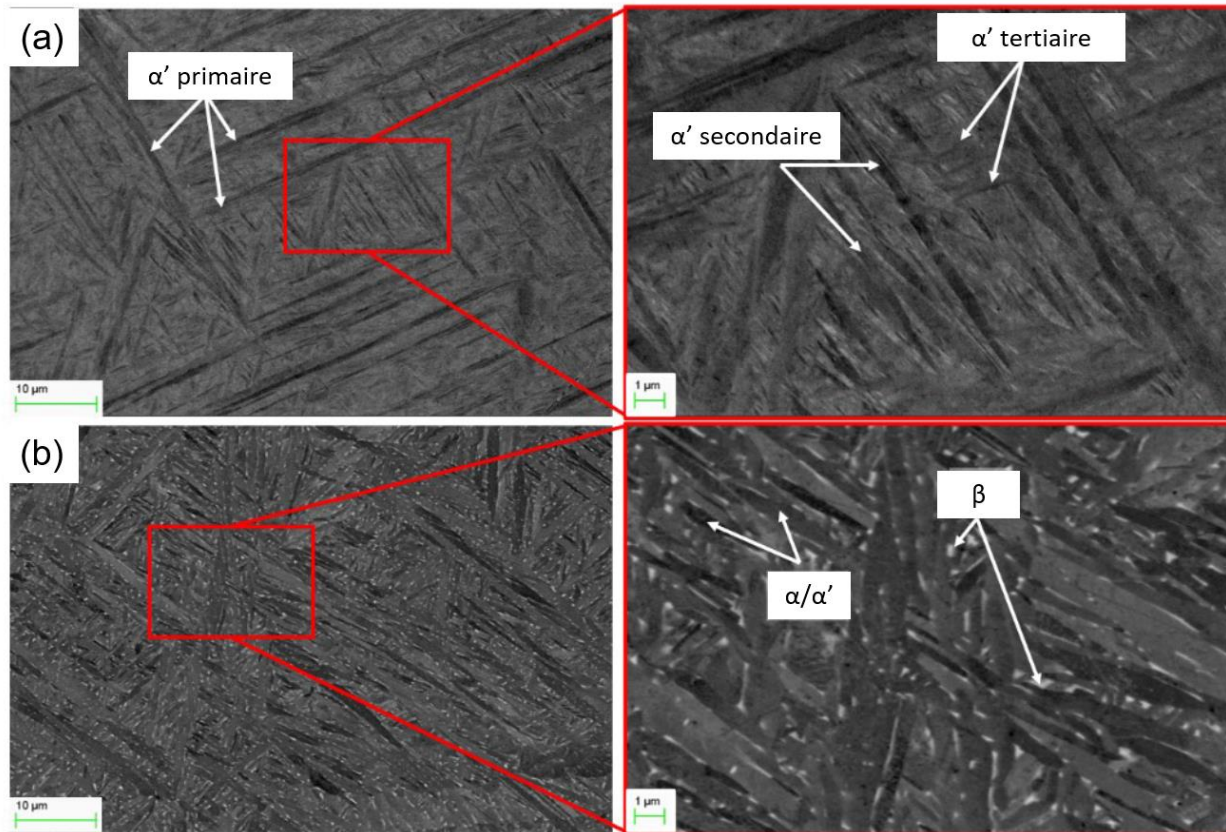


Figure 2.6 Microstructure du Ti6Al4V (a) tel que mis en forme par LPBF, montrant une structure hiérarchique d'aiguilles martensitiques, et (b) après un traitement thermique à 720°C pendant 2 h, montrant la phase β entre des lamelles α/α' (adapté de Gaillard et al., 2022).

2.1.6.2 Propriétés de traction

La norme ASTM F2924 (2014a) précise les propriétés en traction minimales exigées pour le Ti6Al4V mis en forme par LPBF. Les données issues de la littérature sont comparées à ces spécifications dans le graphique de résistance en traction en fonction de l'allongement à la rupture à la Figure 2.7. La résistance en traction dépasse généralement les 895 MPa requis, tandis que les valeurs d'allongement à la rupture sont couramment inférieures à 10 %. Une importante dispersion est observée autant sur la résistance en traction que sur l'allongement à la rupture.

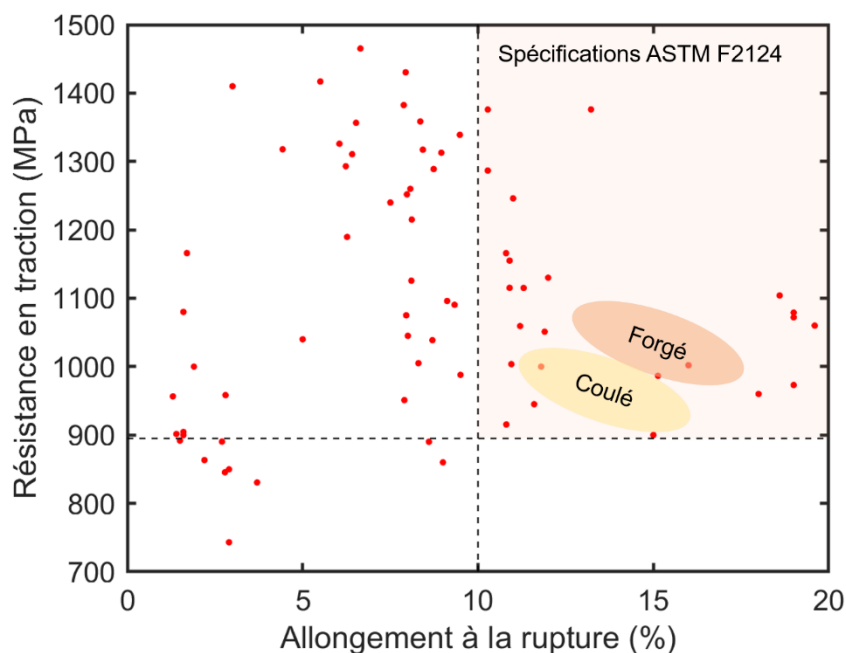


Figure 2.7 Résistance en traction en fonction de l’allongement à la rupture pour le Ti6Al4V de LPBF, recensés dans la littérature pour des éprouvettes produites verticalement. Les lignes pointillées représentent la résistance en traction et l’allongement à la rupture minimaux requis dans la norme ASTM F2924 (ASTM, 2014a; Cutolo et al., 2019; Dzugan et al., 2018; Fousova et al., 2018; Kasperovich & Hausmann, 2015; Leuders et al., 2013; Liu et al., 2020; Meng et al., 2022; Mertová, K & Džugan, 2019; Mezzetta et al., 2018; Palanivel et al., 2016; Vilaro et al., 2011; Voisin et al., 2018; Zhao et al., 2022; Zhou et al., 2018).

Les études portant sur le Ti6Al4V mis en forme par LPBF présentent une variété de paramètres de fabrication et de traitements thermiques qui affectent la densité relative des pièces et l’échelle de la microstructure. La prise en compte des paramètres microstructuraux permet de rationaliser les variations de résistance mécanique et de ductilité. La Figure 2.8 présente les résultats de la littérature sur un graphique de type Hall-Petch : la limite d’élasticité est représentée en fonction de l’inverse de la racine carrée de la largeur des lamelles α/α' . On peut observer que l’élargissement des lamelles mène à une diminution de la résistance mécanique. Ce comportement est dû au fait que la largeur des lamelles représente la longueur maximale de glissement des dislocations dans le Ti6Al4V (Lütjering, G., 1998; Simonelli et al., 2014).

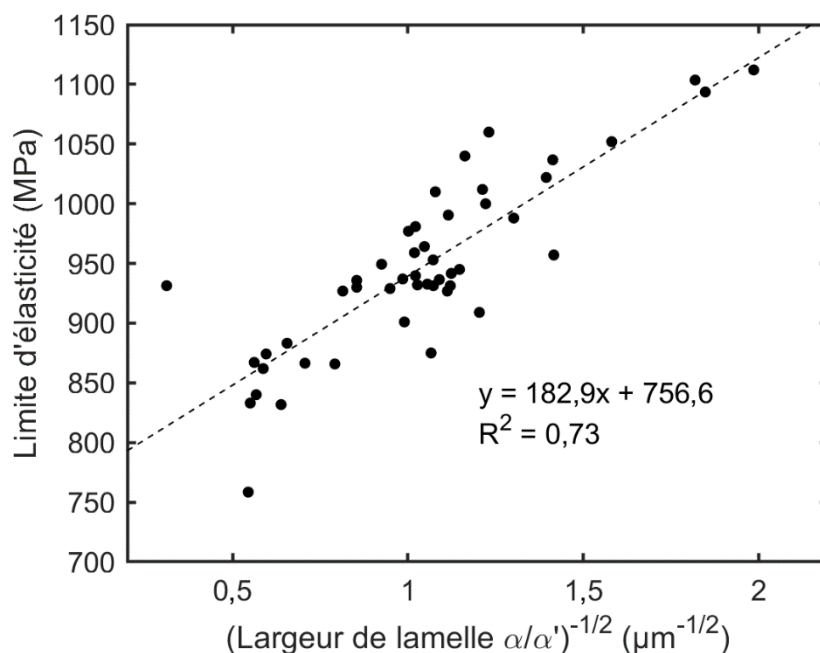


Figure 2.8 Résultats de la littérature : dépendance de la limite d'élasticité à la largeur des lamelles α/α' du Ti6Al4V de LPBF (Barba et al., 2020; Bhandari & Gaur, 2022; Xu et al., 2015; Xu et al., 2017).

La structure martensitique obtenue directement après fabrication est connue pour mener à des valeurs d'allongement à la rupture de quelques pourcents seulement (Moridi et al., 2019). Après transformation de la martensite, la largeur des lamelles a peu d'effet sur la ductilité. Xu et al. (2017) ont mesuré des allongements à la rupture comparables, autour de 12 %, pour des largeurs de lamelles variant de 0,25 à 0,52 μm . La ductilité du Ti6Al4V de LPBF est plutôt impactée par la présence de discontinuités internes. Meng et al. (2022) ont comparé les allongements à la rupture mesurés avec des éprouvettes de différentes densités relatives, avec une microstructure lamellaire d'échelle constante. Pour des porosités supérieures à 0,25 %, l'allongement à la rupture est stable et inférieur à 5 %. Pour des porosités inférieures, l'allongement à la rupture dépasse 10% et peut atteindre 25 %. L'augmentation de la ductilité après un traitement de pressage isostatique à chaud (*hot isostatic pressing*, HIP), telle qu'observée par Mezzetta et al. (2018), semble ainsi liée à la fermeture des pores internes plutôt qu'à l'élargissement des lamelles. L'augmentation de la fraction de phase β est aussi suspectée d'augmenter l'allongement à la rupture (Cao et al., 2018).

L'effet des dimensions des sections déposées sur la microstructure et les propriétés en traction du Ti6Al4V de LPBF demeure incertain et paraît varier avec les paramètres de fabrication et des machines utilisées. Les résultats issus de la littérature sont récapitulés dans l'introduction de l'article 2 (Chapitre 5).

2.1.6.3 Résistance en fatigue du Ti6Al4V de LPBF

Les résistances en fatigue mesurées avec des éprouvettes aux surfaces telles que fabriquées par LPBF sont largement en-dessous de celles obtenues avec des éprouvettes aux surfaces parachevées. Pour le Ti6Al4V de LPBF, à un rapport de contraintes $R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} = -1$, Vayssette et al. (2019) ont mesuré des résistances à 10^6 cycles autour de 250 MPa pour des surfaces telles que fabriquées, et de presque 600 MPa pour des surfaces usinées et polies. L'amorce de fissures est systématiquement observée depuis la surface sur les faciès de rupture. L'effet potentiel de la microstructure et des discontinuités internes est masqué par la rugosité de surface qui agit comme concentrateur de contraintes, et contrôle la résistance en fatigue. La suite de cet état de l'art portera sur des éprouvettes aux surfaces usinées et polies.

Les propriétés en fatigue du Ti6Al4V de LPBF issues de la littérature sont représenté à la Figure 2.9 sur un graphique de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles à la rupture (courbe S-N). Les résultats obtenus avec des surfaces polies et des éprouvettes produites verticalement ont été considérés. Certains points mesurés avec un rapport de contraintes $R = -1$ ont été calculés pour $R = 0,1$ à l'aide d'un diagramme de Goodman. Une dispersion importante est observée : des variations de résistance en fatigue à 10^6 cycles de presque 500 MPa sont observées. L'origine de cette dispersion réside dans les mécanismes d'amorce de fissures de fatigue. À haut nombre de cycles, les discontinuités de fabrication agissent comme site d'amorce. La résistance en fatigue est affectée par la nature, la taille et la position de la discontinuité. Pour le Ti6Al4V de LPBF, trois domaines de résistance peuvent être définis : des résistances faibles pour des amorces depuis des discontinuités de grandes dimensions à la surface ; des résistances intermédiaires pour des amorces depuis des discontinuités internes de petites tailles ; un domaine de hautes résistances pour des amorces depuis la microstructure, typiquement observées après un traitement HIP.

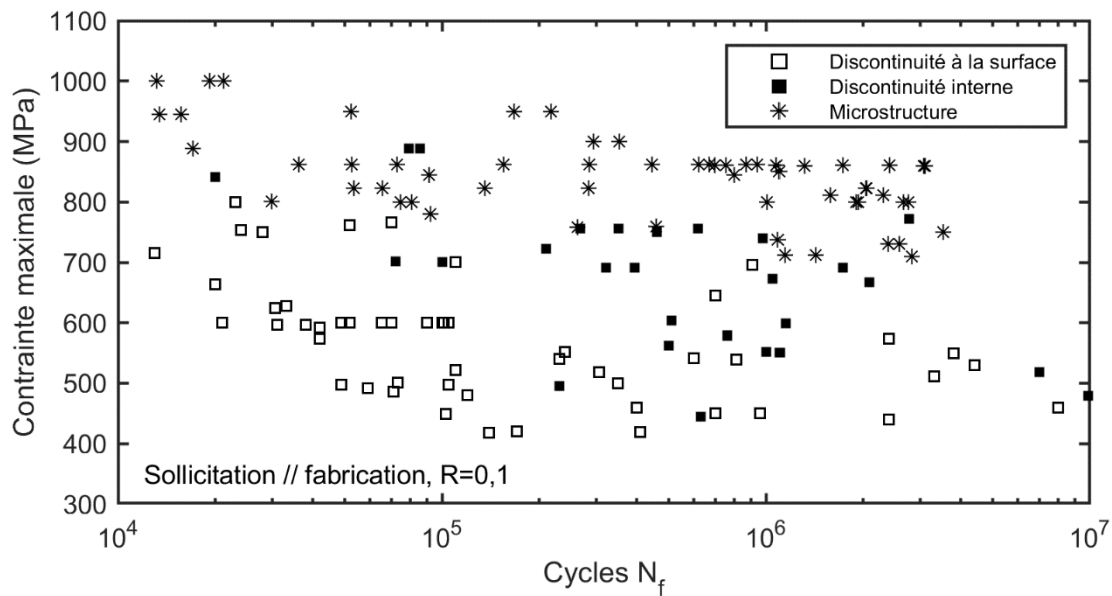


Figure 2.9 Contrainte maximale en fonction du nombre de cycles à la rupture pour le Ti6Al4V de LPBF, recensés dans la littérature pour des éprouvettes produites verticalement (Akgun et al., 2022; Alegre et al., 2022; Le et al., 2020; Moran et al., 2022; Phutela et al., 2019; Vayssette et al., 2018; Wycisk et al., 2015; Wycisk et al., 2014).

L'effet des contraintes résiduelles issues de l'usinage des surfaces d'éprouvettes de fatigue doit être pris en compte. Emanuelli et al. (2022) ont mesuré des contraintes résiduelles de compression de plusieurs centaines de MPa sur une mince couche de surface après usinage. L'amorce de fissures de fatigue a été observée à des discontinuités sub-surfaciques. Après application de traitements thermiques de relaxation des contraintes, l'amorce a été observée à des discontinuités interceptées par la surface usinée. Les contraintes résiduelles dues à l'usinage peuvent ainsi mener à des mesures non-conservatrices de résistance en fatigue. Pour prendre en compte cet aspect lors de leur étude de l'effet du volume sollicité sur la résistance en fatigue, Pessard et al. (2021) ont effectué un traitement thermique à 650°C pendant 4 heures après l'usinage.

2.1.7 Analyse des résultats de fatigue : diagramme de Kitagawa-Takahashi

L'effet de la taille et de la position des discontinuités sur la résistance en fatigue peut être pris en compte à l'aide du diagramme bi-logarithmique proposé par Kitagawa et Takahashi (diagramme K-T) (1976). Comme présenté par Beretta et Romano (2017), cette représentation peut permettre de réduire la dispersion observée sur les courbes S-N. Comme illustré à la Figure 2.11, la résistance en fatigue à un haut nombre de cycles donné est représentée en fonction de la taille d'une fissure préexistante. D'après Murakami (2019), les discontinuités tridimensionnelles dans le matériau peuvent être considérées comme des fissures préexistantes. Leur taille peut être décrite par le paramètre \sqrt{aire} , la racine de l'aire projetée sur le plan perpendiculaire à la direction de chargement.

La mécanique linéaire élastique de la rupture (LEFM) peut être utilisée pour décrire l'influence des discontinuités sur la résistance en fatigue. La variation du facteur d'intensité de contraintes associée à une discontinuité est exprimé selon l'Équation 2.1:

$$\Delta K = Y \Delta \sigma \sqrt{\pi \sqrt{aire}} \quad \text{Équation 2.1}$$

Une fissure préexistante se propage pour $\Delta K > \Delta K_{th}$, avec ΔK_{th} la valeur seuil de la variation du facteur d'intensité de contraintes. L'Équation 2.2 exprime ainsi une taille de discontinuité seuil en dessous de laquelle la résistance en fatigue n'est pas affectée, et vaut celle d'une pièce sans discontinuité :

$$\sqrt{aire}_0 = \frac{1}{\pi} \left(\frac{\Delta K_{th}}{Y \Delta \sigma_{th}} \right)^2 \quad \text{Équation 2.2}$$

où Y représente l'interaction entre la discontinuité et la surface libre ($Y = 0,65$ pour des discontinuités de surface et $Y = 0,5$ pour des discontinuités internes), et σ_{th} est la résistance en fatigue à un grand nombre de cycles N_c d'un matériau sans discontinuité.

D'après la LEFM, l'Équation 2.3 exprime la résistance en fatigue en fonction du paramètre \sqrt{aire} :

$$\Delta K(\sqrt{aire}) = \Delta K_{th} \text{ soit } \sigma = \sigma_{th} \sqrt{\frac{\sqrt{aire}_0}{\sqrt{aire}}} \text{ pour } \sqrt{aire} > \sqrt{aire}_0,$$

$$\text{et } \sigma = \sigma_{th} \text{ pour } \sqrt{aire} < \sqrt{aire}_0$$

Équation 2.3

Pour une variété de matériaux mis en forme de façon conventionnelle et par FA, cette loi de comportement décrit bien l'effet de discontinuités de fabrication sur la résistance en fatigue (Andreau et al., 2021; El Khoukhi et al., 2019). Les paramètres \sqrt{aire}_0 pour des discontinuités de surface ou internes peuvent être calculés en connaissant $\Delta\sigma_{th}$ et ΔK_{th} , ou déterminés expérimentalement par la construction du diagramme K-T complet.

El-Haddad (1979) a proposé un modèle qui décrit généralement mieux les résultats expérimentaux dans la région transitoire autour de \sqrt{aire}_0 . La résistance en fatigue est exprimée selon l'

Équation 2.4 :

$$\sigma = \sigma_{th} \sqrt{\frac{\sqrt{aire}_0}{\sqrt{aire}_0 + \sqrt{aire}}} \quad \text{Équation 2.4}$$

Comme représenté par le terme Y dans l'Équation 2.2, deux valeurs de taille de défaut seuil distinctes sont associées à la propagation de fissures depuis des discontinuités de surface ou internes. D'après Murakami, une discontinuité non-débouchante mais suffisamment proche de la surface libre peut être considéré comme en surface. Considérant un défaut circulaire de rayon r dont le centre se trouve à une distance $d_{Surface}$ de la surface libre, le critère pour considérer la discontinuité comme surfacique est $\frac{r}{d_{Surface}} > 4/5$. Des critères moins restrictifs sont utilisés dans la littérature. Yamashita et al. (Yamashita et al., 2018) considèrent par exemple qu'une discontinuité est en surface pour $\frac{r}{d_{Surface}} > 1/3$. Dans le cas d'une discontinuité surfacique, l'aire mesurée doit inclure le ligament entre le défaut et la surface libre. On mesure une surface effective $aire_{eff}$ de surface telle que schématisé à la Figure 2.10.

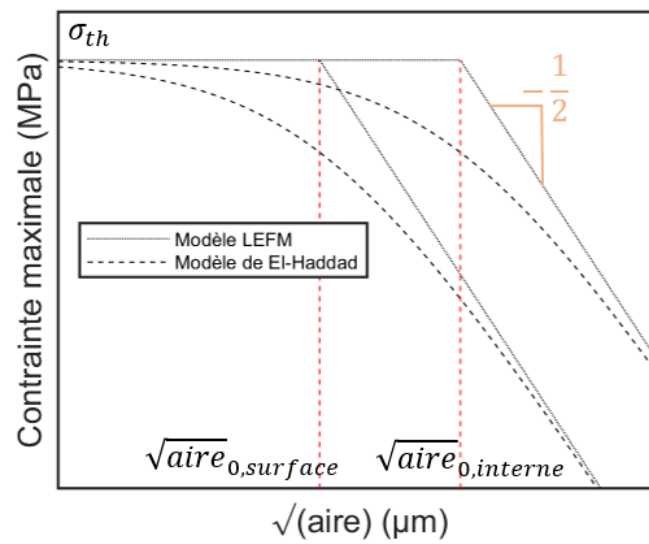


Figure 2.11 Représentation schématique d'un diagramme K-T. L'axe horizontal et vertical sont en échelle logarithmique.

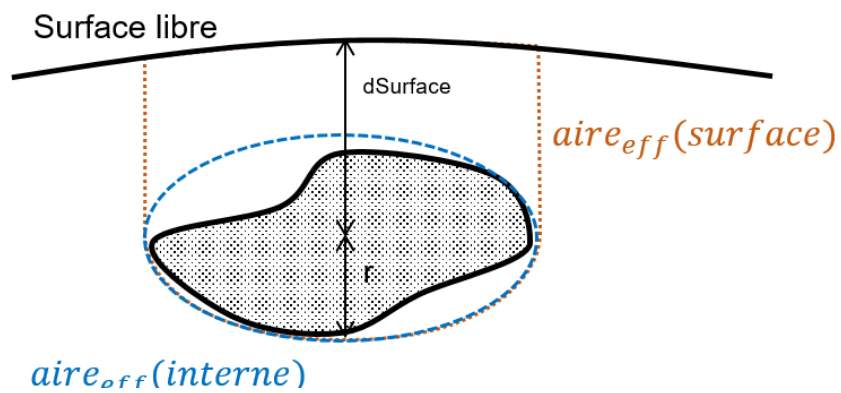


Figure 2.10 Mesure de l'aire d'une discontinuité en fonction de la distance à la surface libre d'après (Murakami, 2019).

2.2 Caractérisation mécanique des pièces de LPBF avec des éprouvettes de dimensions réduites

2.2.1 Besoin d'éprouvettes de dimensions réduites dans le domaine

La norme ASTM F3122 (2014b) prodigue des consignes pour la caractérisation mécanique des pièces issues de la FA. Cette norme recommande de suivre les spécifications de la norme ASTM E8/E8M (2016a) et E466 (2015a) pour la mesure des propriétés de traction monotone et de fatigue uniaxiale, respectivement. Les éprouvettes décrites dans ces normes ont une longueur supérieure à 10 cm. De plus, des répétitions sont nécessaires pour chaque condition. Pour la traction monotone, 3 essais sont recommandés. Pour la fatigue, le nombre d'essais doit être suffisant pour que les mesures permettent de représenter la distribution statistique liée à ce phénomène probabiliste.

La caractérisation mécanique des pièces de LPBF requiert l'utilisation d'éprouvettes de dimensions réduites. La première raison concerne le volume disponible dans les machines de fabrication. Les éprouvettes normalisées sont mal adaptées pour ces volumes limités (typiquement $250 \times 250 \times 250 \text{ mm}^3$). C'est d'autant plus vrai pour la production d'éprouvettes selon différentes orientations et pour le besoin de répétitions des essais mécaniques. La Figure 2.12 présente des éprouvettes normalisées à côté d'une pièce technologique représentative, sur une plaque de fabrication de LPBF. Les pièces de LPBF incluent des sections minces, de l'ordre du millimètre (Edy et al., 2020). De plus, du fait des géométries complexes des pièces de FA, le parachèvement de surface est parfois impossible et les pièces doivent être mises en service avec leur surface en état brut de fabrication. Les éprouvettes d'essais mécaniques devraient être représentatives des sections d'intérêt. Enfin, des variations de propriétés mécaniques avec la position au sein des pièces ou dans la chambre de fabrication ont été signalées pour une variété d'alliages (Hatami, 2021; Soltani-Tehrani et al., 2022; Soltani-Tehrani et al., 2020). Les éprouvettes normalisées ne permettent pas la caractérisation de ces variations locales.

Aucune norme ne régit actuellement l'utilisation d'éprouvettes de section millimétrique pour la caractérisation en traction et en fatigue uniaxiale des pièces mises en forme par LPBF. L'élaboration de telles normes représentent un besoin pour la certification des pièces technologiques. Depuis 2009, le comité de travail ASTM F42 s'applique à l'élaboration de recommandations pour le domaine de la FA. Les délais associés à ce travail peuvent être long du

fait de la diversité des méthodes de fabrications et des matériaux considérés, du nombre d'acteurs industriels impliqués, et de l'absence de consensus sur certaines problématiques.

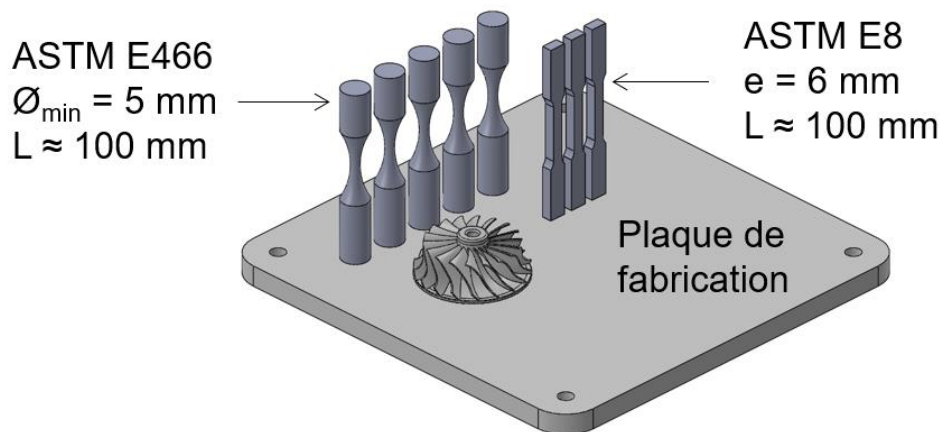


Figure 2.12 Éprouvettes normalisées d'essai de fatigue et de traction représentées sur une plaque de fabrication de LPBF à proximité d'une pièce technologique comportant des parois millimétriques.

2.2.2 Caractérisation en traction monotone avec des éprouvettes de dimensions réduites

Malgré l'absence de norme, l'utilisation d'éprouvettes miniatures pour la mesure des propriétés de traction monotone de pièces de FA est largement documentée dans la littérature. Dongare (2012), Amine et al. (2017), Dzugan et al. (2017) ont mesuré les propriétés en traction d'éprouvettes de section millimétrique extraites de pièces de plus grandes dimensions. Les propriétés ont montré une bonne équivalence avec les résultats obtenus avec des éprouvettes normalisées. Les éprouvettes miniatures usinées ont permis de mettre en évidence des variations locales de propriétés de traction au sein des pièces. L'obtention de mesures justes et précises avec des éprouvettes millimétriques mises en forme par les techniques de FA par bain de poudre s'avère cependant délicate.

Comme présenté par Zheng et al. (2020), la mesure d'allongement constitue le premier défi. Les dimensions réduites des éprouvettes ne permettent pas l'utilisation d'extensomètre à lames conventionnels. Plusieurs études présentent l'utilisation du déplacement des mors de la machine

d'essai pour la mesure d'allongement, qui peut mener à une erreur non négligeable sur le module d'Young et la ductilité (Dryepondt et al., 2021; Sergueeva et al., 2009). L'applicabilité des méthodes de corrélation d'images numériques (en anglais *digital image correlation*, DIC) ou d'extensomètres vidéos pour la mesure d'allongement avec des éprouvettes de traction miniature a été largement démontrée. Comparé à un extensomètre conventionnel, ces méthodes nécessitent des étapes supplémentaires pour la préparation des éprouvettes et l'analyse des résultats. La résolution sur la mesure de l'allongement dépend de l'équipement utilisé, de l'éclairage, et des conditions d'essais. Elle est généralement de l'ordre de 0,1 %, ce qui peut être trop faible pour l'étude du domaine élastique, mais suffisant pour le domaine de déformations plastiques (Lord et al., 2010).

Le second défi concerne la mesure non-destructive de l'aire A dans la section des éprouvettes qui est utilisée pour calculer la contrainte selon $\sigma = \frac{F}{A}$. Une erreur sur l'aire est directement reportée sur les niveaux de contraintes. L'aire de la section est conventionnellement calculée à partir des dimensions des éprouvettes mesurées avec un pied à coulisse ou un micromètre. Pour des éprouvettes de dimensions réduites, une imprécision sur la mesure causée par un fini de surface rugueux peut avoir un effet non négligeable sur l'aire calculée. Pour des éprouvettes de traction de 0,5 mm d'épaisseur, Kashaev et al. (2013) ont proposé une correction de l'aire par la rugosité de surface maximale R_z . Pour une éprouvette de section rectangulaire avec une épaisseur e et une largeur l , une aire corrigée A_{Cor} est définie par l'(l - 2 * R_z) Équation 2.5 :

$$A_{Cor} = (e - 2 * R_z) * (l - 2 * R_z) \quad \text{Équation 2.5}$$

Van Zyl et al. (2016) ont appliqué cette correction pour des éprouvettes de LPBF de 1 mm d'épaisseur. L'utilisation de l'aire effective a permis d'obtenir des résistances en traction proches de celles mesurées avec des éprouvettes normalisées, avec un écart de 5-7 %. Du fait des arêtes arrondies des pièces de LPBF, la correction sur la largeur et l'épaisseur d'éprouvettes rectangulaires n'est pas suffisante pour obtenir une estimation juste de la section, particulièrement pour des petites sections.

Sepe et al. (2020) ont effectué des coupes métallographiques pour mesurer de façon directe l'aire dans la section réduite d'éprouvettes brutes de fabrication. Cette technique est par définition destructive. De plus, les étapes expérimentales nécessaires peuvent être source d'erreurs importantes. Des méthodes optiques ont été employées. Wang et al. (2018) ont mesuré le diamètre

d'éprouvettes cylindriques par stéréo-microscopie. Murchio et al. (2021) ont mesuré le diamètre de la même façon, selon deux angles d'observation afin de prendre en compte d'éventuels écarts à la cylindricité. Cette méthode est non-destructive et relativement rapide. Ces mesures peuvent cependant être affectées par l'état de surface. Dans le cas d'éprouvettes plates, un nombre supérieur de mesures est aussi nécessaire (une mesure de diamètre contre deux mesures pour l'épaisseur et la largeur).

La méthode de tomodensitométrie par rayons X (en anglais *computed tomography*, CT) permet d'obtenir une représentation en 3D d'une pièce à partir d'une série de radiographies. Des vues en coupe perpendiculaires à la longue direction de l'éprouvette peuvent être reconstruites, avec une résolution typiquement entre 1 et 10 μm . Après le traitement des images, l'aire peut être directement mesurée tout au long de la portion scannée. Les vides et discontinuités internes de l'éprouvette peuvent aussi être caractérisés. Il s'agit cependant d'un procédé coûteux, demandant en temps d'imagerie et d'analyse. De plus, du fait des irrégularités de surfaces et géométries décrites en 2.1.3, la définition de la section qui soutient la charge n'est pas triviale. Suard et al. (2015) ont présenté une méthode numérique pour l'identification d'un diamètre équivalent pour des traverses de 1 mm de diamètre mises en œuvre par fusion par rayon d'électrons sur lit de poudre. Comme illustré à la Figure 2.13, Persenot et al. (2018) ont discuté de l'utilisation de l'aire moyenne ou de l'aire minimale mesurées dans la portion scannée d'éprouvettes issues du même procédé. Pour des éprouvettes aux surfaces parachevées par un procédé électrochimique, l'aire moyenne a permis d'obtenir des résistances mécaniques comparables à celles obtenues avec des éprouvettes usinées, tandis que l'aire minimale a mené à des valeurs supérieures d'environ 10 %. Pour des éprouvettes avec la surface telle que fabriquée, une résistance mécanique inférieure d'environ 10 % a été obtenue en utilisant l'aire moyenne, comparé aux éprouvettes polies.

Un aspect relatif à l'influence du procédé de fabrication sur le matériau (effet d'échelle technologique) est à prendre en compte en plus de ces aspects métrologiques. La population de pores et l'échelle de la microstructure peuvent être influencées par l'apport d'énergie et le taux de refroidissement local lors de la mise en forme par LPBF. Les dimensions des éprouvettes sont ainsi suspectées d'influencer les propriétés en traction. L'effet de la section déposée par LPBF sur les propriétés de traction mesurées sera traité en détails dans l'introduction de l'article 1 (Chapitre 4) pour le 316L et de l'article 2 (Chapitre 5) pour le Ti6Al4V.

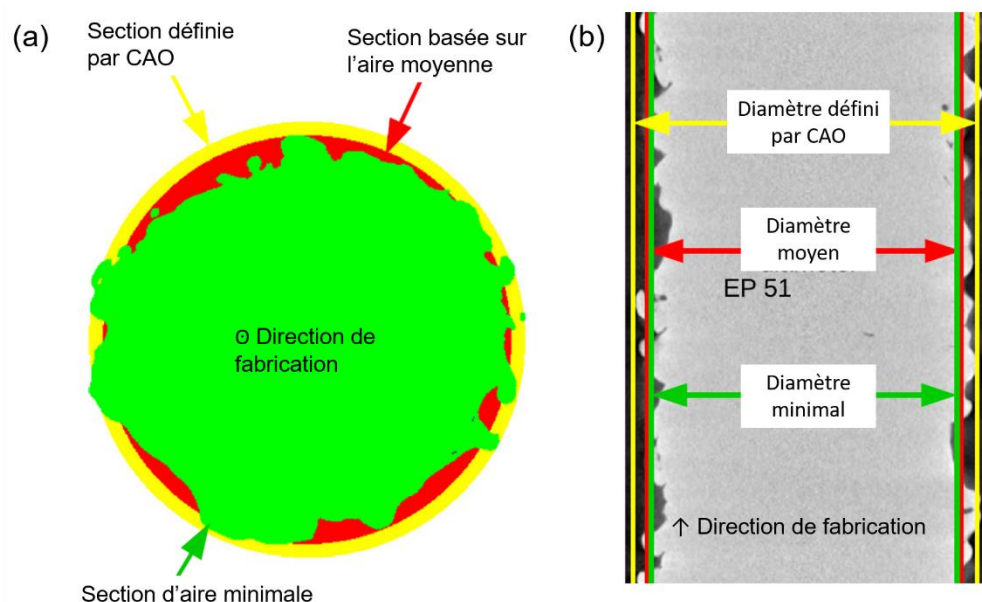


Figure 2.13 Différentes valeurs possibles pour l'aire dans la section, représentées sur une vue de tomodensitométrie (a) perpendiculaire et (b) parallèle à la direction de fabrication (adapté de (Persenot, Théo et al., 2018))

2.2.3 Caractérisation en fatigue avec des éprouvettes de dimensions réduites

2.2.3.1 Antécédents d'éprouvettes miniatures

L'utilisation d'éprouvettes millimétriques pour la caractérisation en fatigue uniaxiale demeure rare. La Figure 2.14 présente les dimensions d'éprouvettes reportées dans la littérature. Holländer et al. (2016) ont pu mettre en évidence des variations de résistance au sein d'une lame de turbine en superalliage de nickel en utilisant des éprouvettes de diamètre minimal de 3 mm et de longueur totale de 37 mm. Dzugan et ses coauteurs (2015; 2017) ont utilisé des éprouvettes d'acier inoxydable forgé aux surfaces polies avec un diamètre minimal de 1,5 et 2 mm pour mesurer la résistance en fatigue à petit et grand nombre de cycles. Des résistances en fatigue équivalentes à celles obtenues avec des éprouvettes de 10 mm de diamètre ont été obtenues, malgré une dispersion plus importante.

Dans le domaine de la FA, quelques études ont présenté l'utilisation d'éprouvettes de dimensions millimétriques pour la caractérisation en fatigue uniaxiale. Brandl et al. (2011) ont utilisé des éprouvettes de diamètre minimal de 1,5 mm pour déterminer la résistance en fatigue à 10^7 cycles du Ti6Al4V mis en forme par déposition directe avec fil et laser. Pegues et al. (2018) ont utilisé des éprouvettes de 3,25 mm de diamètre pour mesurer les propriétés en fatigue du Ti6Al4V de LPBF avec les surfaces usinées et polies. Enfin, Persenot et al. (2019) ont mesuré la résistance en fatigue du Ti6Al4V mis en forme par fusion par faisceau d'électrons sur lit de poudre, avec des éprouvettes ayant un diamètre de 2 mm, et les surfaces telles que fabriquées.

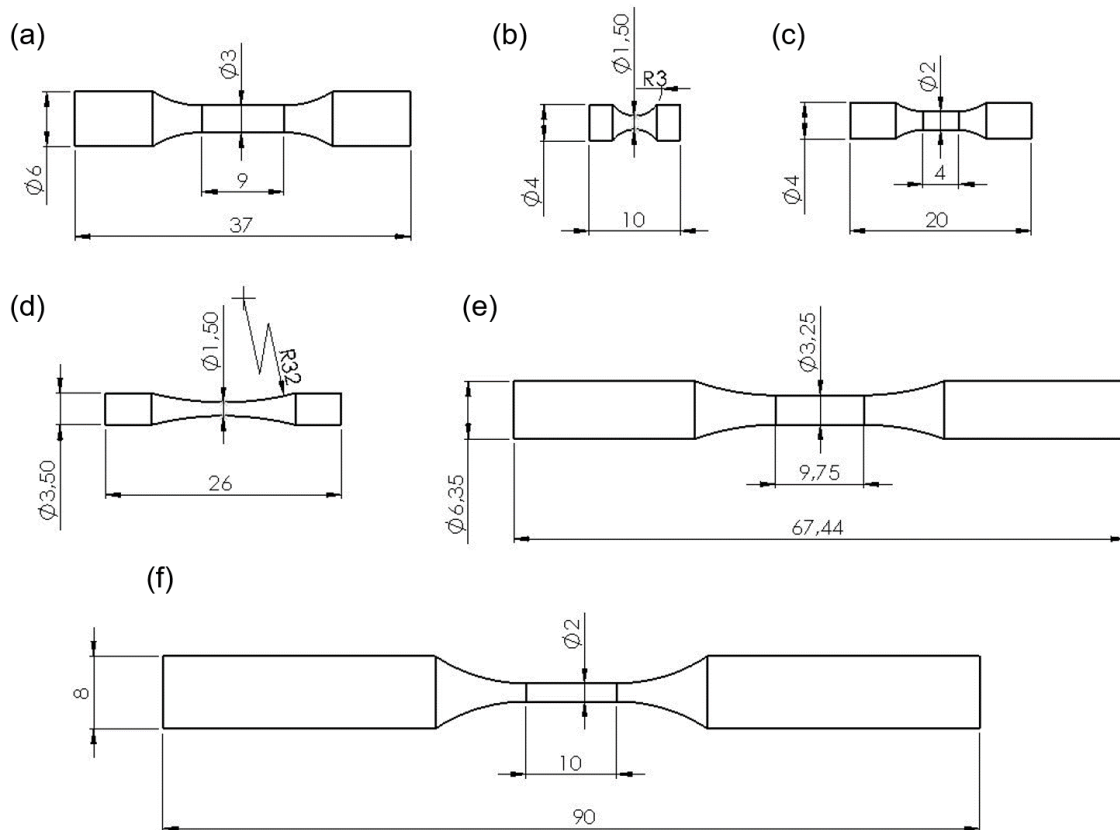


Figure 2.14 Eprouvettes de fatigue de dimensions réduites reportées par (a) Hölländer et al. (Hölländer et al., 2016), (b) Džugan et al. (Džugan et al., 2015), (c) Džugan et al. (Džugan, Jan et al., 2017), (d) Brandl et al. (Brandl et al., 2011), (e) Pegues et al. (Pegues et al., 2018) et (f) Persenot et al. (Persenot, Théo et al., 2018). Toutes les dimensions sont en mm.

2.2.3.2 Effet d'échelle

Dans l'industrie, il est bien documenté que l'utilisation d'éprouvettes d'essai mécanique de tailles réduites surestime la tenue en fatigue des pièces technologiques de plus grandes dimensions : c'est l'effet d'échelle statistique. La probabilité de trouver une discontinuité critique dans le matériau diminue avec la diminution du volume échantillonné. En appliquant le concept du maillon faible, la résistance moyenne en fatigue à grand nombre de cycles augmente ainsi avec la diminution de la taille d'éprouvette (Phillips & Heywood, 1951). Le concept de volume hautement sollicité (VHS) est utilisé pour étudier l'effet d'échelle statistique avec des éprouvettes de taille réduite ou des concentrateurs de contrainte (Kuguel, 1961). Le VHS est défini comme le volume dans lequel la contrainte principale vaut plus que $n\%$ de la contrainte maximale. Ce volume est considéré comme étant la localisation la plus probable de l'amorce d'une fissure de fatigue. Pour un aluminium de fonderie, El Khouki et al. (2019) ont rapporté que la diminution du $VHS_{80\%}$ de 1000 à 5 mm³ mène à l'amorce depuis des pores de taille inférieure et ainsi à des résistances moyennes en fatigue supérieures. Les résultats obtenus en simulant l'échantillonnage de volumes décroissants dans une population de pores ont montré une bonne correspondance avec ces résultats expérimentaux (El Khoukhi et al., 2021).

Pour les pièces de LPBF, ce comportement a été mis en évidence pour le 316L par Andreau et al. (2021) et pour le Ti6Al4V par Pegues et al. (2018), Le et al. (2020), et Pessard et al. (2021). L'utilisation d'un plus petit VHS diminue la probabilité de présence de manques de fusion, les discontinuités les plus critiques. L'amorce est ainsi favorisée depuis des discontinuités moins critiques, ce qui est associé avec des résistances en fatigue supérieures. La Figure 2.15 présente les résistances en fatigue en fonction du VHS mesurées par Pessard et al. (2021) pour le Ti6Al4V de LPBF avec un rapport de contraintes $R = -1$. La réduction du VHS mène à une augmentation de la moyenne des résistances en fatigue. La dispersion augmente aussi du fait de la variété des mécanismes d'amorce de fissures (Pessard et al., 2021). L'utilisation du diagramme de Kitagawa-Takahashi (section 2.1.7) permet de rationaliser l'effet d'échelle statistique en se focalisant sur la taille et la position des discontinuités de fabrication à l'origine des fissures de fatigue.

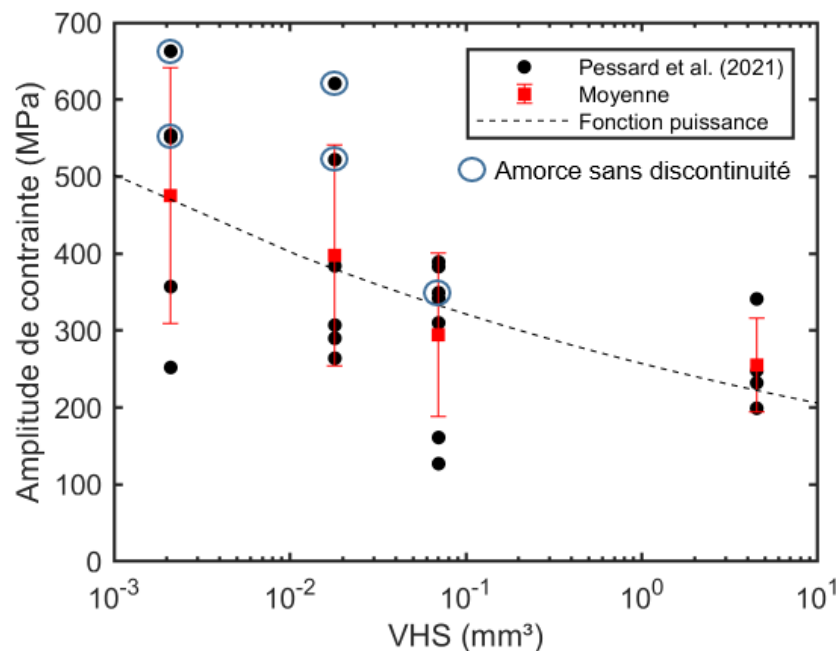


Figure 2.15 Résistance en fatigue en fonction du VHS mesurés avec des concentrateurs de contraintes artificiels par Pessard et al. (Pessard et al., 2021). Les barres d'erreur représentent 1 écart-type.

Comme mis en évidence par El Khouki et al. (2021) pour un aluminium de fonderie, différentes populations de discontinuités influencent l'effet d'échelle statistique sur le comportement en fatigue. Il a été signalé que la section locale des pièces mises en forme par LPBF peut influencer la densité relative (Phutela et al., 2019). Pour le procédé LPBF, en plus de l'effet d'échelle statistique, il est aussi nécessaire de prendre en compte un potentiel effet d'échelle introduit par la technologie de fabrication nommé effet d'échelle technologique. Les études présentées plus tôt sur l'effet d'échelle du Ti6Al4V de LPBF n'ont pas signalé d'effet des dimensions d'éprouvettes sur les caractéristiques du matériau. Pessard et al. (2021), qui ont étudié une vaste gamme de VHS, ont utilisé des concentrateurs de contraintes artificiels sur des éprouvettes de grandes dimensions. Cette méthode ne permet pas de prendre en compte l'effet des dimensions des sections produites par LPBF sur le matériau. A ce jour, aucune étude n'a présenté cet effet pour le Ti6Al4V de LPBF.

2.3 Points saillants de la revue de littérature

Le procédé LPBF permet la mise en forme couche par couche des alliages d'usage aérospace 316L et Ti6Al4V. La revue de littérature générale a permis d'identifier plusieurs manques de connaissances relatifs à la caractérisation en traction et en fatigue de ces matériaux :

- 1) Des éprouvettes millimétriques sont nécessaires pour la caractérisation en traction et en fatigue uniaxiale des sections minces mises en forme par LPBF. L'absence de norme régissant l'utilisation de telles éprouvettes implique le besoin de développement de méthodologies expérimentales. Cela inclut la conception d'éprouvettes, l'identification des dispositifs expérimentaux et des techniques métrologiques appropriées.
- 2) Les méthodes expérimentales utilisées peuvent affecter les propriétés mécaniques mesurées. Les résultats obtenus avec les méthodologies développées devront être évalués au regard des potentiels effets métrologiques, effet d'échelle statistique ou technologique.
- 3) Les résultats obtenus avec les méthodologies développées doivent être mis en lien avec les aspects matériaux, notamment le fini de surface, l'échelle des éléments microstructuraux et les discontinuités de fabrication.

L'analyse critique de la littérature a permis d'établir l'objectif principal du doctorat : on se proposera de **développer des stratégies de mesure justes et précises pour la caractérisation en traction et en fatigue d'éprouvettes de section millimétrique mises en forme par LPBF.**

CHAPITRE 3 DÉMARCHE SCIENTIFIQUE

3.1 Organisation du programme CRIAQ MANU 1708

Ce travail de doctorat s'inscrit au sein du programme de recherche CRIAQ MANU 1708 : Technologies de fabrication additive pour les composants aérospatiaux - II. Ce projet est une collaboration entre partenaires industriels (NRC-CNRC, Bell Helicopter Textron, Bombardier Inc., Edmit Industries Inc., Equispheres, Héroux-Devtek, Liburdi, MDA, Pratt & Whitney Canada, Precision ADM) et acteurs académiques (Centre de métallurgie du Québec, Polytechnique Montréal et Université McGill). CRIAQ MANU 1708, qui fait suite au programme CRIAQ MANU 601, a pour but l'avancée des technologies de FA des métaux pour le domaine de l'aérospatial au Québec. Le programme est divisé en sous-projets :

- Module 1 : simulations numériques du comportement mécanique monotone et cyclique des pièces de FA à l'aide de scans 3D contenant des discontinuités de fabrication.
- Module 2 : développement d'outils de conception pour les pièces de LPBF.
- Module 3 : utilisation d'éprouvettes de dimensions réduites pour la caractérisation en traction et en fatigue des pièces de LPBF.
- Module 4 : développement de procédés de contrôles non-destructifs pour la détection des discontinuités de fabrication.
- Module 5 : mise en forme, microstructure, et propriétés de nouveaux alliages d'aluminium.
- Module 6 : développement de procédures de qualification des pièces de Ti6Al4V mises en forme par FA.

Les travaux présents constituent le module 3 du programme MANU 1708.

3.2 Description des objectifs de la thèse

L'objectif principal énoncé au Chapitre 1 porte sur le **développement de stratégies de mesure justes et précises pour la caractérisation en traction et en fatigue d'éprouvettes de section millimétrique mises en forme par LPBF.**

Cet objectif principal sera atteint par la complétion des objectifs spécifiques :

- 1- Développer et mettre en œuvre une méthodologie d'essais de traction monotone avec des éprouvettes millimétriques.
- 2- Évaluer la justesse et la précision des propriétés de traction mesurées, et les relier aux caractéristiques du matériau.
- 3- Développer et mettre en œuvre une méthodologie d'essais de fatigue uniaxiale avec des éprouvettes millimétriques.
- 4- Évaluer la justesse et la précision des propriétés de fatigue mesurées, et les relier aux caractéristiques du matériau.

3.3 Stratégie expérimentale pour atteindre les objectifs

3.3.1 Choix des matériaux étudiés

L'objectif originel du module 3 du programme MANU 1708 concerne les propriétés mécaniques de l'alliage de titane Ti6Al4V. Cet alliage est employé dans le secteur aérospatial pour sa haute résistance spécifique et sa stabilité en température. Toutefois, au vu des coûts associés à l'élaboration de ce matériau et à sa mise en forme par LPBF, les méthodologies expérimentales ont d'abord été développées avec l'acier inoxydable 316L. Cet alliage est d'intérêt pour le domaine aérospatial, il est moins coûteux que le Ti6Al4V, et pouvait être mis en forme dans les locaux du laboratoire P²[AM]² à l'université McGill. Comme présenté au Chapitre 2, des manques de connaissances subsistent aussi vis-à-vis des propriétés en traction du 316L de LPBF.

3.3.2 Production d'échantillons et travail expérimental

Les travaux expérimentaux conduits pour atteindre les objectifs spécifiques se sont basés sur la production de 4 lots d'éprouvettes par LPBF. Le contenu des différents lots est détaillé dans le Tableau 3.1. Les 3 lots de 316L ont été produits avec une machine Renishaw LPBF AM250 à McGill par l'équipe de Pr. Mathieu Brochu. Les détails sur la poudre et les paramètres de fabrication sont donnés dans l'article 1 (Chapitre 4). Après fabrication, les éprouvettes ont été

séparées de la plaque par électroérosion au fil. Le lot de Ti6Al4V a été produit par Renishaw au Royaume-Uni avec une machine RenAM 500Q. Les détails sur la poudre et les paramètres de fabrication sont donnés dans l'article 2 (Chapitre 5). Le lot a subi le traitement thermique de recuit (704°C 2 h) précédemment étudié par Mezzetta et al. (2018) au cours du programme MANU 601. Les éprouvettes ont ensuite été séparées de la plaque par électroérosion au fil.

Tableau 3.1 Récapitulation de la production d'échantillons.

	Éprouvettes de traction ASTM E8	Éprouvettes de fatigue ASTM E466	Éprouvettes de traction miniatures	Éprouvettes de fatigue miniatures
Lot 1 316L	15	15 (<i>near net shape</i>)	30	15 (<i>near net shape</i>)
Lot 2 316L	0	0	30	15 (cylindres Ø4 mm)
Lot 3 316L	0	0	30	15 (cylindres Ø6 mm)
Lot 1 Ti6Al4V	15	15 (cylindres Ø16 mm)	30	15 (cylindres Ø6 mm)

Le travail expérimental mis en œuvre pour atteindre les objectifs spécifiques du doctorat est récapitulé dans le Tableau 3.2. Un total de 69 éprouvettes de traction et 35 éprouvettes de fatigue ont été testées. Les sections suivantes fournissent des précisions sur des méthodes expérimentales particulières mises en œuvre.

Tableau 3.2 Récapitulation du travail expérimental associé aux objectifs spécifiques.

	Essais mécaniques	CT-scans	Métallographies
Objectif 1	316L : 5 E8, 36 miniatures Ti6Al4V : 7 E8, 11 « moyens miniatures », 10 miniatures	/	/
Objectif 2	/	316L : 2 MT Ti6Al4V : 1 MT, 1 MMT, 1 E8	> 40 mm ²
Objectif 3	316L : 7 Ø5 mm, 4 Ø1 mm Ti6Al4V : 14 Ø5 mm, 10 Ø1,5 mm	/	/
Objectif 4	/	3 Ø1,5 mm Ti6Al4V	302 mm ²

3.3.3 Techniques expérimentales particulières

3.3.3.1 Préparation métallographique

Pour le 316L de LPBF, les échantillons ont été découpés avec des lames d'oxyde d'alumine, enrobés, et polis selon le protocole présenté dans le Tableau 3.3.

Tableau 3.3 Protocole de polissage mis en œuvre pour le 316L de LPBF.

	Tapis	Grit/suspension	Force (N, par échantillon)	Temps (mins)	Lubrification
1	SiC	240 grit	80	Jusqu'à planéité	Eau
2	SiC	400 grit	80	1	Eau
3	SiC	600 grit	80	1	Eau
4	SiC	800 grit	80	1	Eau
5	SiC	1200 grit	80	1	Eau
6	Final finish	6 µm	30	2	Lubrifiant diamant
7	Final finish	3 µm	30	2	Lubrifiant diamant
8	Final finish	1 µm	30	2	Lubrifiant diamant
9	Final finish	0,05 µm	30	2	Lubrifiant diamant

Le Ti6Al4V de LPBF est connu pour être difficile à usiner, couper et polir. Les échantillons ont été découpés avec des lames de carbure de silicium, enrobés, et polis selon le protocole en trois étapes présenté dans le Tableau 3.4. Les échantillons enrobés ont été rincés au bain ultrasonique la tête en bas dans l'eau pendant 5 mins entre chaque étape.

Tableau 3.4 Protocole de polissage mis en œuvre pour le Ti6Al4V de LPBF.

	Tapis	Grit/suspension	Force (N, par échantillon)	Temps (mins)	Lubrifiant
1	SiC	320grit	27	Jusqu'à planéité	Eau
2	Ultrapad	9 μm	27	10	/
3.1	ChemoMet	MasterMet 2	23	7,5	/
3.2	ChemoMet	MasterMet 2 + 1/5 peroxyde d'hydrogène	23	2,5	/

Les deux protocoles ont permis d'obtenir des surfaces exemptes de rayures ou autres artefacts de polissage, ainsi qu'une bonne rétention de bord.

3.3.3.2 Préparation et mesure des éprouvettes de fatigue

La rugosité de surface est connue pour contrôler la résistance en fatigue des éprouvettes aux surfaces telles que mises en forme par LPBF. Des éprouvettes aux surfaces usinées et polies ont été utilisées, afin d'étudier l'effet potentiel des discontinuités de fabrication et de la microstructure. La Figure 3.1 (a) montre la section réduite d'une éprouvette tournée depuis une pièce brute de 316L mise en forme par LPBF. Après réception des pièces usinées, la section réduite a été polie manuellement sur un tour. Du papier abrasif SiC de grain 240 a d'abord été utilisé pour retirer les marches d'usinage grossières. Cette étape a pris 2 à 5 minutes pour le 316L et jusqu'à 15 minutes pour le Ti6Al4V. Le polissage s'est poursuivi avec du papier abrasif SiC de grain 400, 600, 800 et 1200, chaque étape durant environ 3 minutes. Pour ces étapes avec du papier SiC, un apport d'eau régulier a été maintenu pour permettre la lubrification, l'évacuation des résidus et éviter l'échauffement. Après rinçage ultrasonique dans de l'eau déminéralisée pendant 5 minutes, le polissage s'est poursuivi sur des tapis avec des pâtes diamantées de 6, 3, puis 1 μm . Pour chaque étape de polissage, un mouvement longitudinal a été employé afin d'éviter la création de rayures perpendiculaires à la direction de sollicitation. La section réduite de chaque éprouvette a ensuite été observée et photographiée à l'aide d'un microscope digital Keyence VHX-7000 pour inspecter le fini de surface. La Figure 3.1 (b) montre la section réduite d'une éprouvette de 316L polie. Le diamètre minimal a été mesuré sur ces images.

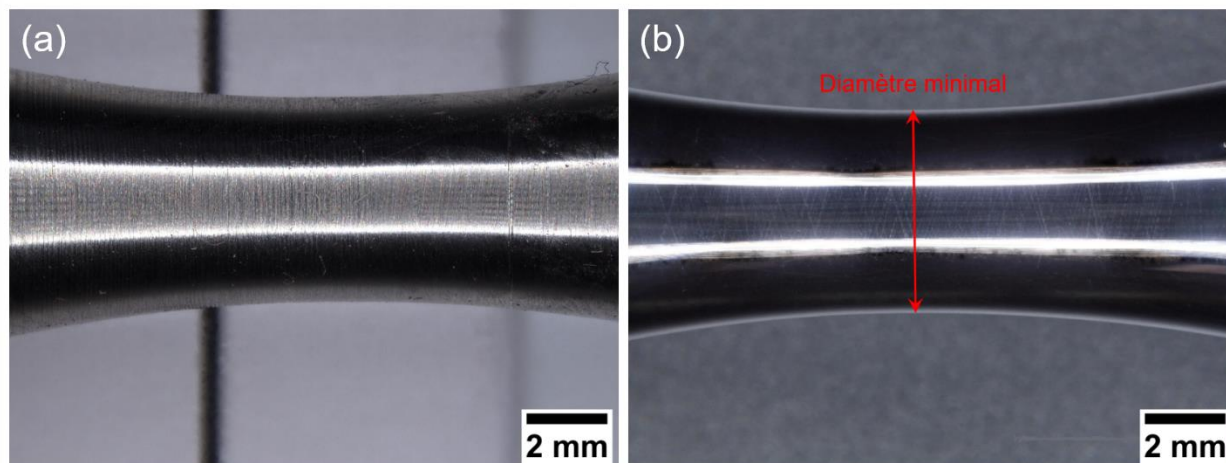


Figure 3.1 État de surface d'une éprouvette de fatigue de Ø5 mm en 316L produit par LPBF (a) après tournage et (b) après polissage, avec la mesure du diamètre minimal.

3.3.3.3 Mesure des éléments microstructuraux

Les éléments microstructuraux d'intérêt pour le 316L et Ti6Al4V de LPBF sont les sous-cellules et les lamelles α/α' , respectivement. Pour le 316L, les sous-cellules ont été mesurées sur des images obtenues au MEB (électrons secondaires) à un grossissement X4000 après attaque électrochimique, suivant la méthode décrite par Darvish en 2018 (Darvish et al., 2018). Les sous-cellules parallèles au plan d'observation ont été considérées, afin d'éviter les potentielles imprécisions dues au rapport d'aspect des cellules orientées selon d'autres angles. Comme illustré à la Figure 3.2 (a), pour chaque mesure, la largeur d'au moins 12 dendrites a été mesurée, et l'espacement interdendritique (ou en anglais, *primary dendrite arm spacing*, PDAS) a ensuite été calculé en divisant la mesure par le nombre de dendrites. Pour le Ti6Al4V de LPBF, la microstructure est désordonnée. Comme illustré à la Figure 3.2 (b), la largeur de toutes les lamelles visibles a été mesurée manuellement sur des micrographies obtenues au MEB (électrons rétrodiffusés) à un grossissement X5000.

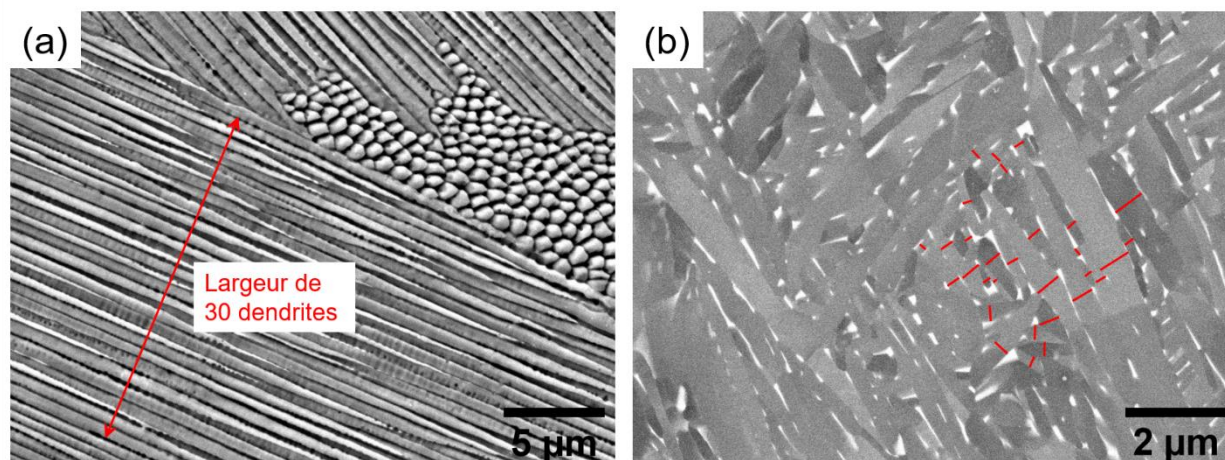


Figure 3.2 Illustration de la mesure des éléments microstructuraux pour (a) le 316L de LPBF et (b) le Ti6Al4V de LPBF.

3.3.3.4 Sollicitation en traction et mesure d'allongement avec éprouvettes millimétriques

La méthodologie d'essai de traction avec des éprouvettes d'épaisseur millimétrique a été développée à l'aide de coupons représentatifs usinés à partir d'acier inoxydable laminé. Les essais ont été effectués sur une machine électromécanique MTS Insight, équipée de mâchoires mécaniques avec des mors plats, et une cellule de charge d'une capacité de 50 kN. La capacité à maintenir en position les éprouvettes et les solliciter en traction jusqu'à la rupture, sans glissement dans les mors, a été démontrée.

Du fait de la section réduite de 7 mm de longueur et du peu d'espace disponible entre les mâchoires, la mesure d'allongement a été effectuée sans contact par des méthodes optiques. Après l'application d'une sous-couche blanche, des marquages noirs ont été peints sur la tranche des échantillons à l'aide d'un pinceau de précision 0000. L'essai de traction a été filmé à l'aide d'une reflex numérique, et la vidéo a ensuite été traitée afin de synchroniser le nombre d'images par seconde avec la fréquence d'acquisition de la cellule de charge. La vidéo a été exportée sous la forme d'une séquence d'images qui ont été traitée dans le logiciel libre ImageJ. La position des marquages a été détectée pour chaque incrément de temps à l'aide du module MTrack2. Un extensomètre virtuel a ensuite été défini dans la section réduite : la longueur entre deux marquages d'écart initial autour de 7 mm a été mesurée en fonction du temps. La déformation a finalement été calculée et la courbe de contrainte en fonction de la déformation a été tracée. Une résolution de

40 μm par pixel a été obtenue, ce qui résulte en une précision sur la mesure d'allongement d'environ 2,3 %.

Les éprouvettes miniatures de Ti6Al4V ont été sollicitées en traction sur une machine hydraulique MTS 810 avec les mâchoires MTS Advance Mini. La DIC a été utilisée pour mesurer l'allongement. Une sous-couche blanche et un mouchetis noir ont été pulvérisés sur la section réduite des éprouvettes. Une image a été capturée toutes les 2 secondes pendant les essais mécaniques. Les données ont été analysées à l'aide du logiciel ARAMIS. Un extensomètre virtuel d'une longueur de 7,1 mm a été défini, et la déformation en fonction du temps a été déterminée. La Figure 3.3 montre une courbe de traction obtenue avec la DIC. Une résolution de 35 μm par pixel a été obtenue, ce qui résulte en une précision sur la mesure d'allongement d'environ 2 %.

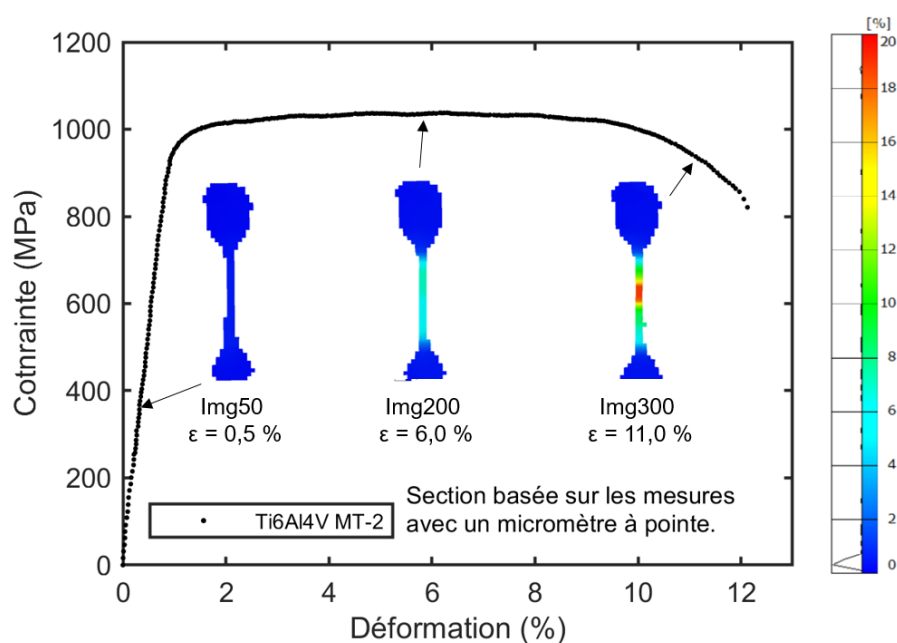


Figure 3.3 Courbe de traction obtenue avec une éprouvette miniature de Ti6Al4V de LPBF, avec les images de DIC après analyse pour trois valeurs de déformation. L'échelle de couleur indique la déformation locale dans la section réduite.

3.3.3.5 Tomodensitométrie

Dans le but de mesurer de façon non destructive l'aire qui soutient la charge et caractériser les discontinuités internes, des éprouvettes de traction et de fatigue ont été imagées par CT. Comme schématisé à la Figure 3.4, cette méthode consiste à faire pivoter l'échantillon à imager et à effectuer des radiographies X dans la section d'intérêt pour chaque incrément de rotation. Le modèle en 3D de la pièce est ensuite reconstruit par un algorithme. Une série d'images peut être extraite, où l'intensité d'un pixel est d'autant plus haute que le matériau est dense au point considéré. Des résolutions aussi fines que $1\text{ }\mu\text{m}$ par pixel peuvent être obtenues. La zone observée est généralement un volume cubique de côté égal à 1000 fois la résolution. De petits échantillons sont ainsi nécessaires pour obtenir des hautes résolutions.

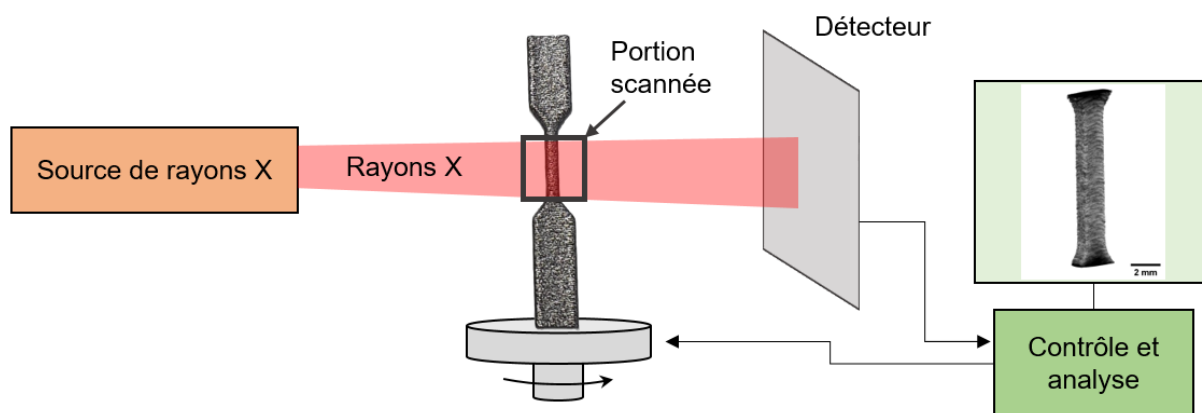


Figure 3.4 Représentation schématique de la méthode de tomodensitométrie par rayons X.

3.3.3.6 Sonde ionique focalisée

La gravure par sonde ionique focalisée (en anglais *focused ion beam*, FIB) permet de réaliser des sections à l'échelle micrométrique, pour effectuer des observations en coupe. Cette technique a été utilisée lors de l'enquête sur la nature des discontinuités au site d'amorce d'éprouvettes de fatigue de Ti6Al4V de LPBF (Chapitre 7). La surface de rupture des éprouvettes de fatigues doit être découpée (sans endommager le site d'amorce) pour obtenir un échantillon de dimensions inférieures à $4 \times 4\text{ mm}^2$ et d'épaisseur inférieure à 1 mm. Comme représenté à la Figure 3.5, l'échantillon est d'abord incliné à 45° . Un faisceau d'ions de gallium est ensuite balayé sur la zone

à graver pour progressivement enlever de la matière. On obtient un plan de coupe poli (hachuré dans les étapes (3) et (4) à la Figure 3.5). En inclinant l'échantillon de 45° dans l'autre direction, le plan poli peut enfin être observé horizontalement au MEB, ce qui permet un bon contraste avec le détecteur d'électrons rétrodiffusés à faible angles, et un signal assez fort pour l'analyse EDS.

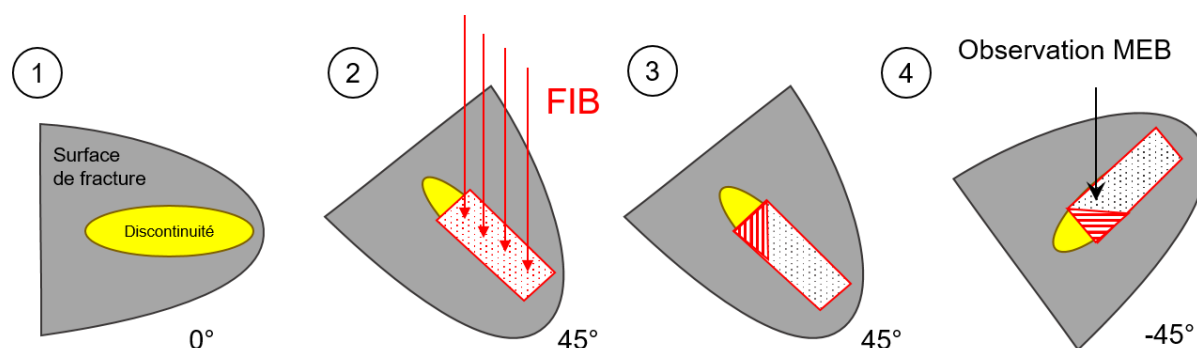


Figure 3.5 Étapes expérimentales pour la préparation et l'observation en coupe d'une discontinuité sur une surface de rupture.

3.3.3.7 Mesure de densité relative

Comme détaillé en 2.1.2, les alliages issus de la LPBF sont caractérisés par une porosité fermée composée principalement de pores sphériques ou de manques de fusion. La densité relative du matériau est une information couramment utilisée pour juger de la qualité métallurgique d'un lot de LPBF. Au cours de ce projet, plusieurs méthodes ont été utilisées pour évaluer cette propriété.

Des mesures par la méthode d'Archimède ont été conduites. En pesant un échantillon dans l'air et dans l'eau, on peut accéder à la masse volumique du matériau. Pour des densités relatives supérieures à 99 %, comme observé pour les deux alliages étudiés dans ce projet, la justesse de cette méthode est fortement impactée par la présence de bulles d'air lors de l'immersion de l'échantillon dans l'eau. Avec les surfaces telles que fabriquées, difficiles à retirer pour les petites éprouvettes de traction, et l'équipement à disposition, cette méthode n'a pas permis d'obtenir des résultats satisfaisants.

La densité relative a été mesurée en tant que fraction solide sur des coupes métallographiques polies. En utilisant le logiciel libre ImageJ, la surface totale d'une section est mesurée, ainsi que la

surface des pores. Comparé à la méthode de la poussée d'Archimède, cette méthode donne accès à la géométrie des discontinuités et permet d'observer la rugosité de surface en coupe. Cette méthode nécessite cependant l'observation d'aires suffisantes, pour minimiser l'impact de l'échantillonnage. La technique dite « du salami », qui consiste à effectuer des observations sur des coupes successives réalisées sur une éprouvette, peut être mise en œuvre.

Finalement, la densité relative a été évaluée en calculant la moyenne de la fraction solide mesurée sur toutes les images 2D issues d'un scan tomodensitométrie. Cette méthode permet la mesure dans la section scannée complète. Elle donne accès à la géométrie 3D des discontinuités internes et de la surface telle que fabriquée. La justesse de la mesure est cependant impactée par la résolution obtenue avec les paramètres d'imagerie. Pour des surfaces observées supérieures à 10 mm², la densité relative mesurée sur des coupes métallographiques a montré une bonne cohérence avec les valeurs obtenues par CT.

3.4 Stratégie de publication

Le travail effectué au cours de ce doctorat a mené à la soumission de deux articles pour publication dans des revues avec comité de lecture. Ces articles constituent les Chapitre 4 et Chapitre 5 de la présente thèse et sont décrits brièvement ici. Le développement des stratégies d'essais de fatigue avec des éprouvettes de 316L de LPBF a été présenté en conférence et constitue le Chapitre 6. Les résultats de fatigue obtenus pour le Ti6Al4V de LPBF constituent le Chapitre 7, et constitueront une future publication.

3.4.1 Article 1 : influence des dimensions d'éprouvettes et de l'état de surface sur la mesure des propriétés en traction du 316L mis en forme par LPBF

Ce premier article répond aux objectifs spécifiques 1 et 2. Dans cet article, des éprouvettes de traction ont été mises en formes par LPBF. Deux géométries ont été étudiées : dimensions normalisées et millimétriques. Pour les plus petites éprouvettes, trois états de surfaces distincts ont été explorés : usiné, tel que fabriqué avec un fini fin, ou tel que fabriqué avec un fini grossier. Les

quatre groupes d'échantillons ont été testés en traction. La justesse et la précision des propriétés mesurées ont été évaluées, en prenant en compte les effets matériau et métrologiques.

Cet article a été soumis pour publication dans le journal *Materials Characterization* le 30 juin 2022 (manuscrit MATERIALSCHAR-D-22-01904) sous le titre *Tensile properties of SS316L produced by LPBF: influence of specimen dimensions and surface condition* (Wawrzyniak, Provencher, et al., 2022). Il constitue le Chapitre 4 de cette thèse.

3.4.2 Article 2 : influence des dimensions d'éprouvettes sur la mesure des propriétés en traction du Ti6Al4V mis en forme par LPBF avec les surfaces telles que fabriquées

Ce second article complète la réponse à l'objectif spécifique 2. Des éprouvettes de trois géométries de dimensions décroissantes ont été mis en forme en Ti6Al4V par LPBF. Les surfaces ont été conservées en état tel que fabriqué. Les trois groupes d'éprouvettes ont été sollicités en traction jusqu'à la rupture. La justesse et la précision des propriétés mesurées ont été évaluées, en prenant en compte les effets matériau et métrologiques.

Cet article a été soumis pour publication dans le journal *Materials Science and Engineering A* le 15 novembre 2022 (manuscrit MSEA-D-22-06442) sous le titre *Measuring the tensile properties of Ti6Al4V fabricated by laser powder bed fusion: influence of specimen dimensions* (Wawrzyniak, Wanjara, et al., 2022). Il constitue le Chapitre 5 de cette thèse.

3.4.3 Résultats préliminaires au chapitre 7 : caractérisation en fatigue du 316L mis en forme par LPBF avec des éprouvettes de section millimétrique

Cette section présente les résultats obtenus lors du développement des méthodologies d'essais de fatigue avec des éprouvettes de 316L mises en forme par LPBF, dans le but de répondre aux objectifs spécifique 3 et 4. Des éprouvettes de fatigue avec un diamètre minimal de 5 mm et 1 mm ont été usinées et polies. Des essais de fatigue uniaxiale ont été conduits avec les éprouvettes des deux géométries et les résistances en fatigue à 10^6 cycles ont été comparées. Les résultats ont été confrontés aux données de la littérature.

Ces résultats ont été présentés lors de la conférence Fatigue et fabrication additive organisée à Paris en mai 2022 dans le cadre des journées de printemps de la SF2M.

3.4.4 Caractérisation en fatigue du Ti6Al4V mis en forme par LPBF avec des éprouvettes de section millimétrique

Ce chapitre complète la réponse aux objectifs spécifiques 3 et 4. Les résultats obtenus lors de la caractérisation en fatigue du Ti6Al4V mis en forme par LPBF sont présentés. Des éprouvettes avec un diamètre minimal de 5 mm et 1,5 mm ont été préparées depuis des cylindres bruts produits au sein du même lot. Des essais de fatigue uniaxiale ont été conduits sur les éprouvettes des deux géométries et les résistances en fatigue ont été comparées. L'effet des discontinuités de fabrication sur la résistance en fatigue a été analysé et les propriétés obtenues ont été comparées aux résultats de la littérature et à des modèles analytiques. En considérant deux modes de ruptures distincts, les paramètres de lois statistiques ont été déterminées pour décrire les résultats expérimentaux. Un modèle probabiliste a été proposé pour la prédiction des résistances en fatigue en fonction de la taille et de la position des discontinuités.

CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : TENSILE PROPERTIES OF SS316L PRODUCED BY LPBF: INFLUENCE OF SPECIMEN DIMENSIONS AND SURFACE CONDITION

Soumis au journal Materials Characterization le 30 juin 2022.

Wawrzyniak, N., Provencher, P. R., Brochu, M., & Brochu, M. (2022). *Tensile properties of SS316L produced by LPBF: influence of specimen dimensions and surface condition*, Polytechnique Montreal. [Manuscript submitted for publication].

Auteurs : Nicolas Wawrzyniak^a, Paul R. Provencher^a, Mathieu Brochu^b, Myriam Brochu^a

^aDepartment of mechanical engineering, Polytechnique Montréal, Montreal, H3T 1J4, QC, Canada

^bDepartment of Mining and Materials Engineering, McGill University, Montreal, H3A 0C5, QC, Canada

4.1 Abstract

This study is part of the global effort to develop precise and accurate mechanical testing methodologies for metallic parts in as-built condition produced by powder-bed additive manufacturing processes. Miniature 316L stainless steel specimens with a $7 \times 1 \times 1.5 \text{ mm}^3$ reduced section were produced by laser powder bed fusion. Three distinct surface conditions were considered. Standard specimens were also produced for comparison. Special attention was given to the non-destructive measurement of the cross-sectional area of small as-built specimens. The ultimate tensile strength of the as-built miniature specimens was 12 % below standard-sized or machined samples. Using caliper measurements lead to an overestimation of the section by as much as 20 % compared to CT-scan values, resulting in an underestimation of UTS. Point micrometer measurements yielded more accurate estimations of cross-sectional area. With the experimental error taken into account, the sample dimensions and surface condition influenced UTS. A coarser

average microstructure for miniature as-built specimens was linked to a reduction of UTS by about 4 % compared to standard specimens produced in the same conditions. Despite a larger scatter obtained with miniature specimens, no effect of specimen dimensions on the average value of elongation at break could be observed. Higher surface roughness of the order of $R_a = 15 \mu\text{m}$ resulted in an elongation at break reduced from 52.7 ± 5.2 to 39.2 ± 5.0 % for as-built miniature specimens. It was concluded that using large-scale or machined specimens may produce less accurate tensile characterization of thin 316L sections produced by laser powder bed fusion. Mechanical coupons with dimensions comparable with the structural part of interest should be employed. Accurate measurement of the cross-sectional area of small as-built specimens is critical for accurate measurements of mechanical strength. These results rationalize the scatter on tensile properties of LPBF 316L available in the literature.

Keywords: laser powder bed fusion, 316L stainless steel, tensile properties, specimen dimension, surface condition, microstructure

4.2 Introduction

The layer-by-layer nature of laser powder bed fusion (LPBF) additive manufacturing (AM) process allows the production of complex geometries, without the constraints of tool access. Lightweight, topologically optimized parts can be built to their final dimensions with small sections, thin walls and empty volumes (Blakey-Milner et al., 2021). Such complex geometries make it difficult to conduct surface machining or post-treatment. Qualifying structural parts with varying sections and as-built surfaces proves to be challenging.

Industry standard ASTM E8 prescribes the test methods for tension testing of metallic materials, including samples geometry (ASTM, 2016a). In the field of AM, however, several limitations lead to the need for sub-standard miniature test specimens. First, the sample dimensions dictated by ASTM E8 are inadequate for the limited volume of the build chamber of most powder bed machines. Secondly, such large specimens are unfit as a representation of the thin sections of AM parts. Finally, the effect of location in technological parts and across the build chamber is still being investigated for several processes (Coughlin et al., 2020; Mishurova et al., 2019; Yakout et al.,

2017). Small specimen dimensions are thus required to ensure all coupons tested for repetitions are produced in a single position in the machine. There is currently no industry standard specifying the use of miniature samples to characterize the tensile properties of AM materials. In addition to that, there is a knowledge gap regarding the influence of as-built specimen dimensions on the measurement of mechanical properties for most AM materials.

LPBF 316L stainless steel has high strength-ductility, with ultimate tensile strength (*UTS*) and elongation at break typically around 600 MPa and 50 % respectively (Andreau, 2019). In a thorough 2017 study, Morris Wang et al. linked these mechanical properties to the microstructural elements. LPBF 316L exhibits a hierarchical microstructure comprised of melt pools, columnar austenitic grains and cellular sub-grains (also referred to as sub-cells or dendrites). The cell walls present a high density of dislocations, with segregated alloying elements as well as nano-precipitates. These features are all obstacles to the movement of dislocations (Morris Wang et al., 2018).

Several studies have noted an effect of as-built dimensions on the microstructure and mechanical properties of LPBF 316L. Wang et al. measured the mechanical strength of 316L rods as built by LPBF. They noted an increase in the size of the dendritic sub-cells for decreasing rod diameters. This coarsening of the microstructure lead to a decrease in mechanical strength. The deformation behavior was also potentially affected by sample dimensions. Twinning was prevalent for larger diameters, resulting in increased ductility (Wang, X. et al., 2018). Roach et al. studied the tensile properties of LPBF 316L for various sizes of as-built, flat specimens. They observed mechanical strength increasing with specimen thickness from 0.4 to 6.25 mm. This trend was however not significant when comparing dimensionless parameters not impacted by cross-sectional area measurement (Roach et al., 2020).

Sample measurement methodology has been found to have a major effect on the quantification of mechanical properties for small as-built specimens. Computed X-ray tomography (CT-scan) has been employed for the precise measurement of cross-sectional area of tensile samples with diameters inferior to 1 mm. Large variations of the section in the 3D reconstruction were still observed depending on the method of measurement (Hossain et al., 2021; Persenot, Théo et al., 2018; Sombatmai et al., 2021). It is also a costly and time-consuming process. Alternatively, Dzugan et al. measured the load-bearing section on fracture surfaces after tensile tests for as-built

LPBF Ti-6Al-4V samples (Dzugan et al., 2018). This measurement could be conducted because of the limited plastic deformation. For LPBF 316L, elongation at break can reach 100% and reduction of area cannot be neglected (Wang, X. et al., 2019). In their 2020 article, Sepe et al. estimated the cross-sectional area of small coupons as built by electron beam melting using caliper measurements. The mechanical strength was then corrected based on measurements conducted on successive metallographic cross-sections in the gauge length (Sepe et al., 2020). This method is necessarily destructive. It can be applied to representative specimens, but this would rely on the hypothesis of low dimensional variability across the build, which still needs to be verified for a variety of LPBF machines and materials (Veetil et al., 2021). For cylindrical specimens, diameters can be measured in a contact-free manner using a confocal microscope (Murchio et al., 2021; Wang, X. et al., 2018). However, the surface roughness composed of partially melted particles can obstruct the visual observation of the edge, especially for small dimensions. Geometric variations such as imperfect circularity or rounded edges can also impact the precision of the measurement when using simple tools. Accurate metrology can represent a significant and expensive step up in tooling. Potential methodologies for the systematic measurement of as-built, flat LPBF specimens are explored in this paper.

In order to determine the effect of specimen dimensions and surface condition on the tensile properties of LPBF SS316L, miniature, flat tensile specimens with distinct surface conditions were produced. The tensile properties were compared with ASTM E8 subsize specimens. The effect of the cross-sectional area measurement methodology was evaluated. Variations in the tensile properties were discussed, taking into account the influence of the material and metrology.

4.3 Methodology

4.3.1 Sample geometry and layout

Tensile specimens of two different geometries were employed, one following ASTM E8 subsize requirements (designed section: 36 mm²) (ASTM, 2016a) and a second non-standard miniature dogbone. The dimensions of both specimens are featured in Figure 4.1. Miniature tensile specimens with a $7 \times 1.5 \times 1$ mm³ reduced section (designed section: 1.5 mm²) were designed based on the literature, the proportions for sheet-type rectangular coupons described in ASTM E8, and the

available testing equipment. The dimensions of the grip sections allowed the use of conventional wedge grips during testing, while keeping the total sample length under 30 mm.

Specimen layout for LPBF manufacturing is shown in Figure 4.1. The layout contained 15 ASTM E8 subsize samples and 30 miniature tensile specimens. The samples were manufactured to their final dimensions to allow testing in as-built condition. Samples were spread regularly over the built platform to avoid having one geometry grouped in a single area. Cylindrical blanks were also included for further studies. All samples were positioned with their long dimension parallel to the build direction (BD), in the ZYX orientation described in ISO/ASTM 52921-13(2019) (ASTM, 2015b).

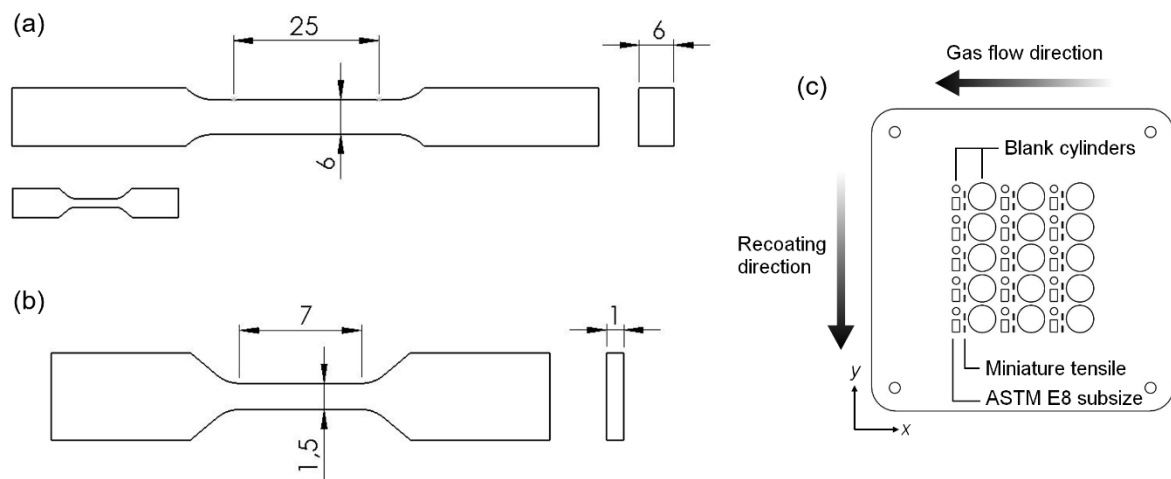


Figure 4.1 (a) Specimen dimensions consistent with ASTM E8 with relative dimensions of miniature specimens; (b) Specimen dimensions for miniature specimens (all dimensions in mm; general tolerances: 0.1 mm); (c) LPBF build layout (not to scale).

4.3.2 Material and laser powder bed fusion process

The raw material used in this study was Renishaw plc gas-atomized 316L stainless steel powder, with a chemical composition (in wt%): 0.030 max C, 17.50 to 18.00 Cr, 0.50 max Cu, 2.00 max Mn, 2.25 to 2.50 Mo, 12.50 to 13.00 Ni, 0.10 max N, 0.10 max O, 0.025 max P, 0.75 max Si, 0.010 max S and balance Fe. Only new powder was employed (no recycling). The powder characteristics

were as published by Wang et al. (Wang, X. et al., 2018): the particles were spherical with a median diameter $D_{50} = 29 \mu\text{m}$ and few satellites. Three separate builds were manufactured using one Renishaw LPBF AM250 machine equipped with an ytterbium fiber laser. A steel buildplate was used as substrate. The process parameters were the standard machine settings for 316L stainless steel. A maximum power output of 200 W was used with a beam diameter of $70 \mu\text{m}$ at focus. A 20-50 μm powder layer thickness was used. The hatch distance was $110 \mu\text{m}$, exposure time $80 \mu\text{s}$, and point distance $60 \mu\text{m}$. The fabrication was conducted under Ar atmosphere resulting in an oxygen level below 300 ppm. A contour scan strategy was employed for build 1. For the contour scan, a power of 100 W was used with a point distance of $20 \mu\text{m}$ and exposure time of $80 \mu\text{s}$. Subsequent LPBF builds 2 and 3 were produced with the same hatching parameters, no contour scan, and were interrupted after completion of the miniature tensile specimens to save on material and machine time. After completion of the builds, the specimens were separated from the build plate by wire-EDM. No subsequent heat-treatment was applied. In addition to the as-built coupons, miniature tensile specimens were extracted by wire-EDM from the center of two 22 mm diameter blank cylinders produced in LPBF build 3. These samples were then manually polished to 1200 grit. The polishing was done along the longitudinal direction to eliminate the surface condition caused by the EDM process and avoid any potential notch-like surface feature.

The four distinct groups of tensile specimens thus obtained are listed in Tableau 4.1: miniature tensile produced with a contour (MTC), miniature tensile produced with no contour (MTNC), miniature tensile extracted by wire-EDM (MTwE) and ASTM E8 subsize.

Tableau 4.1 Summary of the four groups of specimens considered in this study.

Specimen	LPBF build	Geometry	Surface condition
MTC	1	Miniature tensile	As-built, contour
MTNC	2 - 3	Miniature tensile	As-built, no contour
MTwE	3	Miniature tensile	Wire-EDM, polished
E8 subsize	1	ASTM E8 subsize	As-built, contour

4.3.3 Measurement of surface roughness and as-built cross-sectional area

In order to reveal the influence of surface condition on the measurement of tensile properties, surface roughness measurements were conducted for each group of specimens using a Mitutoyo roughness tester equipped with a 90° stylus tip with a 5 µm radius. The arithmetical mean deviation on the profile R_a and the maximum height between peak and valley R_z were considered.

Four different methodologies were investigated for the measurement of cross-sectional area.

1. The minimal dimensions (thickness t and width w) of all specimens were measured in the gauge section with a conventional caliper. The cross-sectional area $t \times w$ was then calculated.
2. The same dimensions were then measured using a Mitutoyo point micrometer, with a 15° tip angle and 300 µm radius. The cross-sectional area $t \times w$ was calculated.
3. An optical method was used for the as-built miniature samples. It was based on the hypothesis that the cross-section of the as-built miniature specimens was closer to a rounded rectangle than perfectly rectangular. As illustrated in Figure 4.2 (a), representative MTC and MTNC specimens were rotated along the z axis and depth composition images were acquired using a Keyence digital microscope. Minimal width (w), maximal diagonal (d) and minimal thickness (t) were measured on the images of the reduced section. The cross-sectional area of a rectangle with rounded corners, represented in Figure 4.2 (b), was then calculated as follows:

$$S_{rr} = t \times w + r^2(\pi - 4) \quad \text{with} \quad r = \frac{t+w-d}{2} - \left(\frac{t \times w - d(t+w-d)}{2} \right)^{\frac{1}{2}} \quad \text{Equation 4.1}$$

where r is the radius of the corners of the rounded rectangle.

4. Micro-CT scans of the entire reduced section were acquired for representative MTC and MTNC specimens. The scans were performed with a Zeiss XRADIA Versa520 X-ray micro-tomograph using 140 kV, 10 W, 4X lens and an exposure time of 4 s. For both specimens, 2400 slices were acquired with a pixel size of 3 µm. A threshold image treatment was applied using ImageJ software. The solid fraction was measured on every slice by measuring the pores and the total area. A “fill holes” image treatment was applied to remove the porosity and the cross-sectional area could be measured. The average relative

density and minimal cross-sectional area along the 7 mm reduced section could then be extracted.

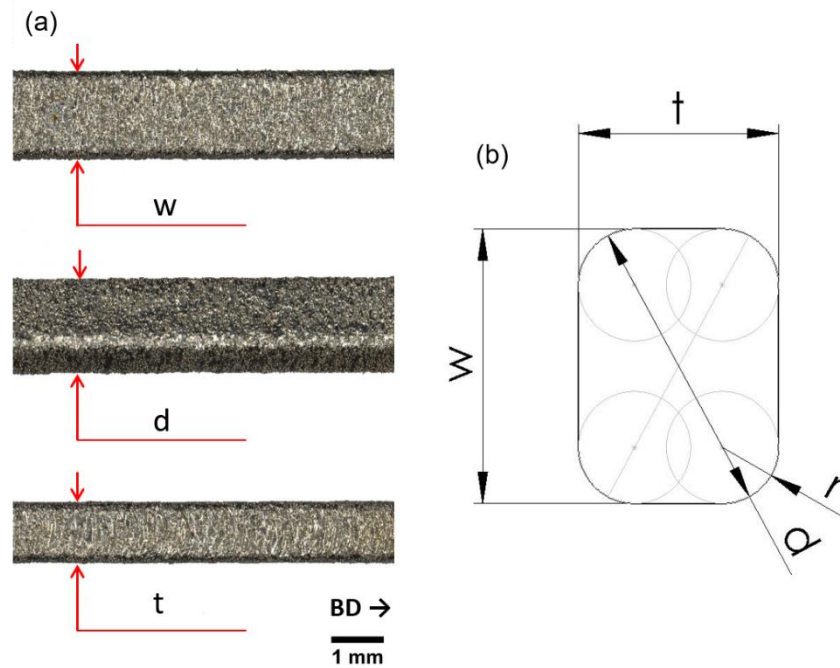


Figure 4.2 (a) Rotation along the z axis of a small specimen as-built by LPBF and measurement of minimal width, maximal diagonal and minimum thickness. (b) Rounded rectangle model used to evaluate the cross-sectional area of small as-built specimens based on optical measurements.

4.3.4 Tensile test conditions

Uniaxial tensile tests were conducted on an MTS Insight electromechanical machine, equipped with a 50 kN load cell. The precision of the load transducer was 1%. All tests were conducted using constant crosshead displacement rate. Crosshead speed was 0.2 mm/min for the miniature specimens, and 0.6 mm/min for the standard specimens. The resulting strain rate was no higher than $4.8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Displacement was measured using a simplified 2D digital image correlation (DIC) setup.

A total of 9 MTC, 18 MTNC, 9 MTwE and 5 ASTM-E8 subsize specimens were tested. Every specimen broke in the reduced section.

4.3.5 Microstructural characterization and microhardness

Representative samples from each group were mounted for metallographic observations and mirror polished using silicon carbide grinding papers, diamond suspensions and a final 0.05 μm colloidal silica suspension. The polished sections were observed with an optical microscope. For all groups, an area of at least 10 mm^2 was inspected. A threshold image treatment was applied using ImageJ software. The relative density was measured by measuring the pores and the total area.

Vickers microhardness profiles were acquired in the middle of the reduced section of the polished specimens. The profiles were acquired in a direction perpendicular to the build direction, on the zx plane. All measurements were made in accordance with ASTM E384-17 (ASTM, 2017). A 100 gF load was employed, with a 15 s dwell time, resulting in imprints approximately 25 μm wide. The profiles were collected with a 125 μm and 250 μm spacing between indents for the miniature and the standard specimens respectively.

Electrolytic etching was done in a 10 wt% oxalic acid solution, with a voltage of 3 V and for 20 to 30 s. SEM observations were conducted using a Hitachi Electron microscope with an acceleration voltage of 15 kV. The procedure described by Darbish et al. (2017) was employed to measure the primary dendrite arm spacing (PDAS) of the sub-grains. Only dendrites with their long dimension in the observation plane were measured (for better reproducibility). Microhardness indents performed before etching served as markers to measure PDAS as a function of distance to the center of the reduced section. PDAS profiles were collected with a 250 μm spacing for the miniature specimens, and 500 μm for ASTM E8 subsize. For each distance to the center, PDAS was measured on at least 6 distinct micrographs.

After tensile failure, the fracture surfaces of all specimens were observed using a Keyence digital microscope capable of depth composition.

4.4 Results

4.4.1 Dimensional accuracy and relative density

The external aspect of the different groups of specimens, the polished metallographs and the surface roughness parameters R_a and R_z are shown in Figure 4.3. MTC exhibited a regular outer

surface, with partially melted particles stuck to a smooth skin. MTNC, produced without a contour scan strategy, showed a highly irregular surface, with protruding bumps and partially melted powder particles. Surface roughness parameters R_a and R_z were both double the values measured on MTC. MTwE specimens, with machined and polished surfaces, had a smooth finish. ASTM-E8 subsize samples showed the same surface condition as MTC, with equivalent surface roughness parameters.

The polished metallographs used to evaluate the relative density of MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize are featured in Figure 4.3. MTC showed a dense core, with a large population of mostly spherical pores near the surface. The equivalent diameter of the pores was $31 \pm 15 \mu\text{m}$ (1 standard deviation). These pores were located $110 \pm 49 \mu\text{m}$ (1 standard deviation) beneath the surface. Pores smaller than $5 \mu\text{m}$ could also be observed across the entire reduced section. The relative density of MTC specimens measured on the metallographs and the CT-scan was 99.2 %. MTNC showed pores smaller than $5 \mu\text{m}$, and rare irregular voids around $15 \mu\text{m}$ in size. The relative density measured on the metallographs and the CT-scan was 99.9 %. MTwE showed very few small pores; the relative density measured on the metallographs was 99.9 %. ASTM E8 subsize showed pores with comparable dimensions and position as in MTC, although in lower quantity. The relative density of the standard samples measured on the metallographs was 99.9 %.

The difference in surface condition and relative density between MTC and MTNC can be inferred from the representative slices of the CT-scans featured in Figure 4.4.

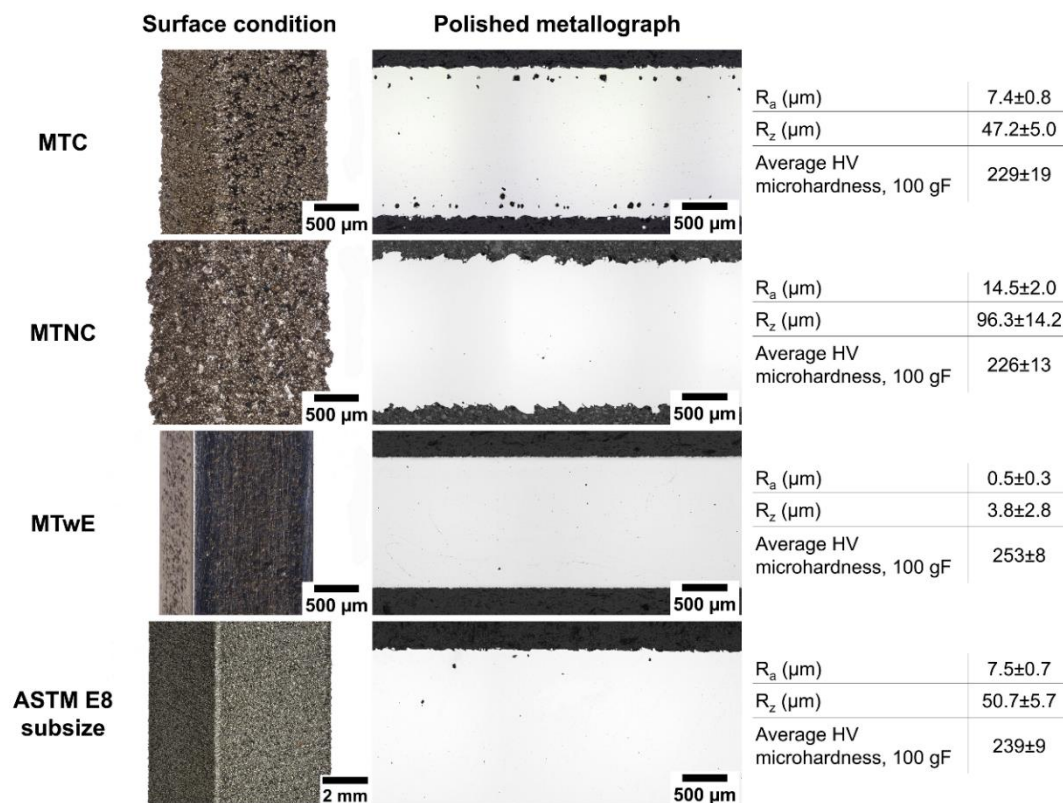


Figure 4.3 From left to right: surface condition, polished reduced section, surface roughness parameters and average Vickers microhardness for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens.

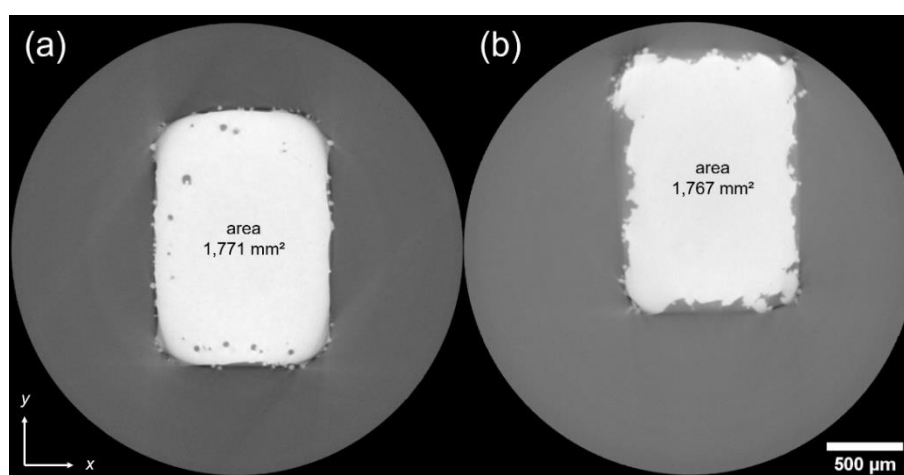


Figure 4.4 Representative slices from CT-scans conducted in the reduced section of a (a) MTC and (b) MTNC specimen.

4.4.2 Measurement of cross-sectional area

The cross-sectional area, measured using various methods and normalized by the designed section, is presented in Figure 4.5 for the four groups of specimens.

For MTC, a representative slice from the CT-scan can be seen in Figure 4.4 (a). The minimal section measured on the CT-scan was 18% larger than the designed section. The section calculated based on optical measurements and the rounded rectangle model was 2 % larger than the minimal section measured on the CT-scan. The point micrometer measurements led to a cross-sectional area 6% larger than the CT-scan value. Finally, caliper measurements led to the largest over-evaluation of the section, 10 % larger than the CT-scan value.

For MTNC, a representative slice from the CT-scan can be seen in Figure 4.4 (b). The minimal section measured by CT-scan was found equivalent with that of MTC, 18 % larger than the designed section. The section calculated based on the rounded rectangle model was 11 % larger than the minimal section measured on the CT-scan. The point micrometer measurements led to an equivalent cross-sectional area with MTC, 6 % larger than the CT-scan value. Finally, the cross-sectional area based on caliper measurements was 20 % larger than the CT-scan value.

No effect of the measurement methodology could be observed for MTwE. Calculating the cross-sectional area based on caliper and point micrometer measurements lead to an equivalent value, just slightly larger than the designed section.

For ASTM E8 subsize specimens, a small effect of the measurement methodology was observed. The cross-sectional area based on point micrometer measurements was 2 % larger than the designed section. The cross-sectional area calculated based on caliper measurements was 4 % larger than the designed section.

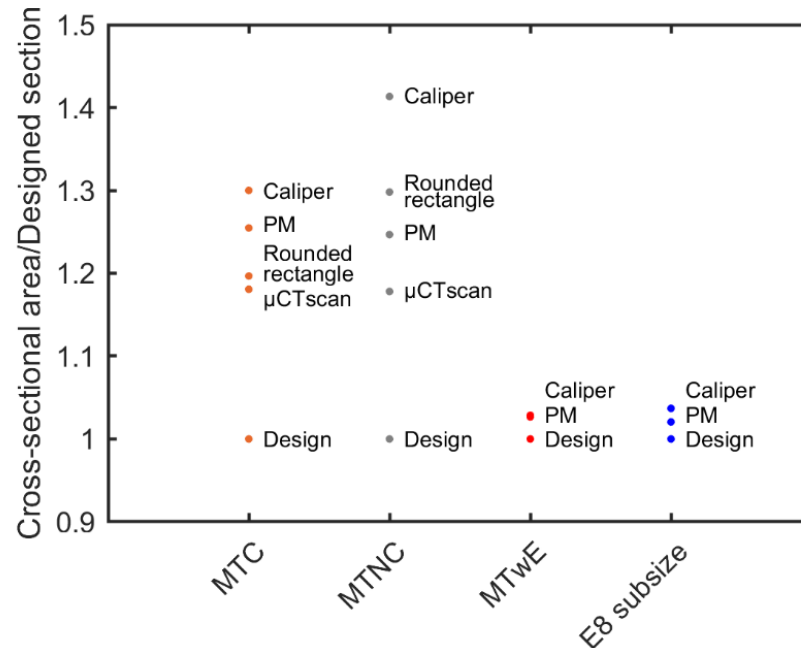


Figure 4.5 Comparison of the cross-sectional area divided with the designed section for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens, illustrating the effect of methodology on the measurement of section (PM: point micrometer).

4.4.3 Tensile results

The engineering tensile curves of all specimens tested are featured in Figure 4.6 and the tensile properties of interest are detailed in Tableau 4.2. The cross-sectional areas based on point micrometer measurements were used to calculate stress, as it was available for all groups and deemed more accurate than caliper measurements.

Compared to the standard specimens, MTC and MTNC showed a *UTS* 12 % and 15 % smaller respectively. MTwE showed a 4 % higher *UTS* compared to the standard specimens.

Elongation at break was found to be statistically equivalent for MTC, MTwE and E8 subsize specimens (ANOVA, $p \gg 0.03$) with an average value of 54 %. Compared to these three groups, MTNC showed an elongation at break a third smaller. The standard deviation on elongation at break was comparable for MTC, MTNC and MTwE (std 4.9 %, 5.2 % and 3.9 % respectively). It was smaller for the standard specimens (std 1.7 %).

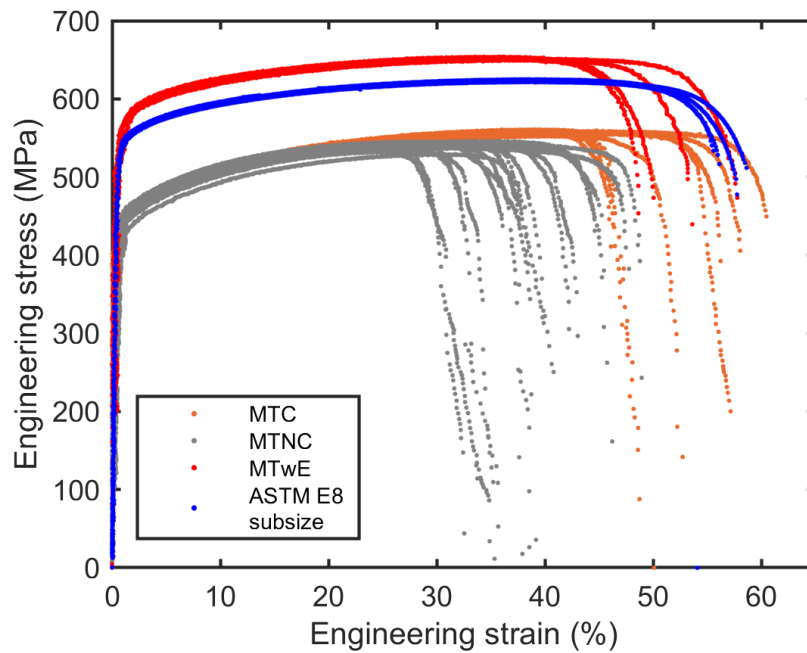


Figure 4.6 Engineering tensile curves for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens. Stress was calculated using the cross-sectional area $t \times w$ based on point micrometer measurements.

Tableau 4.2 *UTS* and elongation at break determined from the engineering tensile curves for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens. Stress was calculated using the cross-sectional area $t \times w$ based on point micrometer measurements.

	<i>UTS</i> (MPa)	Elongation at break (%)
MTC	558 ± 2	52.7 ± 5.2
MTNC	545 ± 4	39.2 ± 5.0
MTwE	651 ± 2	53.7 ± 3.9
ASTM E8 subsize	625 ± 2	56.1 ± 1.7

4.4.4 Microstructure and microhardness

Figure 4.7 shows representative SEM micrographs of the polished and etched surfaces revealing the hierarchical structure typically seen in LPBF 316L stainless steel (Voisin et al., 2021).

Observations in the reduced section of the four groups of specimens revealed melt pool boundaries and large elongated grains, containing needle-shaped sub-grains.

PDAS measured across the reduced section are featured in Figure 4.8 for the four groups of specimens. PDAS at the center was equivalent for all samples, around $0.5\text{ }\mu\text{m}$. The microstructure near the lateral surface was coarser than at the center for the as-built miniature specimens (MTC, MTNC), with PDAS reaching $1\text{ }\mu\text{m}$. This gradient in sub-cell size was not observed in MTwE specimens, for which PDAS was constant to about $0.5\text{ }\mu\text{m}$ across the reduced section. Coarse sub-grains were observed near the surface of ASTM E8, but PDAS was mostly constant across the reduced section, around $0.5\text{ }\mu\text{m}$.

Despite the large scatter, trends between the average PDAS of the different sample types could be observed. The average PDAS across the reduced section was coarser for MTC and MTNC, around $0.6\text{ }\mu\text{m}$, and finer for MTwE and ASTM E8, closer to $0.5\text{ }\mu\text{m}$.

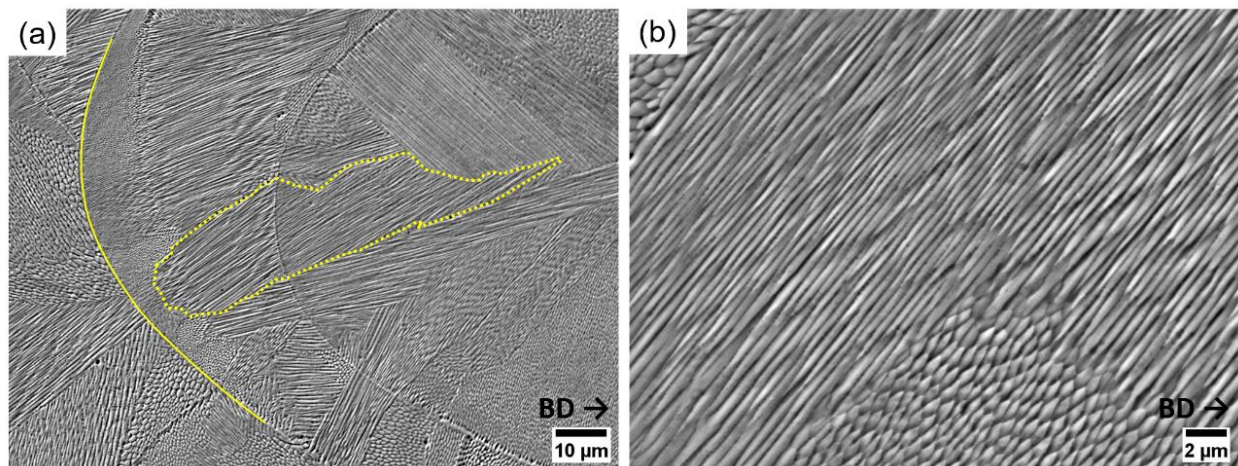


Figure 4.7 Representative SEM microstructural observations conducted on MTwE showing (a) melt pool borders (solid line) and grains (dashed line), and (b) dendritic sub-grains at higher magnification.

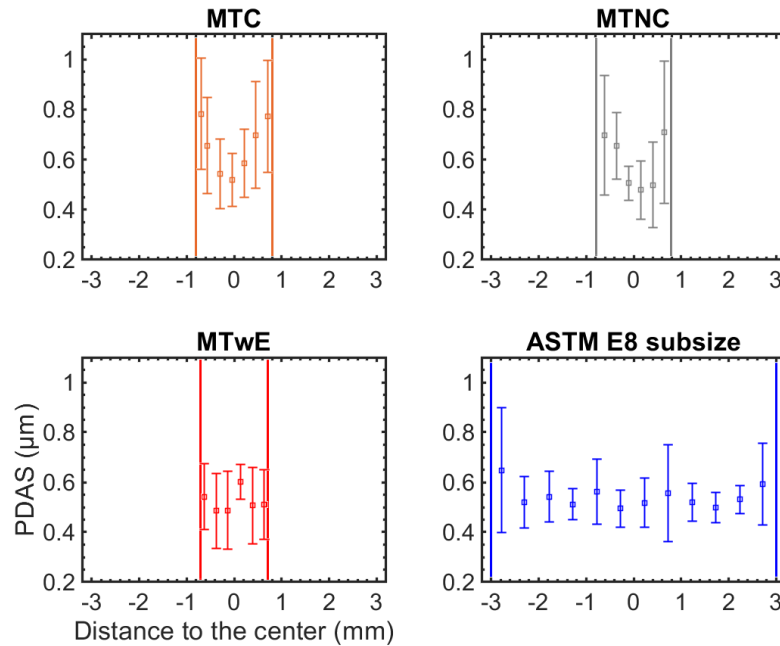


Figure 4.8 PDAS as a function of distance to the center of the reduced section for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens. Bold lines represent the surface position. Error bars represent one standard deviation (N = 6).

Vickers microhardness profiles conducted in the reduced section of each type of specimen are featured in Figure 4.9. The as-built miniature samples (MTC and MTNC) showed a sharp microhardness gradient between the edge and the center, with a difference reaching 20%. The average microhardness across the profile of MTC and MTNC specimens was equivalent at $229 \pm 19 \text{ HV}_{0.1}$ (1 standard deviation) and $226 \pm 13 \text{ HV}_{0.1}$ (1 standard deviation) respectively. MTwE showed a constant microhardness, with an average of $253 \pm 8 \text{ HV}_{0.1}$ (1 standard deviation). The microhardness was relatively constant across the standard specimen and averaged $239 \pm 9 \text{ HV}_{0.1}$ (1 standard deviation). These results are coherent with the trends observed with PDAS, with coarser sub-cells leading to lower microhardness near the surface of MTC and MTNC.

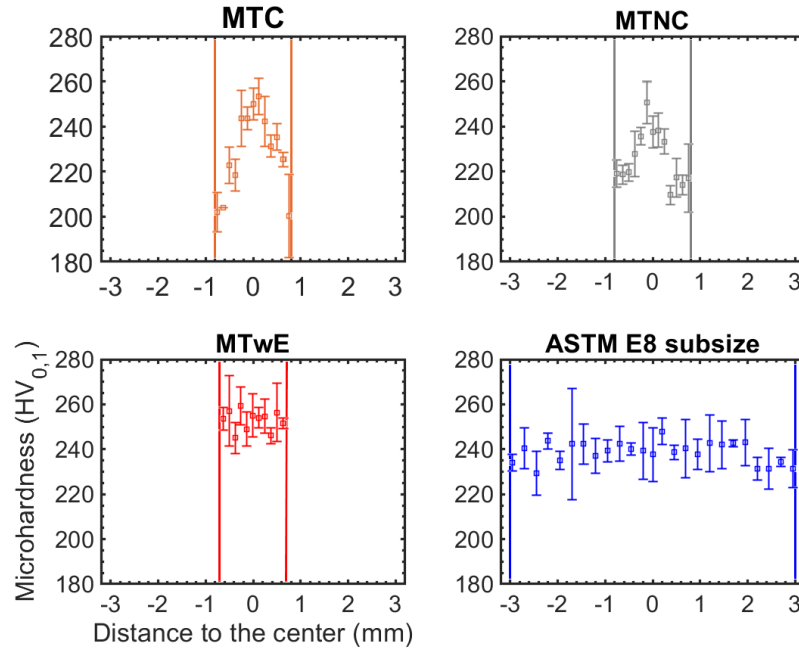


Figure 4.9 Vickers microhardness as a function of distance to the center of the reduced section for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens. Vertical bold lines represent the surface position. Error bars represent one standard deviation ($N = 3$).

4.5 Discussion

Differences between the results of tensile tests performed on miniature and standard specimens were revealed. The impact of the experimental methodology on the accuracy of the measurement of mechanical properties is discussed in section 4.5.1. Section 4.5.2 discusses the potential effect of material characteristics (microstructure and surface roughness). A further discussion including results from the literature is proposed in section 4.5.3.

4.5.1 Effect of methodology on the measurement of tensile properties

4.5.1.1 Variations of cross-sectional area with methodology

The minimal cross-sectional areas measured on the CT-scan of a MTC and MTNC specimen were found to be equivalent (1.771 and 1.767 mm^2), 18 % larger than the designed section (1.5 mm^2). For both geometries, the CT-scan value is considered the true section that sustains the load, and a

reference point for the evaluation of other measurement methods. CT supports precise observation of the irregular sections as-built by LPBF, but is costly and time-consuming. The analysis of the 3D datasets is also not trivial. Other non-destructive methods were investigated for a more efficient measurement of cross-sectional area before mechanical testing.

The cross-sectional areas calculated with caliper measurements for MTC and MTNC were respectively 10 % and 20 % larger than the minimal sections measured on the CT-scans. During measurement with a caliper, the blade of the instrument contacts the protruding features on the surface. Point micrometer measurements appeared to provide a more accurate estimate of the specimen dimensions. The cross-sectional area calculated with point micrometer measurements was only 5 % larger than the minimal sections measured on the CT-scans for both MTC and MTNC. Figure 4.10 (a) illustrates both instruments in contact with the irregular surface of a MTNC specimen. It was estimated that the tip of the point micrometer reaches the average surface level, lower than the blade of the caliper by half of the maximum roughness ($R_z/2$). In Figure 4.10 (b), thickness and width measured with a caliper are represented against point micrometer measurements. Caliper measurements are systematically larger than point micrometer measurements. Figure 4.10 (c) shows a good fit between the caliper measurements corrected by surface roughness and point micrometer measurements.

The calculation of cross-sectional area based on point micrometer measurements ($t \times w$) assumes perfectly rectangular sections. As can be seen on the CT-scan sections in Figure 4.4, both MTC and MTNC show an irregular perimeter and rounded corners. Calculating the cross-sectional area using point micrometer measurements ($t \times w$) still leads to an overestimation of the cross-sectional area. This error is half the error obtained using caliper measurements. The point micrometer is considered a reasonable option for the systematic measurement of the cross-sectional area of small as-built LPBF samples. It does not represent a significant step-up in tooling, training nor operation time in a typical shop in comparison with CT. It overestimates the cross-sectional area by 5 %. Using caliper measurements and surface roughness parameter R_z can give similar results.

Calculating the cross-sectional area of a rounded rectangle using optical measurements proved to be efficient at approaching the minimal section measured on the CT-scan for MTC. The rounded rectangle hypothesis seems valid for this group of specimens, as was inferred from the CT-scan slice in Figure 4.4 (a). For MTNC, the rounded rectangle model failed to provide an accurate

estimate of the minimal section. This is coherent with the irregular cross-section observed in Figure 4.4 (b): the geometrical model seems invalid. High surface roughness can also obstruct the optical observation, and lead to an overestimation of thickness and width using optical measurements.

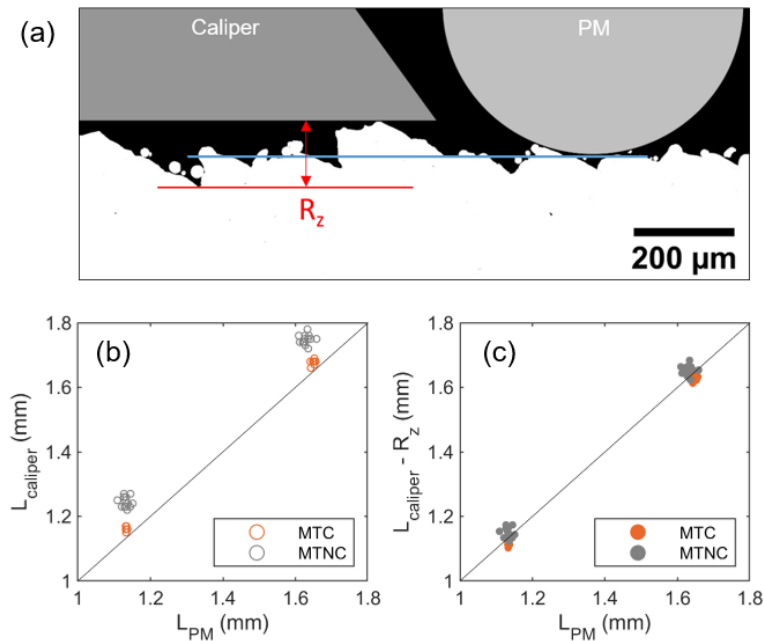


Figure 4.10 (a) Illustration of the blade of a caliper and the tip of a point micrometer (PM) in contact with a surface as-built by LPBF. (b) Dimensions measured with a caliper represented against the same dimensions measured with a point micrometer for MTC and MTNC. (c) Caliper measurements corrected by surface roughness represented against point micrometer measurements for MTC and MTNC.

This comparative study of the different measurement methods was limited to one sample for MTC and MTNC. Variations in the surface roughness across a LPBF build have been signaled in the literature (Lee, 2021; Soltani-Tehrani et al., 2020) and could affect the measurements of dimensions. On the other hand, the small variations of the maximum loads reached during the tensile tests for the different conditions suggests low variations of cross-sectional area among the tested specimens.

4.5.1.2 Effect of the measurement of cross-sectional area on tensile strength

Inaccuracies in estimation of cross-sectional area directly affect the consequent estimate of *UTS*. The influence of the surface measurement method on *UTS* is illustrated in Figure 4.11. In this graph, the *UTS* calculated based on the designed section and the different methods of measurement of cross-sectional area are compared. For as-built miniature specimens MTC and MTNC, using the designed section to calculate stress leads to a sharp overestimation of *UTS* because of the geometric imprecision. The overestimation of the surface with a point micrometer and caliper results in a large underestimation of *UTS* compared to the value obtained with CT-scan measurements. For MTwE, the measurement of cross-sectional area was not a source of error, because of the rectangular section and smooth surfaces. Finally, for as-built E8 subsize specimens, the error on *UTS* from caliper and PM measurements is smaller than that for MTC and MTNC. This influence of surface measurement on *UTS* was used to evaluate the experimental error.

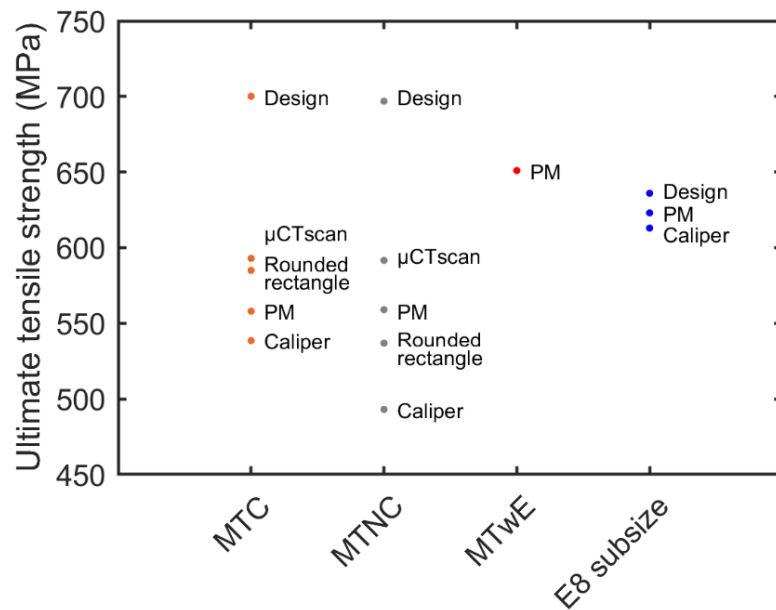


Figure 4.11 Variations of *UTS* with different measurement methods for cross-sectional area for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens (PM: point micrometer).

UTS is represented against elongation at break with experimental error bars in Figure 4.12. The evaluation of UTS was impacted by the error on the measurement of cross-sectional area and load. The relative difference between UTS based on the CT-scan section and the one based on point micrometer measurements (5 % for MTC and MTNC, estimated to 1% for E8 subsize) was added to the uncertainty of the load cell (1 %). The uncertainty on the elongation at break was estimated based on the precision of the digital extensometer (resolution: 40 $\mu\text{m}/\text{pixel}$).

Even taking into account errors linked to the methodology, UTS is higher for MTwE and ASTM E8 subsize than for MTC and MTNC. Elongation at break is equivalent for MTC, MTwE and ASTM E8, but it is one third smaller for MTNC. The scattering on elongation at break is equivalent for MTC, MTNC and MTwE, about twice that on ASTM E8 subsize. These differences in tensile properties are not caused by metrological elements. Variations in the material need to be investigated.

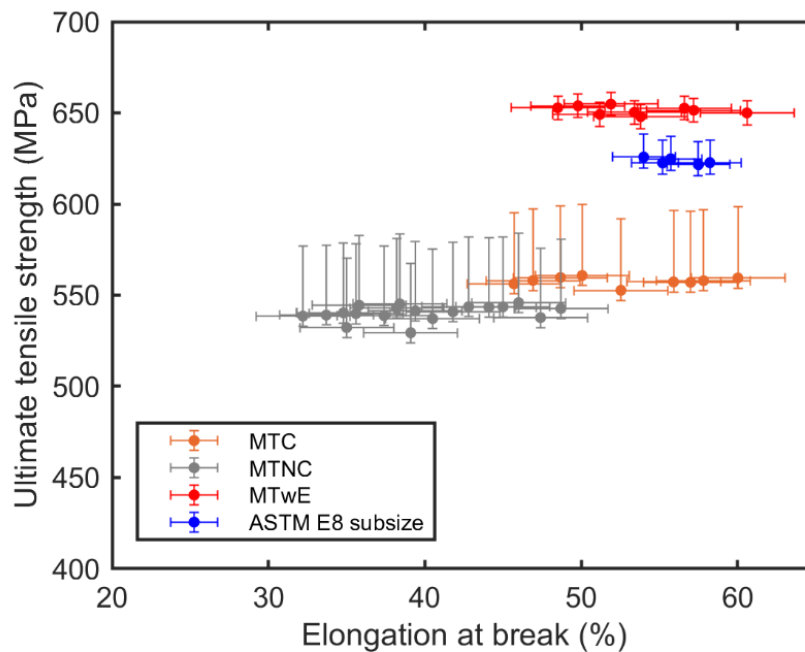


Figure 4.12 UTS as a function of elongation at break for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens, represented with experimental error bars based on the measurement of load, cross-sectional area and elongation.

4.5.2 Variations of the material affecting tensile properties

4.5.2.1 Variations in the scale of the microstructure leading to variations in *UTS*

For as-built specimens MTC, MTNC and ASTM E8, the microstructure was coarser at the surface than at the core (Figure 4.8). This gradient is believed to be caused by the lower thermal conductivity of powder feedstock compared to solidified material (Wang, X. et al., 2018). During solidification in the center of the specimen, the heat extraction happens through the previously deposited material, leading to a fine microstructure. Near the surface, the slow heat extraction through the powder feedstock leads to coarser sub-grains. For small as-built dimensions, the large outer surface/volume ratio leads to a larger proportion of the coarse sub-grains, and a larger average PDAS.

Similarly to the scale of the microstructure, a gradient in Vickers microhardness was observed from the center to the surface of as-built specimens (Figure 4.9). The microhardness probed local microstructure and was used as an index of mechanical strength. Wang et al. proposed a linear correlation model between *UTS* and average microhardness (Wang, X. et al., 2018). Results from the present study were compared to this linear model in Figure 4.13. The average microhardness and *UTS* for ASTM-E8 subsize and MTwE show a good fit. Taking into account the experimental error on *UTS* (see section 4.5.1), the model also appears to represent accurately the as-built miniature samples MTC and MTNC.

It can be concluded that reduced specimen dimensions lead to a coarser microstructure. This is responsible for at least part of the reduction in *UTS* measured with miniature specimens compared to standard specimens.

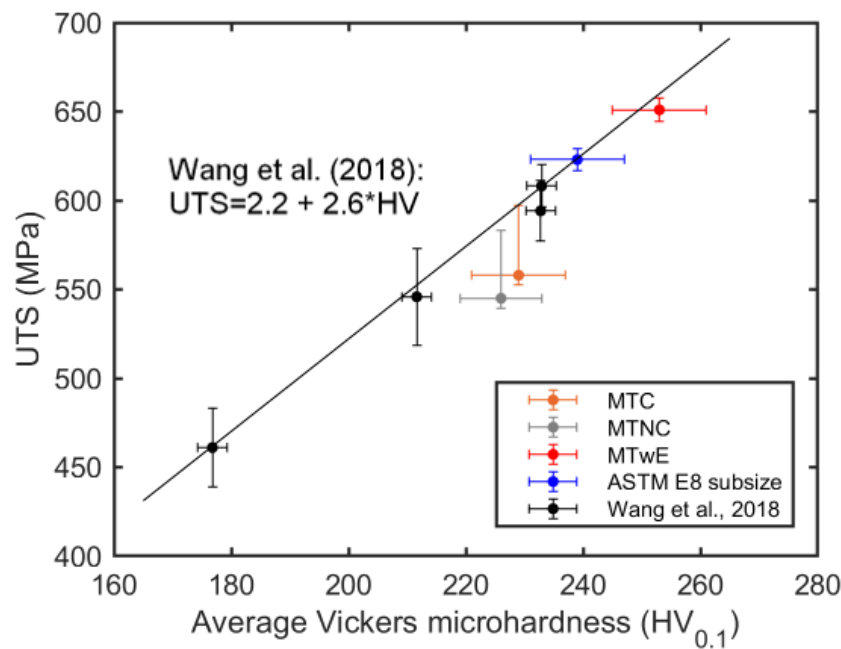


Figure 4.13 *UTS* as a function of average microhardness, represented with experimental error bars and compared to data and model from Wang et al. (Wang, X. et al., 2018).

4.5.2.2 Potential effect of density on *UTS* and elongation at break

Pores were observed near the surface of the MTC and ASTM E8 subsize specimens (Figure 4.3). The pores were also seen on the fracture surfaces, indicating that they participated in the failure. These pores are believed to originate from the intersection between hatching and contour scan during LPBF production (Murphy-Leonard et al., 2021; Pham et al., 2017; Pothen et al., 2017). No measurable effect of these voids on elongation at break could be noted: MTC maintained an equivalent elongation at break with MTwE and ASTM E8 subsize (Figure 4.6). Comparing MTC and MTNC leads to the conclusion that the pores had no influence on mechanical strength either. The slight difference in *UTS* is believed to originate from the early initiation of necking for MTNC. This is in line with results from the literature: comparable levels of porosity had no effect on the mechanical strength or ductility of LPBF 316L (Pham et al., 2017; Wilson-Heid et al., 2018).

4.5.2.3 Effect of surface roughness on elongation at break

Surface roughness parameter R_a is represented against elongation at break in Figure 4.14. Comparing MTC and ASTM E8 subsize to MTwE, surface roughness in the as-built condition obtained with a contour scan strategy appears to have no detrimental effect on elongation at break. MTNC, with rough surfaces as-built without contouring, showed elongations at break reduced by about 30 % compared with MTC, MTwE and ASTM-E8. Comparable values of elongation at break were obtained in 2020 by Roach et al. for dimensions and surface roughness close to those of MTNC (Roach et al., 2020). This study of the effect of surface roughness on tensile properties was not conducted for standard specimens. It is likely that the effect of surface roughness is more apparent when dealing with small size specimens.

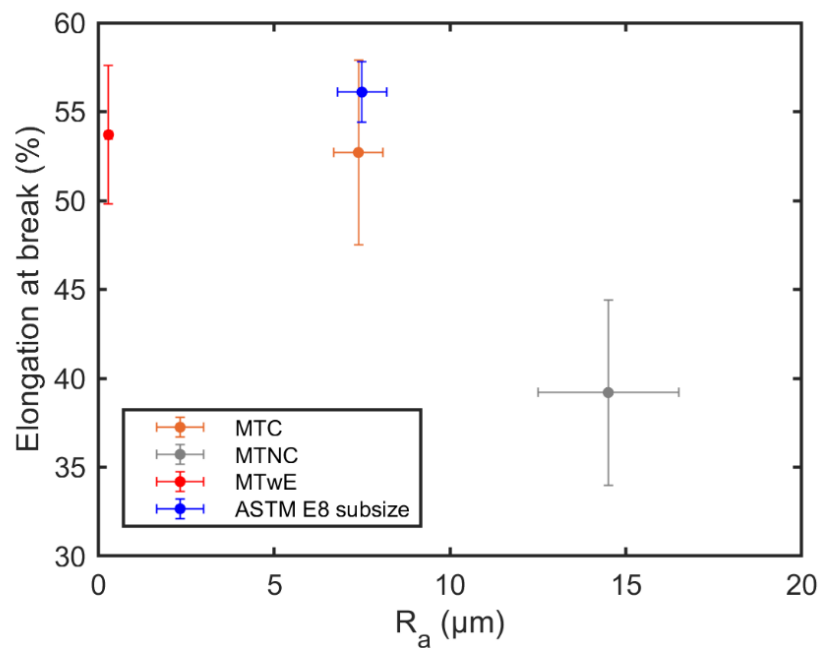


Figure 4.14 Elongation at break as a function of surface roughness parameter R_a for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsize specimens.

4.5.2.4 Effect of specimen dimensions on elongation at break

MTwE, MTC and standard specimens showed statistically equivalent elongation at break with an average value of 54 ± 4 % (1 standard deviation). No effect of specimen dimensions on the average elongation at break could be observed. Roach et al. noted no clear effect of the dimensions on

elongation at break either for dimensions comparable to the ones used in this study (Roach et al., 2020). The scattering on elongation at break was higher for miniature specimens (std 4.9 % for MTC and 3.9 % for MTwE) compared with standard coupons (std 1.7 %). This could be caused by the lower precision of the contactless measurement of strain on smaller samples. The lower number of standard specimens tested could also reduce the dispersion. Finally, small specimens might be more sensitive to surface or internal features causing a slightly lower ductility.

4.5.3 Scatter in the tensile properties of LPBF 316L reported in the literature

In Figure 4.15 (a), *UTS* measured as part of this work is represented against the section of the tensile sample for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 in combination with data available in the recent literature. Only specimens tested along the build direction and in as-fabricated thermal condition were considered. A global trend showing an effect cross-sectional area on the reported values of *UTS* and the overall dispersion of results is observed for cross-sectional areas smaller than 10 mm². A larger scatter towards low values of *UTS* is revealed. As was illustrated in this study, small dimensions can affect the scale of the microstructure and lead to reduced mechanical strength. The lower *UTS* values are reported for small specimens tested with as-built surface condition. In addition to the mechanical effect, metrological errors tend to underestimate stress calculation and this error is greater (in absolute value) for rough surfaces and more significant (relatively speaking) for small cross-sectional areas.

Figure 4.15 (b) reports elongation at break against the cross-sectional area of the tensile samples. The average value of elongation at break reported in the literature is globally constant for all specimen dimensions. The most significant effect of specimen dimensions is on the scatter of the measured elongation at break: a significantly larger scatter was observed when small samples were used. Our findings are in agreement with these observations. Again, measurement errors are believed to contribute to this phenomenon. Small specimens are also assumed to be more sensitive to the presence of internal or surface features that could affect ductility.

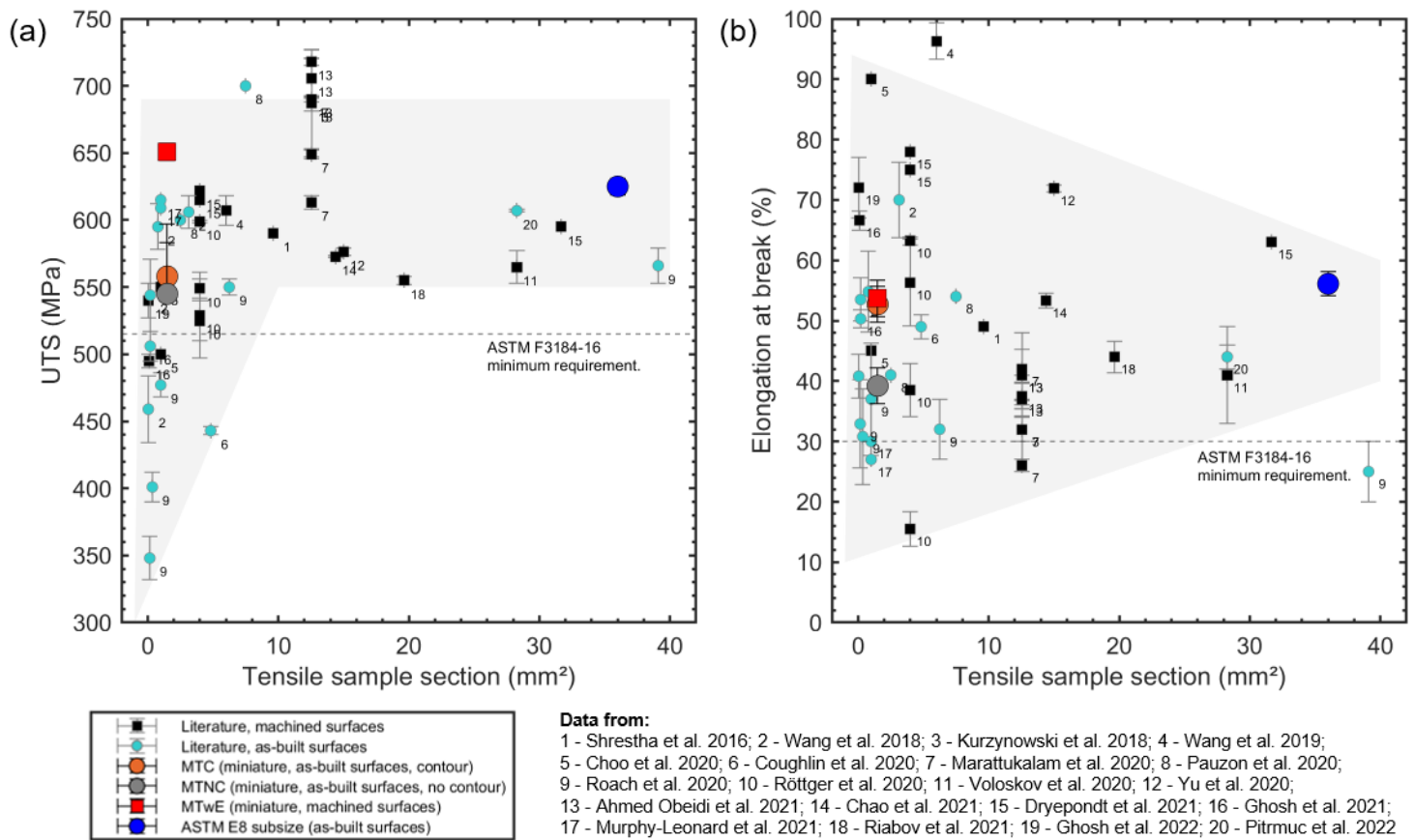


Figure 4.15 (a) *UTS* and (b) elongation at break represented against tensile sample section for MTC, MTNC, MTwE and ASTM E8 subsizes specimens, compared to data from the recent literature. Square and round markers indicate machined and as-built surface condition respectively. Dashed lines represent the minimum requirement for *UTS* and elongation at breaks from ASTM standard F3184-16 (ASTM, 2016b). Data from (Ahmed Obeidi et al., 2021; Chao et al., 2021; Choo et al., 2020; Coughlin et al., 2020; Dryepondt et al., 2021; Ghosh et al., 2021; Ghosh et al., 2022; Kurzynowski et al., 2018; Marattukalam et al., 2020; Murphy-Leonard et al., 2021; Pazon et al., 2020; Pitrmuc et al., 2022; Riabov et al., 2021; Roach et al., 2020; Röttger et al., 2020; Shrestha et al., 2016; Voloskov et al., 2020; Wang, X. et al., 2019; Wang, X. et al., 2018; Yu et al., 2020).

4.6 Summary and conclusions

Miniature tensile specimens were designed based on ASTM-E8 guidelines and previous work in the literature. Three sets of LPBF 316L miniature tensile specimens were tested and the *UTS* and elongation at break were compared to the properties obtained with standard-sized samples. As-built cross-sectional areas were measured using various non-destructive methods. CT-scans were used as a reference. Caliper measurements lead to a significant overestimation of the cross-sectional area. Using a point micrometer was more accurate. Calculating the area based on optical measurements was a good approach, but was affected by surface roughness and geometry. This comparative study showed that some differences in the tensile properties were not caused by metrological aspects. A complementary investigation of the microstructure, microhardness, density and surface roughness of the specimens was conducted.

The principal findings of this study were:

1. The measurement of small, as-built cross-sectional area proved to be impacted by metrology. *UTS* was underestimated by as much as 17% when using an area based on caliper measurements instead of CT-scan observations. The effect was more significant with small dimensions and high surface roughness.
2. Smaller as-built sections lead to coarser sub-grains, resulting in a lower *UTS* also revealed by a lower average Vickers microhardness.
3. Specimen size had no clear effect on the average value of elongation at break.
4. The ductility of LPBF 316L measured with miniature specimens was impacted by notch-like surface roughness: elongation at break was 39 ± 5 % for high values of surface roughness compared to 54 ± 4 % obtained with smooth surfaces.
5. Miniature samples lead to a scatter on elongation at break twice as large as the scatter obtained with ASTM E8 subsize specimens. This could originate from larger experimental error as well as a higher sensitivity to surface condition and internal features.

The results in this study rationalize the scatter on *UTS* and elongation at break of LPBF 316L reported in the literature. Besides the effect of metrology on the precision of mechanical properties measured during a tensile test, this paper shows how sample design and manufacturing influence the mechanical strength and elongation at break. Using standard samples or machined surfaces

facilitates the measurement of tensile properties by reducing the metrological challenges. However, to have an accurate evaluation of a component strength and elongation at break, the tensile sample microstructure and surface roughness should be comparable to the area of interest within a component. Using large samples or machined surfaces can overestimate both the mechanical resistance and the elongation at break of thin walled as-built components, which is not conservative. There is a need for testing standards providing guidelines fit for the characterization of specimens with dimensions and surface conditions closer to those of components produced by additive manufacturing.

4.7 Acknowledgement

The authors would like to gratefully acknowledge the financial support from the Consortium de Recherche et d'Innovation en Aérospatiale au Québec (CRIAQ), the National Research Council of Canada (NRC-CRNC), Pratt & Whitney Canada, Bell Textron Canada Limited, Equispheres, MDA, Edmit Industries Inc, Liburdi Turbine Services, Bombardier Inc and Heroux-Devtek as part of the CRIAQ MANU-1708 project.

CHAPITRE 5 ARTICLE 2 : MEASURING THE TENSILE PROPERTIES OF Ti6Al4V FABRICATED BY LASER POWDER BED FUSION: INFLUENCE OF SPECIMEN DIMENSIONS

Soumis au journal Materials Science and Engineering A le 15 novembre 2022.

Wawrzyniak, N., Wanjara, P., Brochu, M., & Brochu, M. (2022). *Measuring the tensile properties of Ti6Al4V fabricated by laser powder bed fusion: influence of specimen dimensions*, Polytechnique Montreal. [Manuscript submitted for publication].

Auteurs: Nicolas Wawrzyniak^{a,b}, Priti Wanjara^b, Mathieu Brochu^c, Myriam Brochu^a

^aDepartment of mechanical engineering, Polytechnique Montréal, Montreal, H3T 1J4, QC, Canada

^bNational Research Council Canada (NRC), Aerospace Research Center, Aerospace Manufacturing Technologies Center, Montreal, H3T 1J4, QC, Canada

^cDepartment of Mining and Materials Engineering, McGill University, Montreal, H3A 0C5, QC, Canada

5.1 Abstract

This study presents the mechanical characterization of vertical Ti6Al4V tensile specimens produced by laser powder bed fusion (LPBF) processing and then heat-treated according to AMS2801 standard. The surfaces were kept in the as-built condition for the evaluations. Three rectangular specimen geometries were considered, with a reduced section of $6 \times 6 \times 25$, $3 \times 3 \times 12.5$, and $1 \times 1.5 \times 7$ mm³ respectively. The surface roughness, length-scale of the microstructure, and average microhardness were compared and found to be unaffected by part section, in the range of sizes explored. The main challenge for accurate measurement of the tensile strength was related to non-destructive measurement of the cross-sectional area of the tested specimens. The use of conventional tools, such as calipers and micrometers, led to an

overestimation of the cross-sectional area by 7 to 15 %, which caused an underestimation of the tensile stresses. When calculating the stress with the cross-sectional area measured from computed tomography images, the Young's modulus, yield strength and ultimate tensile strength were comparable for all geometries. However, the elongation at break was 9 % for the smallest specimens compared to 12 % for ASTM E8 coupons. The reduction of ductility was explained by a higher slimmness ratio for smaller specimens, in addition to an increased effect of pores and the surface roughness. These results highlight the importance of using specimens representative of a part wall thickness when characterizing the mechanical properties of LPBF Ti6Al4V. The methodological recommendations established in this study can be applied to other LPBF materials and other small scale manufacturing processes.

5.2 Introduction

ASTM standard F3122 (ASTM, 2014b) is specific to the mechanical characterization of metallic materials fabricated by additive manufacturing (AM). It refers to the general ASTM E8/E8M guidelines for tensile testing of metallic materials (ASTM, 2016a). However, the standardized flat specimens described in ASTM E8 have a total length over 100 mm, making them costly and inapt for their application to laser powder bed fusion (LPBF) parts. Large specimens are also ill-suited for studying local variations in mechanical properties across a part, across the build chamber, or for parts smaller than the specimen dimensions. This size limitation is even more challenging considering the need for test repetitions. Test specimens should be representative of the part, in terms of the microstructural and surface conditions. These limitations and constraints support the need for testing procedures using millimetric specimens with surfaces in the as-built condition. However, there are numerous challenges to characterizing LPBF parts using specimens having a mismatch in size, as detailed next.

Firstly, the influence of internal discontinuities, such as pores, must be considered. For instance, Phutela et al. (Phutela et al., 2019) measured 4 % porosity in 1 mm-thick specimens, while it was less than 1 % for larger dimensions. This is attributed to small sections leading to non-optimal thermal balance and resulting in the formation of defects. The higher surface-to-volume ratio of small specimens also results in lower relative densities because of pores forming at the intersection

between the contour and core scan. As reported by Voisin et al., porosity negatively influences the strain-to-failure of LPBF Ti6Al4V, even for pore fractions below 1 % (Voisin et al., 2018). Meng et al. measured values of elongation at break reduced by half for specimens with 0.05 % porosity, compared to those with porosity below 0.01 %. Tensile strength, however, was unaffected by porosity for levels up to 0.25 % (Meng et al., 2022).

The second point to take into consideration is the effect of printed size on the length-scale of the microstructure and tensile properties (Dong, Z. et al., 2018; Machry et al., 2016; Wang, X. et al., 2018). Despite some early developments, there is currently no consensus on the effect of specimen dimensions on the microstructure and tensile properties of LPBF Ti6Al4V. Thermal simulation results from Promoppatum et al. indicate that smaller specimens should exhibit thinner α/α' laths, because of the reduced heat accumulation and more rapid cooling rates (Promoppatum et al., 2022). Barba et al. reported a 20 % increase in the yield strength (*YS*) with a decrease in the as-printed specimen thickness from 3 to 0.5 mm. This effect was rationalized by the refinement of the α lath width from 0.88 to 0.66 μm , as well as oxygen enrichment from 0.17 to 0.30 % associated with reduced sizes (Barba et al., 2020). Other authors reported the opposite trend. For specimen thickness decreasing from 5 to 1 mm, Phutela et al. reported no variation in microhardness and microstructure; a reduction in the *YS* and ultimate tensile strength (*UTS*) by 15 % with reduced specimen size was attributed to a less dense material (Phutela et al., 2019). Džugan et al. and Mertova et al. reported a comparable reduction in mechanical strength with specimen thickness decreasing from 3 to 0.5 mm; they attributed this phenomenon to the effect of the irregular surface layer (Džugan et al., 2018; Mertová, Kateřina et al., 2020).

A third possible factor to consider is the rough surfaces and irregular geometries of LPBF parts that make non-destructive measurement of the specimen dimensions challenging. As reported by Roach et al. for LPBF 316L tensile specimens, errors in measuring the cross-sectional area directly affect the evaluation of tensile stresses (Roach et al., 2020). It was recently reported that the use of conventional non-destructive tools, such as calipers and micrometers, can overestimate the cross-sectional area by 5 to 20 % for flat specimens with $1 \times 1.5 \text{ mm}^2$ sections (Wawrzyniak, Provencher, et al., 2022). For cylindrical specimens, Wang et al. (Wang, X. et al., 2018) and Murchio et al. (Murchio et al., 2021) calculated the cross-sectional area from optical measurements of the diameter, and noted that the surface features and irregular geometry can lead to an overestimation of the effective section when using these measurements. More recently, micro-computed

tomography (μ CT) has been increasingly employed for characterizing AM parts. With resolutions of 1-5 μ m, the surface and internal features can be analyzed (Murchio et al., 2021). As demonstrated by Persenot et al. (Persenot, Théo et al., 2018) and Hossain et al. (Hossain et al., 2021), the load-bearing section can also be evaluated with good accuracy. Nevertheless, μ CT represents a significant step-up in tooling, analysis, and investment/operational costs compared to simple measurement devices.

Hence, there are gaps in the research knowledge to ascertain the effect of specimen dimensions on the measurement of the tensile properties of LPBF Ti6Al4V with surfaces in the as-built condition, especially for millimetric sizes. In this study, three sets of flat geometry, Ti6Al4V specimens with a thickness decreasing from 6 to 1 mm were produced by LPBF. The relative density, microstructure and microhardness were characterized to probe for variations in the material properties that could be related to the specimen size. The three sets of specimens were tested under tension loading. In order to evaluate the effect of the as-fabricated surface roughness, the cross-sectional areas were estimated based on caliper measurements, point micrometer measurements and μ CT results. The accuracy and the precision of the tensile properties of LPBF Ti6Al4V resulting from testing the different specimen geometries are discussed.

5.3 Methodology

5.3.1 Specimen geometries and layout

Figure 5.1 (a) presents the three designed tensile specimen geometries. The geometry referred to as E8 follows the ASTM E8/E8M (ASTM, 2016a) specifications for standard subsize specimens. Medium miniature tensile specimens (referred to as MMT) have dimensions scaled down by a factor of 2 compared to the E8 geometry. The miniature tensile geometry (referred to as MT), was previously studied in (Wawrzyniak, Provencher, et al., 2022), and presents a total length under 30 mm, whilst respecting the dimensional ratios recommended in ASTM E8/E8M. The load-bearing section dimensioned in the CAD files (A_{CAD}) is 36, 9 and 1.5 mm² for the E8, MMT and MT specimens, respectively. The geometrical slinness ratio defined as $k = \frac{gauge\ length}{\sqrt{A_{CAD}}}$ is 4.2 for the E8 and MMT geometries, and 5.7 for the MT geometry.

Figure 5.1 (b) shows the build layout of the specimens produced by LPBF. It includes 15 E8 specimens, 15 MMT specimens and 30 MT specimens, as well as blank cylinders for future studies. All specimens were positioned with their long dimension along the build direction. The width of the rectangular specimens were positioned at a 45° angle from the x axis to facilitate the travel of the recoater. Specimens of each geometry were distributed over the entire buildplate to mitigate potential grouping effects.

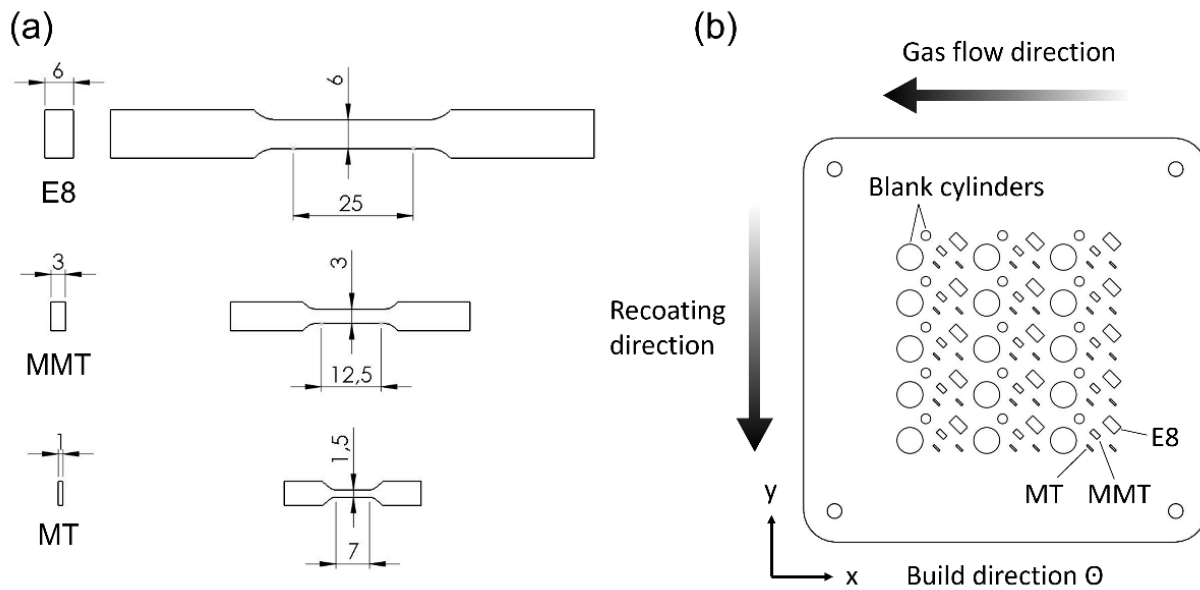


Figure 5.1 (a) Dimensions of the E8, MMT and MT tensile specimen geometries (all dimensions in mm, general tolerance 0.1 mm) and (b) LPBF layout (not to scale) including vertical E8, MMT and MT specimens as well as blank cylinders.

5.3.2 Material and laser powder bed fusion process

The raw material used in this work was plasma-atomized grade 5 Ti6Al4V powder provided by AP&C (Boisbriand, Canada), with a particle size distribution of 15-45 μm and particle shape that is typically spherical with limited satellites (Wanjara et al., 2022). The standardized chemical composition of the Ti6Al4V alloy, as per ASTM F2924 (ASTM, 2014a), is given in Tableau 5.1. The tensile specimens were manufactured in a single LPBF build using a Renishaw RenAM 500Q

machine (Wotton-under-Edge, UK). The LPBF build parameters are detailed in Tableau 5.2. A mill-annealing heat treatment at 704°C for 2 h was performed on the build as described in AMS2801B standard (AMS, 2014). This specific heat treatment relaxes the residual stresses and partially decomposes the martensitic structure (Mezzetta et al., 2018). The specimens were separated from the buildplate using wire electrical discharge machining. All other surfaces were kept in the as-built condition.

Tableau 5.1 Chemical composition of the Ti6Al4V alloy as per ASTM F2924 (ASTM, 2014a)

Element	Ti	Al	V	Fe	O	C	N	H	Y
wt%	Bal.	5.50 – 5.75	3.50 – 4.50	≤ 0.30	≤ 0.20	≤ 0.08	≤ 0.05	≤ 0.015	≤ 0.005

Tableau 5.2 LPBF AM parameters employed to fabricate the Ti6Al4V build.

Layer thickness (μm)	Power (W)	Hatch distance (μm)	Point distance (μm)	Exposure time (μs)	Scan strategy
60	320	95	30	20	Meander

5.3.3 Microstructural characterization and microhardness

For each geometry, two specimens were cut, mounted, and polished for microhardness evaluation and metallographic observations. Three Vickers microhardness profiles were collected along the width of the reduced sections in accordance with ASTM E384-17 (ASTM, 2017) using a Akashi MVK-HO indentation system (Fukuoka, Japan). A 100 gF load and a 15 s dwell time were used. For each specimen type, 45 measurements were used to calculate the average.

To observe the microstructure, the polished surfaces of the samples were etched by immersing for 5 s in Kroll's reagent (3 % HNO_3 , 2 % HF in water). A Keyence VHX7000 light optical microscope (OM, Osaka, Japan) was used to examine the general microstructure and measure the average width of the prior-beta (β) grains, based on at least 3 optical micrographs captured at a magnification of 500X. The microstructure within the prior- β grain structure was observed at a higher magnification on the polished planes using a JEOL JSM-7600TFE scanning electron microscope (SEM, Tokyo,

Japan) at an acceleration voltage of 15 kV, with a low angle backscattered electron detector, and a working distance of 7 mm. The average width of the alpha (α) or martensite (α') lamellae was determined from measurements on at least 5 micrographs captured at a magnification of 5000X across the reduced section. Additional observations were conducted at an acceleration voltage of 7.5 kV and a magnification of 25000X for energy dispersive spectroscopy (EDS) analysis of the phases.

X-ray diffraction (XRD) analysis was conducted with a Bruker D8 ADVANCE (Billerica, USA) platform for phase identification. A 0.5 mm collimator was used to allow measurements in the reduced section of the small specimens with no interference from the mounting material. XRD spectra were acquired at a fixed angle of 38° for 15 mn. The $10 \times 60 \text{ mm}^2$ 2D detector resulted in an angular range of 12° and an angular resolution of 0.005° .

5.3.4 Measurement of surface roughness, cross-sectional area and relative density

The as-built surfaces were observed using a Keyence VHX7000 OM. For each geometry, three specimens were imaged to generate depth-composition micrographs at a magnification of 500X, covering 1.5 mm^2 . Surface roughness parameters S_a (mean height) and S_z (maximum height) were measured on these micrographs using the Keyence VHX software. No filter was used. The surface topography was also observed using a JEOL JSM-7600TFE SEM at an acceleration voltage of 15 kV, with a secondary electron detector and a working distance of 15 mm. The diameter of 400 particles present at the surface was measured on the micrographs taken at a magnification of 100X.

A Mitutoyo point micrometer (PM, Kawasaki, Japan) (precision: $\pm 1 \mu\text{m}$) with a 15° tip angle and $300 \mu\text{m}$ radius was used to measure the minimal thickness (t_{PM}) and width (w_{PM}) for each tensile specimen. The cross-sectional area A_{PM} was calculated as $t_{PM} \times w_{PM}$.

Two additional non-destructive methodologies were explored for the measurement of the cross-sectional area of one representative tensile specimen per geometry:

- 1) A digital caliper (precision: $\pm 10 \mu\text{m}$) was used to measure the minimal thickness ($t_{Caliper}$) and width ($w_{Caliper}$). Accordingly, the cross-sectional area $A_{Caliper}$ was calculated as $t_{Caliper} \times w_{Caliper}$.

2) μ CT scans were acquired in the reduced section of the specimens with a Zeiss XRADIA Versa520 X-ray micro-tomograph (Oberkochen, Germany). 2D images perpendicular to the building direction were reconstructed using ORS Dragonfly software. The imaging parameters used are listed in Tableau 5.3. Threshold and ‘fill holes’ image treatments were applied using ImageJ software. The threshold intensity was chosen so that the small internal pores and surfaces features showed a good visual correspondence with the raw images. The cross-sectional area could be measured for each image and the minimal cross-sectional area A_{CT} was identified.

Finally, the solid fraction was calculated by measuring the pore area and the total area for each μ CT image with ImageJ software. The average relative density in the reduced section was calculated for each geometry based on the solid fraction.

Tableau 5.3 Imaging parameters associated with μ CT conducted on E8, MMT and MT samples.

	Voltage (V)	Current (μA)	Optical magnification	Exposition time (s)	Pixel size (μm)	Number of images
E8	140	71	0.4X	3	4.73	1987
MMT	140	72	4X	2	4.96	2410
MT	80	87	4X	3	2.96	3367

5.3.5 Tensile test conditions

Tensile testing of all the specimens was performed on a 250 kN MTS 810 servo-hydraulic frame (Eden Prairie, USA). A constant crosshead displacement resulting in a strain rate of $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, as recommended by ASTM E8/E8M standard (ASTM, 2016a), was used for all tests. A 50 kN capacity load cell (precision: 1 % of the measured load) and hydraulic clamps were used for the E8 and MMT specimens. The elongation was measured using a MTS LX 500 laser extensometer. For the MT specimens, the machine was equipped with a 10 kN capacity load cell (precision: 1 % of the measured load) and MTS Advantage Mini grips. The newly developed grips safely fixated the MT specimens on the main frame and allowed their testing by preventing slippage and maintaining proper alignment during tensile loading. The elongation for the MT specimens was measured using a noncontact optical 3D deformation measurement system – referred often as digital image

correlation (DIC) – Aramis® (GOM-Trillion Quality Systems, King of Prussia, USA). At least 7 specimens of each size were tested. All specimens broke in their reduced section.

After tensile testing, the fracture surfaces of two representative specimens for each geometry were observed using a JEOL JSM-7600TFE SEM. A 15 kV acceleration voltage and a secondary electron detector were used, with a working distance of 15 mm.

5.4 Results and discussion

5.4.1 Relative density, microstructure and microhardness

As shown in the μ CT images in Figure 5.2, the LPBF process resulted in a dense material, with some 20-50 μ m voids near the surface. The formation of these pores, located at the intersection between contour and interior hatches, has been described for several LPBF materials (Andreau, 2019; Phutela et al., 2019). The average relative density measured on the μ CT scans was 99.99 %, 99.99 % and 99.95 % for the E8, MMT, and MT specimens respectively. The lower relative density of the MT specimens compared to the E8 and MMT was related to the higher surface-to-volume ratio. As Meng et al. (Meng et al., 2022) measured no effect of relative density on the *YS* and *UTS* for relative densities larger than 99.75 %, the porosity level in the tensile specimens is not expected to affect mechanical strength. Also, no impact of the pores on *E* is expected for this porosity level, since it is negligible against the load-bearing section.

A comparative evaluation of the microstructure for the three specimen types (E8, MMT, and MT) was performed and representative micrographs are shown in Figure 5.3. The columnar prior- β grain structure, commonly described for LPBF Ti6Al4V, is noticeable in the representative OM micrographs presented in Figure 5.3 (a,d,g). The width of the prior- β grain was comparable for the E8, MMT, and MT specimens at 84 ± 10 , 78 ± 14 , and 78 ± 21 μ m (1 standard deviation), respectively (ANOVA test, $p \gg 0.03$). As featured in Figure 5.3 (b,e,h), higher magnification SEM observations showed a structure of α/α' lamellae. The average α/α' lamella width was similar for E8, MMT, and MT specimens at 0.5 ± 0.2 , 0.4 ± 0.2 , and 0.5 ± 0.2 μ m (1 standard deviation), respectively (ANOVA test, $p \gg 0.03$). The length-scale of the microstructures was homogeneous through the specimens' thickness. For all three specimen types, a small fraction of the β phase,

appearing as the bright white areas in Figure 5.3 (b,e,h), was observed between the α/α' lamellae. Compared to the lamellae, EDS analysis conducted in these bright white (β) areas revealed a higher concentration of vanadium and iron, and a lower concentration of aluminum. The presence of the β phase was also confirmed in the XRD diffraction patterns as presented in Figure 5.3 (c,f,i).

The microhardness profiles yielded average values of 368 ± 5 , 370 ± 5 , and 374 ± 6 HV_{0.1} (1 standard deviation) for the E8, MMT, and MT specimens respectively. Although statistically significant, (ANOVA test, $p < 0.03$), the difference in the average microhardness values between the E8 and MT specimens was of the same order as the standard deviation. The microhardness measurements were homogeneous through the specimen thickness, which is coherent with the microstructural observations. These results rule out the two first potential sources of variations in tensile properties related to printed size: relative density and microstructure.

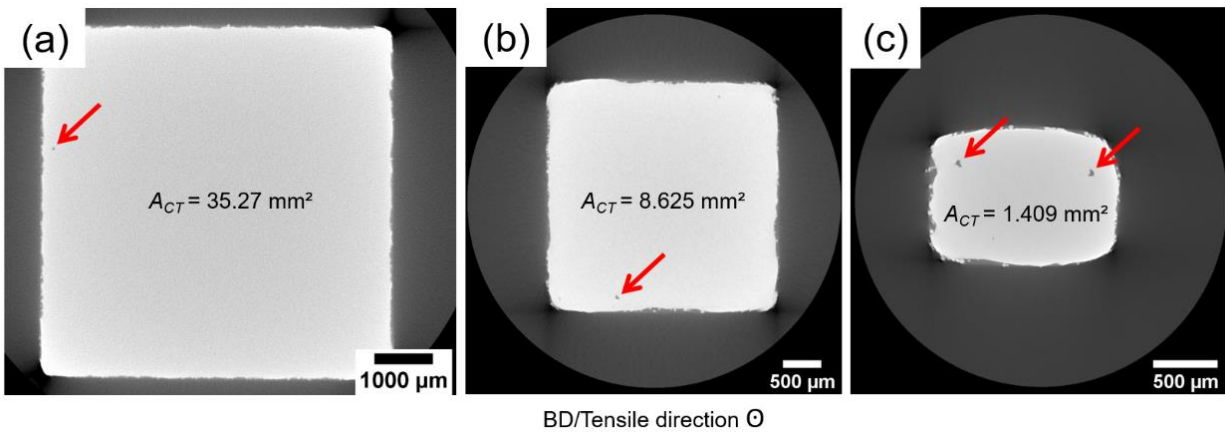


Figure 5.2 Representative μ CT micrographs for the (a) E8, (b) MMT, and (c) MT specimens. Sub-surface pores are indicated by red arrows.

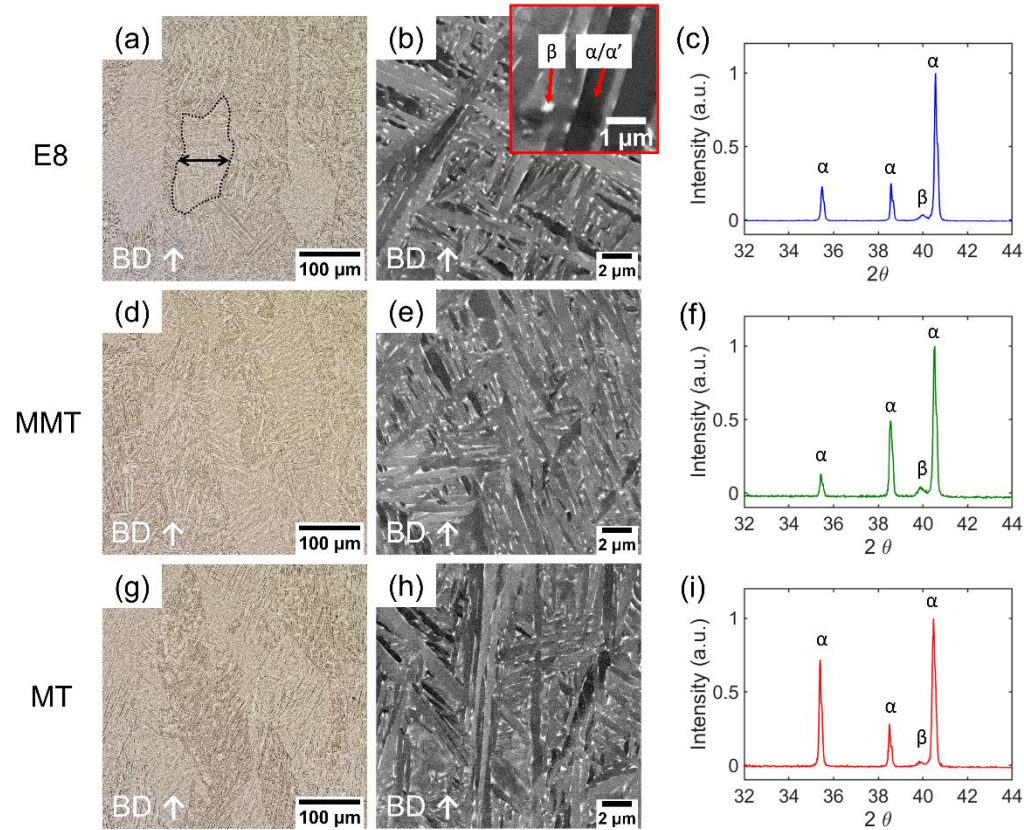


Figure 5.3 Representative OM micrographs, SEM microstructural observations and XRD pattern for the (a),(b),(c) E8, (d),(e),(f) MMT, and (g),(h),(i) MT specimens. A prior- β grain is outlined with a black dotted line and its width is indicated.

5.4.2 Tensile results

The representative engineering tensile stress-strain curves obtained with the E8, MMT, and MT specimens are presented in Figure 5.4. The stress was calculated using the cross-sectional area based on point micrometer measurements A_{PM} , as it was available for all specimens. The modulus E , YS , UTS , uniform elongation (UE), and elongation at break (EB) are reported in Tableau 5.4. E , YS , and UTS are also represented in Figure 5.5.

As shown in Tableau 5.4, the average values of the YS and UTS measured for the three specimen geometries were higher than the minimum requirements in ASTM standard F2924 (ASTM, 2014a). Also, the average tensile properties measured with the E8 and MMT specimens were similar (ANOVA test, $p \gg 0.03$). The EB measured with the E8 and MMT specimens was higher than the

ASTM F2924 requirement (ASTM, 2014a). However, the average values of E , YS , and UTS measured with MT specimens were 10 % lower than the values obtained using the E8 and MMT specimens (statistically significant, ANOVA test, $p < 0.03$). In addition, the EB was lower by a third (statistically significant, ANOVA test, $p < 0.03$). On the other hand, the UE measured with the MT specimens was comparable to the values measured using the MMT and E8 specimens. In the absence of variations in relative density, microstructure, and microhardness, metrological aspects (measurement of cross-sectional area) are investigated in sections 5.4.3 and 5.4.4 in order to explain the differences in the average mechanical properties.

For the E8 specimens, the standard deviation on the measured properties was around 1-2 % of the average values. The dispersion in the strength values of the MMT specimens was affected by two outliers exhibiting higher YS and UTS values by about 50 MPa, as shown in Figure 5.5. The origin of the dispersion could not be identified even by post-failure examinations of the tensile fracture surfaces and the microstructure. In the case of the MT specimens, the dispersion of the tensile properties was comparable to the values obtained with E8 specimens. Although it required a step-up in tooling to accurately align/test the specimens and perform the analysis, the tensile properties of the MT specimen geometry could be measured with good repeatability.

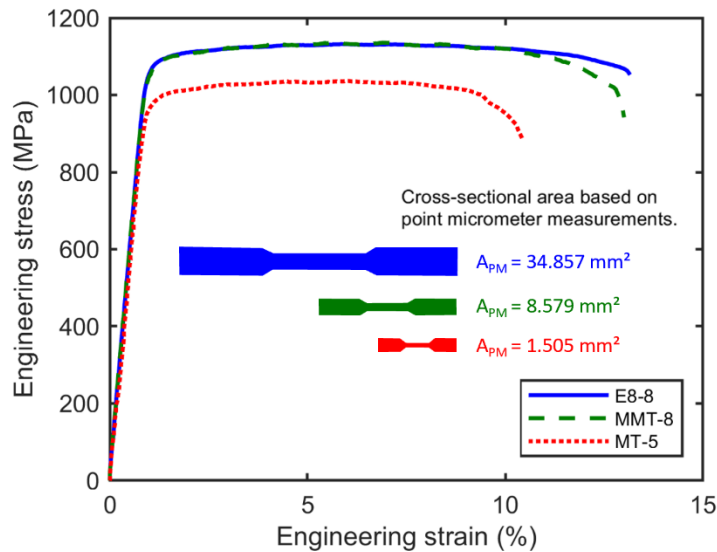


Figure 5.4 Representative engineering stress-strain curves for the E8, MMT, and MT specimens. The stress was calculated using the cross-sectional area based on point micrometer measurements A_{PM} .

Tableau 5.4 Tensile properties extracted from engineering stress-strain curves for the E8, MMT, and MT specimens. The stress was calculated using the cross-sectional area based on point micrometer measurements A_{PM} . Values are reported as the average \pm the standard deviation.

	E (GPa)	YS (MPa)	UTS (MPa)	UE (%)	EB (%)
E8	120 ± 2	1075 ± 12	1134 ± 9	5.0 ± 0.2	12.3 ± 1.1
MMT	120 ± 4	1076 ± 31	1151 ± 24	6.0 ± 1.3	12.3 ± 2.3
MT	109 ± 3	969 ± 13	1032 ± 12	4.7 ± 0.6	9.4 ± 1.2
ASTM F2924		> 825	> 895		> 10

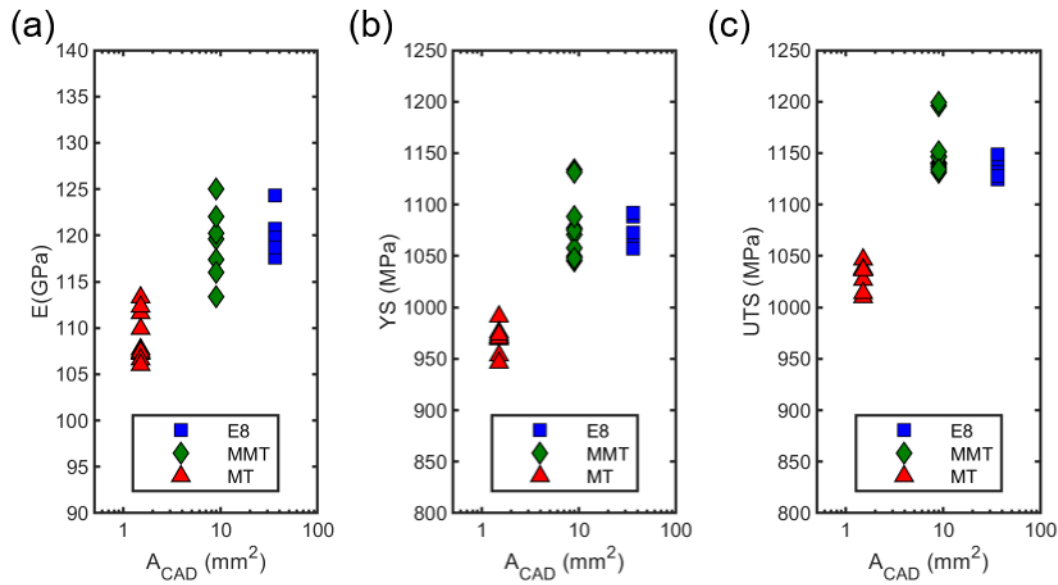


Figure 5.5 (a) Apparent E , (b) YS , and (c) UTS extracted from the engineering stress-strain curves for the E8, MMT, and MT specimens. The stress was calculated using the cross-sectional area based on point micrometer measurements A_{PM} .

5.4.3 Surface condition and non-destructive measurement of the as-built cross-sectional area

As discussed in a previous work on LPBF 316L specimens, surface roughness and rounded corners affect the accuracy and precision of the measurement of the cross-sectional area (Wawrzyniak, Provencher, et al., 2022). Figure 5.6 shows the surface morphology in the reduced section of the E8, MMT and MT specimens. For all three geometries, a wavy skin covered with particles was

observed. The average surface roughness (S_a) was 11 ± 1 , 11 ± 2 μm , and 10 ± 1 μm (1 standard deviation) for the E8, MMT, and MT specimens, respectively. The maximum surface roughness (S_z) was 83 ± 16 , 89 ± 9 μm , and 85 ± 7 μm (1 standard deviation) for the E8, MMT, and MT specimens, respectively. For both surface roughness parameters, the three specimen geometries yielded comparable values (ANOVA test, $p \gg 0.03$). The particles present at the surface had a diameter $\phi_{\text{Particles}}$ of 28 ± 9 μm (1 standard deviation).

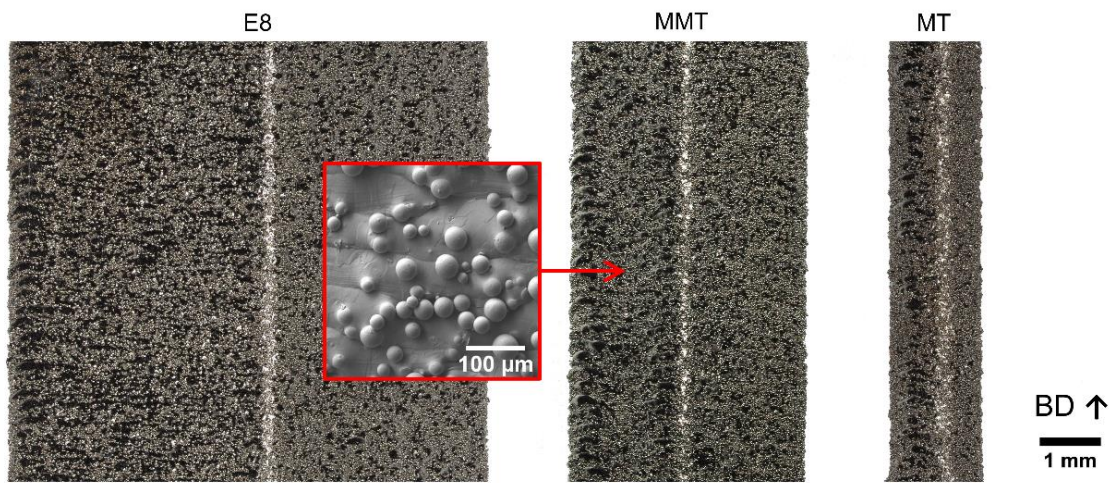


Figure 5.6 Surface condition in the reduced section of the E8, MMT and MT tensile specimens. SEM micrograph insert shows particles stuck to the wavy surface.

The cross-sectional areas A_{Caliper} , A_{PM} , and A_{CT} measured on the representative E8, MMT, and MT specimens, and normalized by their respective A_{CAD} , are represented in Figure 5.7. Normalizing by A_{CAD} allows plotting of the three specimen geometries on the same graph. The error bars represent the uncertainty on each measurement quantified as described in section 5.4.3.2. For the E8 and MMT specimens, the measurement tool employed had very little effect and the variations of the cross-sectional areas were less than 3 %. By contrast, for the MT specimen, a larger impact of the instrument was observed: A_{Caliper} and A_{PM} were 15 % and 7 % larger than A_{CT} , respectively. Such a difference in the measurement of the cross-sectional area can lead to a significant difference in the reported strength, as demonstrated and discussed in section 5.4.4.

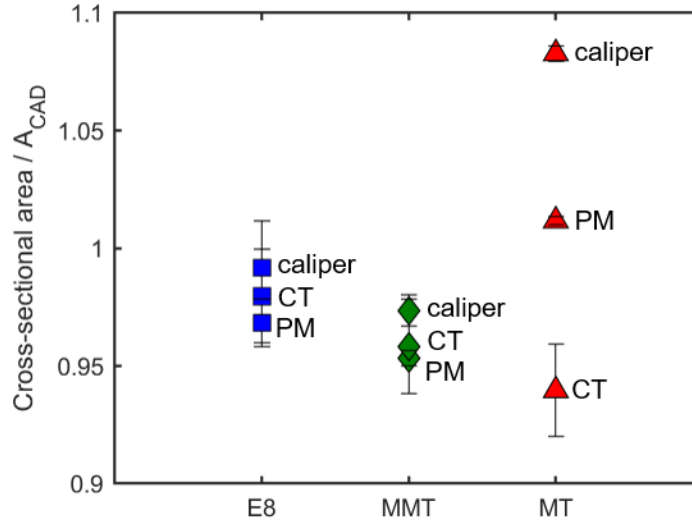


Figure 5.7 Cross-sectional areas $A_{Caliper}$, A_{PM} , and A_{CT} normalized by A_{CAD} for a representative E8, MMT, and MT specimen.

5.4.3.1 Accuracy in the measurement of the cross-sectional area

Figure 5.8 illustrates the challenges related to measuring the cross-sectional area for small specimens with as-built surfaces from LPBF processing. In this work, a caliper, a point micrometer and μ CT scans were used to measure the cross-sectional area of the specimens. For the sake of tool comparison, the other cross-sectional results are compared to A_{CT} .

When using a caliper, the blade of the instrument contacts with the powder particles stuck to the surface. If one considers that these particles are not contributing to load bearing, $w_{Caliper}$ and $t_{Caliper}$ are overestimated by about twice the diameter of the particles. In the case of point micrometer measurements, it is assumed that the tip of the instrument contacts with the skin of the specimen. Accurate values of width and thickness are measured, with no impact of the particles present at the surface. This relation between A_{PM} and $A_{Caliper}$ can be verified for the MT specimen:

$$A_{PM}(MT) = t_{PM} * w_{PM} = 1.048 * 1.436 = 1.505 \text{ mm}^2$$

$$\begin{aligned} (t_{PM} + 2 * \phi_{Particles}) * (w_{PM} + 2 * \phi_{Particles}) &= (1.048 + 2 * 0.028) * (1.436 + 2 * 0.028) \\ &= 1.647 \text{ mm}^2 \approx A_{Caliper}(MT) \end{aligned}$$

For the E8 and MMT specimens, A_{PM} is within 1-2 % of A_{CT} . In the case of the MT specimens, estimating the cross-sectional area using $t_{PM} \times w_{PM}$ resulted in an overestimation of A_{PM} by 7 % compared with A_{CT} , as seen in Figure 5.7. In addition to the particles present at the surface, the LPBF process produced specimens with rounded edges as seen in Figure 5.2. For smaller specimens, the rounded corners become more significant compared to the load-bearing section.

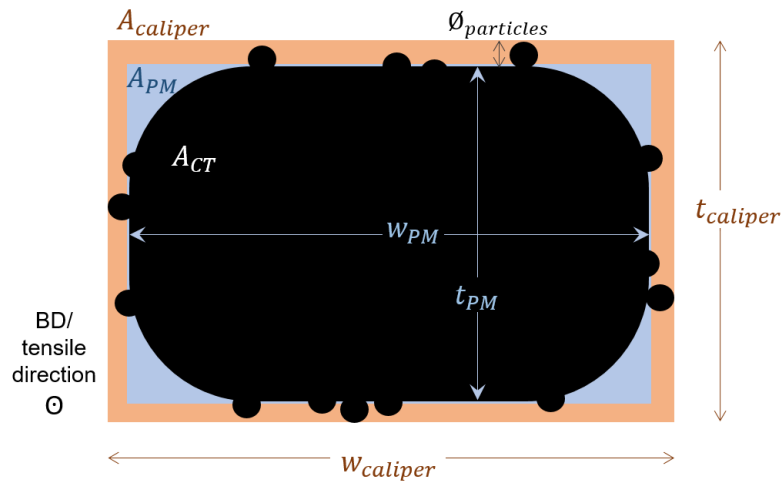


Figure 5.8 Schematic representation of the effect of particles stuck to the surface and rounded corners on the measurement of $A_{Caliper}$ (orange), A_{PM} (blue), and A_{CT} (black) for a MT specimen.

5.4.3.2 Evaluation of the uncertainty on A_{CT} , $A_{Caliper}$, A_{PM}

The uncertainty on A_{CT} was evaluated based on two factors. The first one is the threshold treatment applied to the μ CT micrographs. Even with pixel sizes smaller than $5 \mu\text{m}$, the edges of the specimens were not perfectly sharp on the μ CT micrographs. Varying the threshold levels, while still maintaining a good visual correspondence with the raw image, led to variations in area of $\pm 1 \%$ for the three specimen geometries. In addition, external surface features such as bumps and partially melted particles were taken into account for the measurement. These features most likely don't contribute to load bearing. For the smaller specimens, the projected area of these attached particles is not negligible against the total area. Removing them would reduce the cross-sectional area by about 1 %. Taking these aspects into account, the uncertainty on A_{CT} was evaluated at $\pm 2 \%$.

For a rectangular section of thickness t and width w , the uncertainty on the cross-sectional area u_A can be evaluated based on the type B uncertainty associated with the measurements, as described by Gabauer (Gabauer, 2000). The uncertainty on width (u_t) and thickness (u_w) can be expressed as:

$$u_t = u_w = \sqrt{\frac{\text{Precision of the instrument}^2}{\sqrt{3}}}$$

Equation 5.1

u_A is then expressed as:

$$u_A = \sqrt{u_t^2 * t^2 + u_w^2 * w^2}$$

Equation 5.2

Based on Equation 5.1 and Equation 5.2, the uncertainties on $A_{Caliper}$ and A_{PM} were evaluated for the E8, MMT and MT specimens. The results are featured in Tableau 5.5 and Tableau 5.6 respectively.

The relative uncertainties that were evaluated for A_{CT} , $A_{Caliper}$, and A_{PM} constitute the error bars reported in Figure 5.7.

Tableau 5.5 Evaluation of uncertainty on the cross-sectional area based on caliper measurements
 $A_{Caliper}$ for the E8, MMT, and MT specimens.

	$u_{t_{Caliper}} =$ $u_{w_{Caliper}}$ (mm)	$t_{Caliper}$ (mm)	$w_{Caliper}$ (mm)	$u_{A_{Caliper}}$ (mm ²)	$\frac{u_{A_{Caliper}}}{A_{Caliper}}$
E8	0.008	5.98	5.97	0.068	0.2 %
MMT	0.008	2.97	2.95	0.033	0.4 %
MT	0.008	1.09	1.50	0.015	0.9 %

Tableau 5.6 Evaluation of uncertainty on the cross-sectional area based on point micrometer measurements A_{PM} for the E8, MMT, and MT specimens.

	$u_{t_{PM}} = u_{w_{PM}}$ (mm)	t_{PM} (mm)	w_{PM} (mm)	$u_{A_{PM}}$ (mm ²)	$\frac{u_{A_{PM}}}{A_{PM}}$
E8	0.002	5.907	5.901	0.017	0.05 %
MMT	0.002	2.932	2.926	0.008	0.09 %
MT	0.002	1.048	1.436	0.004	0.3 %

5.4.4 Effect of the measurement of the cross-sectional area on stress levels

To illustrate the effect of the cross-sectional area measurement on the accuracy of the measurement of the tensile properties, the engineering stress-strain curves of representative E8, MMT, and MT specimens with stress calculated using A_{CT} , $A_{Caliper}$, and A_{PM} are plotted in Figure 5.9.

The curves for the E8 and MMT specimens show stress level variations within 2-3 %. As discussed in section 5.4.3, the load-bearing cross-section was accurately evaluated using conventional measuring tools for specimens with dimensions larger than 3 mm, even with surfaces in the as-built condition. The MMT geometry allowed the accurate measurement of tensile stresses, equivalent to those obtained with standard E8 specimens.

For the MT specimens, the method employed to measure the cross-sectional area had a strong effect on the reported stress, as shown in Figure 5.9. Using conventional tools for the measurement of cross-sectional area led to an underestimation of E , YS , and UTS from 7 % (point micrometer) to 15 % (caliper) when compared to the values obtained using A_{CT} . When using A_{CT} , the values of E , YS , and UTS are within 1-2 % of those obtained with the E8 and MMT specimens. Given the level of precision associated with the measurement of the load (± 1 %) and cross-sectional area (± 2 %), and the scattering observed among specimens of each geometry, the data obtained with the E8, MMT, and MT specimens can be considered equivalent. This indicates that the minimal section measured on μ CT images is an accurate estimation of the load-bearing section. The use of A_{CT} mitigates the effect of specimen size on the measurement of E , YS , and UTS , for cases of comparable microstructures. Nevertheless, it does not explain the 25 % difference in elongation at break.

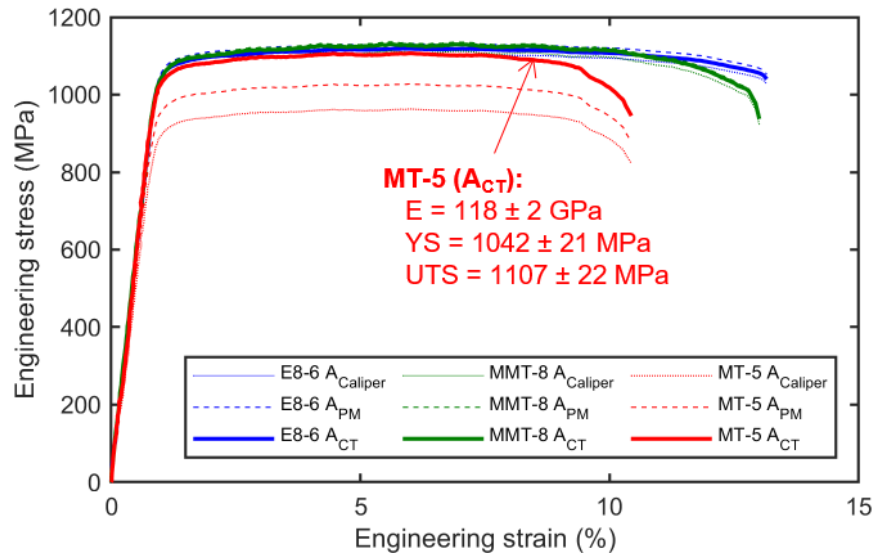


Figure 5.9 Engineering stress-strain curves for a representative E8, MMT, and MT specimen. The stress was calculated using the cross-sectional area based on caliper measurements, point micrometer measurements, and measured on μ CT images.

5.4.5 Fractographic observations

To complete this study, the effect of specimen geometry on elongation at break was investigated. The effect of the geometrical slinness ratio k on the elongation at break is well documented in the literature (Moura et al., 2020; Oliver, 1928; Zhang, L. et al., 2021). For ductile materials, symmetrical specimens usually show a cup-and-cone fracture surface with a central zone of crack growth perpendicular to the tensile axis, and a zone of final propagation of the crack in the maximum shear stress direction ($\sim 45^\circ$). For thin specimens with higher values of k , the plane-stress state overrules and shear lip fracture becomes the predominant failure mechanism. With this in mind, a comparative analysis of the fracture surfaces of the three specimen geometries was performed. Representative SEM fractographs are presented in Figure 5.10 for the E8, MMT, and MT specimens. The fracture surfaces show a central zone normal to the load vector, and peripheric planes angled at 45° from the load vector. The surface fraction occupied by the shear planes is around 50 % for the E8 and MMT specimens, but more than 70 % for the MT specimens. The lower values of EB measured with the MT specimens can be explained by the instability after

necking resulting from the higher slinness ratio ($k = 5.7$ vs 4.2 for E8 and MMT geometries), as proposed by Moura et al. (2020).

In addition to the orientation of the fracture planes, attention was given to the presence of pores. As presented in section 5.4.1, the MT specimens showed a higher porosity because of the presence of subsurface pores and the higher surface-to-volume ratio compared to the E8 and MMT specimens. A slightly higher porosity fraction was also revealed on the fracture surfaces of the MT specimens. This could have contributed to the reduction in the *EB*. Meng et al. (2022) noted a significant reduction in ductility for specimens with 0.05 % porosity.

Finally, as reported by Ghosh et al., notch-like surface features characteristic of the LPBF process can act as local stress concentrators and reduce ductility (Ghosh et al., 2022). Compared to the E8 and MMT specimens, both the surface-to-volume ratio and the size of the surface features relative to specimen thickness are higher for the MT specimens. This is suspected to lead to earlier ductile failure initiation.

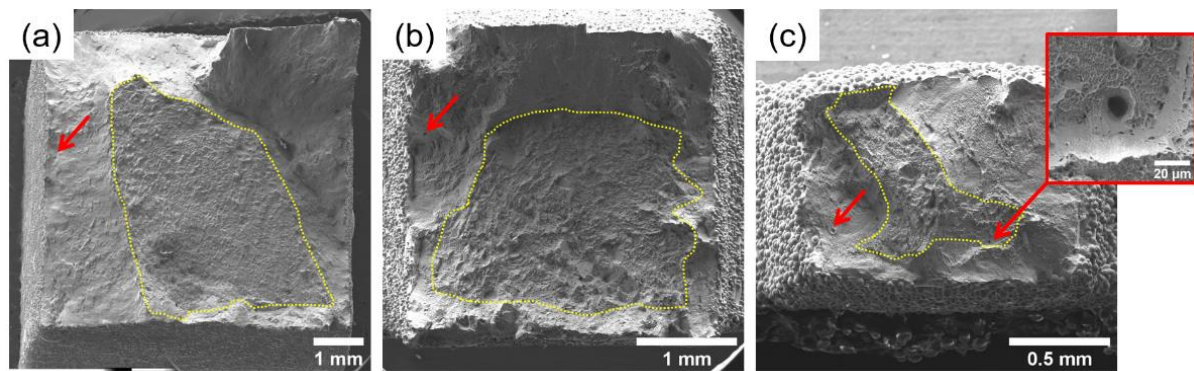


Figure 5.10 Fracture surfaces of (a) E8, (b) MMT, and (c) MT specimens. The central zone normal to the load vector is contoured with a yellow dashed line on each surface. Subsurface pores are indicated by red arrows, and an observation at higher magnification is featured in the insert.

5.5 Summary and conclusions

Flat Ti6Al4V tensile specimens with reduced sections of $25 \times 6 \times 6$, $12.5 \times 3 \times 3$, and $7 \times 1.5 \times 1 \text{ mm}^3$ were produced vertically by LPBF processing. The surface roughness, relative density, prior- β grain width, α/α' lamella width, and microhardness were measured for all three geometries. Tensile tests were conducted with all surfaces kept in the as-built condition. The precision and accuracy on the measurement of the cross-sectional area were compared for three non-destructive methods: caliper measurements, point micrometer measurements and micro-computed tomography. Their influence on the measurement of the tensile properties led to the following conclusions:

1. Specimen thickness in the range of 6 to 1 mm had no measurable effect on surface roughness, prior- β grain width, α/α' lamella width, and microhardness. Nevertheless, a lower relative density was measured for the 1 mm thick specimens: 99.95 % compared to 99.99 %.
2. When calculating stress with the cross-sectional area based on point micrometer measurements, the measured E , YS , and UTS were smaller by about 10 % for the 1 mm thick specimens compared to the two larger ones.
3. Using the minimal cross-sectional area measured from the micro-computed tomography images to calculate stress led to comparable values of E , YS , and UTS for all three geometries, with a precision of 2-3 %.
4. Millimetric specimens showed an elongation at break of $9.4 \pm 1.2 \%$ compared to $12.3 \pm 1.1 \%$ for standard specimens. This difference was caused by a larger slenderness ratio of the tensile specimens. Also, the smaller printed section resulted in a lower relative density that may have contributed to a ductility reduction. Using thick specimens can lead to a non-conservative evaluation of the ductility of thin sections.

Using millimetric specimens can allow the precise and accurate measurement of the tensile properties of Ti6Al4V thin walls components produced by LPBF. The measurement of the load bearing section is the most critical source of inaccuracies. An adapted measurement methodology such as micro-computed tomography should be implemented to mitigate potential

underestimations of stress levels. The conclusions of this study are valid for other LPBF materials as well as other manufacturing processes associated with thin wall parts.

5.6 Acknowledgement

The authors would like to gratefully acknowledge the financial support from the Consortium de Recherche et d'Innovation en Aérospatiale au Québec (CRIAQ) and the National Research Council of Canada (NRC) as part of the CRIAQ MANU-1708 project. The authors wish to thank M. Guérin (NRC), M.H. Bernier (Polytechnique Montreal), and E. Bousser (Polytechnique Montreal) for their technical assistance related to mechanical testing, computed tomography, and X-ray diffraction. The authors also wish to thank J. Gholipour (NRC) for his support in conceptualization.

CHAPITRE 6 RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES AU CHAPITRE 7 : CARACTÉRISATION EN FATIGUE DU 316L MIS EN FORME PAR LPBF AVEC DES ÉPROUVETTES DE SECTION MILLIMÉTRIQUE

6.1 Contexte et introduction

Un manque de connaissances a été identifié concernant la mesure des propriétés en fatigue des sections millimétriques mises en forme par LPBF. Ce chapitre présente les résultats obtenus lors du développement de méthodes expérimentales d'essais de fatigue avec des éprouvettes de section millimétrique, pour répondre à l'objectif spécifique 3. L'acier inoxydable 316L de LPBF sera utilisé pour cette étape préliminaire. Afin de juger de la justesse et de la précision des résultats obtenus (objectif spécifique 4), les propriétés mesurées avec des petites éprouvettes seront comparées à celles obtenues avec des éprouvettes de dimensions normalisées et aux données disponibles dans la littérature. L'analyse des résultats s'appuiera sur l'observation systématique des faciès de rupture, des mesures de l'échelle de la microstructure, de la microdureté, et de la densité relative. Les conclusions de cette section complémentaire seront mises en œuvre pour la caractérisation en fatigue du Ti6Al4V de LPBF, présentée au Chapitre 7.

6.2 Méthodes expérimentales

6.2.1 Géométrie, mise en forme et préparation des éprouvettes

La Figure 6.1 présente les géométries d'éprouvettes normalisées, désignées « Ø5 mm », et miniatures. Les éprouvettes Ø5 mm respectent les dimensions décrites dans la norme ASTM E466 (2015a). Ces éprouvettes ont été usinées depuis des pièces verticales brutes mises en forme dans le lot 1 de 316L de LPBF, décrit dans l'article 1 (Chapitre 4). La géométrie des pièces brutes *near-net-shape* est visible à la Figure 6.1 (a). Les éprouvettes « miniatures » présentent les mêmes dimensions réduites d'un facteur 5, avec un diamètre minimal dans la section réduite de 1 mm. Elles ont été usinées depuis des cylindres d'un diamètre de 4 mm et d'une longueur de 43 mm produits dans le lot 2 de 316L de LPBF. Seule la section réduite a été tournée depuis les cylindres

bruts. Une longueur supplémentaire de 19 mm a été prévue pour permettre la prise pendant l'usinage et le polissage. Les sections réduites de toutes les éprouvettes de fatigue ont été polies manuellement jusqu'à atteindre une rugosité de surface R_a inférieure à $0,1 \mu\text{m}$. Les éprouvettes polies ont subi un traitement thermique à 350°C pendant 2 heures sous air ambiant dans le but de relaxer les contraintes résiduelles causées par l'usinage. La section supplémentaire des éprouvettes miniatures a enfin été découpée avant les essais. Le diamètre dans la section réduite a été mesuré de façon optique comme décrit à la section 3.3.3.2.

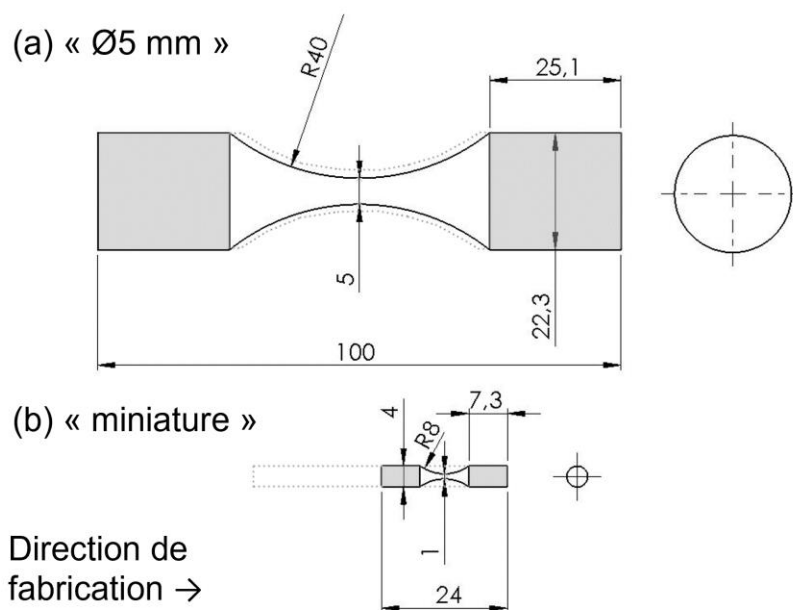


Figure 6.1 Géométrie d'éprouvettes de fatigue uniaxiale (a) Ø5 mm et (b) miniatures. Les surfaces laissées en état tel que fabriqué sont grisées. Les lignes pointillées montrent la géométrie des pièces brutes. Toutes les dimensions sont en mm avec une tolérance générale de 0,1 mm.

6.2.2 Discontinuités de fabrication et microstructure

Pour chaque géométrie, une pièce brute a été découpée et enrobée afin d'effectuer des observations métallographiques dans le plan parallèle à la direction de fabrication. Les surfaces ont été polies jusqu'à un aspect miroir. Des images à un grossissement 500X couvrant 23 mm^2 pour chaque géométrie ont été collectées automatiquement à l'aide d'un microscope digital Keyence VHX-7000. L'aire de tous les pores présentant un paramètre $\sqrt{\text{aire}} > 5 \mu\text{m}$ a été mesurée. Pour chaque

géométrie, 10 mesures de microdureté ont été effectuées avec une charge de 100 gF et un temps d'indentation de 15 s, en suivant les recommandations de la norme ASTM E384 (2017). Les surfaces ont ensuite reçu une attaque électrochimique telle que décrite dans l'article 1 (section 4.3.5) afin de révéler la structure de sous-cellules. La microstructure a été observée au microscope optique et au MEB avec un détecteur d'électrons secondaires.

6.2.3 Essais de fatigue uniaxiale

Les essais de fatigue uniaxiale ont été réalisés sur une machine servo-hydraulique MTS 810, avec un rapport de contraintes $R = 0,1$ et à une fréquence de 12 Hz. Pour les éprouvettes Ø5 mm, une cellule de charge d'une capacité de 50 kN et des mors hydrauliques ont été employés. Le dispositif expérimental utilisé pour le maintien en position des éprouvettes miniatures est visible à la Figure 6.2. Des mâchoires MTS Advantage Mini spécifiquement conçues pour le maintien de l'alignement et la protection des éprouvettes lors de la prise ont été utilisées. La force a été mesurée à l'aide d'une cellule de charge d'une capacité de 10 kN placée sous la mâchoire hydraulique supérieure.

La stratégie de chargement en fatigue par paliers (Locati) décrite par Nicholas et Maxwell (2002) a été mise en œuvre pour déterminer la résistance à 10^6 cycles. La construction d'une courbe S-N pour déterminer une résistance en fatigue à nombre de cycles donné peut nécessiter plusieurs dizaines d'éprouvettes. La méthode Locati permet la détermination d'une résistance en fatigue à un nombre de cycles donné pour chaque éprouvette. Cette stratégie est bien adaptée pour un nombre d'éprouvettes réduit, et pour une dispersion importante des résistances en fatigue, comme observée pour les éprouvettes produites par LPBF aux surfaces polies (Andreau, 2019). Une éprouvette est sollicitée en fatigue, avec un rapport de contraintes fixe et avec une contrainte maximale initiale $\sigma_{max,1}$. Si l'éprouvette n'est pas rompue après un grand nombre de cycles N_c , l'essai est interrompu et le nombre de cycle est réinitialisé. La contrainte maximale est relevée d'un incrément $\sigma_{max,n} - \sigma_{max,n-1}$ et l'essai est redémarré. Cette étape est répétée jusqu'à la rupture. La résistance en fatigue équivalente à 10^6 cycles est calculée selon l'équation 6.1 :

Équation

6.1 :

$$\sigma_{max,eq} = (\sigma_{max,n} - \sigma_{max,n-1}) * \frac{N_f}{N_c} + \sigma_{max,n-1} \quad \text{Équation 6.1}$$

où $\sigma_{max,eq}$ est la résistance équivalente à N_c cycles, N_f le nombre de cycles à la rupture au palier de contrainte maximale $\sigma_{max,n}$, et $\sigma_{max,n-1}$ le niveau de contrainte précédent le palier auquel est survenu le bris.

Cette méthode est basée sur l'hypothèse que l'endommagement de fatigue aux paliers précédant le bris est négligeable.

Les niveaux de contraintes initiaux ont été choisis en se basant sur les mesures des pores sur les métallographies, et sur le diagramme de Kitagawa-Takahashi déterminé par Andreau (2019) pour le 316L de LPBF. Un incrément sur la contrainte maximale $\sigma_{max,n} - \sigma_{max,n-1} = 20$ MPa a été utilisé. Sept éprouvettes Ø5 mm et trois miniatures ont été testées jusqu'à la rupture. La section réduite ayant un rayon continu, la surface exacte au point de bris a été mesurée et la contrainte à la rupture a été corrigée. Les faciès de rupture ont été observés au MEB et les discontinuités à l'origine de l'amorce de fissures de fatigue ont été mesurées.

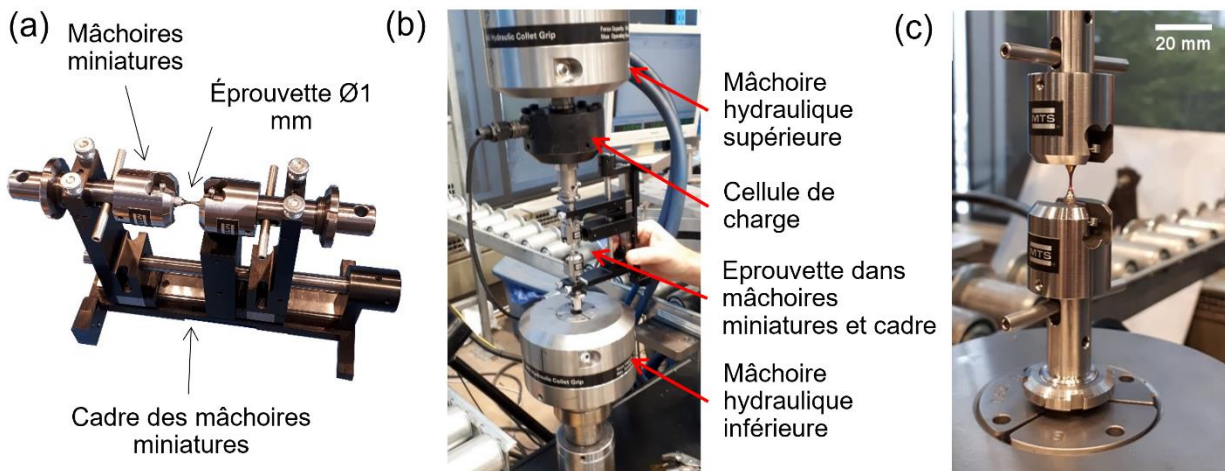


Figure 6.2 (a) Mâchoires miniatures et cadre permettant la protection et l'alignement des éprouvettes miniatures ; (b) Maintien en position des éprouvettes miniatures dans les mâchoires miniatures, elles-mêmes prises dans les mâchoires hydrauliques ; (c) éprouvette miniature en position pour le cyclage après retrait du cadre.

6.3 Résultats et discussion

6.3.1 Densité relative et microstructure

L'histogramme à la Figure 6.3 montre la densité de probabilité pour le paramètre $\sqrt{\text{aire}}$ des pores observés sur les plans parallèles à la direction de fabrication pour les éprouvettes Ø5 mm et miniature. Pour les deux géométries, la majorité des discontinuités observées sont des pores d'apparence circulaire, de dimensions inférieures à 30 μm . L'échantillon miniature se différencie par la présence de pores de type « manque de fusion » avec des paramètres $\sqrt{\text{aire}}$ atteignant 100 μm , et de géométrie irrégulière. La densité relative a été évaluée à 99,97 % pour les échantillons Ø5 mm et 99,72 % pour les miniatures.

La structure en « écailles de poisson » typique de la fusion laser sur lit de poudre peut être observée à la Figure 6.4 pour les deux géométries. Les bains de fusion laissés par les passages successifs du laser sont visibles. Les observations à plus fort grossissement révèlent la structure de grains et de sous-cellules à l'intérieur des grains. Aucun effet de la géométrie sur la microstructure ou la microdureté n'a été constaté. Une largeur moyenne de sous-cellules de $0,6 \pm 0,1 \mu\text{m}$ et une microdureté moyenne de $242 \pm 7 \text{HV0,1}$ ont été mesurées.

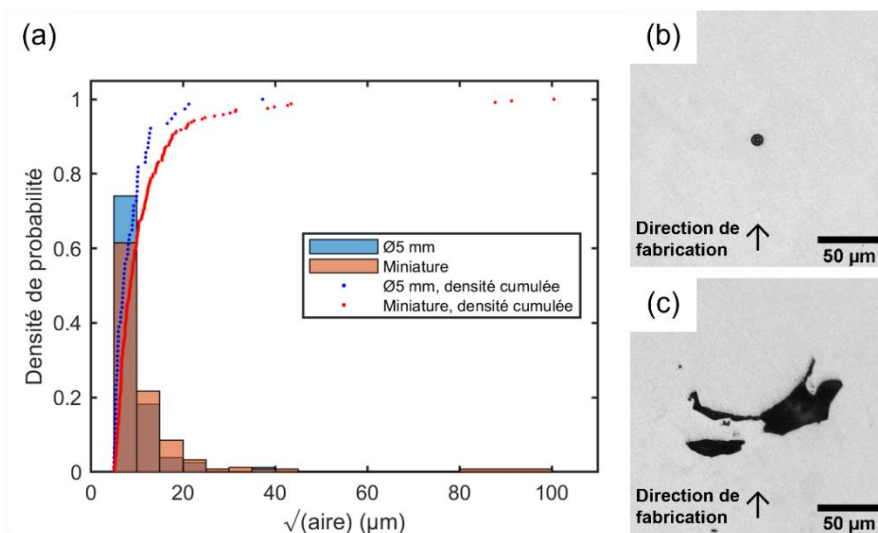


Figure 6.3 (a) Histogramme et densité cumulée en $\sqrt{\text{aire}}$ pour les pores observés au sein d'une éprouvette Ø5 mm et miniature, (b) pore de gaz typique observé au sein des éprouvettes des deux géométries et (c) manque de fusion observé au sein d'une éprouvette miniature.

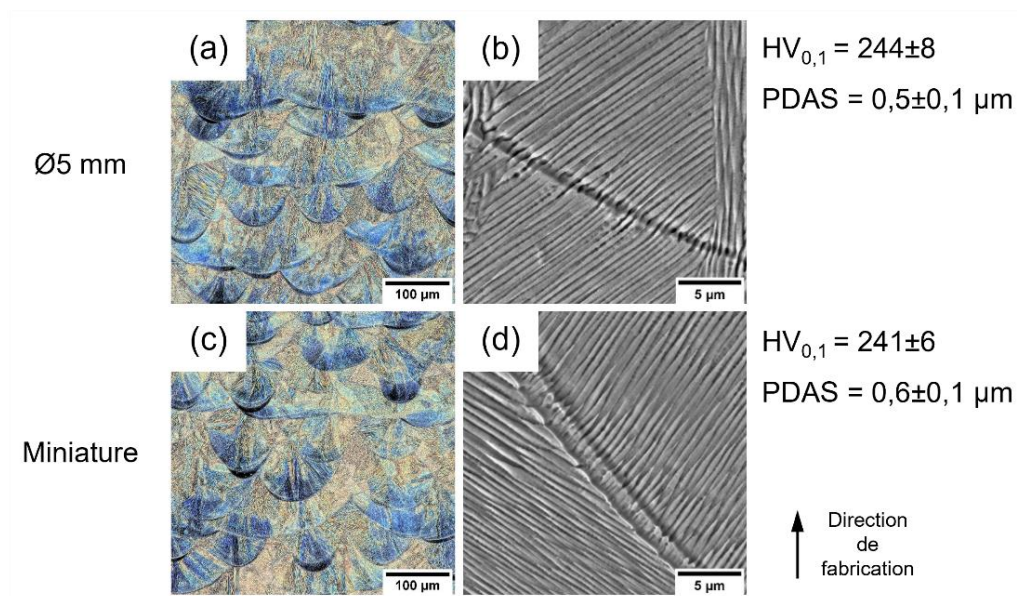


Figure 6.4 Observations au microscope optique et au MEB (SE) de la microstructure après attaque électrochimique pour une éprouvette (a), (b) Ø5 mm et (c), (d) miniature.

6.3.2 Résistance en fatigue et fractographies

Les résultats de fatigue sous la forme de paliers de chargement sont représentés à la Figure 6.5 pour les éprouvettes Ø5 mm et miniatures numérotées dans l'ordre des essais. Toutes les éprouvettes ont résisté à au moins un palier complet, à l'exception des éprouvettes Ø5-4 et Ø5-5 qui ont rompu au premier palier après 440 000 et 730 000 cycles, respectivement. Du fait du grand nombre de cycles à la rupture, la résistance à 10^6 cycles de ces éprouvettes a été calculée comme si elles avaient résisté à un palier précédent.

Les faciès de rupture de toutes les éprouvettes montrent une zone de propagation de fissure de fatigue, et une zone de rupture ductile finale. Des discontinuités de fabrication ont été systématiquement identifiées au site d'amorce de fissure. Les trois cas distincts observés sont illustrés à la Figure 6.6. Les sites d'amorce ont été observés en surface, à l'exception d'une éprouvette Ø5 mm. La discontinuité identifiée comme site d'amorce pour cette éprouvette, visible à la Figure 6.6 (b), correspond à la définition d'un défaut interne selon le critère $\frac{r}{d_{surface}} > 1/3$ décrit à la section 2.1.7. Pour toutes les éprouvettes miniatures, des discontinuités de fabrication secondaires ont aussi été observées sur les surfaces de rupture.

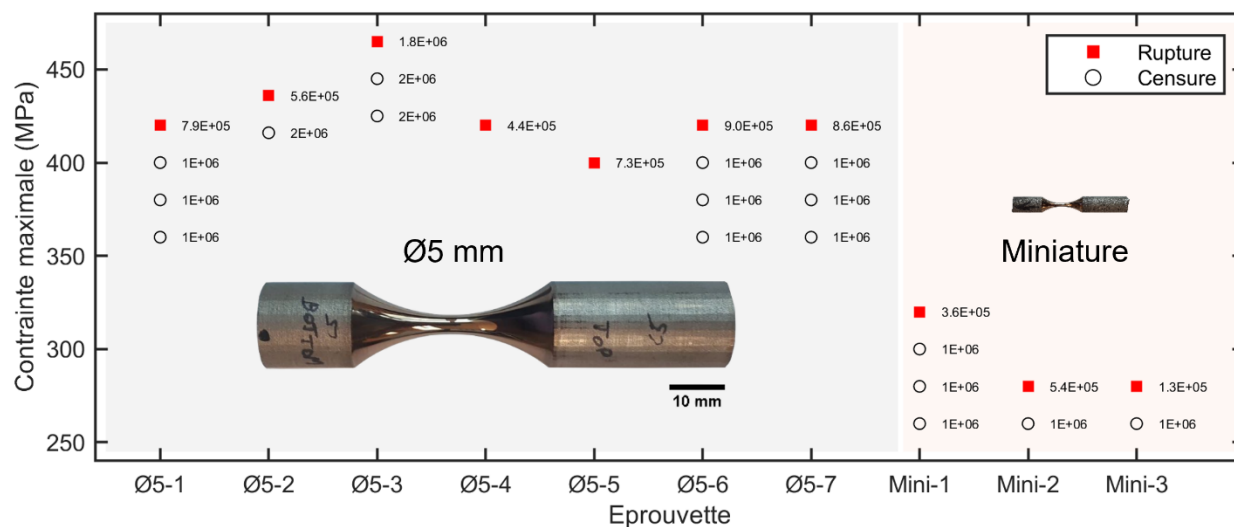


Figure 6.5 Paliers de chargements pour les éprouvettes Ø5 mm et miniatures.

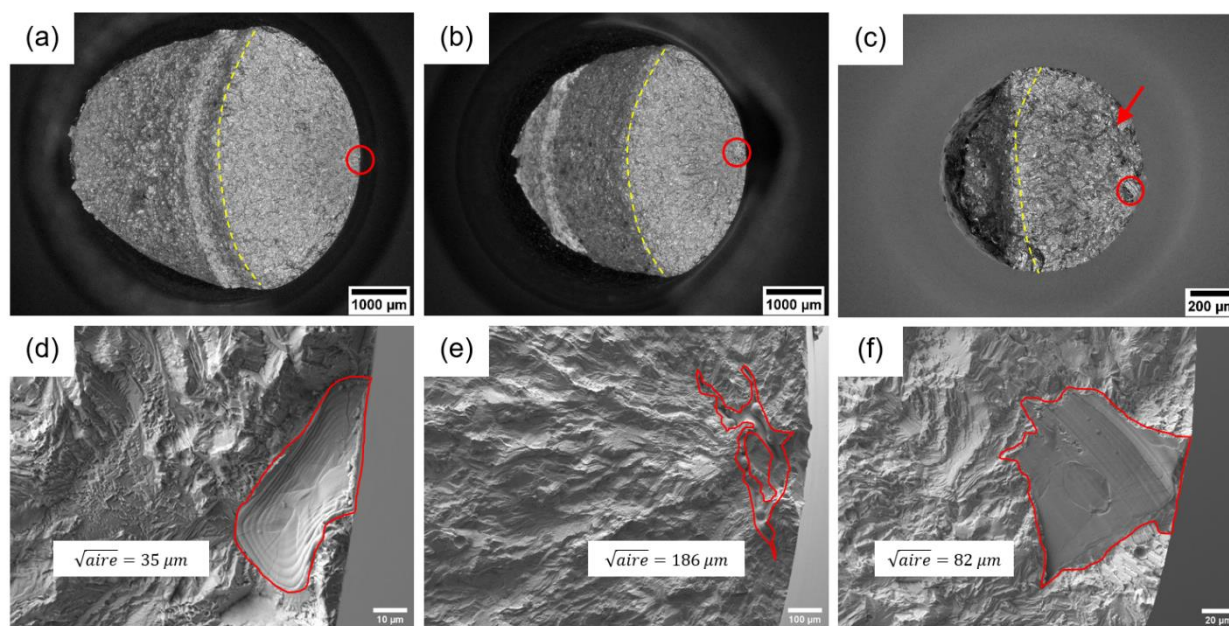


Figure 6.6 Observations optiques et au MEB (SE) des faciès de rupture pour (a) et (d) l'amorce à une discontinuité de surface pour une éprouvette Ø5 mm, (b) et (e) l'amorce à une discontinuité interne pour une éprouvette Ø5 mm et (c) et (f) l'amorce à une discontinuité de surface pour une éprouvette miniature. La propagation est délimitée en pointillés, et les sites d'amorce sont entourés en rouge. Une flèche indique une discontinuité secondaire.

L'effet des discontinuités de fabrication sur les propriétés de fatigue uniaxiale du 316L de LPBF a été étudié par Andreau (2019) pour des éprouvettes aux surfaces usinées, avec un rapport de contraintes $R = 0,1$. Une taille seuil de $\sqrt{aire}_0 = 20 \mu\text{m}$ et $\sqrt{aire}_0 = 300 \mu\text{m}$ a été déterminée expérimentalement pour les discontinuités de surface et internes, respectivement. Dans le cas d'un amorçage depuis la microstructure, une résistance à 10^6 cycles de $568 \pm 12 \text{ MPa}$ a été mesurée.

Le diagramme K-T à la Figure 6.7 représente la résistance équivalente à 10^6 cycles en fonction du paramètre \sqrt{aire} de la discontinuité à l'origine de l'amorce de la fissure de fatigue. Les résultats obtenus avec les éprouvettes Ø5 mm et miniatures sont comparés aux résultats issus de la littérature. Pour les éprouvettes Ø5 mm, les points expérimentaux associés à une amorce en surface s'accordent bien avec le modèle LEFM défini d'après les données de la littérature. L'éprouvette ayant montré une amorce depuis une discontinuité interne associe la plus haute résistance à la discontinuité de plus grandes dimensions. Ce résultat contre-intuitif est cohérent avec les résultats d'Andreau et al. (2019) et Kotzem et al. (2021), ainsi qu'avec la théorie de Murakami : une discontinuité interne est 25 % moins nocive qu'une discontinuité de même dimensions située en surface (section 2.1.7). Dans le cas des éprouvettes miniatures, des discontinuités de paramètre \sqrt{aire} moyen supérieur à ceux observés pour les éprouvettes Ø5 mm sont associées à des résistances en fatigue inférieures d'environ 150 MPa. Ce résultat est cohérent avec le diagramme K-T construit avec les résultats issus de la littérature. Le faible nombre d'éprouvettes testées limite cependant la portée de cette étude.

L'effet d'échelle statistique sur la résistance en fatigue des pièces de LPBF signalé dans la littérature (section 2.2.3.2) n'a pas été observé lors de cette étude du 316L. La présence de populations distinctes de discontinuités entre les deux groupes d'éprouvettes est à mettre en cause.

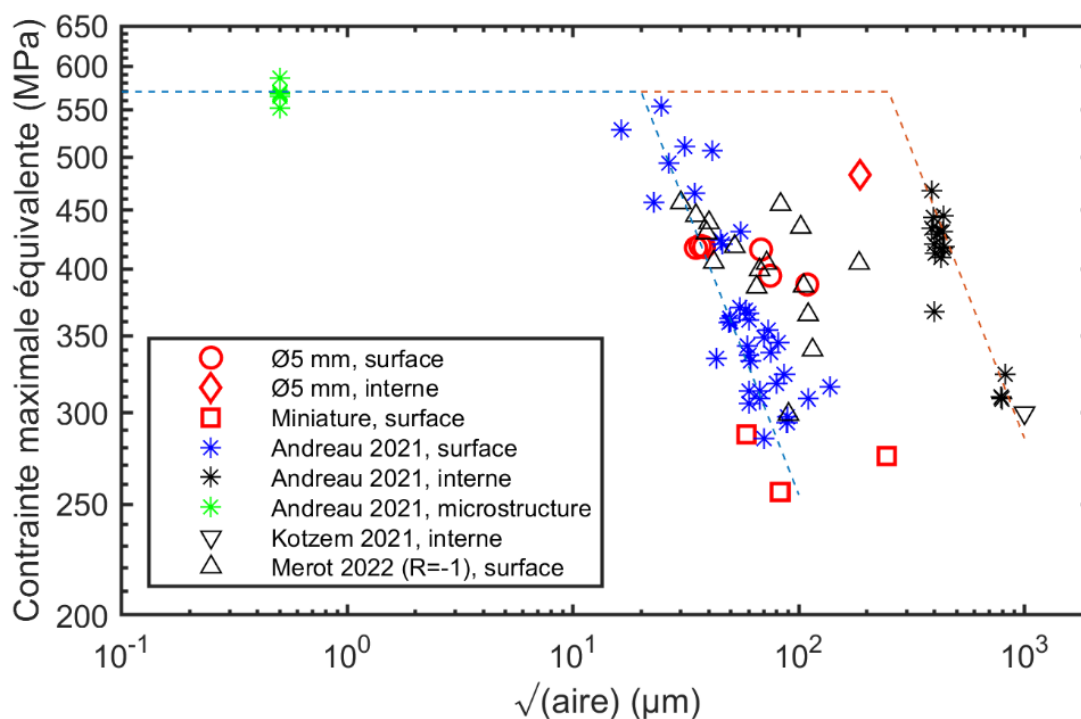


Figure 6.7 Diagramme de Kitagawa-Takahashi à 10^6 cycles et $R = 0,1$ pour le 316L de LPBF avec les résultats issus de la littérature récente (Andreau, 2019; Kotzem et al., 2021; Merot et al., 2022). Les droites pointillées bleu et rouge représentent le modèle LEFM pour des amorces de fissure en surface et internes, respectivement.

6.4 Conclusions

Les résultats de cette section ont permis de répondre à l'objectif spécifique 3. La résistance à 10^6 cycles du 316L de LPBF a été mesurée avec des éprouvettes ayant un diamètre minimal de 1 mm. Pour répondre à l'objectif spécifique 4, les résistances en fatigue ont été comparées avec celles déterminées pour des éprouvettes normalisées. Des résistances à 10^6 cycles inférieures de 150 MPa ont été mesurées avec les éprouvettes miniatures comparées aux éprouvettes normalisées. Une population de manques de fusion de grandes dimensions a été observée sur les métallographies et les faciès de rupture des petites éprouvettes. La représentation des résultats sur un diagramme de Kitagawa-Takahashi a montré une bonne correspondance entre les résultats obtenus avec les éprouvettes millimétriques, les éprouvettes normalisées, et les données issues de la littérature

récente. Le modèle LEFM permet de décrire la résistance en fatigue en fonction de la taille et de la position des discontinuités pour les deux géométries d'éprouvettes.

La portée de cette étude préliminaire est limitée par le faible nombre de points expérimentaux et les différentes populations de discontinuités au sein des éprouvettes normalisés et miniatures. La suite des travaux inclura les deux géométries dans un même lot afin d'assurer la comparabilité des résultats.

CHAPITRE 7 CARACTÉRISATION EN FATIGUE DU Ti6Al4V MIS EN FORME PAR LPBF AVEC DES ÉPROUVETTES DE SECTION MILLIMÉTRIQUE

7.1 Introduction et contexte

Ce chapitre présente les résultats obtenus à la suite des essais de fatigue conduits avec des éprouvettes millimétriques de Ti6Al4V mis en forme par LPBF. Ces essais permettront de confirmer l'applicabilité des méthodologies expérimentales présentées au Chapitre 6, et ainsi de compléter la réponse à l'objectif spécifique 3. Les résultats seront comparés à ceux obtenus avec des éprouvettes normalisées. Les caractéristiques du matériau, notamment l'échelle de la microstructure, la microdureté, et la densité relative, seront aussi examinées et comparées. L'examen des faciès de rupture permettra de compléter l'analyse critique des résultats comparés à ceux issus de la littérature, ce qui permettra de répondre à l'objectif spécifique 4. Les éléments bibliographiques spécifiques au comportement en fatigue du Ti6Al4V de LPBF, à l'analyse des résultats de fatigue, et à l'utilisation d'éprouvettes de section millimétrique se trouvent aux sections 2.1.6.3, 2.1.7, et 2.2.3 respectivement.

7.2 Méthodes expérimentales

7.2.1 Géométrie, mise en forme et préparation des éprouvettes

Les géométries d'éprouvettes de fatigue uniaxiale ont été sélectionnées à partir des développements expérimentaux du Chapitre 6. Elles sont présentées à la Figure 7.1. La première, désignée « Ø5 », respecte les spécifications de la norme ASTM E466 (2015a), avec un rayon continu de 40 mm et un diamètre minimal de 5 mm dans la section réduite. La seconde, désignée « miniF », présente un rayon continu de 12 mm et un diamètre minimal dans la section réduite de 1,5 mm. La géométrie miniF respecte les rapports de dimensions décrits dans la norme ASTM E466. Une longueur supplémentaire de 30 mm est prévue pour permettre la prise pendant l'usinage et le polissage des éprouvettes. Cette longueur supplémentaire a aussi permis le maintien en position des éprouvettes dans les mors de la machine d'essai, tel que présenté dans la section 7.2.4.

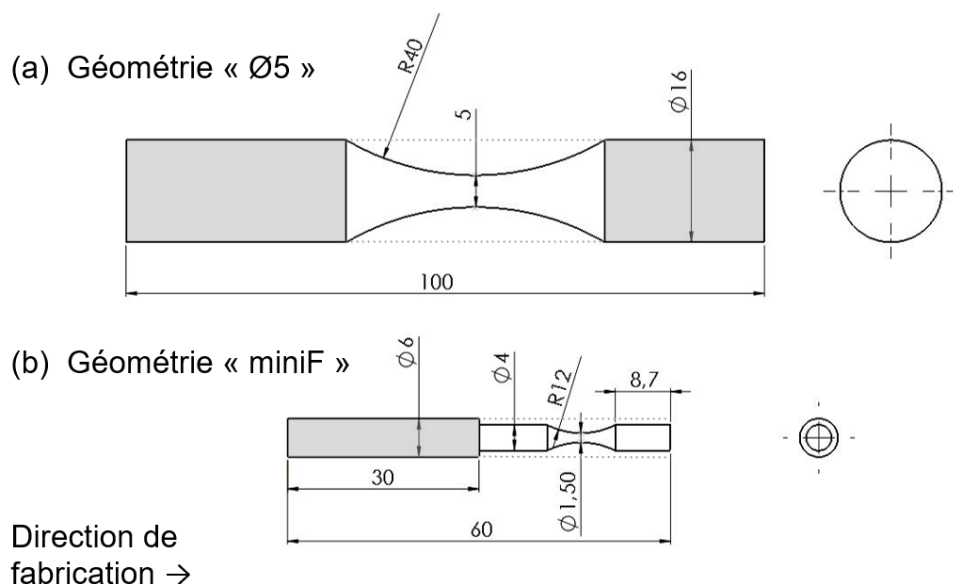


Figure 7.1 Géométrie d'éprouvettes de fatigue uniaxiale (a) Ø5 et (b) miniF. Les surfaces laissées en état tel que fabriqué sont grisées. Les lignes pointillées montrent la géométrie des pièces brutes. Toutes les dimensions sont en millimètres avec une tolérance générale de 0,1 mm.

Les éprouvettes de fatigue ont été usinées depuis les cylindres bruts produits dans le lot de pièces de Ti6Al4V décrit dans l'article 2 (Chapitre 5). Avant d'être séparées de la plaque de fabrication, les pièces ont subi un traitement thermique de recuit à 704°C pendant 2 h. Les éprouvettes Ø5 ont été usinées depuis des cylindres ayant un diamètre de 16 mm et une longueur de 100 mm. Seule la section réduite a été tournée. La surface des sections de prises a été laissée dans l'état tel que fabriqué. Les éprouvettes miniF ont été usinées depuis des cylindres avec un diamètre de 6 mm et une longueur de 60 mm. La longueur supplémentaire a été laissée dans l'état tel que fabriqué. Après l'usinage, les éprouvettes ont subi un traitement thermique de relaxation des contraintes résiduelles (SR) à 593°C pendant 2 heures sous vide au centre de métallurgie du Québec (CMQ). La section réduite de toutes les éprouvettes a été polie manuellement et le diamètre dans la section réduite a été mesuré comme présenté à la section 3.3.3.2.

La Figure 7.2 représente le rapport de la contrainte locale sur la contrainte au centre de la section réduite pour les deux géométries d'éprouvettes. Le domaine pour lequel la contrainte vaut plus que 90 % de la contrainte au centre a été déterminé pour les deux géométries. Le VHS à 90% a été calculé analytiquement. Le Tableau 7.1 regroupe les aspects géométriques d'intérêt.

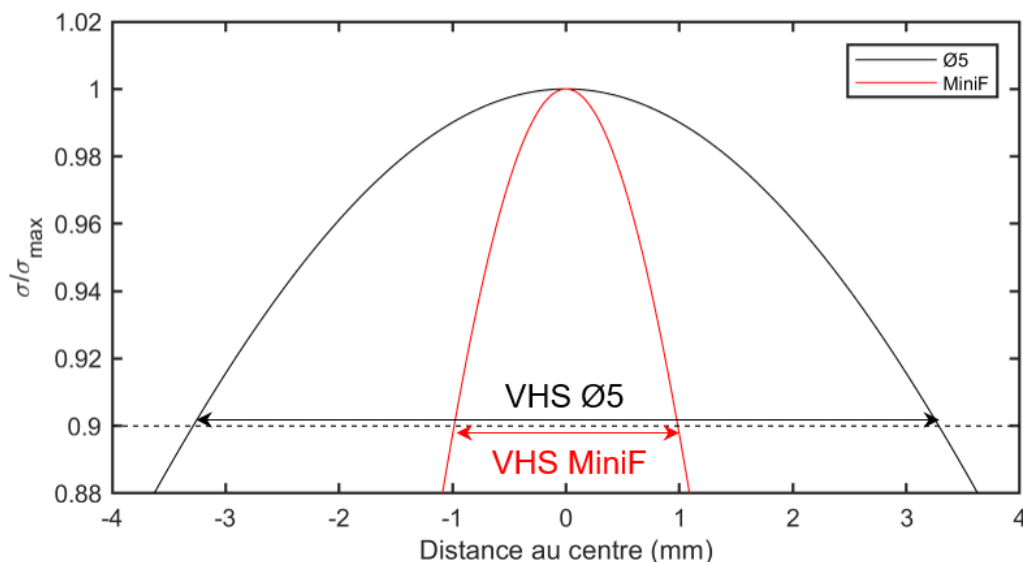


Figure 7.2 Rapport de la contrainte sur la contrainte maximale en fonction de la distance au centre de la section réduite pour les éprouvettes Ø5 et miniF.

Tableau 7.1 Caractéristiques géométriques d'intérêt pour les éprouvettes Ø5 et miniF.

	Diamètre tel que fabriqué (mm)	Diamètre minimal (mm)	VHS 90% (mm ³)	Rapport surface sur volume dans le VHS (mm ⁻¹)
Ø5	16	5	134	0,8
miniF	6	1,5	3,61	2,6

7.2.2 Mesure des contraintes résiduelles

Comme évoqué à la section 2.1.6.3, l'usinage peut produire des contraintes résiduelles en surface susceptibles d'affecter la résistance en fatigue des éprouvettes. Les contraintes résiduelles ont été mesurées par diffraction des rayons X selon la méthode du $\cos(\alpha)$ avec un analyseur PULSTEC μ -X300. Comme résumé par Tanaka (2019), la méthode du $\cos(\alpha)$ avec un détecteur 2D est simple et permet l'obtention de résultats aussi précis que la méthode conventionnelle du $\sin^2(\psi)$. La contrainte résiduelle σ_z parallèle à la longue direction de l'éprouvette a été mesurée pour quatre états de surfaces distincts résumés dans le Tableau 7.2 pour les deux géométries. Chaque mesure a été répétée trois fois au même point.

Tableau 7.2 États de surface considérés pour les mesures de contraintes résiduelles.

1 - AB	2 - Usiné	3 - Poli	4 - SR
704°C 2 h, surface telle que fabriquée	704°C 2 h, surface usinée	704°C 2 h, surface usinée et polie manuellement jusqu'à 1 μm	704°C 2 h, surface usinée et polie manuellement jusqu'à 1 μm , 593°C 2 h sous vide.

7.2.3 Discontinuités de fabrication et microstructure

Afin de quantifier les discontinuités de fabrication avant les essais de fatigue, pour chaque géométrie d'éprouvettes, un cylindre brut a été découpé, enrobé et poli pour réaliser des observations métallographiques dans les plans parallèles et perpendiculaires à la direction de fabrication. Les échantillons ont été polis 3 fois successivement. Des mosaïques d'environ $5 \times 4 \text{ mm}^2$ ont été réalisées automatiquement avec un grossissement 300X à l'aide d'un microscope digital Keyence. Une aire totale de 96 mm^2 et 55 mm^2 a été observée dans le plan xy pour les cylindres de diamètre de 16 mm et de 6 mm, respectivement. Tous les pores visibles ont été mesurés. Seul les pores d'aire supérieure à $25 \mu\text{m}^2$ ($\sqrt{\text{aire}} > 5 \mu\text{m}$) ont été pris en compte pour s'affranchir des éventuels artefacts de polissage.

Afin de comparer l'état microstructural, les sections de prise d'éprouvettes des deux géométries ont été découpées après les premiers essais de fatigue, enrobées, et polies. Des observations microstructurales ont été conduites au MEB comme décrit dans l'article 2 (Chapitre 5). Après l'attaque chimique, la macrostructure a été observée au microscope optique et la largeur des grains parents a été mesurée.

Afin de compléter les observations microstructurales, 20 mesures de microdureté Vickers ont été conduites au centre des deux géométries de cylindres bruts en respectant les recommandations de la norme ASTM E384 (2017). Une charge de 100 gF et un temps d'indentation de 15 s ont été utilisés.

Dans le but de détecter d'éventuelles discontinuités de fabrication avant les essais mécaniques, des observations CT ont été réalisées dans la section réduite de trois éprouvettes miniF avec un tomographe Zeiss XRADIA Versa520. Un courant de 90 A, un temps d'exposition de 1,5 s, et un

grossissement 4X ont été utilisés, résultant en une résolution de $1,9\ \mu\text{m}$. Au moins 977 images 2D perpendiculaires à la longue direction des éprouvettes ont été extraites avec le logiciel DragonFly. Les images ont été traitées avec le logiciel libre ImageJ comme décrit dans les articles 1 et 2 (Chapitre 4 et Chapitre 5). La section locale, l'aire des discontinuités visibles et la fraction solide ont été mesurées sur chaque image, et la densité relative moyenne a été calculée.

7.2.4 Essais de fatigue uniaxiale

Les éprouvettes Ø5 ont été testées au CTFA (NRC-CNRC) comme décrit au Chapitre 6. Pour les éprouvettes miniF, 3 essais ont été conduits avec les mors MTS miniatures comme décrit à la section 6.2.3. Les mors miniatures ont une capacité de 1,1 kN en sollicitation cyclique. Cette charge maximale correspond à environ 650 MPa pour les éprouvettes MiniF. Aucun bris n'a été observé pour ces niveaux de contraintes. Les éprouvettes MiniF ont ainsi été sollicitées en fatigue à Polytechnique sur une machine électrodynamique MTS ACUMEN 12, équipée d'une cellule de charge de 12 kN. Les mâchoires pneumatiques et les mors en V ont permis la prise des éprouvettes avec la section prolongée, tel qu'illustré à la Figure 7.3. Tous les essais ont été conduits avec un rapport de contraintes $R = 0,1$ et à une fréquence de 12 Hz.

Afin de déterminer la résistance en fatigue à 10^6 cycles $\sigma_{max,eq}$ des éprouvettes, la stratégie de chargement Locati décrite à la section 6.2.3 a été mise en œuvre. Le niveau de contrainte initial a été choisi en fonction des observations métallographiques et des résultats issus de la littérature et récapitulés à la section 2.1.6.3 : un bris avant 10^6 cycles à une contrainte maximale de 600 MPa en présence de pores de $50\ \mu\text{m}$ était attendu. Un incrément sur la contrainte maximale $\sigma_{max,n} - \sigma_{max,n-1} = 50\ \text{MPa}$ a été choisi pour assurer un nombre de paliers et une durée d'essai raisonnables malgré la dispersion importante attendue pour la résistance en fatigue du Ti6Al4V de LPBF.

La surface exacte au site de bris a été mesurée et la contrainte a été corrigée. Les faciès de rupture de toutes les éprouvettes ont été observés avec un microscope digital et au MEB avec un détecteur d'électrons secondaires, une tension d'accélération de 15 kV, et une distance de travail de 15 mm. Afin de déterminer leur nature, certaines discontinuités observées au site d'amorce ont été

découpées au FIB tel que décrit à la section 3.3.3.6. Les discontinuités ont pu être observées en coupe au MEB avec un détecteur d'électrons rétrodiffusés.

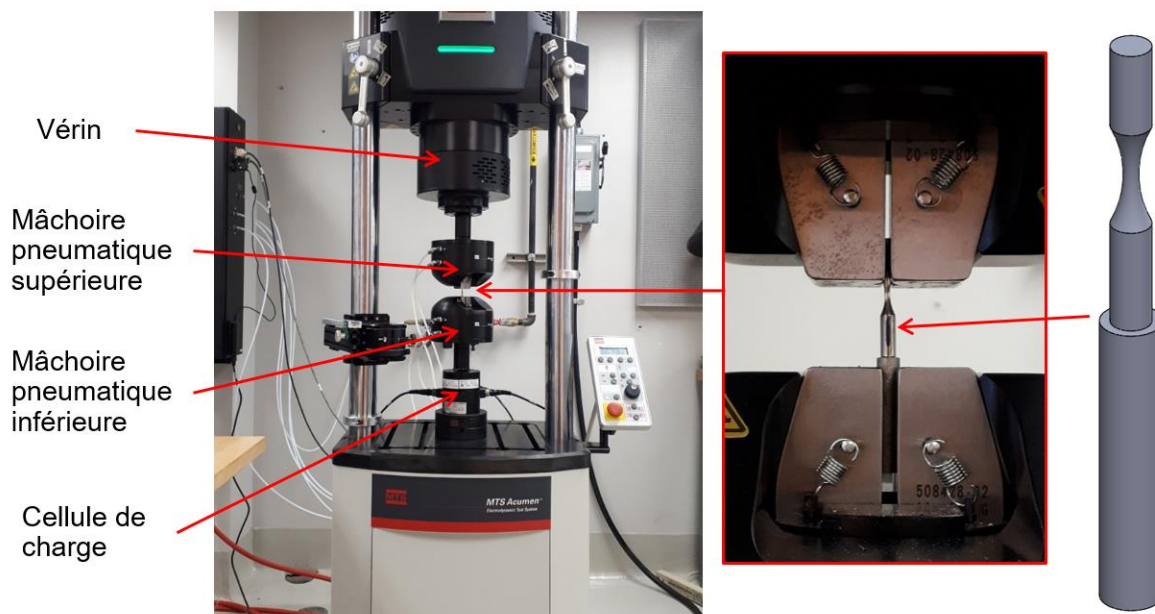


Figure 7.3 Maintien en position des éprouvettes miniF dans la machine MTS ACUMEN.

7.3 Résultats

7.3.1 Qualité métallurgique

La Figure 7.4 présente des métallographies représentatives obtenues dans les sections de prises d'éprouvettes des deux géométries. La haute densité relative obtenue dans le lot de Ti6Al4V de LPBF décrit dans l'article 2 (Chapitre 5) est à nouveau constatée. De rares pores sphériques sont observés proche de la surface, tandis que le cœur apparaît dense à plus de 99,99 % pour les deux géométries. La probabilité cumulative en fonction de la taille des pores observés sur le plan perpendiculaire à la direction de fabrication est présentée à la Figure 7.5. Les cylindres des deux diamètres présentent des populations de discontinuités comparables, avec une majorité de discontinuité de $\sqrt{aire} < 10 \mu\text{m}$ et le plus gros pore observé présentant un $\sqrt{aire} \approx 50 \mu\text{m}$.

La surface étant retirée lors de l'usinage depuis les cylindres, il est suspecté que les pores observés en sous-surface ne seront pas retrouvés dans le VHS des éprouvettes de fatigue. Cependant, pour

prévoir les essais mécaniques de manière conservatrice, la taille maximale de pore observée a été utilisée pour prévoir la résistance minimale en fatigue des éprouvettes.

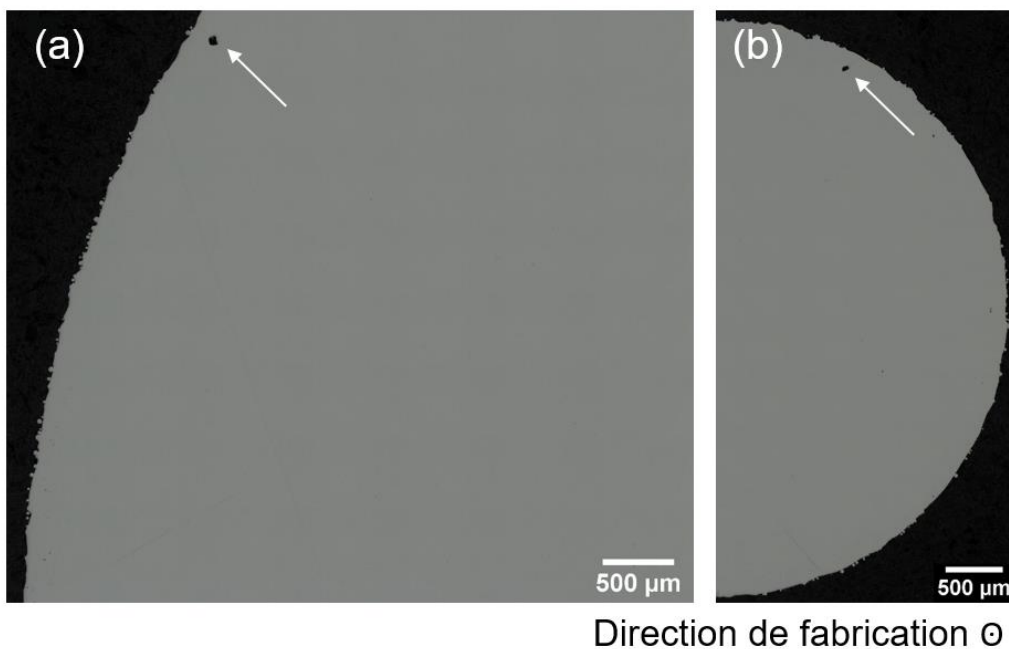


Figure 7.4 Observations métallographiques dans le plan perpendiculaire à la direction de fabrication pour un cylindre avec un diamètre de (a) 16 mm et (b) 6 mm. Des pores sphériques proches de la surface sont indiqués par les flèches.

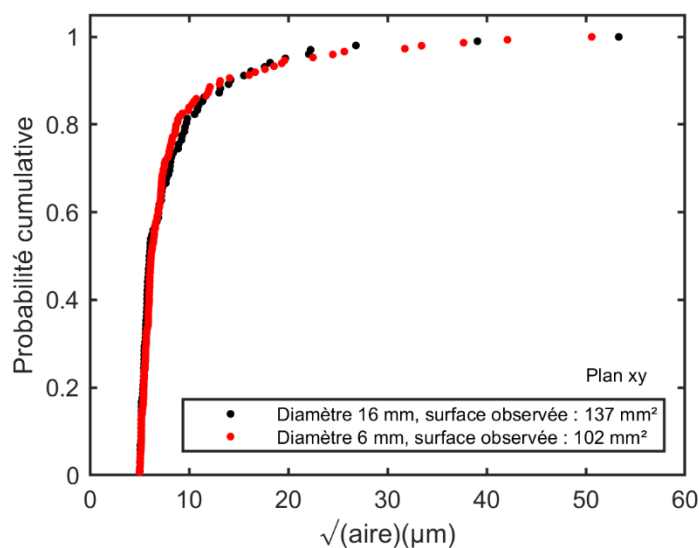


Figure 7.5 Probabilité cumulative en fonction du paramètre \sqrt{aire} des discontinuités observées sur les plans xy polis pour un cylindre de diamètre 16 mm et 6 mm.

7.3.2 Résultats de tomodensitométrie

Pour les trois éprouvettes miniF scannées, une densité relative moyenne supérieure à 99,99 % a été mesurée, ce qui est cohérent avec les observations métallographiques présentées plus tôt. Le volume cumulé analysé représente 9,5 mm³. Dans ce volume, un total de 22 pores a été détecté. Tous les pores observés présentent de faibles dimensions, avec un paramètre \sqrt{aire} entre 5 et 15 μm. Un seul pore fait exception, avec un paramètre \sqrt{aire} de 29 μm. À part les pores, aucune autre discontinuité interne n'a été détectée. La Figure 7.6 récapitule les résultats issus de la tomodensitométrie pour l'éprouvette miniF-5. Le rapport de la contrainte sur la contrainte maximale au centre est représenté en fonction de la distance au centre de la section réduite à la Figure 7.6 (a). La fraction solide est représentée en fonction de la distance au centre de la section réduite à la Figure 7.6 (b). En trois points, une baisse locale de la fraction solide indique la présence de pores. Une image CT 2D obtenue proche du centre de la section réduite et présentant un pore interne est montrée à la Figure 7.6 (c). Ce pore est situé à 230 μm de la surface libre. Le plus gros pore détecté, de paramètre $\sqrt{aire} = 13,5$ μm, peut être observé à la Figure 7.6 (d). Ce pore est situé à presque 1 mm du centre de la section réduite, en limite du VHS à 90%.

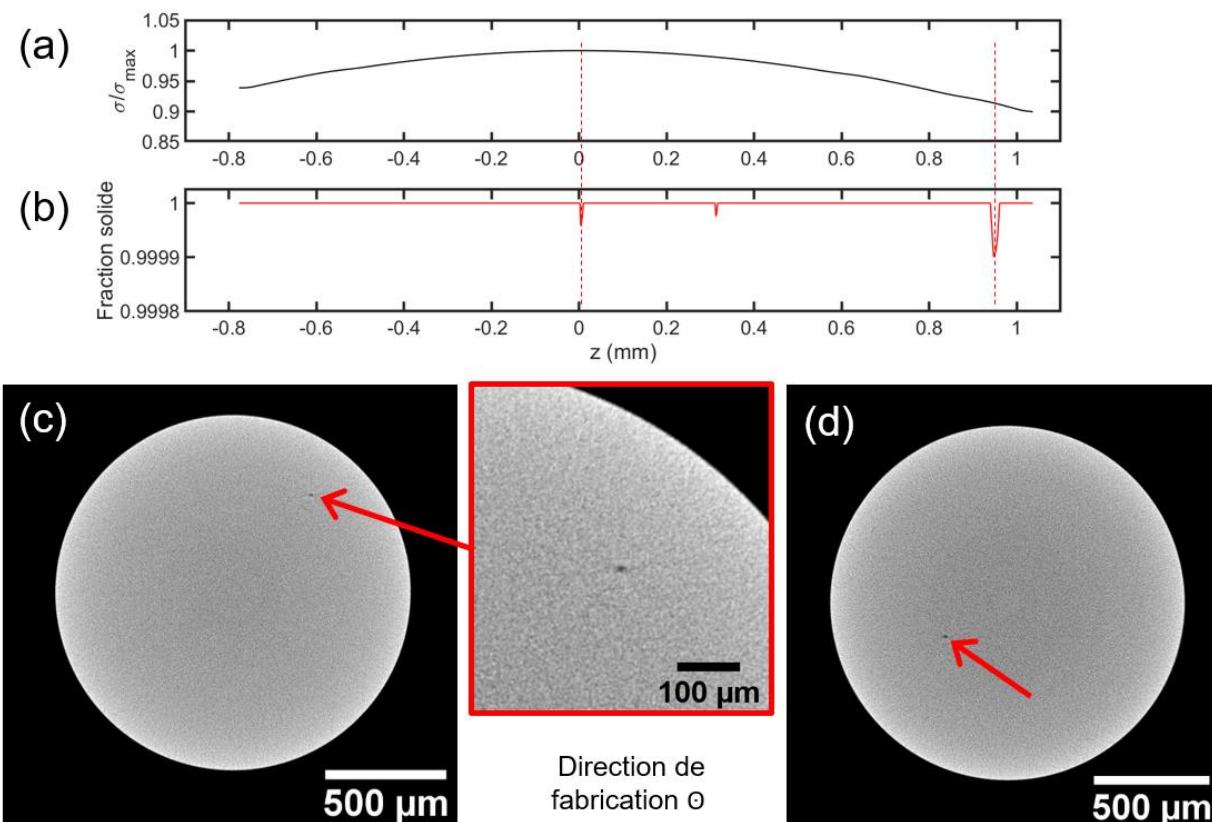


Figure 7.6 Résultats de tomodensitométrie pour l'éprouvette miniF : (a) σ/σ_{\max} en fonction de la distance au centre de la section réduite ; (b) fraction solide en fonction de la distance au centre de la section réduite ; (c) image 2D proche du centre montrant un pore ; (d) image 2D à environ 1 mm du centre montrant un pore.

7.3.3 Microstructure et microdureté

La Figure 7.7 présente la macrostructure et la microstructure observées pour les cylindres avec un diamètre de 16 mm et 6 mm. La structure de lamelles α/α' et de phase β dans des grains parents, décrite dans l'article 2 (Chapitre 5), est observée. Des largeurs de grains parents et de lamelles similaires ont été observées pour les éprouvettes Ø5 et miniF, autour de 80 μm et 0,5 μm respectivement. Des valeurs de microdureté moyennes équivalentes ont été mesurées pour les éprouvettes Ø5 et miniF : $366 \pm 5 \text{ HV}_{0,1}$ et $369 \pm 6 \text{ HV}_{0,1}$ respectivement (analyse ANOVA, $p \gg 0,03$), ce qui est cohérent avec les observations microstructurales.

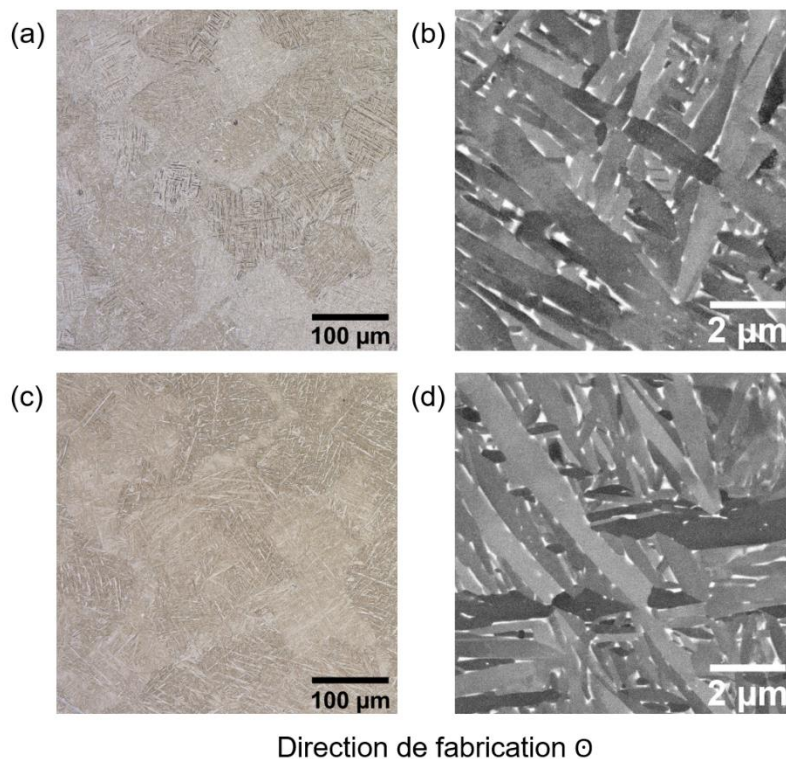


Figure 7.7 Observation optique et au MEB (BSE) de la microstructure pour les cylindres avec une diamètre de (a),(b) 16 mm et (c),(d) 6 mm.

7.3.4 Contraintes résiduelles

La Figure 7.8 présente les contraintes résiduelles mesurées sur les différents états de surfaces (détaillés dans le Tableau 7.2) pour des éprouvettes des deux géométries. Les surfaces brutes des cylindres (état de surface AB) présentent des contraintes résiduelles proches de zéro puisque les cylindres ont subi le traitement thermique de recuit. Après l'usinage, des contraintes de compression jusqu'à - 550 MPa sont mesurées en surface. Des valeurs équivalentes ont été mesurées après une étape de polissage manuel. Après le traitement thermique de relaxation réalisé à 593°C pendant 2 h (état de surface SR), des contraintes résiduelles proche de zéro sont mesurées.

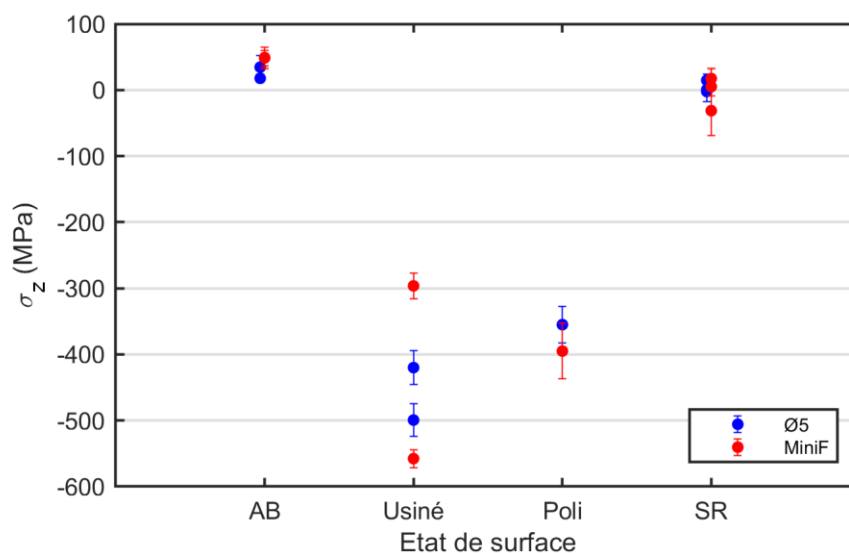


Figure 7.8 Mesure de contraintes résiduelles à la surface d'éprouvettes Ø5 et miniF avec quatre états de surface.

7.3.5 Résultats bruts de fatigue

Les résultats des essais de fatigue sont récapitulés dans le Tableau 7.3. Pour les éprouvettes Ø5, les cinq premiers essais ont résulté en une amorce de fissure depuis des marches d'usinage en surface. Des 9 autres éprouvettes Ø5, 5 ont montré une amorce de fissure depuis des discontinuités en surface et 4 ont montré une amorce depuis des discontinuités internes. Pour les éprouvettes miniF, 8 éprouvettes ont montré une amorce de fissure depuis la surface, et 2 ont montré une amorce depuis des discontinuités internes.

Tableau 7.3 Résultats bruts des essais de fatigue pour les éprouvettes des deux géométries.

Éprouvette	Paliers	σ_{max} (MPa)	N_f	$\sigma_{max,eq}$ (MPa)	Site d'amorce	Nature de la discontinuité	\sqrt{aire} (μm)
Ø5-1	1	550	36 690	-	Surface	Marche d'usinage	-
Ø5-3	1	550	51 684	-	Surface	Marche d'usinage	-
Ø5-5	1	550	46 068	-	Surface	Marche d'usinage	-
Ø5-6	1	550	106 671	-	Surface	Marche d'usinage	-
Ø5-11	1	550	46 937	-	Surface	Marche d'usinage	-
Ø5-2	4	700	139 561	657	Surface	HMF	31
Ø5-4	3	650	59 903	603	Surface	Particule Si + rayure de surface	13
Ø5-7	3	594	336 597	565	Surface	HMF	24
Ø5-14	2	600	930 739	597	Surface	HMF	27
Ø5-15	6	800	44 825	752	Surface	HMF + rayure de surface	13
Ø5-9	5	750	675 693	734	Interne	HMF + pore sphérique	21
Ø5-10	8	900	228 156	861	Interne	Pores sphériques	20
Ø5-12	3	650	991 018	650	Interne	HMF	33
Ø5-13	6	800	341 911	767	Interne	HMF	16
MiniF-4	8	871	40 215	825	Surface	Particule Si	9
MiniF-10	6	881	76 565	835	Surface	Particule Si	2
MiniF-11	7	950	51 620	903	Surface	Autre	-
MiniF-9	7	950	65 595	890	Surface	Particule Si	7
MiniF-3	5	850	57 408	803	Surface	Particule Si	9
MiniF-14	8	965	31 757	919	Surface	Rayure de surface	-
MiniF-7	3	830	43 991	786	Surface	Rayure de surface	-
MiniF-2	4	918	98 337	875	Surface	Pore allongé	10
MiniF-5	4	800	837 879	792	Interne	HMF	21
MiniF-13	7	950	789 946	940	Interne	Pore sphérique	11

7.3.6 Faciès de rupture et nature des discontinuités

7.3.6.1 Caractéristiques des faciès de rupture

La Figure 7.9 (a) présente les faciès de rupture observés pour les 5 premières éprouvettes Ø5. Les caractéristiques typiques des surfaces de rupture du Ti6Al4V de LPBF ont été observées : amorce et propagation de fissure, avec des micro-fissures secondaires, et rupture finale ductile. Comme présenté à la Figure 7.9 (b), pour ces 5 éprouvettes, l'amorce de fissure a été observée depuis des marches d'usinage à la surface. Les éprouvettes suivantes ont été repolies et ce mécanisme d'amorce n'a plus été observé. Des mesures additionnelles ont confirmé que le polissage réalisé après le traitement thermique SR n'a pas causé de contraintes résiduelles en surface.

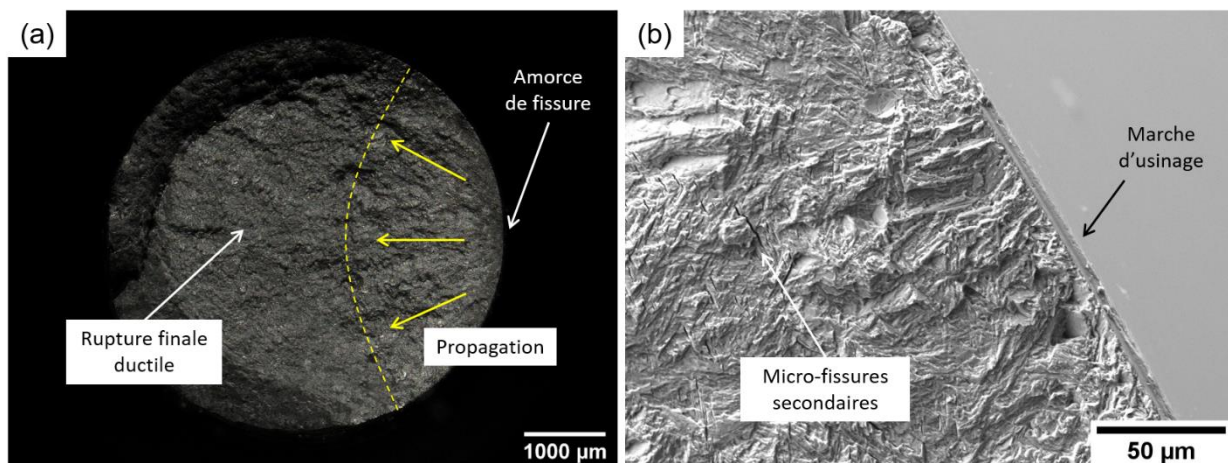


Figure 7.9 Observation (a) optique et (b) au MEB (SE) du faciès de rupture d'une éprouvette Ø5 (550 MPa, 46 068 cycles).

La Figure 7.10 montre les faciès de rupture représentatifs du bris des éprouvettes Ø5 et miniF. Pour les deux géométries d'éprouvettes, l'amorce de fissure a été observée depuis des discontinuités parfois surfaciques et d'autres fois internes. Les observations à plus fort grossissement ont révélé une variété de discontinuités aux sites d'amorce qui seront discutées plus loin : pores, hétérogénéités microstructurales fragiles (HMF), particules riches en silicium.

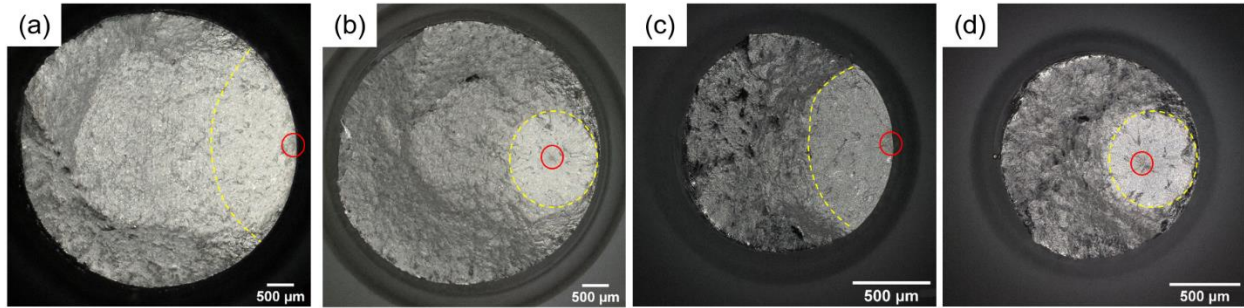


Figure 7.10 Faciès de rupture représentatif pour les éprouvettes Ø5 avec une amorce en (a) surface ($\sigma_{max,eq} = 567$ MPa) et (b) interne ($\sigma_{max,eq} = 861$ MPa) ; pour les éprouvettes miniF avec une amorce en (c) surface ($\sigma_{max,eq} = 903$ MPa) et (d) interne ($\sigma_{max,eq} = 940$ MPa). Les sites d'amorce sont indiqués en rouge et la zone de propagation de fissure est délimitée par une ligne pointillée jaune.

7.3.6.2 Nature des discontinuités aux sites d'amorces

Dans leurs vastes études, Le et al. (2020) et Pessard et al. (2021) ont identifié toutes les discontinuités observées aux sites d'amorces comme des pores. Ces pores étaient de deux types : manque de fusion (paramètre \sqrt{aire} de 50-300 μm), ou bulles de gaz, (paramètre \sqrt{aire} inférieur à 35 μm). Les résultats expérimentaux obtenus dans la présente étude se distinguent par la nature variée des discontinuités aux sites d'amorce.

Des pores issus du procédé de fabrication ont été observés au site d'amorce pour seulement 3 éprouvettes. De tels pores sont visibles sur les micrographies à la Figure 7.11. Ils ont une forme sphérique avec un paramètre \sqrt{aire} inférieur à 20 μm . Ces pores ont été observés en groupe (Figure 7.11 (a)), associé à une discontinuité de type HMF (Figure 7.11 (b)), seules (Figure 7.11 (c)), ou sur le plan de propagation de fissure, loin du site d'amorce. Du fait de leur forme et dimensions, ces pores sont considérés comme des bulles de gaz piégé dans le bain de fusion.

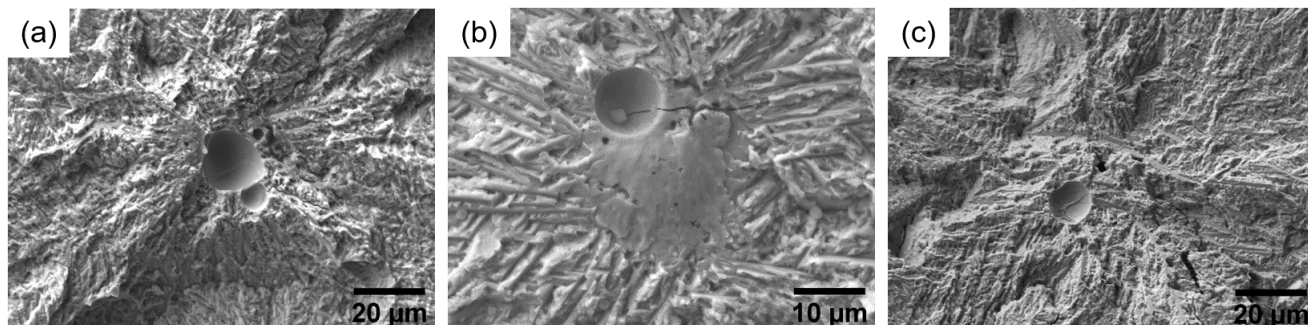


Figure 7.11 Micrographies obtenues au MEB (SE) des pores internes observés au site d’amorce pour l’éprouvette (a) Ø5-10 ($\sigma_{max,eq} = 861$ MPa), (b) Ø5-9 avec une HMF ($\sigma_{max,eq} = 734$ MPa), et (c) miniF-13 ($\sigma_{max,eq} = 940$ MPa).

La majorité des éprouvettes Ø5 a montré une amorce de fissure depuis des HMF. Ces discontinuités de quelques dizaines de micromètres sont caractérisées par une apparence lisse, la présence de fissures et de vides internes. Comme présenté à la Figure 7.12 (a), des précipités blancs ont été observés sur l’HMF pour une éprouvette. L’analyse EDS a révélé une forte proportion de tungstène dans ces précipités. Le tungstène n’étant pas un élément d’alliage du Ti6Al4V, d’autres indices de sa présence au sein du matériau ont été recherchés. Des particules denses ont été observées sur les scans CT des éprouvettes de traction produites dans le même lot, comme illustré à la Figure 7.12 (b). La couleur claire des particules est cohérente avec l’absorption des rayons X plus significative pour les éléments lourds comme le W (numéro atomique = 47 contre 22 pour le Ti). Comme illustré à la Figure 7.12 (c), une particule riche en W d’un diamètre de 7 µm a aussi été observée sur un plan métallographique. Le W est soluble dans le titane à faible concentration (< 1 % massique) et le système présente un eutectique. Ainsi, pour au moins un cas, l’HMF pourrait avoir été formée par l’interaction entre une particule de tungstène et l’alliage de titane lors de la solidification. Le tungstène est un contaminant qui a déjà été signalé au sein de pièces de Ti6Al4V de LPBF (Brandao et al., 2017). Il peut être issu de la production de poudre par atomisation, ou d’une contamination des machines d’impression utilisées pour la mise en forme de différents alliages.

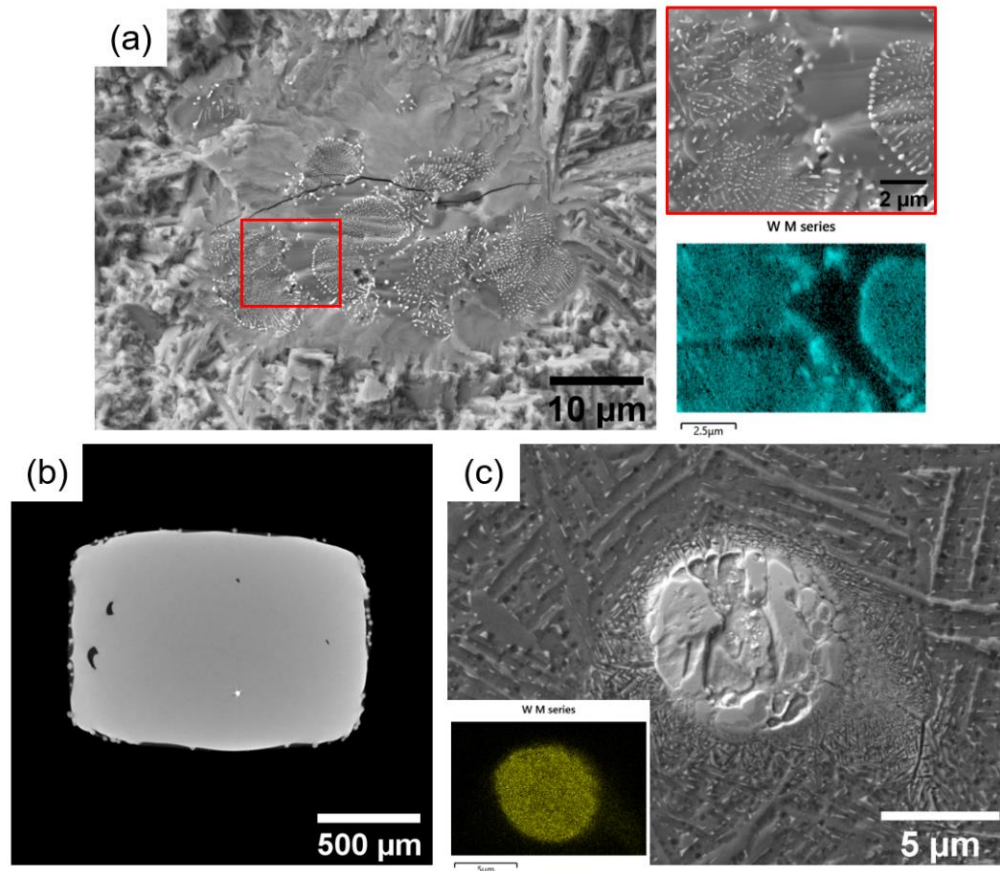


Figure 7.12 Observation au MEB (SE) de la HMF au site d'amorce de l'éprouvette Ø5-12 ($\sigma_{max,eq} = 650$ MPa), montrant des précipités blancs identifiés comme du tungstène par EDS ;
 (b) image CT 2D pour une éprouvette de traction issue du même lot que les éprouvettes de fatigue, avec une particule dense (blanche) de quelques dizaines de micromètres ; (c) observation au MEB (SE) d'une inclusion riche en W sur la surface polie d'un cylindre Ø16.

Plusieurs HMF de forme circulaire ont été observées, comme illustré à la Figure 7.13 (a) et (b). Les analyses EDS ont révélé une couronne riche en C et pauvre en Al. Le site d'amorce de fissure au sein de l'éprouvette Ø5 a été découpé par FIB. Une vue en coupe peut être observée à la Figure 7.13 (c). La microstructure lamellaire de la matrice est observée. La discontinuité a été identifiée comme une particule sphérique de Ti6Al4V, entourée d'une phase sombre riche en carbone et faible en aluminium. À l'intérieur de la sphère, une microstructure globulaire très fine a été observée. L'analyse EDS a révélé une fraction d'oxygène triplée dans la discontinuité comparée à la matrice. Cette haute teneur en oxygène peut expliquer la nature fragile de ces discontinuités

(Dong, E. et al., 2017), mise en évidence par les fissures observées sur les HMF et visibles à la Figure 7.13 (a) et (c). La discontinuité observée sur les faciès de rupture de l'éprouvette MiniF-5 présentée à la Figure 7.13 (b) n'a pas été détectée sur le scan CT dont les résultats sont présentés à la Figure 7.6. Ces différentes observations suggèrent que ces discontinuités sont des particules d'alliage de titane entourées d'une couche riche en carbone, qui n'ont pas fondu lors du passage du laser.

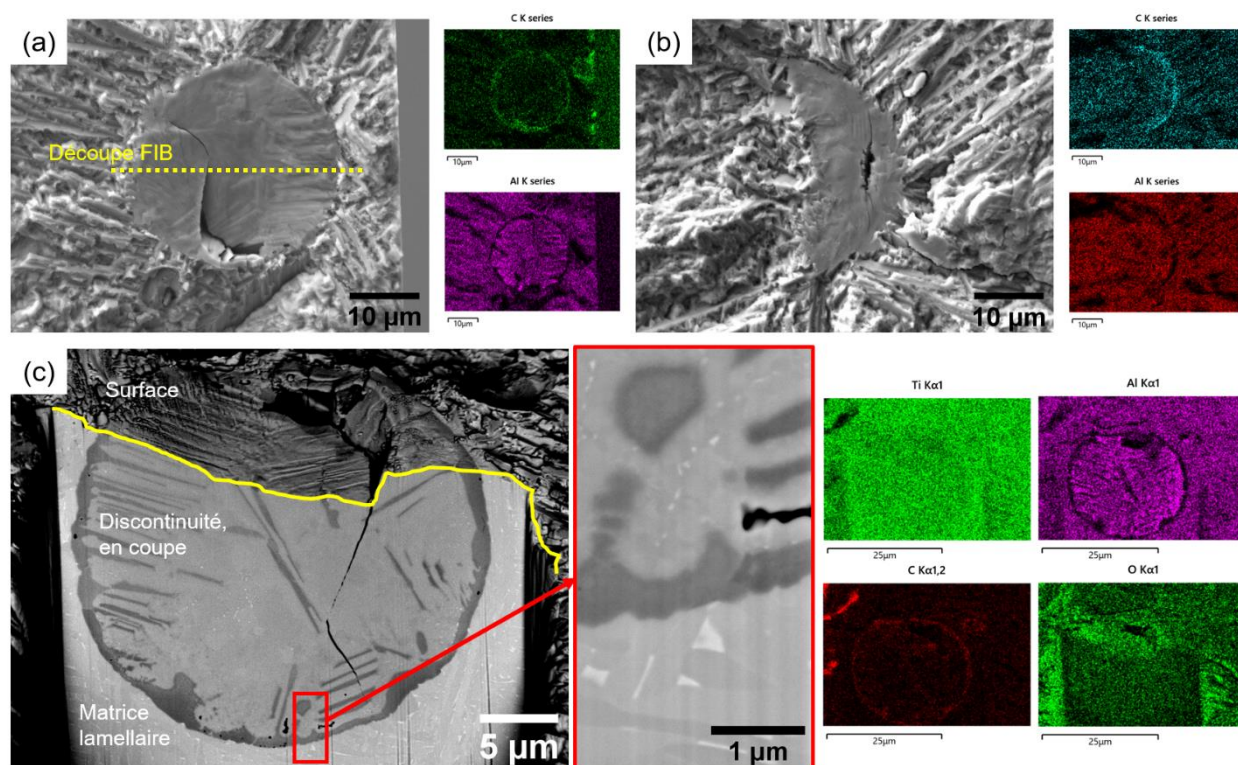


Figure 7.13 Micrographies obtenues au MEB (SE) des discontinuités au site d'amorce de l'éprouvette (a) Ø5-14 en surface ($\sigma_{max,eq} = 597$ MPa) et (b) miniF-5 ($\sigma_{max,eq} = 792$ MPa). Les cartes EDS montrent une couronne riche en C et pauvre en Al. (c) Observation au MEB (BSE) du site d'amorce de l'éprouvette Ø5-14 après découpe au FIB.

Comme illustré à la Figure 7.14, des HMF de forme irrégulière et sans signature chimique particulière ont aussi été observées. La découpe FIB d'une de ces HMF a révélé une zone de microstructure globulaire fine, avec des dendrites, sans qu'une signature chimique particulière ne

soit détectée, comparée avec la matrice. De telles dendrites et globules nanométriques ont été observés dans des pores sur certaines HMF, comme illustré dans les encarts à la Figure 7.14 (a) et (c). L'origine de ces HMF demeure incertaine.

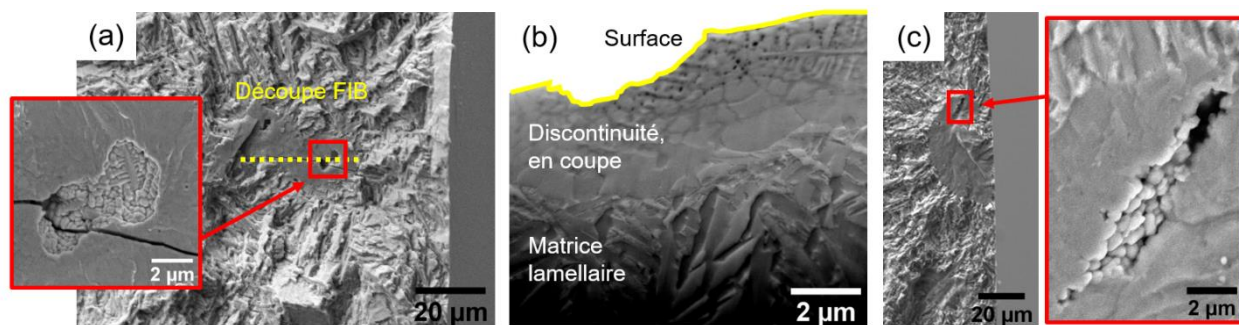


Figure 7.14 (a) Observation MEB (SE) de la HMF au site d'amorce de l'éprouvette Ø5-7 ($\sigma_{max,eq} = 565$ MPa), avec des dendrites et des globules nanométriques visibles dans un pore interne ; (b) observation au MEB (BSE) du même site d'amorce après découpe FIB ; (c) Observation MEB (SE) de la HMF au site d'amorce de l'éprouvette Ø5-2 ($\sigma_{max,eq} = 657$ MPa), avec des globules nanométriques.

Enfin, des discontinuités de faibles dimensions ont été observées en surface, comme représenté à la Figure 7.15 (a). Ces discontinuités sont caractérisées par des facettes et une apparence cristalline. Les analyses EDS ont révélé une forte proportion de Si et de C. De telles particules ont aussi été observées sur les surfaces latérales polies d'éprouvettes de fatigue miniature, et dans un cas à l'origine d'une fissure secondaire, comme illustré à la Figure 7.15 (b). Ces particules apparaissent comme des grains d'abrasif détachées et encastrés à la surface lors des étapes de polissage manuel avec des papiers SiC. Les dimensions sont cohérentes avec les tailles de grains utilisées (240 à 1200 grit : environ 60 à 15 µm). La difficulté à polir l'alliage de titane Ti6Al4V, associée aux dimensions réduites et à la géométrie (rayon continu) des éprouvettes peut expliquer ce phénomène.

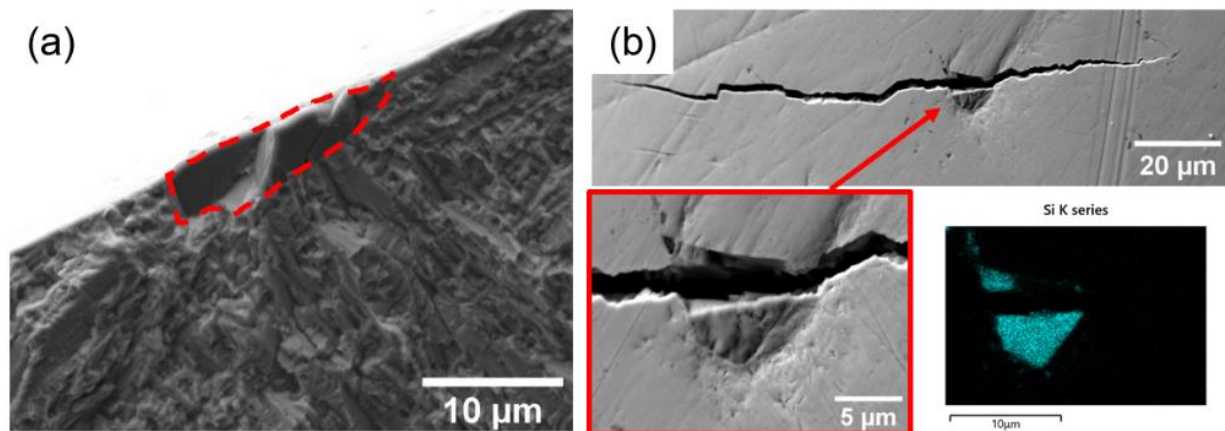


Figure 7.15 Particules riches en silicium observées (MEB, SE) (a) au site d'amorce pour une éprouvette miniF-4 ($\sigma_{max,eq} = 825$ MPa) et (b) à l'origine d'une fissure secondaire sur la surface latérale d'une éprouvette miniF.

7.4 Discussion

7.4.1 Comparaison des résultats avec les données issues de la littérature

Les résistances en fatigue déterminées avec les éprouvettes Ø5 et miniF sont représentées sur une courbe S-N avec les résultats de la littérature à la Figure 7.16. Les paliers de contraintes auxquels les éprouvettes n'ont pas brisé en 10^6 cycles (*runouts*) ne sont pas représentés. On considère que les paliers de contrainte antérieurs à celui ayant mené au bris ont eu un effet négligeable sur l'endommagement. Les résultats sont représentés en résistance équivalente à 10^6 cycles, sauf pour les éprouvettes qui ont brisé au premier palier (diamants verts sur le graphique). Les résultats montrent la dispersion importante déjà signalée pour le Ti6Al4V de LPBF dans la littérature (section 2.1.6.3). Les éprouvettes ayant montré un amorçage de fissure depuis des rayures de surface ont les résistances les plus faibles, comparables à celles obtenues par Le et al. (2020), bien que dans ce cas, des manques de fusion interceptés par la surface sont à l'origine des fissures. Pour les éprouvettes Ø5, les amorces observées depuis la surface sont associées à des résistances en fatigue de valeurs intermédiaires. Les éprouvettes pour lesquelles des amorces de fissures internes ont été observées ont les plus hautes valeurs de résistances. Ces observations sont cohérentes avec les résultats reportés par Le et al. (2020), ainsi qu'avec la LEFM, qui prédit que la variation du

facteur d'intensité de contraintes associée à une discontinuité interne est 25 % inférieure à celle associée à une discontinuité en surface. Finalement, les éprouvettes miniF ont des résistances comparables à celles mesurées pour un matériau ayant subi un traitement HIP.

Les éprouvettes miniF ont mené à une résistance équivalente à 10^6 cycles moyenne largement supérieure à celle obtenue avec les éprouvettes Ø5 : $\sigma_{max,eq} = 857 \pm 56$ MPa contre 698 ± 98 MPa (1 écart-type). Ce résultat est cohérent avec l'effet d'échelle statistique décrit à la section 2.2.3.2. Les éprouvettes miniF ont en effet un VHS 37 fois plus petit que les éprouvettes Ø5. La probabilité de trouver une discontinuité de grande dimension est fortement réduite.

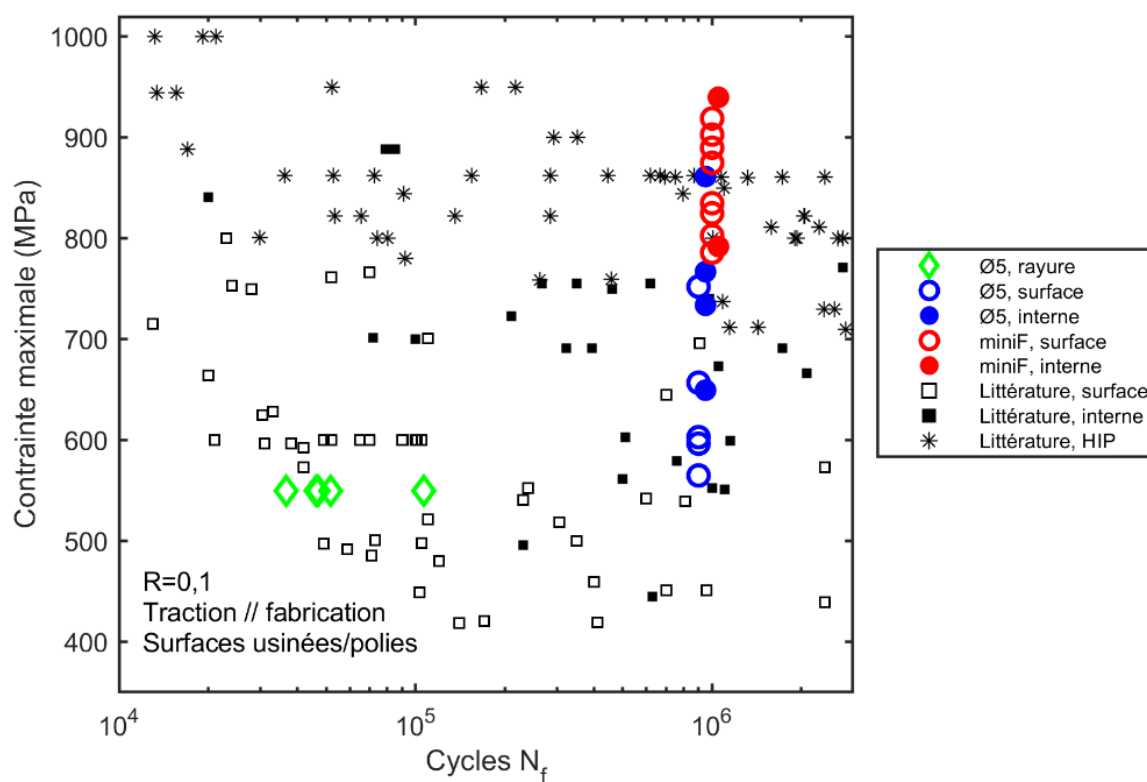


Figure 7.16 Résultats expérimentaux comparés aux données de la littérature pour la fatigue uniaxiale du Ti6A4V de LPBF d'orientation verticale, avec les surfaces usinées, et à $R = 0,1$.

7.4.2 Construction d'un diagramme de Kitagawa-Takahashi

Dans le but de raisonner l'effet de la taille des discontinuités sur la résistance en fatigue, les résultats sont présentés à la Figure 7.17 dans un diagramme K-T construit à partir des propriétés du Ti6Al4V de LPBF à 10^6 cycles et $R = 0,1$. Malgré la diversité de leur nature, toutes les discontinuités à l'origine de l'amorce de fissure ont été considérées comme des fissures préexistantes. Les résultats issus des travaux de Pessard et al. (2021) ont été transposés à $R = 0,1$ avec un diagramme de Goodman, et les résistances à 10^6 cycles ont été calculées grâce aux données de la méthode Locati utilisée. Les résultats de Le et al. (2020) correspondent à une résistance équivalente à 2×10^6 cycles. On considère que la résistance varie peu entre 10^6 et 2×10^6 cycles. Pour les résultats obtenus après un traitement HIP, la résistance à 10^6 cycles a été approximée depuis les courbes S-N (Alegre et al., 2022; Moran et al., 2022). Les amorces pour lesquelles aucune discontinuité n'a été observée ont été représentées avec un paramètre $\sqrt{aire} = 1 \mu\text{m}$, l'ordre de grandeur de la largeur des lamelles α/α' .

Pour déterminer les paramètres \sqrt{aire}_0 du diagramme (discontinuités en surface et interne), on doit connaître la variation du facteur d'intensité de contraintes seuil de propagation des fissures, et la résistance maximale en l'absence de discontinuité.

On a calculé la moyenne des variations du facteur d'intensité de contraintes associées aux amorces de fissures depuis des discontinuités de surface et internes : $\Delta K = Y\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{aire}} = 3,11 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{\frac{1}{2}}$. Les valeurs de ΔK_{th} disponibles dans la littérature varient entre 2,7 et 3,7 MPa. $\text{m}^{\frac{1}{2}}$ (Becker et al., 2020; Benedetti & Santus, 2019; Leuders et al., 2013; Wycisk et al., 2015). Ces valeurs ont été déterminées à partir de courbes de propagation de fissures longues à $R = 0,1$, pour la propagation perpendiculaires à la direction de fabrication. Le résultat expérimental obtenu est cohérent avec ces valeurs.

La résistance en fatigue à 10^6 cycles à $R = 0,1$ a été estimée à $\sigma_{th} = 900 \text{ MPa}$ en se basant sur les résistances maximales obtenues. Cette valeur est supérieure à celles proposées dans la littérature. Ce point sera discuté à la section 7.4.4.

On peut ainsi calculer les tailles critiques de discontinuités de surface et interne avec l'Équation 2.2 :

$$\sqrt{aire}_0(surface) = 9,0 \mu\text{m} \text{ et } \sqrt{aire}_0(interne) = 15,2 \mu\text{m}$$

Ces paramètres ont été utilisés pour construire les modèles LEFM et de El-Haddad sur le diagramme K-T à la Figure 7.17.

Pour les amorces de fissures depuis des discontinuités en surface et internes, le modèle LEFM et les paramètres \sqrt{aire}_0 déterminés analytiquement décrivent bien la taille à partir de laquelle une discontinuité affecte la résistance en fatigue. Un plateau de résistance à 10^6 cycles est observé pour les paramètres $\sqrt{aire} < \sqrt{aire}_0$. Les résultats de tomodensitométrie concordent avec ces observations. Pour l'éprouvette miniF-14, un pore de paramètres $\sqrt{aire} = 9 \mu\text{m}$ a été détecté proche du centre de la section réduite. Ce pore n'a pas été observé sur le faciès de rupture. La rupture est survenue depuis une aspérité à la surface, sans discontinuité visible. D'autres effets que la taille et la position entrent apparemment en compte. Pour l'éprouvette miniF-9, un pore de paramètre $\sqrt{aire} = 29 \mu\text{m}$ a été détecté dans le VHS par tomodensitométrie. L'éprouvette s'est pourtant brisée depuis une discontinuité de paramètre $\sqrt{aire} = 7 \mu\text{m}$ en surface au centre de la section réduite.

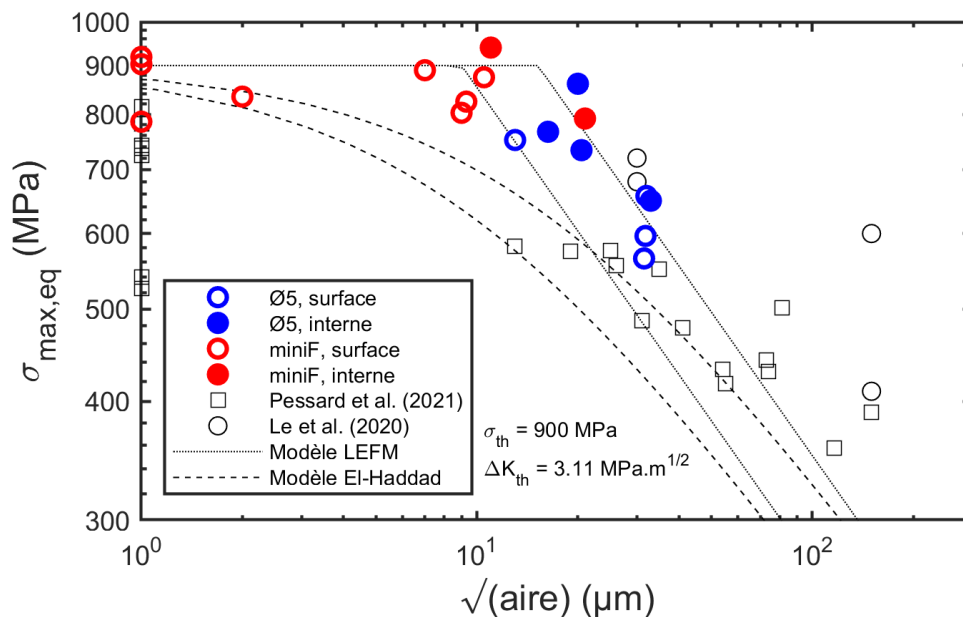


Figure 7.17 Résultats expérimentaux représentés sous la forme d'un diagramme de Kitagawa-Takahashi, avec des résultats issus de la littérature (Le et al., 2020; Pessard et al., 2021).

7.4.3 Construction d'un diagramme de Kitagawa-Takahashi probabiliste

On se propose de représenter nos résultats par un diagramme K-T modifié qui prend en compte la nature probabiliste de l'endommagement causé par les sollicitations cycliques. Le modèle proposé est une simplification des travaux de Pessard et al. (2021).

On considère que le bris peut survenir depuis une fissure préexistante de paramètre $\sqrt{aire} \geq \sqrt{aire}_0$, ou depuis la microstructure ou une discontinuité non pénalisante de paramètre $\sqrt{aire} < \sqrt{aire}_0$.

D'après la LEFM, pour qu'une discontinuité de paramètre \sqrt{aire} se propage, elle doit être sous l'effet de $\Delta K = Y\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{aire}} > \Delta K_{th}$. On considère que les variations de ΔK_{th} suivent une distribution de Weibull. La densité de probabilité associée à la survie (non propagation), f_1 , est exprimée par l'Équation 7.1 :

$$f_1 = \frac{m_1}{\Delta K_{th,e}} \left(\frac{\Delta K}{\Delta K_{th,e}} \right)^{m_1-1} \exp \left\{ - \left(\frac{\Delta K}{\Delta K_{th,e}} \right)^{m_1} \right\} \quad \text{Équation 7.1}$$

La probabilité cumulée que la fissure ne se propage pas, P_1 , est donnée par l'Équation 7.2 :

$$P_1 = \exp \left\{ - \left(\frac{\Delta K}{\Delta K_{th,e}} \right)^{m_1} \right\} = \exp \left\{ - \left(\frac{Y\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{aire}}}{\Delta K_{th,e}} \right)^{m_1} \right\} \quad \text{Équation 7.2}$$

Avec $\Delta K_{th,e}$ et m_1 le paramètre d'échelle et de forme pour la variation du facteur d'intensité de contrainte seuil.

Afin de déterminer les coefficients de cette loi, on considère que toutes les éprouvettes avec une discontinuité de paramètre $\sqrt{aire} \geq \sqrt{aire}_0$ se sont brisées lorsque ΔK a atteint la valeur seuil. La valeur de ΔK associée à chaque bris de fatigue est représentée sur un graphique de densité de probabilité cumulée à la Figure 7.18 (a). Les paramètres de la loi de Weibull associée sont $\Delta K_{th,e} = 3.2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{\frac{1}{2}}$ et $m_1 = 9.7$. Une bonne adéquation du modèle avec les valeurs expérimentales a été observée (test du khi carré : $\chi^2 = 0,0451$, hypothèse nulle rejetée ; écart moyen au modèle = $1,1 \times 10^{-4}$).

Pour les bris depuis le plateau, on considère la situation simplifiée où le bris survient à $\sigma_{max} \geq \sigma_{th}$, indifféremment depuis la microstructure ou une discontinuité de paramètre $\sqrt{aire} < \sqrt{aire}_0$. On considère une distribution statistique sur σ_{th} qui représente les variations de dimensions des

discontinuités et d'orientation des plans microstructuraux. La densité de probabilité, f_2 , associée à la survie est donnée par l'Équation 7.3 :

$$f_2 = \frac{m_2}{\sigma_{th,e}} \left(\frac{\sigma_{max}}{\sigma_{th,e}} \right)^{m_2-1} \exp \left\{ - \left(\frac{\sigma_{max}}{\sigma_{th,e}} \right)^{m_2} \right\} \quad \text{Équation 7.3}$$

La probabilité cumulée de survie, P_2 , est donnée par l'exp $\left\{ - \left(\frac{\sigma_{max}}{\sigma_{th,e}} \right)^{m_2} \right\}$ Équation 7.4 :

$$P_2 = \exp \left\{ - \left(\frac{\sigma_{max}}{\sigma_{th,e}} \right)^{m_2} \right\} \quad \text{Équation 7.4}$$

Avec $\sigma_{th,e}$ et m_2 le paramètre d'échelle et de forme pour la variation de la contrainte associée au bris depuis le plateau.

La valeur de σ_{max} associée à chaque bris de fatigue depuis le plateau est représentée sur un graphique de densité de probabilité cumulée à la Figure 7.18 (b). Les paramètres de la loi de Weibull associée sont $\sigma_{th,e} = 876$ MPa et $m_2 = 18,5$. Une bonne adéquation du modèle avec les valeurs expérimentales a été observée (test du khi carré : $\chi^2 = 0,0733$, hypothèse nulle rejetée ; écart moyen au modèle = $-2,0 \times 10^{-4}$).

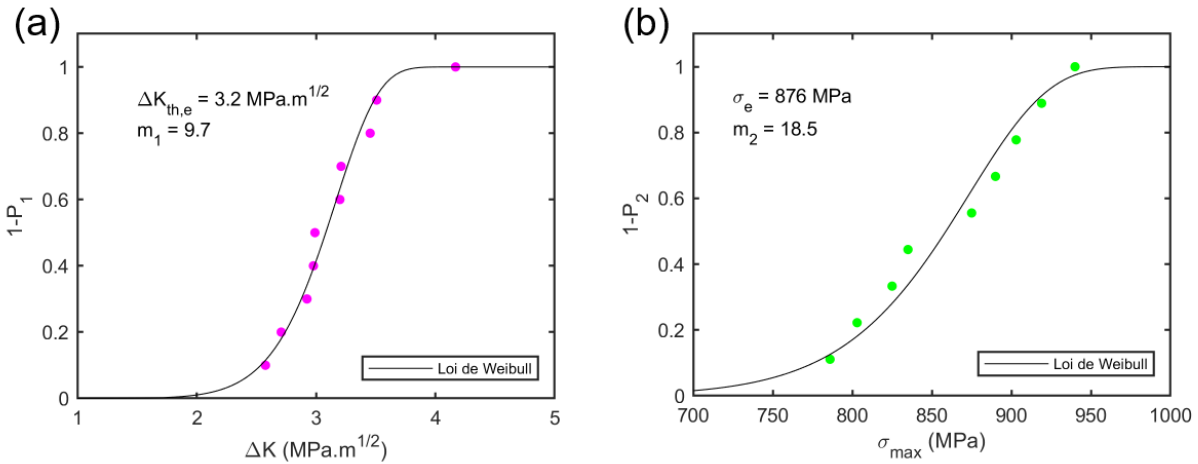


Figure 7.18 Détermination des paramètres des lois de Weibull pour (a) les valeurs de ΔK associées à l'amorce de fissure depuis une discontinuité et (b) la contrainte maximale pour des bris depuis le plateau.

Enfin, on considère le principe du maillon faible pour le bris d'une éprouvette de fatigue selon le premier ou le deuxième phénomène, considérés indépendants. La probabilité de survie, $P_{1,2}$, est ainsi exprimée par l'Équation 7.5 :

$$P_{1,2} = P_1 * P_2 = \exp \left\{ - \left[\left(\frac{\Delta K}{\Delta K_{th,e}} \right)^{m_1} + \left(\frac{\sigma_{max}}{\sigma_{th,e}} \right)^{m_2} \right] \right\} \quad \text{Équation 7.5}$$

La probabilité de bris, P_B , peut ainsi être exprimée à l'aide de l'Équation 7.6 :

$$P_B(\sigma_{max}, \sqrt{aire}) = 1 - P_{1,2} = 1 - \exp \left\{ - \left[\left(\frac{Y * 0,9 * \sigma_{max} \sqrt{\pi \sqrt{aire}}}{\Delta K_{th,e}} \right)^{m_1} + \left(\frac{\sigma_{max}}{\sigma_{th,e}} \right)^{m_2} \right] \right\} \quad \text{Équation 7.6}$$

Le terme Y implique deux domaines de probabilité de rupture distincts pour les amorces depuis des discontinuités en surface ($Y = 0,65$) ou internes ($Y = 0,5$). Les résultats expérimentaux sont représentés sur le diagramme K-T probabiliste à la Figure 7.19, avec les courbes iso-probabilité $P_B = 10 \% ; 50 \% ; 90 \%$.

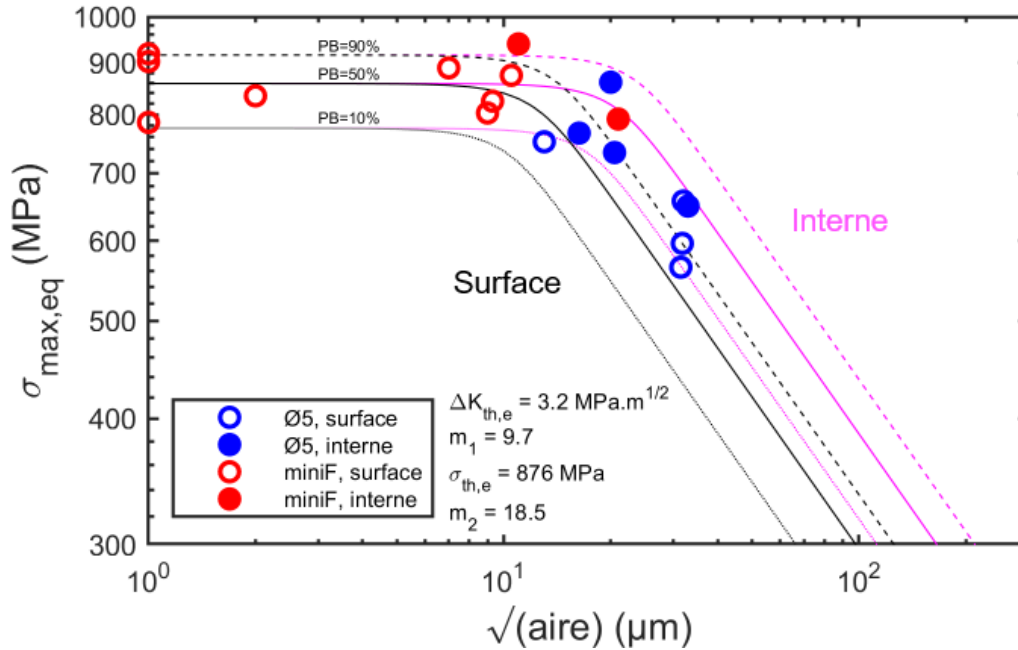


Figure 7.19 Diagramme de Kitagawa-Takahashi probabiliste avec les courbes iso-probabilités à 10, 50 et 90 % de rupture pour des amorces en surface et internes.

Dans le but de représenter l'ensemble des points expérimentaux par un seul domaine probabiliste, on définit un paramètre équivalent $a_{equ} = Y^2 \sqrt{aire}$. Y vaut 0,5 pour les discontinuités internes et 0,65 pour les discontinuités à la surface. La probabilité de bris en fonction de σ_{max} et a_{equ} peut s'exprimer par l'Équation 7.7 :

$$P_B(\sigma_{max}, \sqrt{aire}_{equ}) = 1 - \exp \left\{ - \left[\left(\frac{0.9 \cdot \sigma_{max} \sqrt{\pi a_{equ}}}{\Delta K_{th,e}} \right)^{m_1} + \left(\frac{\sigma_{max}}{\sigma_{th,e}} \right)^{m_2} \right] \right\} \quad \text{Équation 7.7}$$

Les résultats sont tracés en fonction de a_{equ} à la Figure 7.20.

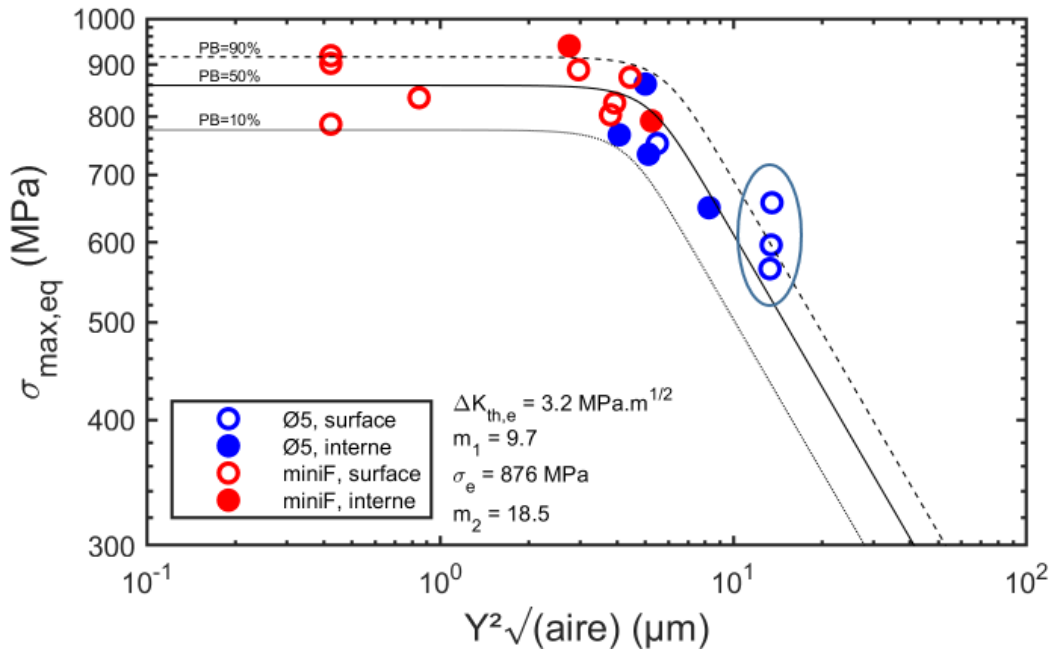


Figure 7.20 Diagramme de Kitagawa-Takahashi probabiliste modifié avec les courbes isoprobabilités à 10, 50 et 90 % de rupture en fonction du paramètre $a_{equ} = Y^2 \sqrt{aire}$.

La représentation à la Figure 7.20 permet de mitiger la dispersion sur les résultats expérimentaux en prenant en compte l'influence de la position des discontinuités dans le modèle. On remarque que les points obtenus avec les plus grandes discontinuités sont représentés de façon conservatrice par le modèle. Pour les éprouvettes Ø5-7 et Ø5-14 ($\sigma_{max,eq} = 565$ et 596 MPa) les discontinuités au site d'amorce sont non-débouchantes. Elles ont été considérées en surface selon le critère $\frac{r}{d_{surface}} > 1/3$ présenté à la section 2.1.7. Si on utilise un critère plus restrictif, ces discontinuités

sont considérées internes. Le paramètre \sqrt{aire} a été remesuré, et les paramètres du modèle probabiliste ont été évalués. Le nouveau diagramme probabiliste modifié est présenté à la Figure 7.21. Le modèle semble mieux décrire ces deux points. Le point associé à l'éprouvette Ø5-2 ($\sigma_{max,eq} = 657$ MPa) apparaît toutefois encore plus anormal. Pourtant, la discontinuité à l'origine du bris de cette éprouvette est débouchante. Il est ainsi suspecté que d'autres aspects que la taille et la position d'une discontinuité affectent la résistance en fatigue. La nature des discontinuités, la proximité avec d'autres discontinuités, ou encore la morphologie et l'orientation de la microstructure autour du site d'amorce sont des pistes d'exploration potentielles.

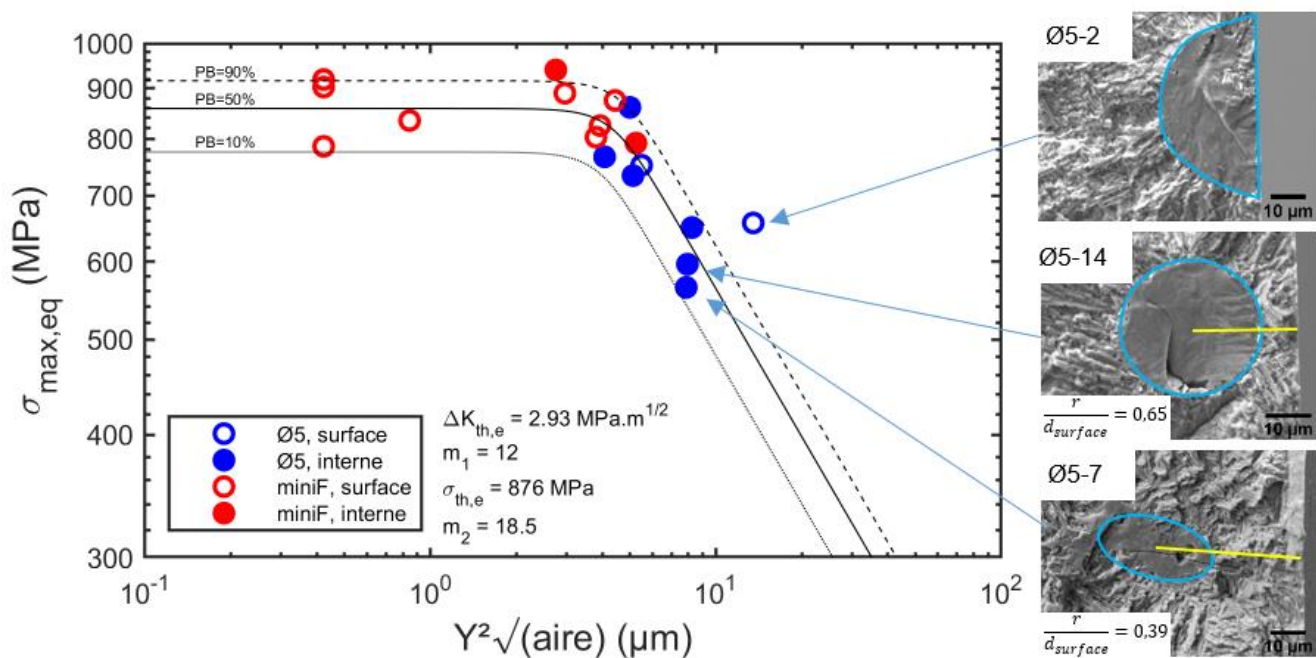


Figure 7.21 Diagramme de Kitagawa-Takahashi probabiliste modifié en considérant les sites d'amorces des éprouvettes Ø5-7 et Ø5-14 comme internes.

7.4.4 Valeur de la résistance en fatigue sans discontinuité

La valeur de σ_{th} déterminée dans cette étude est supérieure aux valeurs proposées dans la littérature. Pessard et al. (2021) ont employé des concentrateurs de contraintes artificiels pour étudier l'effet du VHS. La surface de ces hémisphères micro-usinées ne peut pas être polie, et il est possible que la rugosité de surface, qui n'est pas quantifiée dans l'article, ait participé à

l'amorce prématurée de fissures, même sans discontinuité observée au site d'amorce. De plus, ces essais ont été conduits sur des éprouvettes mises en forme avec leur grande dimension perpendiculaire à la direction de fabrication, ce qui implique une propagation de fissure dans le plan parallèle à la direction de fabrication. Becker et al. (2020) ont mesuré une valeur de ΔK_{th} associé à la propagation d'une fissure verticale réduite d'environ 25 % comparée à la propagation dans le plan horizontal. Enfin, un effet de contrainte moyenne ($R = -1$ contre $R = 0,1$) peut impacter les mesures. Cela peut expliquer l'écart des résultats avec ceux de la présente étude.

Plusieurs éprouvettes ont montré une résistance en fatigue autour de 900 MPa. Cette valeur est supérieure à celles disponibles dans la littérature, même pour des éprouvettes ayant subi un traitement thermomécanique HIP, qui permet d'observer l'amorce depuis la microstructure. Le traitement HIP mène non seulement à la fermeture des pores internes, mais aussi à l'élargissement des lamelles α jusqu'à plusieurs micromètres. Comme présenté par Wu et al. (2013), la largeur des lamelles influence la résistance en fatigue du Ti6Al4V de microstructure lamellaire. La microstructure fine observée dans cette étude (largeur de lamelles $\sim 0,5 \mu\text{m}$) peut expliquer une résistance en fatigue supérieure à celle obtenue après un HIP.

Récemment, Narra et al. (2023) ont mené une campagne d'essais de fatigue en flexion 4-points sur des éprouvettes de Ti6Al4V de LPBF ayant subi un traitement de relaxation des contraintes. Pour des paramètres de fabrication optimisés menant à une porosité minimale, ils ont mesuré des contraintes maximales supérieures à 900 MPa et jusqu'à 1200 MPa pour des bris entre 5×10^4 et 10^5 cycles. Ils ont associé ces hautes résistances à des amorces depuis la microstructure, permises par le faible VHS. Même si la présence potentielle de contraintes résiduelles en surface dues à l'usinage n'a pas été discutée dans cette publication, ces résultats sont cohérents avec la valeur de σ_{th} proposée dans la présente étude.

Finalement, il est suspecté que la résistance en fatigue réelle du matériau considéré est encore supérieure à la valeur de σ_{th} déterminée. Par exemple, une éprouvette a brisé depuis un pore sphérique interne à 950 MPa après plus de $7,5 \times 10^5$ cycles. Une autre éprouvette a résisté à 10^6 cycles à 950 MPa, pour finalement se briser depuis une particule à environ 600 μm du centre de la section réduite. Il est probable que pour des surfaces exemptes de particules de SiC encastrées, les résistances pourraient atteindre des valeurs supérieures aux résultats obtenus. D'autres méthodes de préparation de surface comme le polissage chimique (Persenot, Théo et al., 2018) ou le micro-

usinage par femto-laser (Ghosh et al., 2021) pourraient être mises en œuvre pour obtenir des amorces de fissures de fatigue depuis les éléments microstructuraux.

7.5 Conclusions

Dans ce chapitre, des éprouvettes de Ti6Al4V de LPBF avec un diamètre minimal de 5 mm et 1,5 mm ont été usinées depuis des cylindres bruts produits au sein d'un même lot. La caractérisation du matériau a révélé une densité relative proche de 100 % et une microstructure et microdureté équivalente pour les deux géométries. Les deux séries d'éprouvettes ont été sollicitées en fatigue uniaxiale et la résistance à 10^6 cycles a été quantifiée. L'observation des faciès de rupture a révélé l'amorce de fissures depuis des discontinuités avec une variété de positions, de tailles, et de natures. Une résistance en fatigue moyenne de 857 ± 56 MPa a été obtenue avec les éprouvettes miniatures, contre 698 ± 98 MPa avec les éprouvettes normalisées. Les résultats ont été représentés sur un diagramme de Kitagawa-Takahashi. La différence de résistance a été rationalisée par l'effet d'échelle statistique : un plus petit volume sollicité a mené à l'amorce de fissures depuis des discontinuités de taille inférieure. Enfin, un modèle probabiliste a été proposé pour la prédiction de la résistance en fatigue du Ti6Al4V de LPBF en fonction de la taille et de la position des discontinuités, indépendamment des dimensions d'éprouvettes.

La contribution aux connaissances est significative puisqu'il s'agit, à la connaissance de l'auteur, de la première documentation de la zone de transition du diagramme K-T pour le Ti6Al4V de LPBF. La haute densité relative du lot d'éprouvettes a permis d'obtenir des amorces depuis des discontinuités de dimensions plus faibles que ce qui est habituellement rapporté. Il s'agit des plus hautes valeurs de résistance en fatigue uniaxiale mesurées avec des éprouvettes n'ayant pas subi de traitement HIP. De plus, les discontinuités de type HMF observées n'ont jamais été répertoriées dans la littérature. Cette étude représente un premier pas pour la compréhension de l'effet des discontinuités de faibles dimensions dans le cas de hautes densité.

CHAPITRE 8 DISCUSSION GÉNÉRALE

8.1 Retour sur les objectifs spécifiques

Cette section récapitule les éléments de réponse aux objectifs spécifiques à l'issue du Chapitre 4, Chapitre 5, Chapitre 6, et Chapitre 7.

8.1.1 Objectif 1 : développement de méthodologies d'essais de traction avec des éprouvettes millimétriques

Le Tableau 8.1 récapitule les aspects méthodologiques et les éléments d'analyse pour les propriétés de traction du 316L et du Ti6Al4V de LPBF mesurées avec des éprouvettes millimétriques. La géométrie MT choisie pour les éprouvettes a permis de produire les coupons verticalement par LPBF en l'état *net-shape* pour les deux alliages. Les éprouvettes de longueur totale inférieure à 30 mm ont été sollicitées en traction sur les mêmes machines d'essai que les éprouvettes normalisées. Le maintien en position a été fait dans les mâchoires mécaniques de la machine MTS Insight, tout aussi bien qu'avec des mâchoires MTS Advantage Mini. Les mâchoire MTS Advantage Mini permettent cependant un meilleur alignement, une mise en place de l'éprouvette facilitée, et une protection lors du serrage grâce au cadre. Les sections de prises des éprouvettes, avec une largeur de 4 mm et une longueur de 8 mm, ont permis le maintien en position sans glissement pour des forces atteignant 1576 N. Des taux de déformation respectant les préconisations de la norme ASTM E8/E8M (2016a) ont été appliqués. La force a été mesurée avec des cellules de charge de capacité de 10 et 50 kN. L'allongement a été mesuré par des techniques de mesure sans contact. L'objectif spécifique 1 a ainsi été atteint.

Tableau 8.1 Récapitulation de la caractérisation en traction du 316L et du Ti6Al4V de LPBF avec des éprouvettes millimétriques.

Alliage		316L		Ti6Al4V	
Méthodologie expérimentale	Géométrie d'éprouvettes	MT		MT	
	Machine d'essai	MTS Insight électromécanique		MTS 810 servo-hydraulique	
	Maintien en position	Mâchoires mécaniques Insight		Mâchoires mécaniques MTS Advantage Mini avec cadre	
	Mesure de force	Cellule de charge 50 kN		Cellule de charge 10 kN	
	Mesure d'allongement	DIC simplifiée		DIC	
	Taux de déformation	ASTM E8/E8M		ASTM E8/E8M	
	Mesure d'aire systématique	Micromètre à pointe		Micromètre à pointe	
Propriétés mesurées		A% = $52,7 \pm 5,2$ % (E8 : $56,1 \pm 1,7$ %)	UTS = 558 ± 2 MPa (E8 : 625 ± 2 MPa)	A% = $9,4 \pm 1,2$ % (E8 : $12,3 \pm 1,1$ %)	UTS = 1032 ± 12 MPa (E8 : 1134 ± 9 MPa)
Analyse des résultats	Effet d'échelle technologique	Microstructure Densité relative		Densité relative	
	Effet métrologique	Mesure de l'aire dans la section réduite		Mesure de l'aire dans la section réduite	

8.1.2 Objectif 2 : évaluation de la justesse et de la précision des propriétés de traction mesurées

Pour les deux alliages considérés, des différences de propriétés mécaniques mesurées avec les éprouvettes miniatures et normalisées ont été constatées, comme détaillé dans le Tableau 8.1 et illustré sur les courbes de traction représentatives à la Figure 8.1 (a). L'origine de ces différences a été investiguée pour séparer l'effet potentiel du matériau des effets métrologiques.

Le potentiel effet d'échelle technologique a été examiné. Pour les deux alliages, les dimensions imprimées plus faibles ont résulté en une densité relative réduite, du fait d'une population de pores proches de la surface. Ces pores ont participé à réduire l'allongement à la rupture pour les éprouvettes miniatures comparées aux éprouvettes normalisées. Des résistances mécaniques inférieures ont été mesurées avec les éprouvettes miniatures comparées aux éprouvettes normalisées. Pour le 316L, les mesures des sous-cellules et les profils de microdureté ont mis en évidence l'effet des dimensions imprimées sur la microstructure et la résistance mécanique. Pour le Ti6Al4V, aucune différence de microstructure ou de microdureté moyenne n'a été constatée entre les éprouvettes miniatures et normalisées. La variation des propriétés mécaniques ne peut donc pas être expliquée par une variation du matériau induite par la taille des pièces imprimées.

L'impact majeur des techniques métrologiques mises en œuvre sur la justesse des propriétés mesurées a été démontré. Pour les deux alliages considérés, la section juste d'éprouvettes miniatures *net-shape* peut être mesurée sur des images de tomodesitométrie, avec une précision de $\pm 2\%$. La mesure de section avec un pied à coulisse surestime la section de 15 à 20 % à cause de la rugosité de surface. Cet effet a été vérifié pour différents états de surface. L'utilisation d'un micromètre à pointe permet de s'affranchir de l'effet de la rugosité de surface. L'irrégularité géométrique des petites sections, observée pour les deux alliages, mène cependant à une surestimation de 5 à 7 % de la section basée sur les mesures avec un micromètre à pointe. La surestimation de la section résulte en une sous-estimation des contraintes. Comme illustré à la Figure 8.1 (b), pour le Ti6Al4V, la prise en compte de l'aire juste mène à des niveaux de contraintes comparables (avec le niveau de précision atteint). Pour le 316L, même en prenant en compte la section juste, une différence de niveaux de contrainte demeure, qui est liée à l'effet d'échelle technologique discuté plus haut.

L'objectif spécifique 2 a donc été atteint. L'aspect de répétabilité n'a cependant pas été exploré. Avec les moyens à disposition dans ce projet, les analyses tomodensitométriques n'ont été réalisées que pour une éprouvette de traction représentative de chaque géométrie. Il n'a pas été vérifié que l'écart entre la valeur d'aire obtenue par tomodensitométrie et à partir des mesures de dimensions avec un micromètre à pointe demeure constant au sein du lot d'éprouvettes. Toutefois, les dimensions mesurées avec un micromètre à pointe et les valeurs de forces maximales obtenues avec les éprouvettes de chaque géométrie ont montré une dispersion de l'ordre de 1 %. Ces éléments suggèrent une bonne homogénéité des dimensions au sein des lots produits. On considère que l'étude comparative des méthodes de mesure de l'aire dans la section réduite peut être extrapolée à l'ensemble des éprouvettes testées.

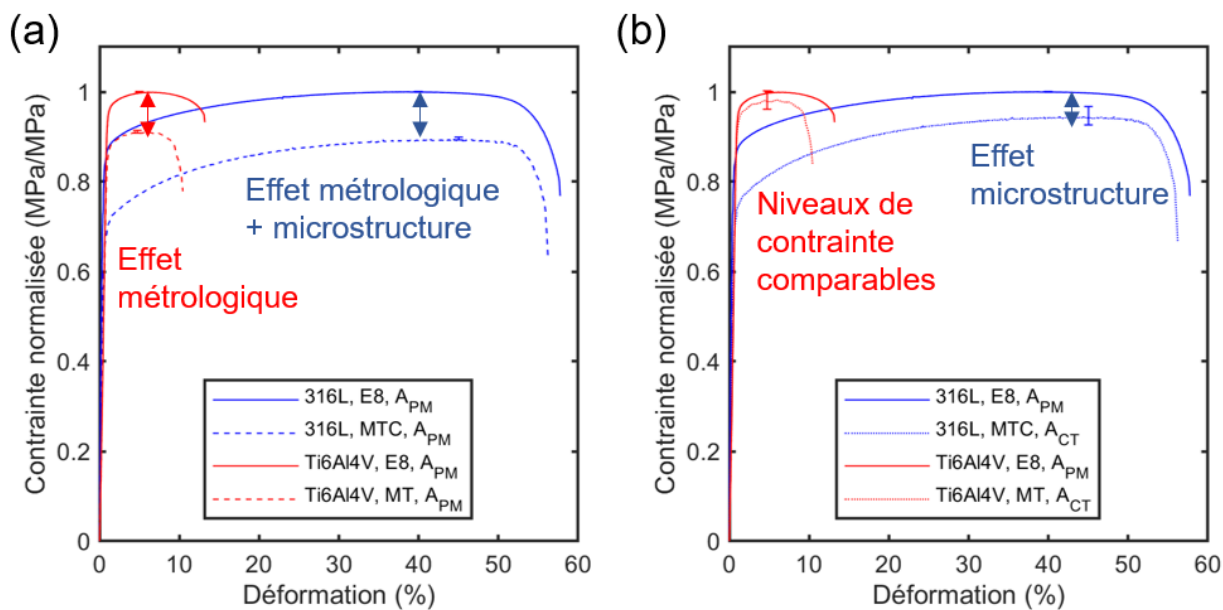


Figure 8.1 Courbes de traction représentatives obtenues avec une éprouvette normalisée et millimétrique pour le 316L et le Ti6Al4V. Les contraintes ont été calculées avec l'aire obtenue (a) avec les mesures avec un micromètre à pointe et (b) sur les images CT. Les barres d'erreur représentent la précision liée à la mesure d'aire.

8.1.3 Objectif 3 : développement de méthodologies d'essais de fatigue avec des éprouvettes millimétriques

Le Tableau 8.2 récapitule les éléments méthodologiques associés à la caractérisation en fatigue uniaxiale du 316L et du Ti6Al4V de LPBF avec des éprouvettes de section millimétrique. Pour des forces comprises entre 20 et 1100 N, des éprouvettes de longueur totale entre 24 et 30 mm ont été sollicitées en fatigue avec des mâchoires MTS Advantage Mini. L'utilisation de ces mâchoires en sollicitation cyclique est limitée à 1100 N. Pour des forces maximales atteignant 1750 N, une machine MTS ACUMEN avec une capacité de 12 kN a été utilisée. La longueur supplémentaire des éprouvettes miniatures décrites à la Figure 7.1 a été utilisée pour le maintien en position dans les mâchoires pneumatiques. Les deux dispositifs expérimentaux ont permis la détermination de la résistance à 10^6 cycles d'éprouvettes de section millimétrique à $R = 0,1$ et 12 Hz, par une méthode de chargement par paliers.

Tableau 8.2 Récapitulation des éléments méthodologiques pour la mesure de la résistance en fatigue d'éprouvettes de section millimétrique.

	Forces maximales < 1100 N	Forces maximales \geq 1100 N
Machine d'essai	MTS 810 servo-hydraulique	MTS ACUMEN 12
Maintien en position	Mâchoires mécaniques MTS Advantage Mini avec cadre	Mâchoires pneumatiques
Mesure de force	Cellule de charge 10 kN	Cellule de charge 12 kN
Précision observée	± 25 N	± 25 N
Rapport de contraintes	0,1	0,1
Fréquence	12 Hz	12 Hz
Longueur totale d'éprouvette	< 30 mm	> 50 mm (section supplémentaire)

L'objectif spécifique 3 a ainsi été partiellement atteint. Avec les moyens disponibles dans le cadre de ce projet, l'usinage et le polissage des surfaces des éprouvettes de fatigue a nécessité de prolonger la longueur des éprouvettes de 20 mm. De plus, pour les forces supérieures à 1100 N associées à la qualification d'éprouvettes de haute résistance, la longueur supplémentaire a été nécessaire pour le maintien en position lors des essais mécaniques. Une longueur minimale de pièce brute de 43 mm a ainsi été nécessaire. Cette contrainte a été une limite à la miniaturisation

des éprouvettes. Il est à supposer que des techniques d'usinage et de polissage plus avancées pourraient permettre de réduire la longueur nécessaire des pièces brutes. Les mâchoires MTS Advantage Mini ayant été mises sur le marché il y a moins de 2 ans, il est aussi possible que la charge maximale permise en sollicitation cyclique soit revue à la hausse par le fabricant.

Pour des pièces technologiques, le parachèvement mécanique des surfaces peut être impossible. Dans ce cas, la détermination de la résistance en fatigue avec les surfaces en état tel que fabriqué est plus pertinente. Sans besoin de préparation de surface, les éprouvettes mécaniques peuvent être mises en forme aux dimensions finales, sans longueur supplémentaire, et maintenues en position dans les mâchoires MTS Advantage Mini pour des forces inférieures à 1100 N. La mesure de l'aire dans la section réduite devrait alors être effectuée comme discuté pour les éprouvettes de traction au Chapitre 4 et au Chapitre 5.

8.1.4 Objectif 4 : évaluation de la justesse et de la précision des propriétés de fatigue mesurées

Comme évoqué pour les essais de traction, la mesure de l'aire dans la section réduite d'une éprouvette d'essai mécanique affecte le calcul des contraintes. Pour évaluer la justesse des mesures optiques du diamètre des éprouvettes miniatures, les résultats ont été comparés à ceux obtenus par tomographie et avec un micromètre. Un écart de l'ordre de 0,1 % a été obtenu.

Des variations sur la force maximale appliquée de ± 25 N ont été observées lors des essais avec les éprouvettes miniatures. Cela résulte en une précision de $\pm 1,5$ % à ± 3 % dépendamment des niveaux de contrainte. Pour les éprouvettes normalisées testées sur une machine hydraulique, des fluctuations ponctuelles de ± 20 N ont été observées, résultant en une précision de $\pm 0,2$ %.

Outre les éléments métrologiques, l'évaluation de la justesse des résultats obtenus avec les éprouvettes miniatures s'est basée sur la caractérisation du matériau et l'examen des faciès de rupture. Pour les deux alliages, aucune différence microstructurale entre les éprouvettes miniatures et normalisées n'a été constatée. Les différences entre les résistances en fatigue mesurées avec les éprouvettes miniatures et normalisées ont été rationalisées. Pour le 316L, l'abaissement de la résistance en fatigue mesurée avec des éprouvettes miniatures a été relié à la présence de discontinuités de grandes dimensions, observées aux sites d'amorce et sur les métallographies.

Pour le Ti6Al4V, les résistances supérieures mesurées avec les éprouvettes miniatures ont pu être expliquées par l'effet d'échelle statistique. Pour les deux alliages, les résistances en fatigue reportées sur un diagramme de Kitagawa-Takahashi ont montré une bonne correspondance avec le modèle LEFM.

L'objectif spécifique 4 a ainsi été atteint.

8.2 Applicabilité des résultats pour l'industrie

Des méthodologies d'essai de traction avec des éprouvettes miniatures ont été développées. Elles ont permis d'obtenir des résultats justes et précis. Des éléments de réponse ont été proposés vis-à-vis de la dispersion des propriétés en traction du 316L et du Ti6Al4V de LPBF dans la littérature. Plusieurs recommandations peuvent être émises, qui sont directement applicables pour tous les alliages mis en forme par LPBF :

- La tomodensitométrie permet de déterminer l'aire juste dans la section réduite des éprouvettes miniatures en état *net-shape*. Dans un contexte industriel, la mesure systématique de l'aire des éprouvettes par cette méthode est coûteuse et chronophage. Plusieurs options sont possibles pour l'obtention de valeurs justes des contraintes. Comme effectué dans les articles 1 et 2, un seul scan peut être acquis dans la section réduite d'une éprouvette représentative. La comparaison de l'aire ainsi mesurée avec celle obtenue avec une méthode non-destructive applicable de façon systématique, comme le micromètre à pointe, permet d'évaluer l'erreur et de corriger les valeurs de contraintes pour les éprouvettes suivantes. Des variations de dimensions au sein du lot d'éprouvettes peuvent impacter la justesse des résultats obtenus avec cette méthode. Comme présenté par Roach et al. (2020) pour le 316L de LPBF, on peut faire l'hypothèse que le module d'Young n'est pas impacté par les dimensions d'éprouvettes. Cette hypothèse est valide en l'absence de variations importantes de composition chimique et pour des porosités négligeables. On peut solliciter en traction des éprouvettes usinées. Dans ce cas, la mesure de l'aire dans la section réduite n'est pas une source d'erreur sur les valeurs de contraintes, et le module d'Young peut être mesuré de façon juste. Les courbes de traction obtenues avec des éprouvettes *net-*

shape de différentes dimensions et géométries peuvent ensuite être ajustées avec cette valeur de module d'Young.

- La section imprimée des éprouvettes devrait être comparable en taille avec la section d'intérêt. Les dimensions peuvent affecter la densité relative et l'échelle de la microstructure (effet d'échelle technologique), qui peuvent avoir un effet sur l'allongement à la rupture et la résistance mécanique. L'utilisation d'éprouvettes normalisées ou usinées depuis des sections plus larges risque ainsi de surestimer la résistance en traction et la ductilité des sections millimétriques de composants.
- L'état de surface des éprouvettes devrait être comparable à celui des sections d'intérêt. La rugosité de surface peut diminuer l'allongement à la rupture. L'utilisation d'éprouvettes usinées et polies peut mener à des mesures non-conservatrices.
- Dans la mesure du possible, le rapport de minceur des éprouvettes de toutes les dimensions devrait être égal. Ce rapport peut en effet influencer la mesure d'allongement à la rupture.

Des méthodologies d'essai de fatigue avec des éprouvettes de section usinée millimétrique ont été développées. Des résultats justes et précis ont été obtenus. Les points expérimentaux permettent d'agrémenter les outils de prédiction de la résistance en fatigue du 316L et Ti6Al4V de LPBF. Plusieurs recommandations peuvent être émises pour l'évaluation des propriétés de fatigue de composants :

- Comme observé pour le 316L, des variations de la qualité métallurgique peuvent être observées d'un lot de LPBF à l'autre. La résistance en fatigue d'un composant devrait être évaluée à partir des résultats obtenus avec des éprouvettes mises en forme dans le même lot. La représentation des résultats expérimentaux sur un diagramme de Kitagawa-Takahashi permet de rationaliser l'effet des discontinuités de fabrication sur la résistance en fatigue.
- Lors de la mesure de la résistance en fatigue avec des éprouvettes miniatures, l'effet d'échelle statistique peut mener à une évaluation non-conservatrice de la résistance en fatigue de sections plus larges. L'effet d'échelle statistique doit donc être pris en compte

pour prédire la résistance en fatigue de composants sur la base de résultats obtenus à partir d'éprouvettes d'essais mécaniques.

- Étant donné que la dispersion sur la résistance en fatigue peut atteindre plusieurs centaines de MPa, le nombre d'éprouvettes testées devrait être suffisamment important pour capturer l'ensemble des phénomènes associés au bris en fatigue. C'est notamment le cas pour un matériau de densité relative élevée. Dans cette étude, 10 répétitions ont permis de mettre en évidence une variété de discontinuités aux sites d'amorces de fissures. Un nombre supérieur de répétitions permettrait d'augmenter la robustesse des résultats obtenus.

CHAPITRE 9 CONCLUSIONS ET FUTURS TRAVAUX

Le programme CRIAQ MANU 1708 avait pour objectif l'approfondissement des connaissances associées aux méthodes de fabrication additive des métaux pour un usage dans le domaine aérospatial. Dans le cadre du module 3 de ce programme, l'objectif principal de la présente thèse était d'identifier des méthodes justes et précises pour la caractérisation en traction et en fatigue des pièces de sections millimétrique mises en forme par fusion laser sur lit de poudre.

Premièrement, **des géométries d'éprouvettes et des méthodologies d'essais mécaniques innovantes ont été développées** pour répondre à un besoin du domaine.

L'analyse de la justesse et de la précision des résultats expérimentaux a permis d'identifier les sources de variations sur les propriétés de traction et de fatigue des matériaux de fabrication additive, et sur la mesure de ces propriétés. **L'effet métrologique affecte la mesure des propriétés de traction :**

1. Pour des éprouvettes avec une épaisseur de 1 mm, avec les surfaces telles que fabriquées, la mesure de l'aire dans la section réduite avec un pied à coulisse ou un micromètre à pointe mène à une surestimation de 5-7 % et 15-20%, respectivement. Cet effet métrologique mène à une sous-estimation du module d'Young, de la limite d'élasticité et de la résistance en traction. La mesure de l'aire minimale dans la section réduite par tomographie permet des mesures justes de ces propriétés.

L'effet d'échelle technologique affecte les propriétés de traction :

1. Pour le 316L, les éprouvettes avec une épaisseur imprimée de 1 mm ont montré des sous-cellules plus grossières et une microdureté moyenne inférieure, comparé aux éprouvettes de 6 mm d'épaisseur déposée. Cet effet d'échelle technologique a participé à la diminution de la résistance mécanique d'environ 5 %.
2. Pour le Ti6Al4V, les dimensions d'éprouvettes n'affectent pas l'échelle de la microstructure pour des épaisseurs déposées variant de 1 à 6 mm. Des valeurs de limite d'élasticité et de résistance mécanique similaires ont été obtenues avec les éprouvettes de trois géométries, une fois l'effet métrologique pris en compte.
3. Pour le 316L et le Ti6Al4V, les sections imprimées avec un rapport de surface sur volume plus élevé mènent à une densité relative réduite, du fait de la présence de pores proches de

la surface. Cet effet a participé à une réduction de l'allongement à la rupture de $12,3 \pm 1,1$ à $9,4 \pm 1,2$ % pour le Ti6Al4V.

Les résultats ont permis d'approfondir la connaissance du 316L et du Ti6Al4V de LPBF. Particulièrement, les méthodologies développées, associées à la qualité métallurgique du Ti6Al4V imprimé, ont donné accès à des **résistances en fatigues supérieures aux données de la littérature** :

1. Une résistance à 10^6 cycles de 698 ± 98 MPa a été mesurée avec des éprouvettes d'un diamètre de 5 mm. Ces hautes résistances ont été expliquées par une densité relative proche de 100 %. Des discontinuités de paramètre \sqrt{aire} inférieur à $33 \mu\text{m}$ ont été observées aux sites d'amorces de fissures. Une résistance à 10^6 cycles de 857 ± 56 MPa a été mesurée avec des éprouvettes d'un diamètre de 1,5 mm. La sollicitation en fatigue d'un volume 37 fois plus petit, échantillonné depuis un matériau homogène, a mené à l'amorce de fissures depuis des discontinuités moins critiques, et ainsi à des résistances supérieures. Le plateau du diagramme de Kitagawa-Takahashi a ainsi été documenté.

Finalement, **le modèle probabiliste proposé permet de prédire la résistance en fatigue du Ti6Al4V de LPBF, indépendamment des dimensions d'éprouvettes**, en fonction du paramètre de Murakami modifié a_{equ} prenant en compte la taille et la position des discontinuités.

L'extrapolation des résultats obtenus à la caractérisation de pièces technologiques nécessite des études supplémentaires : (i) la bonne représentativité des éprouvettes mécaniques avec la section d'intérêt doit être vérifiée, en terme de qualité métallurgique et de microstructure ; (ii) les sollicitations multiaxiales, les gradients de contrainte, le rapport des contraintes et l'anisotropie du matériau peuvent influencer les conclusions ; et (iii) différents parachèvements de surface mis en œuvre dans l'industrie devraient être considérés.

Le travail présenté dans cette thèse ouvre ainsi la voie à plusieurs axes de recherche :

- Mettre en œuvre les méthodologies d'essais de traction et de fatigue avec des éprouvettes millimétriques pour l'étude de la direction de sollicitation, du rapport de contraintes, de différents traitements thermiques, d'autres états de surface, de l'effet d'échelle

technologique, et de la position au sein d'une pièce technologique ou dans la chambre de fabrication du procédé LPBF ou d'autres procédés par bain de poudre.

- Les méthodologies d'essais mécaniques et les éléments d'analyse des résultats pourront constituer les bases pour l'établissement de standards pour l'industrie.
- Rendre plus robuste le modèle de prédiction de la résistance en fatigue en ajoutant des points expérimentaux, autant dans la zone de transition étudiée que pour des tailles de discontinuités plus importantes. Vérifier la bonne prédiction avec le modèle probabiliste, en caractérisant des éprouvettes issues d'un lot différent de celui avec lequel le modèle a été calibré. Couplé à des méthodes de contrôle non destructif (comme développé dans le module 4 du projet MANU 1708 par exemple), ce modèle pourrait être utilisé pour la conception et la certification de pièces en Ti6Al4V de LPBF.

RÉFÉRENCES

- Ahmed Obeidi, M., Uí Mhurchadha, S. M., Raghavendra, R., Conway, A., Souto, C., Tormey, D., . . . Brabazon, D. (2021). Comparison of the porosity and mechanical performance of 316L stainless steel manufactured on different laser powder bed fusion metal additive manufacturing machines. *Journal of Materials Research and Technology*, 13, 2361-2374.
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.06.027>
- Akgun, E., Zhang, X., Lowe, T., Zhang, Y., & Doré, M. (2022). Fatigue of laser powder-bed fusion additive manufactured Ti-6Al-4V in presence of process-induced porosity defects. *Engineering Fracture Mechanics*, 259, 108140. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2021.108140>
- Alegre, J. M., Díaz, A., García, R., Peral, L. B., & Cuesta, I. I. (2022). Effect of HIP post-processing at 850 °C/200 MPa in the fatigue behavior of Ti-6Al-4V alloy fabricated by Selective Laser Melting. *International Journal of Fatigue*, 163, 107097. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2022.107097>
- Amine, T., Newkirk, J. W., & O'Malley, R. J. (2017). Evaluating Material Property Variations in Components With Difficult Geometries. (58493), V014T011A021.
<https://doi.org/10.1115/IMECE2017-71828>
- AMS. (2014). *Heat treatment of titanium alloy parts* (Norme AMS 2801B). SAE International.
<https://doi.org/https://doi.org/10.4271/AMS2801B>
- Andreau, O. (2019). *Nocivité en fatigue et contrôle de défauts produits par fabrication additive [Doctoral dissertation]*, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers].
- Andreau, O., Pessard, E., Koutiri, I., Peyre, P., & Saintier, N. (2021). Influence of the position and size of various deterministic defects on the high cycle fatigue resistance of a 316L steel manufactured by laser powder bed fusion. *International Journal of Fatigue*, 143, 105930.
<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.105930>
- ASTM. (2014a). *Standard specification for additive manufacturing titanium-6 aluminum-4 vanadium with powder bed fusion* (Norme ASTM F2924-14).
https://compass.astm.org/EDIT/html_annot.cgi?F2924+14
- ASTM. (2014b). *Standard guide for evaluating mechanical properties of metal materials made via additive manufacturing processes* (Norme ASTM F3122-14).
<https://doi.org/https://doi.org/10.1520/F3122-14>
- ASTM. (2015a). *Standard practice for conducting force controlled constant amplitude axial fatigue tests of metallic materials* (Norme ASTM E466-15). <https://doi.org/https://doi.org/10.1520/E0466-15>
- ASTM. (2015b). *Standard terminology for additive manufacturing – general principles – terminology* (Norme ASTM ISO/ASTM52900-15). <https://doi.org/https://doi.org/10.1520/ISOASTM52900-15>
- ASTM. (2016a). *Standard test methods for tension testing of metallic materials*. (Norme ASTM E8/E8M-22). https://doi.org/https://doi.org/10.1520/E0008_E0008M-16A
- ASTM. (2016b). *Standard specification for additive manufacturing stainless steel alloy (UNS S31603) with powder bed fusion*. (Norme ASTM F3184-16). <https://doi.org/10.1520/f3184-16>
- ASTM. (2017). *Standard test method for microindentation hardness of materials*. (Norme ASTM E384-17). (<https://doi.org/10.1520/e0384-17>)
- ASTM. (2022). *Standard specification for chromium and chromium-nickel stainless steel plate, sheet, and strip for pressure vessels and for general Applications*. (Norme ASTM A240/A240M-22a). (https://doi.org/10.1520/A0240_A0240M-22A)
- Barba, D., Alabort, C., Tang, Y. T., Viscasillas, M. J., Reed, R. C., & Alabort, E. (2020). On the size and orientation effect in additive manufactured Ti-6Al-4V. *Materials & Design*, 186, 108235.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108235>
- Becker, T. H., Dhansay, N. M., Haar, G. M. T., & Vanmeensel, K. (2020). Near-threshold fatigue crack growth rates of laser powder bed fusion produced Ti-6Al-4V. *Acta Materialia*, 197, 269-282.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.07.049>
- Benedetti, M., & Santus, C. (2019). Notch fatigue and crack growth resistance of Ti-6Al-4V ELI additively manufactured via selective laser melting: A critical distance approach to defect

- sensitivity. *International Journal of Fatigue*, 121, 281-292.
<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.12.020>
- Beretta, S., & Romano, S. (2017). A comparison of fatigue strength sensitivity to defects for materials manufactured by AM or traditional processes. *International Journal of Fatigue*, 94, 178-191.
<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.06.020>
- Bhandari, L., & Gaur, V. (2022). On study of process induced defects-based fatigue performance of additively manufactured Ti6Al4V alloy. *Additive Manufacturing*, 60, 103227.
<https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.103227>
- Blakey-Milner, B., Gradl, P., Snedden, G., Brooks, M., Pitot, J., Lopez, E., . . . du Plessis, A. (2021). Metal additive manufacturing in aerospace: A review. *Materials & Design*, 209, 110008.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110008>
- Brandao, A. D., Gerard, R., Gumpinger, J., Beretta, S., Makaya, A., Pambaguian, L., & Ghidini, T. (2017). Challenges in Additive Manufacturing of Space Parts: Powder Feedstock Cross-Contamination and Its Impact on End Products. *Materials (Basel)*, 10(5).
<https://doi.org/10.3390/ma10050522>
- Brandl, E., Palm, F., Michailov, V., Viehweger, B., & Leyens, C. (2011). Mechanical properties of additive manufactured titanium (Ti-6Al-4V) blocks deposited by a solid-state laser and wire. *Materials & Design*, 32(10), 4665-4675. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.06.062>
- Cao, S., Chu, R., Zhou, X., Yang, K., Jia, Q., Lim, C. V. S., . . . Wu, X. (2018). Role of martensite decomposition in tensile properties of selective laser melted Ti-6Al-4V. *Journal of Alloys and Compounds*, 744, 357-363. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.111>
- Chao, Q., Thomas, S., Birbilis, N., Cizek, P., Hodgson, P. D., & Fabijanic, D. (2021). The effect of post-processing heat treatment on the microstructure, residual stress and mechanical properties of selective laser melted 316L stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 821, 141611.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141611>
- Choo, H., Koehler, M. R., White, L. P., Ren, Y., Morin, D., & Garlea, E. (2020). Influence of defect characteristics on tensile deformation of an additively manufactured stainless steel: Evolutions of texture and intergranular strain. *Materials Science and Engineering: A*, 791, 139637.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139637>
- Coughlin, J., Hicks, T., Dougherty, P., & Attanasio, S. (2020). Development and Testing of 316L Stainless Steel Metal Additive Manufacturing Test Articles for Powder Bed Fusion and Directed Energy Deposition Processes. *Structural Integrity of Additive Manufactured Parts*, 250-277.
- Cutolo, A., Elangeswaran, C., de Formanoir, C., Muralidharan, G. K., & Van Hooreweder, B. (2019). Effect of Heat Treatments on Fatigue Properties of Ti-6Al-4V and 316L Produced by Laser Powder Bed Fusion in As-Built Surface Condition. 395-405. https://doi.org/10.1007/978-3-030-05861-6_36
- Darvish, K., Chen, Z. W., Phan, M. A. L., & Pasang, T. (2018). Selective laser melting of Co-29Cr-6Mo alloy with laser power 180-360 W: Cellular growth, intercellular spacing and the related thermal condition. *Materials Characterization*, 135, 183-191.
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.11.042>
- Dong, E., Yu, W., & Cai, Q. (2017). Alpha-case kinetics and high temperature plasticity of Ti-6Al-4V alloy oxidized in different phase regions. *Procedia Engineering*, 207, 2149-2154.
- Dong, Z., Zhang, X., Shi, W., Zhou, H., Lei, H., & Liang, J. (2018). Study of Size Effect on Microstructure and Mechanical Properties of AlSi10Mg Samples Made by Selective Laser Melting. *Materials (Basel)*, 11(12). <https://doi.org/10.3390/ma11122463>
- Dongare, S. (2012). *Development of a technique for testing of tensile properties with miniature size specimens for metal additive manufacturing* [Masters Theses, Missouri University of Science and Technology].
http://scholarsmine.mst.edu/masters_theses/7532/?utm_source=scholarsmine.mst.edu%2Fmasters_theses%2F7532&utm_medium=PDF&utm_campaign=PDFCoverPages

- Dryepondt, S., Nandwana, P., Fernandez-Zelaia, P., & List, F. (2021). Microstructure and high temperature tensile properties of 316L fabricated by laser powder-bed fusion. *Additive Manufacturing*, 37, 101723. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101723>
- Džugan, J., Konopik, P., Rund, M., & Prochazka, R. (2015). Determination of Local Tensile and Fatigue Properties With the Use of Sub-Sized Specimens. (56925), V01AT01A066. <https://doi.org/10.1115/PVP2015-45958>
- Dzugan, J., Prochazka, R., & Konopik, P. (2017). *Low Cycle Fatigue Tests With the Use of Miniaturized Test Specimens*. ASME 2017 Pressure Vessels and Piping Conference (vol. Volume 1A: Codes and Standards). <https://doi.org/10.1115/pvp2017-66174>
- Dzugan, J., Prochazka, R., Rund, M., Podany, P., Konopik, P., Seifi, M., & Lewandowski, J. J. (2018). Effects of thickness and orientation on the small scale fracture behaviour of additively manufactured Ti-6Al-4V. *Materials Characterization*. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.04.003>
- Dzugan, J., Sibr, M., Konopík, P., Procházka, R., & Rund, M. (2017). Mechanical properties determination of AM components. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 179, 012019. <https://doi.org/10.1088/1757-899x/179/1/012019>
- Edy, F., Le, V.-D., Biere, C., Perez, M., Pessard, E., Morel, F., . . . Viguier, B. (2020). From the fatigue properties of Ti6Al4V produced by ALM selective laser melting process to the mechanical design of an aeronautical part. *MATEC Web of Conferences*, 321, 03032. <https://doi.org/10.1051/mateconf/202032103032>
- El Haddad, M., Smith, K., & Topper, T. (1979). Fatigue crack propagation of short cracks.
- El Khoukhi, D., Morel, F., Saintier, N., Bellett, D., Osmond, P., & Le, V.-D. (2021). Probabilistic modeling of the size effect and scatter in High Cycle Fatigue using a Monte-Carlo approach: Role of the defect population in cast aluminum alloys. *International Journal of Fatigue*, 147, 106177. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2021.106177>
- El Khoukhi, D., Morel, F., Saintier, N., Bellett, D., Osmond, P., Le, V.-D., & Adrien, J. (2019). Experimental investigation of the size effect in high cycle fatigue: Role of the defect population in cast aluminium alloys. *International Journal of Fatigue*, 129, 105222. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.105222>
- Elambasseril, J., Rogers, J., Wallbrink, C., Munk, D., Leary, M., & Qian, M. (2022). Laser powder bed fusion additive manufacturing (LPBF-AM): the influence of design features and LPBF variables on surface topography and effect on fatigue properties. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 1-37. <https://doi.org/10.1080/10408436.2022.2041396>
- Emanuelli, L., Molinari, A., Facchini, L., Sbettega, E., Carmignato, S., Bandini, M., & Benedetti, M. (2022). Effect of heat treatment temperature and turning residual stresses on the plain and notch fatigue strength of Ti-6Al-4V additively manufactured via laser powder bed fusion. *International Journal of Fatigue*, 162, 107009. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2022.107009>
- Etesami, S. A., Fotovvati, B., & Asadi, E. (2022). Heat treatment of Ti-6Al-4V alloy manufactured by laser-based powder-bed fusion: Process, microstructures, and mechanical properties correlations. *Journal of Alloys and Compounds*, 895, 162618. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.162618>
- Fousova, M., Vojtech, D., Doubrava, K., Daniel, M., & Lin, C. F. (2018). Influence of Inherent Surface and Internal Defects on Mechanical Properties of Additively Manufactured Ti6Al4V Alloy: Comparison between Selective Laser Melting and Electron Beam Melting. *Materials (Basel)*, 11(4). <https://doi.org/10.3390/ma11040537>
- Gabauer, W. (2000). The determination of uncertainties in tensile testing. *Voest-Alpine Stahl Linz GmbH: Linz, Austria*.
- Gaillard, Q., Cazottes, S., Boulnat, X., Dancette, S., & Desrayaud, C. (2022). Microstructure, texture and mechanical properties with raw surface states of Ti-6Al-4V parts built by L-PBF. *Procedia CIRP*, 108, 698-703.
- Ghosh, A., Biswas, S., Turner, T., Kietzig, A.-M., & Brochu, M. (2021). Surface, microstructure, and tensile deformation characterization of LPBF SS316L microstruts micromachined with

- femtosecond laser. *Materials & Design*, 210, 110045.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110045>
- Ghosh, A., Kumar, A., Wang, X., Kietzig, A.-M., & Brochu, M. (2022). Analysis of the effect of surface morphology on tensile behavior of LPBF SS316L microstruts. *Materials Science and Engineering: A*, 831, 142226. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142226>
- Hatami, S. (2021). Variation of fatigue strength of parts manufactured by laser powder bed fusion. *Powder Metallurgy*, 65(3), 259-264. <https://doi.org/10.1080/00325899.2021.2010932>
- Holländer, D., Kulawinski, D., Weidner, A., Thiele, M., Biermann, H., & Gampe, U. (2016). Small-scale specimen testing for fatigue life assessment of service-exposed industrial gas turbine blades. *International Journal of Fatigue*, 92, 262-271. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.07.014>
- Hossain, U., Ghouse, S., Nai, K., & Jeffers, J. R. T. (2021). Mechanical and morphological properties of additively manufactured SS316L and Ti6Al4V micro-struts as a function of build angle. *Additive Manufacturing*, 46, 102050. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102050>
- Kashaev, N., Horstmann, M., Ventzke, V., Riekehr, S., & Huber, N. (2013). Comparative study of mechanical properties using standard and micro-specimens of base materials Inconel 625, Inconel 718 and Ti-6Al-4V. *Journal of Materials Research and Technology*, 2(1), 43-47.
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2013.03.003>
- Kasperovich, G., Haubrich, J., Gussone, J., & Requena, G. (2016). Correlation between porosity and processing parameters in TiAl6V4 produced by selective laser melting. *Materials & Design*, 105, 160-170. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.05.070>
- Kasperovich, G., & Hausmann, J. (2015). Improvement of fatigue resistance and ductility of TiAl6V4 processed by selective laser melting. *Journal of Materials Processing Technology*, 220, 202-214.
<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.01.025>
- Kotzem, D., Kleszczynski, S., Stern, F., Elspaß, A., Tenkamp, J., Witt, G., & Walther, F. (2021). Impact of single structural voids on fatigue properties of AISI 316L manufactured by laser powder bed fusion. *International Journal of Fatigue*, 148, 106207.
<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2021.106207>
- Kuguel, R. (1961). *A relation between theoretical stress concentration factor and fatigue notch factor deduced from the concept of highly stressed volume*. ASTM proc (vol. 61, p. 732-748).
- Kurzynowski, T., Gruber, K., Stopyra, W., Kuźnicka, B., & Chlebus, E. (2018). Correlation between process parameters, microstructure and properties of 316 L stainless steel processed by selective laser melting. *Materials Science and Engineering: A*, 718, 64-73.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.103>
- Le, V.-D., Pessard, E., Morel, F., & Edy, F. (2019). Interpretation of the fatigue anisotropy of additively manufactured TA6V alloys via a fracture mechanics approach. *Engineering Fracture Mechanics*, 214, 410-426. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2019.03.048>
- Le, V.-D., Pessard, E., Morel, F., & Prigent, S. (2020). Fatigue behaviour of additively manufactured Ti-6Al-4V alloy: The role of defects on scatter and statistical size effect. *International Journal of Fatigue*, 140, 105811. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.105811>
- Lee, S. M., Muztahid; Zheng, Jingyi; Shao, Shuai; Shamsaei, Nima (2021). *Locational dependency of additively manufactured parts: effects of surface roughness on fatigue behavior*. Solid Freeform Fabrication 2021.
- Leuders, S., Thöne, M., Riemer, A., Niendorf, T., Tröster, T., Richard, H. A., & Maier, H. J. (2013). On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance. *International Journal of Fatigue*, 48, 300-307.
<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.11.011>
- Liu, F., He, C., Chen, Y., Zhang, H., Wang, Q., & Liu, Y. (2020). Effects of defects on tensile and fatigue behaviors of selective laser melted titanium alloy in very high cycle regime. *International Journal of Fatigue*, 140, 105795. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.105795>

- Lord, J. D., Roebuck, B., Morrell, R., & Lube, T. (2010). 25year perspectiveAspects of strain and strength measurement in miniaturised testing for engineering metals and ceramics. *Materials Science and Technology*, 26(2), 127-148. <https://doi.org/10.1179/026708309x12584564052012>
- Lütjering, G. (1998). Influence of processing on microstructure and mechanical properties of ($\alpha+\beta$) titanium alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 243(1), 32-45. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00778-8](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00778-8)
- Lütjering, G. W., J.C. (2007). *Titanium* (2^e éd.).
- Machry, T., Eatock, D., Meyer, J., Antonysamy, A., Ho, A., & Prangnell, P. (2016). Effect of microstructure on the tensile strength of Ti6Al4V specimens manufactured using additive manufacturing electron beam process. *Powder Metallurgy*, 59(1), 41-50. <https://doi.org/10.1080/00325899.2015.1123800>
- Marattukalam, J. J., Karlsson, D., Pacheco, V., Beran, P., Wiklund, U., Jansson, U., . . . Sahlberg, M. (2020). The effect of laser scanning strategies on texture, mechanical properties, and site-specific grain orientation in selective laser melted 316L SS. *Materials & Design*, 193, 108852. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108852>
- Meng, L. X., Yang, H. J., Ben, D. D., Ji, H. B., Lian, D. L., Ren, D. C., . . . Zhang, Z. F. (2022). Effects of defects and microstructures on tensile properties of selective laser melted Ti6Al4V alloys fabricated in the optimal process zone. *Materials Science and Engineering: A*, 830, 142294. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142294>
- Merot, P., Morel, F., Gallegos Mayorga, L., Pessard, E., Buttin, P., & Baffie, T. (2022). Observations on the influence of process and corrosion related defects on the fatigue strength of 316L stainless steel manufactured by Laser Powder Bed Fusion (L-PBF). *International Journal of Fatigue*, 155, 106552. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2021.106552>
- Mertová, K., & Džugan, J. (2019). *Usage of miniature specimens to investigate tensile properties of 3D-printed Ti-6Al-4V*. Proc. 28th. Int. Conf. Metall. Mater (p. 1628-1633).
- Mertová, K., Džugan, J., Roudnická, M., Daniel, M., Vojtěch, D., Seifi, M., & Lewandowski, J. J. (2020). Build Size and Orientation Influence on Mechanical Properties of Powder Bed Fusion Deposited Titanium Parts. *Metals*, 10(10), 1340. <https://doi.org/10.3390/met10101340>
- Mezzetta, J., Choi, J.-P., Milligan, J., Danovitch, J., Chekir, N., Bois-Brochu, A., . . . Brochu, M. (2018). Microstructure-Properties Relationships of Ti-6Al-4V Parts Fabricated by Selective Laser Melting. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*, 5(5), 605-612. <https://doi.org/10.1007/s40684-018-0062-1>
- Mishurova, T., Artzt, K., Haubrich, J., Requena, G., & Bruno, G. (2019). New aspects about the search for the most relevant parameters optimizing SLM materials. *Additive Manufacturing*, 25, 325-334. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.11.023>
- Moran, T. P., Carrion, P. E., Lee, S., Shamsaei, N., Phan, N., & Warner, D. H. (2022). Hot Isostatic Pressing for Fatigue Critical Additively Manufactured Ti-6Al-4V. *Materials (Basel)*, 15(6). <https://doi.org/10.3390/ma15062051>
- Moridi, A., Demir, A. G., Caprio, L., Hart, A. J., Previtali, B., & Colosimo, B. M. (2019). Deformation and failure mechanisms of Ti-6Al-4V as built by selective laser melting. *Materials Science and Engineering: A*, 768, 138456. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138456>
- Morris Wang, Y., Voisin, T., McKeown, J. T., Ye, J., Calta, N. P., Li, Z., . . . Zhu, T. (2018). Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility. *Nat Mater*, 17(1), 63-71. <https://doi.org/10.1038/nmat5021>
- Moura, L. S., Vittoria, G. D., Gabriel, A. H. G., Fonseca, E. B., Gabriel, L. P., Webster, T. J., & Lopes, É. S. N. (2020). A highly accurate methodology for the prediction and correlation of mechanical properties based on the slimness ratio of additively manufactured tensile test specimens. *Journal of Materials Science*, 55(22), 9578-9596. <https://doi.org/10.1007/s10853-020-04654-y>
- Murakami, Y. (2019). *Metal fatigue: effects of small defects and nonmetallic inclusions*. Academic Press.
- Murchio, S., Dallago, M., Zanini, F., Carmignato, S., Zappini, G., Berto, F., . . . Benedetti, M. (2021). Additively manufactured Ti-6Al-4V thin struts via laser powder bed fusion: Effect of building

- orientation on geometrical accuracy and mechanical properties. *J Mech Behav Biomed Mater*, 119, 104495. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2021.104495>
- Murphy-Leonard, A. D., Pagan, D. C., Callahan, P. G., Heinkel, Z. K., Jasien, C. E., & Rowenhorst, D. J. (2021). Investigation of porosity, texture, and deformation behavior using high energy X-rays during in-situ tensile loading in additively manufactured 316L stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 810, 141034. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141034>
- Narra, S. P., Rollett, A. D., Ngo, A., Scannapieco, D., Shahabi, M., Reddy, T., . . . Lewandowski, J. J. (2023). Process qualification of laser powder bed fusion based on processing-defect structure-fatigue properties in Ti-6Al-4V. *Journal of Materials Processing Technology*, 311, 117775. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2022.117775>
- Nicholas, T. (2002). Step loading for very high cycle fatigue. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 25(8-9), 861-869.
- Oliver, D. (1928). Proposed new criteria of ductility from a new law connecting the percentage elongation with size of test-piece. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, 115(1), 827-864.
- Palanivel, S., Dutt, A. K., Faierston, E. J., & Mishra, R. S. (2016). Spatially dependent properties in a laser additive manufactured Ti-6Al-4V component. *Materials Science and Engineering: A*, 654, 39-52. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.12.021>
- Pauzon, C., Leicht, A., Klement, U., Forêt, P., & Hryha, E. (2020). Effect of the Process Gas and Scan Speed on the Properties and Productivity of Thin 316L Structures Produced by Laser-Powder Bed Fusion. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 51(10), 5339-5350. <https://doi.org/10.1007/s11661-020-05923-w>
- Pauzon, C., Mishurova, T., Evsevlev, S., Dubiez-Le Goff, S., Murugesan, S., Bruno, G., & Hryha, E. (2021). Residual stresses and porosity in Ti-6Al-4V produced by laser powder bed fusion as a function of process atmosphere and component design. *Additive Manufacturing*, 47, 102340. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102340>
- Pegues, J., Roach, M., Scott Williamson, R., & Shamsaei, N. (2018). *Volume Effects on the Fatigue Behavior of Additively Manufactured Ti-6Al-4V Parts* 29th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium.
- Persenot, T., Burr, A., Martin, G., Buffiere, J.-Y., Dendievel, R., & Maire, E. (2019). Effect of build orientation on the fatigue properties of as-built Electron Beam Melted Ti-6Al-4V alloy. *International Journal of Fatigue*, 118, 65-76. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.08.006>
- Persenot, T., Martin, G., Dendievel, R., Buffière, J.-Y., & Maire, E. (2018). Enhancing the tensile properties of EBM as-built thin parts: Effect of HIP and chemical etching. *Materials Characterization*, 143, 82-93. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.01.035>
- Pessard, E., Lavalie, M., Laheurte, P., Didier, P., & Brochu, M. (2021). High-cycle fatigue behavior of a laser powder bed fusion additive manufactured Ti-6Al-4V titanium: Effect of pores and tested volume size. *International Journal of Fatigue*, 149, 106206. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2021.106206>
- Pham, M. S., Dovgvy, B., & Hooper, P. A. (2017). Twinning induced plasticity in austenitic stainless steel 316L made by additive manufacturing. *Materials Science and Engineering: A*, 704, 102-111. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.07.082>
- Phillips, C., & Heywood, R. (1951). The size effect in fatigue of plain and notched steel specimens loaded under reversed direct stress. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, 165(1), 113-124.
- Phutela, C., Aboulkhair, N. T., Tuck, C. J., & Ashcroft, I. (2019). The Effects of Feature Sizes in Selectively Laser Melted Ti-6Al-4V Parts on the Validity of Optimised Process Parameters. *Materials (Basel)*, 13(1). <https://doi.org/10.3390/ma13010117>
- Pitrmuc, Z., Simota, J., Beranek, L., Mikes, P., Andronov, V., Sommer, J., & Holesovsky, F. (2022). Mechanical and Microstructural Anisotropy of Laser Powder Bed Fusion 316L Stainless Steel. *Materials (Basel)*, 15(2). <https://doi.org/10.3390/ma15020551>

- Pothen, M., Winands, K., & Klocke, F. (2017). Compensation of scanner based inertia for laser structuring processes. *Journal of Laser Applications*, 29(1), 012017. <https://doi.org/10.2351/1.4974906>
- Promoppatum, P., Taprachareon, K., Chayasombat, B., & Tanprayoon, D. (2022). Understanding size-dependent thermal, microstructural, mechanical behaviors of additively manufactured Ti-6Al-4V from experiments and thermo-metallurgical simulation. *Journal of Manufacturing Processes*, 75, 1162-1174. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2022.01.068>
- Qiu, C., Kindi, M. A., Aladawi, A. S., & Hatmi, I. A. (2018). A comprehensive study on microstructure and tensile behaviour of a selectively laser melted stainless steel. *Sci Rep*, 8(1), 7785. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-26136-7>
- Riabov, D., Leicht, A., Ahlström, J., & Hryha, E. (2021). Investigation of the strengthening mechanism in 316L stainless steel produced with laser powder bed fusion. *Materials Science and Engineering: A*, 822, 141699. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141699>
- Roach, A. M., White, B. C., Garland, A., Jared, B. H., Carroll, J. D., & Boyce, B. L. (2020). Size-dependent stochastic tensile properties in additively manufactured 316L stainless steel. *Additive Manufacturing*, 32, 101090. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101090>
- Röttger, A., Boes, J., Theisen, W., Thiele, M., Esen, C., Edelmann, A., & Hellmann, R. (2020). Microstructure and mechanical properties of 316L austenitic stainless steel processed by different SLM devices. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 108(3), 769-783. <https://doi.org/10.1007/s00170-020-05371-1>
- S, K. H. T. (1976). Applicability of fracture mechanics to very small cracks or the cracks in the early stage. *Proc. of 2nd ICM, Cleveland, 1976*, 627-631.
- Sepe, R., Franchitti, S., Borrelli, R., Di Caprio, F., Armentani, E., & Caputo, F. (2020). Correlation between real geometry and tensile mechanical behaviour for Ti6Al4V electron beam melted thin specimens. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 107, 102519. <https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2020.102519>
- Sergueeva, A. V., Zhou, J., Meacham, B. E., & Branagan, D. J. (2009). Gage length and sample size effect on measured properties during tensile testing. *Materials Science and Engineering: A*, 526(1-2), 79-83. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.07.046>
- Shrestha, R., Simsiriwong, J., Shamsaei, N., Thompson, S. M., & Bian, L. (2016). *Effect of build orientation on the fatigue behavior of stainless steel 316L manufactured via a laser-powder bed fusion process*. 27th Annual Solid Freeform Fabrication Symposium Proceedings (p. 605-616).
- Simonelli, M., Tse, Y. Y., & Tuck, C. (2014). Effect of the build orientation on the mechanical properties and fracture modes of SLM Ti-6Al-4V. *Materials Science and Engineering: A*, 616, 1-11. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.07.086>
- Soltani-Tehrani, A., Isaac, J. P., Tippur, H. V., Silva, D. F., Shao, S., & Shamsaei, N. (2022). Ti-6Al-4V powder reuse in laser powder bed fusion (L-PBF): The effect on porosity, microstructure, and mechanical behavior. *International Journal of Fatigue*, 107343. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2022.107343>
- Soltani-Tehrani, A., Pegues, J., & Shamsaei, N. (2020). Fatigue behavior of additively manufactured 17-4 PH stainless steel: The effects of part location and powder re-use. *Additive Manufacturing*, 36, 101398. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101398>
- Sombatmai, A., Uthaisangsk, V., Wongwises, S., & Promoppatum, P. (2021). Multiscale investigation of the influence of geometrical imperfections, porosity, and size-dependent features on mechanical behavior of additively manufactured Ti-6Al-4V lattice struts. *Materials & Design*, 209, 109985. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109985>
- Suard, M., Martin, G., Lhuissier, P., Dendievel, R., Vignat, F., Blandin, J. J., & Villeneuve, F. (2015). Mechanical equivalent diameter of single struts for the stiffness prediction of lattice structures produced by Electron Beam Melting. *Additive Manufacturing*, 8, 124-131. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2015.10.002>
- Tanaka, K. (2019). The $\cos\alpha$ method for X-ray residual stress measurement using two-dimensional detector. *Mechanical Engineering Reviews*, 6(1), 18-00378-00318-00378.

- van Zyl, I., Moletsane, M., Krakhmalev, P., Yadroitsava, I., & Yadroitsev, I. (2016). Validation of Miniaturised Tensile Testing on Dmls Ti6Al4v (Eli) Specimens. *South African Journal of Industrial Engineering*, 27(3). <https://doi.org/10.7166/27-3-1666>
- Vayssette, B., Saintier, N., Brugger, C., El May, M., & Pessard, E. (2019). Numerical modelling of surface roughness effect on the fatigue behavior of Ti-6Al-4V obtained by additive manufacturing. *International Journal of Fatigue*, 123, 180-195. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.02.014>
- Vayssette, B., Saintier, N., Brugger, C., Elmay, M., & Pessard, E. (2018). Surface roughness of Ti-6Al-4V parts obtained by SLM and EBM: Effect on the High Cycle Fatigue life. *Procedia Engineering*, 213, 89-97. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.proeng.2018.02.010>
- Veetil, J. K., Khorasani, M., Ghasemi, A., Rolfe, B., Vrooijink, I., Van Beurden, K., . . . Gibson, I. (2021). Build position-based dimensional deviations of laser powder-bed fusion of stainless steel 316L. *Precision Engineering*, 67, 58-68. <https://doi.org/10.1016/j.precisioneng.2020.09.024>
- Vilaro, T., Colin, C., & Bartout, J. D. (2011). As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(10), 3190-3199. <https://doi.org/10.1007/s11661-011-0731-y>
- Voisin, T., Calta, N. P., Khairallah, S. A., Forien, J.-B., Balogh, L., Cunningham, R. W., . . . Wang, Y. M. (2018). Defects-dictated tensile properties of selective laser melted Ti-6Al-4V. *Materials & Design*, 158, 113-126. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.08.004>
- Voisin, T., Forien, J.-B., Perron, A., Aubry, S., Bertin, N., Samanta, A., . . . Wang, Y. M. (2021). New insights on cellular structures strengthening mechanisms and thermal stability of an austenitic stainless steel fabricated by laser powder-bed-fusion. *Acta Materialia*, 203, 116476. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.11.018>
- Voloskov, B., Evlashin, S., Dagesyan, S., Abaimov, S., Akhatov, I., & Sergeichev, I. (2020). Very High Cycle Fatigue Behavior of Additively Manufactured 316L Stainless Steel. *Materials (Basel)*, 13(15). <https://doi.org/10.3390/ma13153293>
- Wang, L., Zhang, Y., Chia, H. Y., & Yan, W. (2022). Mechanism of keyhole pore formation in metal additive manufacturing. *npj Computational Materials*, 8(1). <https://doi.org/10.1038/s41524-022-00699-6>
- Wang, X., Muñoz-Lerma, J. A., Attarian Shandiz, M., Sanchez-Mata, O., & Brochu, M. (2019). Crystallographic-orientation-dependent tensile behaviours of stainless steel 316L fabricated by laser powder bed fusion. *Materials Science and Engineering: A*, 766, 138395. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138395>
- Wang, X., Muñoz-Lerma, J. A., Sánchez-Mata, O., Attarian Shandiz, M., & Brochu, M. (2018). Microstructure and mechanical properties of stainless steel 316L vertical struts manufactured by laser powder bed fusion process. *Materials Science and Engineering: A*, 736, 27-40. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.08.069>
- Wanjara, P., Backman, D., Sikan, F., Gholipour, J., Amos, R., Patnaik, P., & Brochu, M. (2022). Microstructure and Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Additively Manufactured by Electron Beam Melting with 3D Part Nesting and Powder Reuse Influences. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 6(1), 21. <https://doi.org/10.3390/jmmp6010021>
- Wawrzyniak, N., Provencher, P. R., Brochu, M., & Brochu, M. (2022). Tensile properties of SS316L produced by LPBF: influence of specimen dimensions and surface condition *Polytechnique Montreal*. [Manuscript submitted for publication].
- Wawrzyniak, N., Wanjara, P., Brochu, M., & Brochu, M. (2022). Measuring the tensile properties of Ti6Al4V fabricated by laser powder bed fusion: influence of specimen dimensions *Polytechnique Montreal*. [Manuscript submitted for publication].
- Wilson-Heid, A. E., Novak, T. C., & Beese, A. M. (2018). Characterization of the Effects of Internal Pores on Tensile Properties of Additively Manufactured Austenitic Stainless Steel 316L. *Experimental Mechanics*, 59(6), 793-804. <https://doi.org/10.1007/s11340-018-00465-0>

- Wu, G. Q., Shi, C. L., Sha, W., Sha, A. X., & Jiang, H. R. (2013). Effect of microstructure on the fatigue properties of Ti-6Al-4V titanium alloys. *Materials & Design*, 46, 668-674. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.10.059>
- Wycisk, E., Siddique, S., Herzog, D., Walther, F., & Emmelmann, C. (2015). Fatigue Performance of Laser Additive Manufactured Ti-6Al-4V in Very High Cycle Fatigue Regime up to 10⁹ Cycles. *Frontiers in Materials*, 2. <https://doi.org/10.3389/fmats.2015.00072>
- Wycisk, E., Solbach, A., Siddique, S., Herzog, D., Walther, F., & Emmelmann, C. (2014). Effects of Defects in Laser Additive Manufactured Ti-6Al-4V on Fatigue Properties. *Physics Procedia*, 56, 371-378. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2014.08.120>
- Xu, W., Brandt, M., Sun, S., Elambasseril, J., Liu, Q., Latham, K., . . . Qian, M. (2015). Additive manufacturing of strong and ductile Ti-6Al-4V by selective laser melting via in situ martensite decomposition. *Acta Materialia*, 85, 74-84. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.11.028>
- Xu, W., Lui, E. W., Pateras, A., Qian, M., & Brandt, M. (2017). In situ tailoring microstructure in additively manufactured Ti-6Al-4V for superior mechanical performance. *Acta Materialia*, 125, 390-400. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.12.027>
- Yakout, M., Elbestawi, M. A., & Veldhuis, S. C. (2017). On the characterization of stainless steel 316L parts produced by selective laser melting. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 95(5-8), 1953-1974. <https://doi.org/10.1007/s00170-017-1303-0>
- Yamashita, Y., Murakami, T., Mihara, R., Okada, M., & Murakami, Y. (2018). Defect analysis and fatigue design basis for Ni-based superalloy 718 manufactured by selective laser melting. *International Journal of Fatigue*, 117, 485-495. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.08.002>
- Yu, C., Zhong, Y., Zhang, P., Zhang, Z., Zhao, C., Zhang, Z., . . . Liu, W. (2020). Effect of Build Direction on Fatigue Performance of L-PBF 316L Stainless Steel. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*. <https://doi.org/10.1007/s40195-019-00983-3>
- Zhang, B., Li, Y., & Bai, Q. (2017). Defect Formation Mechanisms in Selective Laser Melting: A Review. *Chinese Journal of Mechanical Engineering*, 30(3), 515-527. <https://doi.org/10.1007/s10033-017-0121-5>
- Zhang, L., Harrison, W., Yar, M. A., Brown, S. G. R., & Lavery, N. P. (2021). The development of miniature tensile specimens with non-standard aspect and slimmness ratios for rapid alloy prototyping processes. *Journal of Materials Research and Technology*, 15, 1830-1843. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.09.029>
- Zhao, R., Chen, C., Wang, W., Cao, T., Shuai, S., Xu, S., . . . Ren, Z. (2022). On the role of volumetric energy density in the microstructure and mechanical properties of laser powder bed fusion Ti-6Al-4V alloy. *Additive Manufacturing*, 51, 102605. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.102605>
- Zheng, P., Chen, R., Liu, H., Chen, J., Zhang, Z., Liu, X., & Shen, Y. (2020). On the standards and practices for miniaturized tensile test – A review. *Fusion Engineering and Design*, 161, 112006. <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2020.112006>
- Zhou, B., Zhou, J., Li, H., & Lin, F. (2018). A study of the microstructures and mechanical properties of Ti6Al4V fabricated by SLM under vacuum. *Materials Science and Engineering: A*, 724, 1-10. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.03.021>