Résistance en fatigue de pièces en alliage Ti-6Al-4V produites par fusion laser sur lit de poudre avec de la porosité induite : relation procédé-défauts-propriétés

par

Etienne MOQUIN

MÉMOIRE PAR ARTICLE PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE LA MAÎTRISE AVEC MÉMOIRE EN GÉNIE MÉCANIQUE M. Sc. A.

MONTRÉAL, LE 27 AVRIL 2023

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Etienne Moquin, 2023



Cette licence <u>Creative Commons</u> signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Vladimir Brailovski, directeur de mémoire Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Patrick Terriault, président du jury Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Vincent Demers, membre du jury Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Sébastien Lalonde, membre du jury Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 4 AVRIL 2023

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

J'aimerais tout d'abord remercier mon directeur de recherche Vladimir Brailovski. Son implication et sa disponibilité exceptionnelle m'ont permis de réaliser des travaux dont je suis fier. Ses qualités scientifiques et humaines m'ont également permis de me développer sur un plan professionnel et personnel.

Je tiens ensuite à remercier l'ensemble de mes collègues du LAMSI avec qui je me suis lié d'amitié au cours de ma maîtrise. Les années passées avec vous m'ont permis d'associer des moments d'apprentissage à des souvenirs d'entraide qui resteront longtemps avec moi. J'aimerais adresser des remerciements particuliers à Alena, Anatolie, Erika, Linh-Aurore, Morgan et Salah-Eddine qui m'ont aidé dans l'apprentissage technique et la réalisation de multiples tâches.

J'aimerais ensuite remercier le personnel de l'ÉTS, tout particulièrement Serge Plamondon, Radu Romanica et Joël Grignon pour leur expertise technique dans la réalisation des portions expérimentales du projet.

Puis, je tiens à adresser mes plus sincères remerciements à l'équipe de Bell Textron et plus particulièrement à Maxime Lapalme et Jérôme Borie. J'ai grandement apprécié mes visites chez Bell Textron et nos échanges dans le contexte du projet. Leurs compétences techniques et scientifiques m'ont permis de voir les essais réalisés dans le projet sous un autre œil et de les comprendre un peu mieux dans le contexte d'une industrie.

Finalement, le dernier remerciement et non le moindre va à ma famille. À mes parents Chantal et Raymond qui m'ont appuyé dans cette voie et qui m'ont supporté d'un nombre de manières incalculables. À ma sœur Joëlle, qui m'a toujours fait rire et m'a poussé à réfléchir sous d'autres angles. À ma conjointe Estelle, dont la passion et le dévouement m'ont permis de passer à travers tous les obstacles sur mon chemin.

Résistance en fatigue de pièces en alliage Ti-6Al-4V produites par fusion laser sur lit de poudre avec de la porosité induite : relation procédé-défauts-propriétés

Etienne Moquin

RÉSUMÉ

L'industrie de la fabrication additive métallique et plus spécifiquement de la fusion laser sur lit de poudre (*laser powder bed fusion* ou LPBF en anglais) est en constante expansion depuis plusieurs dizaines d'années. Cette expansion est due aux nombreux avantages qu'offre cette méthode de fabrication par rapport aux méthodes conventionnelles. Toutefois, ce procédé de mise en forme, par sa complexité, engendre des défauts affectant les propriétés mécaniques des composants fabriqués et restreint son utilisation dans l'industrie. Parmi ces défauts, la porosité est particulière puisqu'elle ne peut pas être supprimée complètement et que sa détection est ardue et couteuse. Sachant qu'un niveau résiduel de porosité est donc inévitable et que celui-ci affecte les propriétés mécaniques des pièces, il devient crucial d'être en mesure de détecter et de caractériser les pores afin de déterminer si leur présence est critique dans une application particulière.

Pour y arriver, le mémoire est divisé de la manière suivante :

Le premier chapitre fournit une revue de littérature de l'état de l'industrie de la fabrication additive, du procédé de LPBF, des caractéristiques du Ti-6Al-4V (Ti64) mis en forme par LPBF, de la conception tolérante aux dommages et de l'endommagement par fatigue de matériaux mis en forme par LPBF.

Le second chapitre prend la forme d'un article scientifique et traite de la méthodologie ayant permis de fabriquer par LPBF trois groupes d'échantillons (HED, OED et LED) en Ti64 contenant des pores intentionnellement induits lors de la mise en forme par la sélection de paramètres de fabrication distincts. Ces échantillons sont ensuite soumis à des analyses de composition chimique, de la microstructure et de la porosité, ainsi qu'aux essais de traction, de fatigue et de propagation de fissure. Les analyses montrent que les trois groupes

d'échantillons présentent des caractéristiques semblables à l'exception de la porosité. L'analyse de la composition chimique révèle que la distribution des éléments d'alliage dans tous les groupes correspond aux plages acceptables pour un alliage de Ti64 mis en forme par LPBF. La microstructure de tous les groupes est composée de grains colonnaires β transformés larges de 120 µm et d'une longueur de l'ordre de 500 µm. Après traitements thermiques, les grains colonnaires sont composés majoritairement de lamelles α épaisses de 2 μ m, de 10 % de α globulaire, large de 10 µm, et de 4 % de phase β en forme d'inclusions uniformément distribuées. Le groupe OED présente le niveau de porosité le plus bas (0,003 %) composé majoritairement de pores de faibles et moyennes dimensions ($\sqrt{area} \approx 0.075$ mm) relativement sphériques (rapport de forme ≈ 0.65). Le niveau de porosité dans les groupes HED et LED est dix fois plus élevé (respectivement 0,033 % et 0,044 %), mais les pores du groupe HED sont relativement semblables à ceux du groupe OED ($\sqrt{area} \approx 0.075$ mm et rapport de forme ≈ 0.75), tandis que les pores du groupe LED sont plus larges et plus allongés ($\sqrt{area} \approx$ 0,085 mm et rapport de forme \approx 0,55). En ce qui concerne les propriétés mécaniques, la résistance en traction ($S_v = 890 \text{ MPa}$; $S_u = 990 \text{ MPa}$), le seuil de propagation de fissure longue $(\Delta K_{th} = 3.9 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}})$ et le comportement de propagation des fissures longues sont peu influencés par les variations des caractéristiques de la porosité. Toutefois, l'élongation à la rupture ($\varepsilon_{OED} = 14,93$ %; $\varepsilon_{HED} = 13,64$ %; $\varepsilon_{LED} = 11,30$ %) et la résistance en fatigue à N = 10⁷ cycles ($\Delta \sigma_{f, OED} = 495 \text{ MPa}$; $\Delta \sigma_{f, HED} = 450 \text{ MPa}$; $\Delta \sigma_{f, LED} = 360 \text{ MPa}$) sont fortement influencées par la présence de défauts. Plus spécifiquement, la criticité des pores a été attribuée à leur taille et leur proximité à la surface. Le diagramme de Kitagawa-Takahashi, construit à partir des résultats de cette étude, s'est avéré un outil adéquat, mais conservateur, pour la conception tolérante aux dommages d'échantillons en Ti64 mis en forme par LPBF.

Le troisième chapitre présente une étude de résistance en fatigue réalisée sur des pièces complexes en Ti64 fabriquées par LPBF avec les paramètres HED et OED. Dans ce chapitre, la fabrication des pièces, le banc d'essai, le modèle par éléments finis utilisé pour prédire les contraintes et déformations dans la pièce et le déroulement des essais de fatigue sont abordés. Les essais en fatigue révèlent que la résistance en fatigue des pièces complexes est un dixième de celles des échantillons normalisés pour un niveau de contrainte identique. La résistance en

fatigue inférieure a été attribuée à l'effet du fini de surface tel que fabriqué et aux mécanismes d'endommagement secondaires.

Finalement, les éléments principaux du mémoire sont résumés dans une conclusion et des recommandations pour des études subséquentes sont formulées.

Mots clés : Fabrication additive ; fusion laser sur lit de poudre ; Ti-6Al-4V ; porosité induite ; fatigue ; conception tolérante aux défauts

Fatigue resistance of laser powder bed fused Ti-6Al-4V alloys with purposely-induced porosity: process-structure-property relationship

Etienne MOQUIN

ABSTRACT

Application of additive manufacturing processes and more precisely of Laser Powder Bed Fusion (LPBF) is growing since a few decades. This growth is due to the many benefits offered by this process compared to the conventional manufacturing methods. However, LPBF, by its nature, causes the appearance of specific processing-induced flaws that affect the mechanical properties of parts produced, thus limiting their industrial use Among these defects, porosity is particular since it cannot be completely eliminated and its detection is difficult and costly. Knowing that a residual level of porosity is unavoidable and that it affects the mechanical properties of the parts, it becomes crucial to be able to detect and characterize pores in order to determine if their presence is critical in a particular application.

In order to give a full picture of this problematic and provide an answer useful for the scientific and engineering community, this master thesis will be divided as such:

The first chapter presents a literature review of the additive manufacturing market, LPBF process, characteristics of Ti-6Al-4V (Ti64) parts produced by LPBF, damage tolerant design and fatigue and crack propagation mechanisms in parts produced by LPBF.

The second chapter takes the shape of a scientific article and describes the methodology that was used to manufacture, using LPBF, three groups of Ti64 specimens with purposely- induced porosity. The specimens were then subjected to analyses of their chemical composition, microstructure and porosity and also to tensile, fatigue and crack propagation testing. The study showed that the three groups of specimens manifested similar characteristics with the exception of porosity. Chemical composition analysis reveals that elements distribution are within acceptable ranges for an LPBF-formed Ti64 alloy. The microstructure of all groups is composed of prior β -columnar grains 120 µm wide and about 500 µm high. After heat

XII

treatments, the columnar grains are composed mostly of 2 μ m thick α lamellae, 10% globular α , 10 µm wide, and 4% inclusions of β phase. The OED group has the lowest porosity level (0,003 %) composed mostly of small to medium seized pores ($\sqrt{area} \approx 0.075$ mm) relatively spherical (aspect ratio ≈ 0.65). The level of porosity in the HED and LED groups is ten times higher (0.033% and 0.044%, respectively), but while pores in the HED group are relatively similar to those in the OED group ($\sqrt{area} \approx 0.075$ mm and aspect ratio ≈ 0.75), pores in the LED group are larger and more elongated ($\sqrt{area} \approx 0.085$ mm and aspect ratio ≈ 0.55). With respect to mechanical properties, tensile strength ($S_v = 890$ MPa; $S_u = 990$ MPa), long crack propagation threshold ($\Delta K_{th} = 3.9$ MPa m^{1/2}) and long crack propagation behavior are minimally influenced by variations in the porosity characteristics. However, elongation at break ($\varepsilon_{OED} = 14,93$ %; $\varepsilon_{HED} = 13,64$ %; $\varepsilon_{LED} = 11,30$ %) and fatigue strength at N = 10⁷ cycles ($\Delta \sigma_{f, OED} = 495$ MPa; $\Delta \sigma_{f, HED} = 450$ MPa; $\Delta \sigma_{f, LED} = 360$ MPa) are highly influenced by the presence of defects. More specifically, the criticality of the pores was attributed to their size and proximity to the surface. The Kitagawa-Takahashi diagram, constructed from the results of this study, appeared to be an adequate, but conservative, tool for damage-tolerant design of LPBF-formed Ti64 samples.

The third chapter presents a study of the fatigue resistance of complex Ti64 parts produced by LPBF. In this chapter, the part manufacturing process, the test bench, the finite elements model used to predict stresses and strains in the parts, the testing protocols and the results obtained are described and discussed. Fatigue testing reveals that the fatigue strength of the complex parts is one-tenth of that of the standard specimens for the same stress level. The lower fatigue strength was attributed to the effect of the as-fabricated surface finish and secondary damage mechanisms.

Finally, in the conclusion, the main elements of the master thesis are summarized and the recommendations for further study are made.

Keywords: Additive manufacturing; laser powder bed fusion, Ti-6Al-4V; processing-induced flaws; fatigue; damage tolerant design

TABLE DES MATIÈRES

Page

INTRO	DUCTION	۱	1
CHAP	ITRE 1 ÉT	AT DES CONNAISSANCES	3
11	Généralité	s sur la fabrication additive	3
1.1	Descriptio	n du procédé de fusion laser sur lit de poudre	5
1.2	Caractérist	tiques du matériau utilisé : Ti-6A1-4V obtenu par fusion laser sur lit de	
1.5	poudre	nques du materiau dunise. Il ordi 4 v obtenu par fusion faser sur ni de	7
	131	Contraintes résiduelles	10
	132	Microstructure	12
	133	Fini de surface	16
	134	Porosité	16
1.4	Conception	n tolérante aux dommages	. 21
1.1	Endomma	gement par fatique de matériaux mis en œuvre par LPBF	
1.5	Résistance	en fatigue des éprouvettes lisses (courbe de Wöhler)	22
1.0	161	Analyse de runture	25
	1.6.2	Propagation de fissure	26
	1.6.2	Résistance à la propagation de fissures longues (diagramme de Paris)	31
	164	Diagramme de Kitagawa-Takahashi	33
17	Problémat	joue de recherche	35
1.7	Objectif de	e recherche	36
CHAP	ITRE 2 Hig	ch cycle fatigue resistance of laser powder bed fused Ti-6Al-4V alloys with purposely-induced porosity: towards damage-tolerant design of	
		printed components	37
2.1	Avant-pro	pos	37
2.2	Résumé		37
2.3	Abstract		38
2.4	Keywords		39
2.5	Introductio	Dn	39
2.6	Methodolo	ogy	49
	2.6.1	Processing and post-processing of specimens with purposely-induced	4.0
		porosity	. 49
	2.6.2	Specimens preparation	. 52
	2.6.3	Specimens characterization	. 54
		2.6.3.1 Chemical composition analysis	. 54
		2.6.3.2 Microstructure analysis	. 54
		2.6.3.3 X-Ray microtomography analysis	. 55
		2.6.3.4 Uniaxial tensile testing	. 56
		2.6.3.5 Uniaxial fatigue testing	. 56
		2.6.3.6 Fractography analysis	. 56
	2.6.4	Fatigue crack growth testing	. 57

	2.6.5	Statistica	al treatment of the results	58
2.7	Results			58
	2.7.1	Chemica	l composition	58
	2.7.2	Phase co	mposition and microstructure of the as-built and heat-treated	
		specimer	1 18	59
		2.7.2.1	Phase composition	59
		2.7.2.2	Microstructure	61
	2.7.3	X-Ray m	nicrotomography	65
	2.7.4	Uniaxial	tensile testing	68
	2.7.5	Uniaxial	fatigue testing	69
	2.7.6	Fractogra	aphy	70
	2.7.7	Fatigue o	track growth testing	75
2.8	Discussion	n		76
	2.8.1	Microstr	ucture	76
	2.8.2	Tensile t	esting, fatigue testing, fractography, tomography and fatigue	
		crack gro	owth testing	78
	2.8.3	Kitagawa	a-Takahashi diagram	81
	2.8.4	Study lir	nitations	
2.9	CONCLU	SION		84
2.10	Acknowle	dgements		86
2.11	Appendix	: Typical f	fractography images for OED and LED	87
		7		
CHAP	PITRE 3 SÉ	RIE D'ES	SSAIS SUR PIÈCES PILOTES	89
3.1	Introducti	on		89
3.2	Sélection	de la pièce	e, conditions de chargement et modifications apportées	90
3.3	Préparatio	n à la fabi	rication	92
	3.3.1	Générati	on des supports	92
	3.3.2	Choix de	es paramètres de fabrication, impression, traitements	
		thermiqu	les, usinage et microtomographie (µCT) des pièces	93
3.4	Modélisat	ion par élé	éments finis	95
3.5	Description	on du banc	d'essai	99
	3.5.1	Banc d'e	essai	99
	3.5.2	Jauges d	e déformation	100
3.6	Conformi	té entre les	s conditions expérimentales et le modèle par éléments finis	103
3.7	Déroulem	ent des es	sais en fatigue	106
3.8	Méthode o	d'analyse	des essais en fatigue	107
3.9	Résultat d	es essais e	en fatigue	109
3.10	Conclusio	n	~	113
CONC	CLUSION			115
RECC	OMMANDA	ATIONS		117
TIOTT	י הרי הליהל	DEMORG		110
LISTE	DE REFE	KENCES	BIRFIOQKALHIÁNE2	119

LISTE DES TABLEAUX

Page

Tableau 2-1	Three combinations of printing parameters	. 51
Tableau 2-2	Chemical compositions of the Ti64 powder, printed specimens (HED, OED and LED), and a standard LPBF alloy	. 59
Tableau 2-3	Tensile mechanical properties	. 69
Tableau 2-4	Microstructure features of the LPBF Ti64 alloy after HT	. 78
Tableau 3-1	Niveau de charges des essais	. 98

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1	Exemple d'une carte de densité d'Inconel 625 Tirée de Letenneur et al. (2019)
Figure 1-2	Processus de LPBF ; a) Machine LPBF, b) Soulèvement du réservoir de poudre, abaissement de la plaque de fabrication et transfert d'une couche de poudre, c) fusion d'une couche de la pièce, d) et e) répétition des étapes b) et c) jusqu'à complétion de la pièce, f) retrait de la pièce complétée Tirée de Crucible (2015)
Figure 1-3	Propriétés en fatigue uniaxiale d'échantillons en Ti64 obtenus par LPBF. La signification des couleurs sur le graphique est la suivante : Gris, méthode de fabrication conventionnelle (forgeage ou moulage) ; noir, surface AB et sans traitement thermique ; jaune, surface AB mais traité thermiquement ; vert, surface usinée mais sans traitement thermique ; rouge, surface usinée et traité thermiquement ; mauve, surface usinée et traitement thermomécanique HIP Tirée de Li, Warner, Fatemi, et Phan (2016)
Figure 1-4	Propagations de fissure dans des échantillons en Ti64 obtenus par LPBF Tirée de Leuders et al. (2013)10
Figure 1-5	Schéma du mécanisme de formation de contraintes résiduelles suivant le passage du laser dans une pièce produite par LPBF Adaptée de Kruth et al. (2012)
Figure 1-6	Diagramme de transformation en refroidissement continu du Ti64 (CCT) Tirée de Sieniawski, Ziaja, Kubiak, et Motyka (2013)13
Figure 1-7	Grains β transformés dans les pièces en Ti64 fabriquées par LPBF Tirée de Kumar et al. (2018)
Figure 1-8	Facteur de concentration de contrainte associé à un pore ayant une section elliptique dans un corp infini en tension Tirée de McGuigan (1998)
Figure 1-9	Disposition du pore par rapport à la surface libre et aux autres pores 20
Figure 1-10	Facteur de concentration de contrainte associé à : a) Deux pores de même diamètre D séparés par une distance (centre à centre) d^* , b) un pore de diamètre D dont le centre est à une distance d de la surface Adaptée de Tammas-Williams, Withers, Todd, et Prangnell (2017) 20

XVIII

Figure 1-11	Schéma du processus d'endommagement par fatigue dans les métaux polycristallins Tirée de Krupp (2007)	23
Figure 1-12	Exemple de courbe de Wöhler sur un alliage d'acier AISI 4340 Tirée de Hudok (1990)	24
Figure 1-13	Modes de propagation de fissure : a) Ouverture (mode I), b) Cisaillement dans le plan (mode II), c) Cisaillement hors-plan (mode III) Tirée de Krupp (2007)	26
Figure 1-14	Contrainte en bordure de la fissure et de la zone plastique Tirée de Hertzberg, Vinci, et Hertzberg (2020)	28
Figure 1-15	État de déformation planes et de contrainte planes : a) Facteur d'intensité de contrainte (K_C) en fonction de l'épaisseur de la pièce (t^*), Tirée de (Hertzberg et al., 2020); b) Variation de la taille de la zone plastique en fonction de l'épaisseur Tirée de Krupp (2007)	29
Figure 1-16	Schéma de la fermeture de fissure Adaptée de ASTM (2014b)	30
Figure 1-17	Mécanismes de fermeture de fissure: a) ΔK_{eff} , b) Plasticité induite, c) Rugosité de surface, d) Film d'oxyde induit Tirée de Zerbst et al. (2016)	31
Figure 1-18	Diagramme de Paris Adaptée de Krupp (2007)	32
Figure 1-19	Diagramme de Kitagawa-Takahashi Adaptée de Stefano Beretta et Romano (2017)	34
Figure 2-1:	Kitagawa-Takahashi diagram with El-Haddad's formulation and Murakami's parameter	46
Figure 2-2:	Schematics of the LPBF specimens (as-printed)	50
Figure 2-3:	a) LPBF density map for Ti64 powders (EOS M280), b) two-step post-processing thermal treatment	52
Figure 2-4:	Specimens with their final dimensions: microstructure a1) XY-plane, a2) XZ-plane; b) uniaxial tensile testing; c) uniaxial fatigue testing; fatigue crack growth testing d1) overall view, d2) notch details (all dimensions in mm)	54
Figure 2-5:	Diffraction patterns of the specimens in the as-built state and after heat treatments.	60
Figure 2-6:	Phase composition (EBSD maps in the XY- and ZX-planes) after heat treatments: a) HED, b) OED and c) LED specimens	61

Figure 2-7:	Reconstructed β grains in the as-built specimens: a) HED, b) OED and c) LED
Figure 2-8:	EBSD images illustrating α' martensite in the XY- and ZX-planes of the as-built specimens: a) HED, b) OED and c) LED
Figure 2-9:	Reconstructed β grains of the heat-treated specimens: a) HED, b) OED and c) LED
Figure 2-10:	High resolution SEM/BSE and EBSD images (for XY plane) of the heat-treated specimens: a) HED, b) OED and c) LED; arrows indicate globuralized α phase
Figure 2-11:	Histogram of the pore area square root in the XY-plane for the HED, OED and LED specimens (volume of the analyzed matter for each group of specimens is 11.23x10 ³ mm ³); Inserts: for larger pores, smaller scales are used in the Y axes
Figure 2-12:	Histogram of the pore aspect ratio in the XY-plane for the HED, OED and LED specimens (volume of the analyzed matter for each group of specimens 11.23x10 ³ mm ³)
Figure 2-13:	Porosity characteristics for an equivalent volume of 591 mm ³ : a) Comparison between three groups, b) maximum values on the radar chart
Figure 2-14:	Typical stress-strain (engineering) diagrams of the three printed groups of specimens, HED, OED, LED
Figure 2-15:	Wöhler diagrams obtained from uniaxial fatigue testing of the HED, OED and LED specimens
Figure 2-16:	Typical fractography images of the HED specimens ($\Delta \sigma = 765$ MPa; $N=1.4 \times 10^5$); a2, a3, b1, c1, d1, e1, e2 are magnifications of different zones of a1
Figure 2-17:	Selected fractography images of the specimens tested at the same stress range of $\Delta \sigma = 585$ MPa: a) HED ($N = 3.4 \times 10^6$); b) OED ($N = 4.8 \times 10^6$) and c) LED ($N = 0.24 \times 10^6$)
Figure 2-18:	μ CT cumulated probability of the pores: a) \sqrt{area} and b) aspect ratios; black lines indicate the minimum and maximum values of the critical pores metrics measured in the fracture surface (SEM)
Figure 2-19:	Distance from the center of the pore to the surface: μ CT (histograms) and SEM (red arrows indicating the minimum and maximum values measured in the fracture surface), sign x indicates the mean value

Figure 2-20:	D/d ratio of critical pores as a function of the stress range, dashed line representing the studied criteria of the pore-to-surface proximity
Figure 2-21:	Paris diagram from the fatigue crack growth testing
Figure 2-22:	Kitagawa-Takahashi diagram
Figure 2-23	Typical fractography images of the OED specimens ($\Delta \sigma = 765$ MPa; N=2.6x10 ⁵)
Figure 2-24	Typical fractography images of the LED specimens ($\Delta \sigma = 765$ MPa; $N=3.3 \times 10^4$)
Figure 3-1	Pièce sélectionnée; a) Pièce numérique originale, b) Cas de chargement choisi pour les essais, c) Vue de face de la pièce modifiée, d) Vue de derrière de la pièce modifiée
Figure 3-2	Pièce avec supports : a) Vue iso; b) Vue du dessous
Figure 3-3	Guide d'usinage
Figure 3-4	Résultats de l'analyse tomographique : a) HED; b) OED95
Figure 3-5	Éléments principaux du modèle : a) Forces; b) Supports fixes; c) Supports en compression sur les deux faces internes
Figure 3-6	Sélection des cas de chargement à partir de la courbe de Wöhler des échantillons normalisés
Figure 3-7	Zone d'intérêt de l'analyse par éléments finis et contrainte maximale en tension ($\sigma_{eq, signée}$) correspondante (Niveau de charge 2) : a) Pièce complète; b) Vue de détail de la zone d'intérêt
Figure 3-8	Schéma du banc d'essai; a) Vue de côté instrumentée, b) Vue de face, c) Vue de la structure
Figure 3-9	Schéma des jauges de déformation; a) jauge unidirectionnelle, b) jauge bidirectionnelle
Figure 3-10	Positions et orientations schématiques des jauges de déformation 102
Figure 3-11	Étude de déformation (cas de chargement A); a) Jauge 1; b) Jauge 2; c) Jauge 3, direction A; d) Jauge 3, direction B; e) Jauge 4, direction A; f) Jauge 4, direction B
Figure 3-12	Fissures aux membrures de la pièce connectées à l'actionneur 2; a) Fissure détectée nécessitant une réparation, b) fissure non-réparée, c)

	fissure amenant au bris de la pièce et empêchant la complétion de l'essai, d) pièce réparée avant le bris de la pièce
Figure 3-13	Calcul de la souplesse de la pièce108
Figure 3-14	Évolution de la souplesse d'une pièce pendant l'essai. Les X représentent le déclenchement d'une limite et les barres verticales représentent le moment correspondant à un changement de souplesse caractéristique du développement d'une fissure
Figure 3-15	Zone de développement des fissures; la zone d'intérêt est identifiée avec la couleur rouge tandis que les trois autres zones sont en jaune 110
Figure 3-16	Nombre de cycles correspondant à la détection de fissures, pour chaque échantillon
Figure 3-17	Courbe de Wöhler incluant les pièces complexes ayant fissuré dans la zone d'intérêt. Pour les pièces complexes, le point représente le nombre de cycles correspondant à un changement de souplesse précédant la détection de la fissure dans la zone d'intérêt

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES¹

Abbreviations

AB	As-built
BE	Backscattered electron imaging
EBSD	Electron backscatter diffraction
EDM	Electrical discharge machining
EDS	Energy-dispersive X-Ray spectroscopy
HED	High energy density
ICAP-AES	Inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy
LED	Low energy density
LOF	Lack of fusion
LPBF	Laser powder bed fusion
OED	Optimal energy density
SE	Secondary electron imaging
SEM	Scanning electron microscope
XRD	X-ray diffraction analysis
μCT	X-ray microtomography

¹ La liste des abréviations, sigles et acronymes a été rédigée en anglais par souci de conformité avec l'article présenté au CHAPITRE 2.

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE²

Nomenclature

a	Flaw size and crack length	[mm]
a_{eq}	Equivalent crack size	[mm]
ao	Intrinsic flaw size from El-Haddad approach	[mm]
BR,	Build rate	$[cm^3/h]$
С	Material coefficient (Paris diagram)	[-]
d	Distance of the center of the pore to the surface	[mm]
di, max	Maximum displacement of the actuators after 100 cycles	[mm]
d^*	Distance from the pore center to the other pore center	[mm]
d10; d50; d90	Particle size distribution	[µm]
D	Equivalent diameter	[mm]
pd	Melt pool depth	[µm]
Ε	Young's modulus	[GPa]
VOD	Energy density	[J/mm ³]
f	Fatigue test frequency	[Hz]
F	Force	[N]
Fmax	Maximum Feret diameter	[mm ⁻¹]
F_1 and F_2	Force applied by the first and second actuator	[N]
h	Hatching space	[µm]
Kc	Fracture toughness	$[MPa m^{\frac{1}{2}}]$
K _{IC}	Plane strain fracture toughness	$[MPa m^{\frac{1}{2}}]$
L	Melt pool length	[µm]
т	Material coefficient (Paris diagram)	[-]
NP	Number of pores	[-]
NP,Rec	Constant volume normalized number of pores	[-]
Nf	Number of cycles to failure	[-]

² La liste des symboles et unités de mesure a été rédigée en anglais par souci de conformité avec l'article présenté au CHAPITRE 2.

Р	Laser power	[W]
R	Loading ratio (minimum force/maximum force)	[-]
R_a	Surface rugosity	[µm]
S_u	Ultimate tensile strength	[MPa]
S_y	Yield strength	[MPa]
t	Layer thickness	[µm]
<i>t</i> *	Material thickness	[mm]
v	Laser scanning speed	[mm/s]
V	Pore volume	[mm ³]
W	Melt pool width	[µm]
<i>x,y,z</i>	Displacement probe position	[mm]
Y	Shape correction factor	[-]
Δ	Elongation to failure	[mm/mm]
ΔK	Stress intensity factor range	$[MPa m^{\frac{1}{2}}]$
$\varDelta K_{e\!f\!f}$	Effective stress intensity factor range	$[MPa m^{\frac{1}{2}}]$
ΔK_{th}	Threshold stress intensity factor range	$[MPa m^{\frac{1}{2}}]$
$\Delta K_{th,LC}$	Stress intensity factor threshold for long cracks	$[MPa m^{\frac{1}{2}}]$
$\Delta \sigma$	Stress range	[MPa]
$arDeta \sigma_{eq,\ sign \acute{e}}$	Von mises equivalent stress signed range	[MPa]
$\Delta \sigma_f$	Fatigue limit measured on samples containing defects	[MPa]
$\Delta \sigma_{f0}$	Fatigue limit measured on "defect-free" samples	[MPa]
З	Strain	[mm/mm]
σ_{eq}	Von Mises equivalent stress	[MPa]
$\sigma_{eq,\ sign \acute{e}}$	Von Mises equivalent stress, signed	[MPa]
σmax	Maximum stress	[MPa]
σ_{min}	Minimum stress	[MPa]
$\sigma_{x, y, z}$	Stress in the x, y or z direction	[MPa]
\sqrt{area}	Square root of the projected pore area in the load direction	[mm]
$\sqrt{area_0}$	Intrinsic flaw size as the square root of the projected area	[mm]
Ø	Cylindrical specimen diameter	[mm]

INTRODUCTION

Au cours des dernières années, un intérêt croissant est porté à la résistance en fatigue des pièces métalliques produites par fusion laser sur lit de poudre (*laser powder bed fusion* en anglais ou LPBF). Ceci peut être expliqué, d'une part, par les libertés de conception qu'offre cette méthode de fabrication et, d'autre part, par la variabilité des propriétés en fatigue observée entre différentes études dans la littérature portant sur des pièces fabriquées par LPBF. Une utilisation plus généralisée de cette méthode de fabrication est donc actuellement limitée par l'incertitude liée à la résistance en fatigue contrastante avec les requis croissants de l'industrie. Les variations dans les résultats en fatigue des pièces produites par LPBF sont causées par une multitude de facteurs inhérents au procédé comme les contraintes résiduelles, l'hétérogénéité de la microstructure, l'importante rugosité de surface, la porosité, les fissures, les inclusions, etc. La plupart de ces défauts peuvent être mitigés par une optimisation des paramètres de fabrication et la sélection de post-traitements adéquats. Toutefois, en raison de la nature complexe de la LPBF, de la complexité géométrique de certaines pièces, des gradients thermiques importants, des taux de refroidissement élevés et des échanges thermiques non uniformes, la création de défauts est inévitable, et ce, même lorsque les paramètres de fabrication sont optimisés et que les post-traitements sont adéquats. Les défauts internes tels que les pores constituent un problème particulier puisque leur détection est actuellement ardue et couteuse, particulièrement dans des pièces complexes, et leur suppression complète est impossible. Il y a donc un réel intérêt pour les industries d'améliorer les capacités de détection des pores et de prédiction de leurs impacts sur les propriétés mécaniques afin de pouvoir certifier les pièces qui les contiennent pour l'application souhaitée. À noter que parmi les nombreux matériaux disponibles pour LPBF, l'alliage Ti-6Al-4V (Ti64) est l'un des plus utilisés et cet alliage mis en œuvre par LPBF démontre des propriétés mécaniques comparables à celles obtenues par des procédés de fabrication conventionnels.

La question à laquelle ce mémoire tâchera de répondre peut donc être formulée de la manière suivante :

Quelle est l'influence des caractéristiques des pores induits lors de la mise en forme par LPBF sur les propriétés mécaniques de pièces en Ti64 et comment prédire la résistance en fatigue de ces pièces en fonction de ces défauts?

Pour répondre à cette question, les propriétés mécaniques en présence de pores sont analysées avec une approche de conception tolérante aux dommages (*damage tolerant design* an anglais). Pour ce faire, trois groupes d'échantillons sont imprimés avec des paramètres de fabrication distincts. Ces paramètres de fabrication génèrent des échantillons ayant des populations de pores aux caractéristiques spécifiques. Les caractéristiques des trois groupes et de leurs défauts sont obtenues par une analyse de composition chimique, une analyse de microstructure et une analyse tomographique. Les propriétés mécaniques des groupes sont ensuite mesurées avec des essais de traction uniaxiale, de fatigue uniaxiale et de propagation de fissure. Le lien entre les caractéristiques des pores et la vie en fatigue est établi à l'aide du diagramme de Kitagawa-Takahashi.

Le mémoire est divisé de la manière suivante. Le premier chapitre traite de l'état des connaissances. Ce chapitre fait un survol de l'état de la fabrication additive, du procédé de fabrication LPBF, des caractéristiques des pièces en Ti64 obtenues par cette méthode de fabrication (contraintes résiduelles, microstructure, fini de surface et porosité), de la conception avec tolérance aux dommages et de l'endommagement par fatigue du Ti64 obtenus par LPBF. Le second chapitre prend la forme d'un article scientifique. Dans ce chapitre, la méthodologie permettant de fabriquer, de caractériser et de tester mécaniquement les échantillons est introduite. Dans ce même chapitre, les résultats sont présentés et discutés. Le troisième chapitre traite d'une série d'essais de fatigue effectués sur des pièces complexes, obtenues par le même procédé de fabrication et avec deux des trois groupes de paramètres de fabrication étudiés dans ce chapitre. Finalement, le mémoire se termine par une conclusion et une section de recommandations.

CHAPITRE 1

ÉTAT DES CONNAISSANCES

1.1 Généralités sur la fabrication additive

Dans sa définition la plus simple, la fabrication additive *(additive manufacturing* ou AM en anglais) correspond, comme son nom l'indique, à toute forme de fabrication dans laquelle de la matière est ajoutée plutôt que soustraite, comme dans l'usinage, ou formée, comme dans le moulage.

Le domaine de l'AM est en croissance depuis 1993 (année où l'association Wohlers a commencé à collecter des données) bien que celui-ci ait été affecté périodiquement par les crises généralisées telles que le krach boursier de 2001-2002, la crise financière mondiale de 2008 et la pandémie de COVID-19. Le marché de l'AM (valeur des produits et services combinés) a connu une croissance annuelle moyenne d'environ 26 % entre les années 2010 et 2020, mais seulement 7,5 % en 2020 (T. Wohlers, 2021). En 2020, le nombre de fournisseurs de systèmes d'AM industriels a connu une hausse annuelle de seulement 7 % (228 fournisseurs) en comparaison au 30 % de moyenne annuelle depuis 2015 (T. Wohlers, 2021). De même en 2020, le nombre d'unités vendues a connu un déclin de 8,5 % (21 029 unités) en comparaison avec une croissance moyenne de 13,4 % au cours des 4 dernières années (T. Wohlers, 2021). Depuis, l'industrie de la fabrication additive a retrouvé ses niveaux de croissances prépandémique sur tous les indices mentionnés (T. T. Wohlers, Campbell, Diegel, Huff, & Kowen, 2022).

Contrairement à la croyance populaire, l'AM n'est pas utilisée uniquement pour la fabrication de prototypes visuels. En 2020, il est estimé que 31,5 % des pièces imprimées étaient des pièces finales, 25,2 % étaient des prototypes fonctionnels et 11,6 % étaient fabriquées à des fins éducatives ou de recherche (T. Wohlers, 2021). L'importante proportion des pièces fonctionnelles fabriquées par AM s'explique par les nombreux avantages qu'offre cette

technologie en comparaison aux méthodes de fabrication traditionnelles, notamment (T. Wohlers, 2021) :

- La liberté de conception permettant de fusionner plusieurs pièces d'un assemblage et d'optimiser la topologie d'une pièce (réduction de masse).
- La réduction des coûts pour une modification au design permettant une plus grande liberté de personnalisation.
- La réduction de pertes de matériaux lors de la fabrication.
- La possibilité de réduction de coût et de temps associés au développement et la fabrication d'un produit.

Les avantages qu'offre l'AM expliquent pourquoi celle-ci a été adoptée dans plusieurs industries. En 2020, il est estimé que les profits associés à la fabrication additive provenaient des domaines suivants : automobiles (16 %) ; aérospatial (15,9 %) ; institution académique (14,4 %) ; médical et dentaire (13,9 %) ; produits aux consommateurs et électroniques (12,7 %) ; énergie (10,9 %) ; gouvernemental, militaire, architecture, construction et autres (16,2 %) (T. Wohlers, 2021).

Malgré la pandémie, les avantages conférés par l'AM ont permis à plusieurs projets de voir le jour au courant de 2020-2021. Parmi ceux-ci : Le développement d'un prototype de ventilateur (code ouvert) en sept jours, par une équipe d'ingénieurs et de professionnels de la santé pour répondre au besoin des hôpitaux pendant la crise de la COVID-19 et l'implantation d'une « *Thimble plug* » obtenue par AM dans le réacteur nucléaire Byron unit 1 (T. Wohlers, 2021).

Le développement de l'AM et plus particulièrement de l'AM métallique au cours des dernières années a permis de développer des pièces avec des propriétés statiques semblables à celles obtenues par des méthodes conventionnelles. Toutefois, l'utilisation de ces pièces en contexte de fatigue est restreinte par les contraintes résiduelles, l'hétérogénéité de la microstructure, du niveau élevé de la rugosité de surface et la présence de défauts (porosité, fissures, inclusions, etc.) associés aux composants tels que fabriqués (*as-built* ou AB en anglais).

1.2 Description du procédé de fusion laser sur lit de poudre

Le procédé de fabrication LPBF (laser powder bed fusion en anglais) requiert un modèle numérique de la pièce à fabriquer (au moyen d'un logiciel de conception assistée par ordinateur). L'orientation d'impression de la pièce est choisie, les supports de la pièce sont conçus et la pièce est divisée en minces couches. La nouvelle version de la pièce est transmise à une machine de LPBF. Le compartiment de chargement de la machine est rempli avec de la poudre du matériau sélectionné. La chambre de fabrication est remplie d'un gaz inerte, habituellement de l'azote ou de l'argon. La plaque de fabrication est chauffée pour minimiser la différence de température avec le bain de fusion et ce faisant, la distorsion de la future pièce. Une première couche de poudre est distribuée également sur la plaque de fabrication, généralement à l'aide d'une lame, d'un balai ou d'un rouleau. L'épaisseur de couche (t) correspond à une valeur choisie précédemment lorsque le fichier numérique était divisé en couches (habituellement entre 30 et 100 µm) et plus la couche est mince, plus la précision géométrique et la rugosité de surface s'améliorent, mais le temps de fabrication augmente. Par la suite, le laser fusionne une couche de poudre pour reproduire la première couche du fichier numérique. Cette étape fait intervenir la puissance du laser (P) la vitesse du laser (v), la distance entre les passes (h) et le choix du parcours du laser. La puissance et la vitesse du laser, la distance entre les passes et l'épaisseur de couche peuvent être combinées pour exprimer la densité volumique d'énergie (VOD) et le taux de fabrication (build rate ou BR en anglais), tel qu'exprimé par les équations (1.1) et (1.2).

$$VOD = P/vht \tag{1.1}$$

$$BR = vht \tag{1.2}$$

Tout en prenant en compte les limites de la machine, la densité d'énergie et le taux de fabrication sont ajustés pour obtenir aussi rapidement que possible une pièce avec les caractéristiques désirées (densité maximale, taille de certains éléments microstructuraux, etc.).

Une méthode éprouvée pour optimiser ces paramètres consiste à bâtir une carte de densité (Letenneur, Kreitcberg, & Brailovski, 2019), telle que présentée à la Figure 1-1.



Figure 1-1 Exemple d'une carte de densité d'Inconel 625 Tirée de Letenneur et al. (2019)

La plaque de fabrication est ensuite abaissée d'une hauteur équivalente à la couche fusionnée. Les couches suivantes sont à leur tour posées et fusionnées jusqu'à ce que la pièce soit complétée. Lorsque l'impression est finie, la pièce encore liée à la plaque de fabrication est retirée de la machine. Ces étapes sont représentées à la Figure 1-2.



Figure 1-2 Processus de LPBF ; a) Machine LPBF, b) Soulèvement du réservoir de poudre, abaissement de la plaque de fabrication et transfert d'une couche de poudre, c) fusion d'une couche de la pièce, d) et e) répétition des étapes b) et c) jusqu'à complétion de la pièce, f) retrait de la pièce complétée Tirée de Crucible (2015)

Par la suite, les pièces sont soumises aux post-traitements (traitements thermiques, traitement thermomécanique, usinage, etc.). Les caractéristiques des pièces fabriquées par LPBF sont influencées par le matériau utilisé, les paramètres de fabrication sélectionnés et par les posttraitements utilisés. Ces caractéristiques doivent être contrôlées précisément afin d'obtenir des pièces aux propriétés mécaniques optimales pour l'application souhaitée.

1.3 Caractéristiques du matériau utilisé : Ti-6Al-4V obtenu par fusion laser sur lit de poudre

Dans cette section, les caractéristiques les plus importantes du Ti64 obtenu par LPBF sont revues et leurs impacts sur les propriétés mécaniques sont discutés. Les caractéristiques qui sont examinées sont : les contraintes résiduelles, la microstructure, le fini de surface et la porosité.

La Figure 1-3 et la Figure 1-4 présentent un résumé des impacts relatifs de ces caractéristiques sur la résistance en fatigue et la propagation de fissure. Il est possible de voir comment la résistance en fatigue, mesurée sur des échantillons normalisés fabriqués par fusion laser sur lit de poudre, peut atteindre celle d'échantillons fabriqués par des méthodes conventionnelles. Toutefois, pour obtenir cette résistance, les paramètres de fabrication doivent être sélectionnés soigneusement, les contraintes résiduelles doivent être réduites à un niveau minimum, le fini de surface doit être amélioré par un traitement de finition (en l'occurrence, par usinage), la microstructure doit être optimisée à l'aide d'un traitement thermique, et un traitement thermomécanique de pression isostatique à chaud (*hot isostatic pressing* ou HIP en anglais) doit être effectué.



Figure 1-3 Propriétés en fatigue uniaxiale d'échantillons en Ti64 obtenus par LPBF. La signification des couleurs sur le graphique est la suivante : Gris, méthode de fabrication conventionnelle (forgeage ou moulage) ; noir, surface AB et sans traitement thermique ; jaune, surface AB mais traité thermiquement ; vert, surface usinée mais sans traitement thermique ; rouge, surface usinée et traité thermiquement ; mauve, surface usinée et traitement thermomécanique HIP Tirée de Li, Warner, Fatemi, et Phan (2016)

La Figure 1-4 présente l'effet de certaines caractéristiques sur la propagation de fissure dans des échantillons en Ti64 obtenus par LPBF. Il est possible de remarquer que l'échantillon n'ayant pas été traité thermiquement performe significativement moins bien que les autres. Cette mauvaise performance est principalement due au haut niveau de contraintes résiduelles. Les autres échantillons ont un comportement en propagation de fissure comparable à celui

d'échantillons en Ti64 obtenus par des méthodes conventionnelles tandis que les légères différences sont attribuées aux différences importantes de la microstructure des différents échantillons. La propagation de fissure s'est montrée peu affectée par la présence de défauts (Leuders et al., 2013).



Figure 1-4 Propagations de fissure dans des échantillons en Ti64 obtenus par LPBF Tirée de Leuders et al. (2013)

1.3.1 Contraintes résiduelles

Durant la fabrication, lors du passage du laser, la poudre est chauffée à une température plus élevée que son point de fusion. Le matériau solide entourant la partie fusionnée sera également réchauffé et par le fait même va se dilater. Le matériau plus près de la partie fusionnée sera plus chaud que le matériau qui en est plus éloigné (gradient thermique). Ceci engendre par le fait même un gradient de déformation. L'expansion thermique du matériau plus chaud est limitée par le matériau plus froid, ce qui génère des contraintes en compression. Selon les propriétés du matériau et l'importance du gradient thermique, la contrainte peut dépasser la limite d'écoulement en compression du matériau, ce qui entraine une déformation plastique de
la zone en question. Lorsque le laser quitte la zone précédemment fusionnée, celle-ci se contracte. Lors du refroidissement, la zone déformée plastiquement ne peut plus se contracter à ses dimensions initiales et devient soumise à des contraintes résiduelles en tension équilibrées par des contraintes résiduelles en compression dans le matériau qui l'entoure (Kruth, Deckers, Yasa, & Wauthlé, 2012). Ce mécanisme est illustré à la Figure 1-5. La conception de support adapté est alors essentielle pour éviter des distorsions majeures causées par des contraintes résiduelles dans la pièce lors de la fabrication.



Figure 1-5 Schéma du mécanisme de formation de contraintes résiduelles suivant le passage du laser dans une pièce produite par LPBF Adaptée de Kruth et al. (2012)

Le Ti64 s'avère particulièrement susceptible à générer de hauts niveaux de contraintes résiduelles comparativement à d'autres matériaux adaptés à la LPBF (In718, 316 L, acier maraging). Ceci est dû principalement à une faible conductivité thermique du Ti64 et à son grand rapport de la limite d'écoulement sur le module de Young (Bartlett & Li, 2019). L'impact de contraintes résiduelles sur les propriétés en fatigue est particulièrement important en ce qui a trait à la propagation de fissure (Leuders et al., 2013). Lorsque ce comportement peut être expliqué par le modèle linéaire élastique et que les mécanismes de fermeture de fissure sont négligeables, la valeur de la contrainte résiduelle peut être additionnée à la contrainte appliquée dans le calcul du facteur d'intensité de contrainte. Ce faisant, le facteur d'intensité de contrainte augmente, mais la variation de ce facteur ne change pas (Zerbst et al., 2021). (Leuders et al., 2013), par exemple, attribuait une baisse du seuil de propagation de fissure longue par un facteur 3 (4 MPa m^{1/2} à 1,3 MPa m^{1/2}) à la présence de contraintes

résiduelles plus importantes. Les échantillons ayant subi des traitements de relaxation de contrainte avaient un seuil de propagation de contrainte semblable au même alliage mis en forme par des méthodes conventionnelles.

Plusieurs paramètres agissent sur les contraintes résiduelles, notamment, la puissance et la vitesse du laser, la température de la plaque de fabrication, l'épaisseur des couches, la géométrie de la pièce et la stratégie de fabrication (Bartlett & Li, 2019). Tous ces paramètres peuvent être optimisés pour réduire au minimum les contraintes résiduelles pendant la fabrication. Une méthode additionnelle pour diminuer les contraintes résiduelles consiste à effectuer un traitement thermique de relaxation de contrainte à la pièce alors qu'elle est toujours fusionnée à la plaque (Bartlett & Li, 2019).

1.3.2 Microstructure

Le Ti64 est un alliage de titane alpha-beta. À température ambiante, l'alliage est donc composé d'une phase α (hexagonale compacte HCP) et d'une phase β (cubique centrée CC) (Lutjering & Williams, 2007). La présence relative de chacune des phases dans ces alliages est due notamment à la présence des éléments stabilisant chacune de ces phases à température ambiante. Parmi ces éléments, on retrouve entre autres l'aluminium qui stabilise la phase α et le vanadium qui stabilise la phase β (Davis, 2003). Trois types de microstructure peuvent être obtenus dans le Ti64 : une structure entièrement lamellaire, une structure entièrement équiaxe, également appelée globulaire, ou une structure bimodale. Pour une composition chimique donnée, la structure et ses particularités dépendent de la méthode de mise en forme, et des traitements thermiques et mécaniques que subira la pièce, ce qu'on appelle historique thermomécanique du matériau. Le diagramme de transformation en refroidissement continu du Ti64 est présenté à la Figure 1-6.



Figure 1-6 Diagramme de transformation en refroidissement continu du Ti64 (CCT) Tirée de Sieniawski, Ziaja, Kubiak, et Motyka (2013)

Dans la Figure 1-6, chacune des flèches représente un régime de refroidissement. La flèche (a) représente un refroidissement très rapide dans lequel la phase β se transforme en α martensitique. La phase martensitique peut prendre la forme d' α ' (hexagonale compacte HCP) et d' α '' (orthorhombique O) (Lutjering & Williams, 2007). À noter que la phase α martensitique se forme en lamelles qui sont de plus en plus fines à mesure que le taux de refroidissement augmente. Ce genre de refroidissement très rapide est représentatif de l'état de la microstructure suivant le passage du laser lors de la fabrication par LPBF (Thijs, Verhaeghe, Craeghs, Humbeeck, & Kruth, 2010). La flèche c) représente le refroidissement très lent pendant lequel la totalité de la phase β peut se transformer en un mélange stable de phases α et β . La flèche b) représente un refroidissement intermédiaire où les 3 phases sont présentes.

Un aspect de la microstructure propre à la fabrication par LPBF est la formation de grains colonnaires β transformés causée par les passages successifs du laser passe par passe et couche par couche, telle qu'il est possible d'observer à la Figure 1-7 (Kumar, Prakash, & Ramamurty,

2018). Plus spécifiquement, après le passage du laser, le bain de fusion refroidit et se solidifie d'abord dans la phase β (qui est la phase stable à haute température dans les alliages de titane alpha-beta). Durant cette solidification, il y a peu de germination de nouveaux grains, mais plutôt la croissance des grains β de la couche inférieure. La phase β se transforme ensuite en fines lamelles $\alpha'(\alpha'')$ dû à la vitesse de refroidissement très élevée (Murr et al., 2009; Vilaro, Colin, & Bartout, 2011; Vrancken, Thijs, Kruth, & Van Humbeeck, 2012). Lorsque suffisamment de couches ont été fusionnées, il est possible de voir les grains colonnaires β transformés (Figure 1-7).



Figure 1-7 Grains β transformés dans les pièces en Ti64 fabriquées par LPBF Tirée de Kumar et al. (2018)

Dans cet état, la pièce a une limite d'écoulement (S_y) et une résistance ultime (S_u) élevées, mais elle est également trop fragile pour la plupart des utilisations (Gorsse, Hutchinson, Gouné, & Banerjee, 2017; Lutjering & Williams, 2007; Vrancken et al., 2012). La pièce doit donc subir un traitement thermique pour transformer la phase $\alpha'(\alpha')$ en phases α et β . Les traitements thermiques sont généralement divisés en deux groupes, définis par le fait que la température à laquelle ils sont effectués est au-dessus ou en dessous de la température de β *Transus* (995 °C). Plus la température du traitement est élevée, plus la quantité de lamelles α' se transformant en phase α et β sera élevée (Boyer, Welsch, & Collings). La géométrie de la pièce, les paramètres d'impression choisis et les conditions du traitement thermique (temps et température) contrôlent la présence relative, la forme, la taille et la disposition des phases α , α' et β . Par exemple, concernant les paramètres d'impression, une augmentation de la distance entre les passes cause l'élargissement des grains β transformés et une augmentation de la taille des lamelles α' (Kumar et al., 2018; Yang et al., 2016). Par contre, pour une *VOD* constante, une augmentation de la puissance de laser associée à une augmentation de la vitesse du laser entraîne un rétrécissement des lamelles α' (Zhao et al., 2022). Finalement, toute modification à la densité d'énergie affecte la taille et l'orientation des lamelles α/α' et des grains β (Cepeda-Jiménez et al., 2020).

Pour chacun des trois types de microstructure, certains paramètres auront plus d'influence sur les propriétés mécaniques. Respectivement pour une microstructure lamellaire, équiaxe et bimodale, le paramètre le plus important est la taille des colonies α , la taille des grains α et la taille des grains β (Lutjering & Williams, 2007). De manière générale, plus les éléments microstructuraux sont fins, plus la limite d'écoulement et la résistance ultime augmentent (W. Xu, Lui, Pateras, Qian, & Brandt, 2017). Des grains β transformés de petites tailles, des fins lamelles α et des colonies α de petites tailles engendrent également une résistance élevée à la propagation de microfissures (fissures dont la taille est de l'ordre des éléments microstructuraux). Toutefois, lorsque ces éléments sont de tailles élevées, cela engendre généralement une augmentation de la ténacité (*K*_{*IC*}) et du seuil de propagation de fissure (ΔK_{th}) (Hasib, Ostergaard, Li, & Kruzic, 2021; Leuders et al., 2013; Lutjering & Williams, 2007; Yadollahi & Shamsaei, 2017). Il faut mentionner que les effets de petites variations dans les caractéristiques des éléments microstructuraux sur certains mécanismes de l'endommagement par fatigue, comme la nucléation par exemple, peuvent être éclipsés par la présence de certains défauts de fabrication à l'échelle mésoscopique tels que les pores (Li et al., 2016; Zerbst et al., 2021).

1.3.3 Fini de surface

Les pièces obtenues par LPBF sont généralement caractérisées par un fini de surface grossier. Ce fini de surface est dû à la nature couche par couche du procédé et la présence de particules de poudre non fusionnées collées sur la surface de pièces. Il a été démontré que le fini de surface est particulièrement mauvais pour les surfaces inclinées (Strano, Hao, Everson, & Evans, 2013). Toutefois, même pour une surface non inclinée, la rugosité de surface reste bien plus élevée que celle d'une surface usinée. Dans (Kahlin, Ansell, & Moverare, 2017), par exemple, la rugosité de surface (R_a) d'une face verticale mesurée sur une pièce en Ti64 obtenue par LPBF est d'environ 14 µm pour la surface tel que fabriquée (AB) et de 2 µm pour la surface usinée. L'impact du fini de surface est particulièrement important sur les propriétés en fatigue. Selon (Kahlin et al., 2017), la limite en fatigue d'un échantillon en Ti64 obtenu par LPBF avec un fini de surface AB, calculé à 5 x 10⁶ cycles, sera environ la moitié de celle de l'échantillon dont la surface a été usinée. Cette différence est encore plus élevée lorsque la rugosité est associée à une entaille géométrique. Plusieurs études ont démontré que la détérioration des propriétés en fatigue causée par un fini de surface AB éclipse l'impact que d'autres défauts, tels que la porosité, peuvent causer (Kahlin et al., 2017; Li et al., 2016).

Il existe plusieurs méthodes de rectification permettant d'améliorer le fini de surface (usinage, grenaillage, découpe au fil, etc.). L'utilisation d'une technique particulière dépend de l'application spécifique et de la géométrie de la pièce.

1.3.4 Porosité

La porosité est un défaut très fréquent dans la plupart des procédés de la métallurgie des poudres. La porosité peut être définie comme l'ensemble des vides dans une pièce. Le niveau de porosité total et le type de pores qu'on retrouve dans une pièce sont contrôlés par l'état du bain de fusion lors du passage du laser, et donc, par les paramètres de fabrication utilisés (plus

particulièrement, la densité d'énergie). Chaque pore peut être décrit par sa taille, sa forme et sa disposition. Lorsque la densité d'énergie est trop élevée, des bulles de gaz restent prisonnières lors de la solidification du métal (Zhang, Li, & Bai, 2017). Les pores résultants sont généralement sphériques et distribués aléatoirement à travers la pièce. Lorsque la densité d'énergie est trop basse, le bain de fusion est instable et la fusion complète de la poudre n'est pas atteinte (Zhang et al., 2017). Les défauts résultants ont généralement une forme complexe et allongée et peuvent contenir des particules de poudre non fusionnées. Ces derniers sont généralement disposés en ligne perpendiculaire à la direction de fabrication. Ceux-ci sont généralement nommés en anglais *lack-of-fusion defects* et seront considérés comme une catégorie de pores dans ce document.

L'étude réalisée par (Biswal et al., 2019) sur des échantillons en Ti64 obtenus par fabrication additive, révèle que la présence de larges pores sphériques (~200 µm) diminue l'élongation à la rupture par un facteur 3 (5 % contre 15 %), comparativement à des échantillons contenant un minimum de défauts, et la résistance en fatigue, à 10⁷ cycles, par un facteur 1,5 ($\Delta \sigma$ = 360 MPa contre 540 MPa). De nombreuses études (Benedetti, Fontanari, Bandini, Zanini, & Carmignato, 2018; Stefano Beretta & Romano, 2017; Jiao, Wu, Yu, Xu, & Wu, 2023) supportent que la porosité influence la résistance en fatigue et l'élongation à la rupture des pièces produites par LPBF.

En utilisant une densité d'énergie appropriée, il est possible d'atteindre des niveaux de porosité inférieurs à 0,05 % (Kasperovich, Haubrich, Gussone, & Requena, 2016), ce qui est légèrement plus dense que ce qui peut être obtenu par un processus de moulage sous pression (~0.08%) (Anton du Plessis & Rossouw, 2015). Toutefois, la porosité ne peut pas être éliminée complètement. L'impact potentiel qu'un pore peut avoir sur la résistance en fatigue dépend de la taille de celui-ci, de sa forme et de sa position (sa proximité à la surface libre et à d'autres pores).

Taille :

Il existe plusieurs paramètres pour décrire la taille d'un pore (diamètre équivalent, diamètre de feret, volume, racine carrée de la section projetée selon l'axe de chargement, etc.). La taille du défaut a une grande importance en ce qui concerne la propagation de fissure puisque le facteur d'intensité de contrainte est proportionnel à la racine carrée de la taille du défaut. Ainsi, si la taille du défaut augmente, la variation du facteur d'intensité de contrainte et la vitesse de propagation augmentent.

Forme :

La forme d'un pore est généralement décrite à l'aide de son rapport de forme (*aspect ratio*) et elle affecte le coefficient de concentration de contrainte tel que présenté à la Figure 1-8. Plus la forme du pore est allongée dans la direction perpendiculaire à l'axe où la force est appliquée, plus le coefficient de concentration de contrainte est élevé. Cela nous indique qu'en fatigue, l'initiation de fissure sera plus probable aux pores les plus allongés.



Figure 1-8 Facteur de concentration de contrainte associé à un pore ayant une section elliptique dans un corp infini en tension Tirée de McGuigan (1998)

Disposition :

La disposition du pore fait ici référence à sa proximité à d'autres pores et à la distance le séparant d'une surface libre (Figure 1-9). La proximité du pore à un autre pore est habituellement analysée à l'aide du ratio du diamètre équivalent du pore sur la distance centre à centre des deux pores (D/d^*) tandis que la proximité du pore à la surface libre, par un ratio du diamètre équivalent du pore sur la distance séparant son centre de la surface (D/d).



Figure 1-9 Disposition du pore par rapport à la surface libre et aux autres pores

La proximité de deux pores ou entre le pore et la surface affecte le facteur de concentration de contrainte (et donc le risque d'initiation de la fissure) tel qu'illustré à la Figure 1-10. Lorsque la distance diminue, le facteur de concentration entre les pores ou entre le pore et la surface augmente. Si la contrainte est suffisamment élevée, une fissure devrait éventuellement passer à travers le matériau et connecter les deux pores ou le pore à la surface. La combinaison du ou des pores et de la fissure peut désormais être considérée comme un seul défaut de taille supérieure (Zerbst et al., 2021).



Figure 1-10 Facteur de concentration de contrainte associé à : a) Deux pores de même diamètre D séparés par une distance (centre à centre) d^* , b) un pore de diamètre D dont le centre est à une distance d de la surface Adaptée de Tammas-Williams, Withers, Todd, et Prangnell (2017)

La proximité du pore et de la surface agit également sur le facteur d'intensité de contrainte et plus spécifiquement sur le facteur de forme. Pour qu'un pore soit considéré comme externe, D/d doit être supérieur à 1,6 (Romano et al., 2018) et, dans ce cas, le facteur de forme sera de 0,65 (contrairement à 0,5 pour un pore interne). Concernant la proximité du pore à la surface, deux critères de criticité peuvent alors être établis. Le premier critère est basé sur le facteur de concentration de contrainte et débute lorsque D/d > 0,67 après quoi K_t augmente graduellement (Tammas-Williams et al., 2017). Le second critère est basé sur le facteur d'intensité de contrainte et débute lorsque D/d > 1,6, après quoi le facteur de forme est de 0,65 plutôt que 0,5 (Romano et al., 2018).

1.4 Conception tolérante aux dommages

Il existe trois principales approches en conception mécanique (Zerbst et al., 2021) :

- Conception pour la durée de vie sécuritaire (*Safe life design* en anglais)
- Conception pour la défaillance sécuritaire (*Fail-safe design* en anglais)
- Conception tolérante aux dommages (*Damage tolerant design* en anglais)

La première méthode (*Safe life design*) consiste à estimer le nombre de cycles qu'une pièce peut subir avant qu'un critère de défaillance ne soit atteint par l'utilisation de la courbe de Wöhler (voir section 1.6). Un critère de défaillance peut être le bris de la pièce, la propagation d'une fissure jusqu'à une certaine dimension ou autre. Les contraintes subies par la pièce peuvent être estimées avec une analyse par éléments finis ou par des mesures expérimentales. Pour avoir une estimation aussi précise que possible, des facteurs correctifs relatifs à la température, à la fréquence, aux cycles de chargement complexes et autres sont appliqués. La pièce doit donc être remplacée avant le temps d'utilisation estimé. La seconde méthode (*Failsafe design*) ressemble à la première à la différence que le système, dans lequel la pièce opère, doit être conçu pour pouvoir opérer même si le critère de défaillance de la pièce est atteint sans compromettre le système dans lequel la pièce opère. La dernière méthode (*Damage tolerant design*) fait intervenir le concept de propagation de fissure à l'estimation de la vie d'une pièce. Ainsi, par différentes méthodes d'inspection non destructive, il est possible de mesurer la taille

de fissures ou d'autres défauts dans une pièce. Si aucun défaut n'est détecté, une taille minimale de défaut est estimée en fonction de la résolution de la méthode d'inspection utilisée. À l'aide du diagramme de Paris d'un matériau (voir section 1.6.2), du facteur géométrique et de la contrainte locale estimée où la fissure est observée, il est possible de prédire le nombre de cycles requis pour qu'une fissure se développe jusqu'à une taille critique (Krupp, 2007).

Les deux outils (courbe de Wöhler et diagramme de Paris) peuvent ensuite être utilisés pour bâtir un diagramme de Kitagawa-Takahashi (voir section 1.6.2) permettant de relier la taille d'un défaut à une contrainte d'utilisation sécuritaire. Dans le contexte du LPBF où la présence de défaut est inévitable et où leur impact sur la vie en fatigue est significatif, ce type de conception semble être le plus adapté.

1.5 Endommagement par fatigue de matériaux mis en œuvre par LPBF

L'ASTM définit l'endommagement par fatigue tel que : « *The process of progressive localized permanent structural change occurring in a material subjected to conditions that produce fluctuating stresses and strain at some point or points and that may culminate in cracks or complete fracture after a sufficient number of fluctuations* » (ASTM, 2021a).

La fatigue est définie premièrement comme un processus progressif. L'emploi du terme « processus » indique que des mécanismes connus permettent de décrire la fatigue. Ces mécanismes sont l'initiation de fissures (également appelé amorçage ou nucléation), la propagation de la fissure et la fracture. À noter que le phénomène de propagation de fissure se décline en fonction de l'échelle utilisée en propagation de fissure courte (ou microfissure), propagation de fissure mécaniquement/physiquement courte et propagation de fissure longue. Cette distinction est nécessaire, car la propagation de fissure à ces différentes échelles a des particularités. Une fissure est considérée comme courte lorsque sa taille est de l'ordre de grandeur de la taille des éléments microstructuraux qui la contournent. Dans un alliage bimodal de Ti64, il s'agit de l'ordre de grandeur des colonies α et des grains β (habituellement de l'ordre de 1 à 12 µm (Lutjering & Williams, 2007)). La propagation de la fissure courte est donc fortement influencée par la microstructure faisant en sorte qu'elle subit plusieurs étapes

d'accélération et d'arrêt dû à des changements microstructuraux locaux (joint de grains, précipité, etc.). Une fissure est considérée comme mécaniquement/physiquement courte lorsque sa taille est de l'ordre de grandeur de la zone de plasticité en fond de fissure (habituellement de l'ordre de 1 mm) tel que défini par les travaux d'Irwin et de Griffith. C'est à cette étape que les mécanismes de fermeture de fissure commencent à agir graduellement sur l'avance de la fissure. Puisque la fissure s'étend sur un plus long front, les effets locaux de la microstructure sont moyennés. Finalement, la fissure est considérée comme longue lorsque les effets microstructuraux locaux cessent d'influencer l'avance de la fissure et que les mécanismes de fermeture de fissure s'etend.

La Figure 1-11 illustre de manière schématique les différents mécanismes et les met en perspective avec la longueur de fissure en fonction du nombre de cycles de sollicitations. À noter que le nombre de cycles associé à chaque phase n'est pas nécessairement représentatif et tout particulièrement dans les pièces obtenues par LPBF où l'étape d'initiation peut être accélérée par la présence des défauts de fabrication.



Figure 1-11 Schéma du processus d'endommagement par fatigue dans les métaux polycristallins Tirée de Krupp (2007)

1.6 Résistance en fatigue des éprouvettes lisses (courbe de Wöhler)

La courbe de Wöhler, courbe d'endurance ou courbe S-N est un outil très utilisé qui permet de relier la contrainte appliquée (contrainte maximale, contrainte alternée ou autres) à un nombre de cycles pour un ratio R (contrainte minimale/contrainte maximale) donné. Pour bâtir la courbe, des échantillons sont soumis à une variation cyclique de contrainte. Le type d'essai le plus commun pour bâtir la courbe de Wöhler est la flexion rotative, mais d'autres types d'essais peuvent également être utilisés. Les essais réalisés dans le cadre de ce projet permettant de bâtir la courbe Wöhler sont des essais cycliques de traction uniaxiale contrôlés en force. Un exemple de courbe de Wöhler typique est présenté à la Figure 1-12.



Figure 1-12 Exemple de courbe de Wöhler sur un alliage d'acier AISI 4340 Tirée de Hudok (1990)

La courbe de Wöhler peut généralement être divisée en trois sections, en fonction du comportement en fatigue impliqué :

- La zone de fatigue oligocylique est définie par un nombre de cycles à la rupture faible (N < 10⁴). Dans cette zone, la contrainte est plus élevée que la limite d'écoulement. L'échantillon subit à chaque cycle de la déformation plastique.
- La zone de fatigue limitée est définie par un nombre de cycles à la rupture moyen (10⁴ < N < 10⁶). Dans cette zone, la contrainte appliquée sur l'échantillon est inférieure à la limite d'écoulement. Le logarithme du nombre de cycles (log10 [N]) décroît proportionnellement à la contrainte appliquée.
- 3. La dernière zone est nommée zone de fatigue illimitée ou zone de fatigue sécuritaire. Pour certains matériaux (les matériaux ferreux notamment), il existe une asymptote de contrainte en dessous de laquelle le matériau ne rompra pas. Pour les autres matériaux, cette asymptote n'existe pas et la zone de fatigue sécuritaire est définie plus ou moins arbitrairement pour un nombre de cycles élevé ($N > 10^6$ à 10^8). Cette limite de contrainte est généralement appelée « limite d'endurance » ($\Delta \sigma_f$).

Une courbe de Wöhler complète devrait également prendre en compte l'aspect statistique du comportement en fatigue. Ainsi, les essais devraient être répétés plusieurs fois à chaque niveau de contrainte. La courbe de Wöhler est donc un outil très utile permettant d'avoir une vision globale du processus de fatigue pour une série d'échantillons. La courbe de Wöhler ne permet toutefois pas de caractériser les différentes étapes du processus d'endommagement par fatigue.

1.6.1 Analyse de rupture

L'analyse des surfaces de rupture peut fournir des informations supplémentaires utiles pour décrire le processus d'endommagement par fatigue des échantillons utilisés pour bâtir la courbe de Wöhler. Celui-ci permet d'observer les zones associées aux différentes étapes du processus d'endommagement par fatigue. L'observation de la zone d'initiation permet, entre autres, d'identifier la présence de pores ayant causé la rupture, leur position, leur taille et leur forme.

1.6.2 Propagation de fissure

Mode de propagation de fissure

Il existe 3 modes de propagation de fissures. Ces modes sont représentés à la Figure 1-13.



Figure 1-13 Modes de propagation de fissure : a) Ouverture (mode I), b) Cisaillement dans le plan (mode II), c) Cisaillement hors-plan (mode III) Tirée de Krupp (2007)

Dans le mode 1, la fissure est sollicitée en tension tandis que dans les modes 2 et 3 la fissure est sollicitée en cisaillement. C'est généralement le mode de sollicitation 1 qui mène à la rupture de la pièce et c'est pour cette raison qu'il s'agit du mode de sollicitation le plus étudié. Il est toutefois bon de noter que dans le cas de chargement complexe, deux ou trois modes peuvent apparaître simultanément.

Comportement des fissures (plasticité en fond de fissure et contrainte/déformation plane) Une hypothèse généralement appliquée dans les problèmes de résistance des matériaux est celle des matériaux continus. En d'autres mots, le matériau est entièrement dense et il ne possède pas de défauts. En réalité, toutes les pièces contiennent des défauts comme des pores, inclusions, fissures, etc. Lorsque les hypothèses des matériaux linéaires élastiques sont appliquées pour estimer la criticité de tels défauts à l'aide des facteurs de concentration de contrainte (McGuigan, 1998), surviennent des problèmes de singularités. Par exemple, dans le cas d'un défaut allongé, plus le rayon de courbure diminue, plus le facteur de concentration de contrainte augmente et dans le cas d'une fissure, ce facteur devient infiniment élevé. Selon cette théorie, si la moindre charge est appliquée sur une pièce contenant des fissures, la contrainte devient infiniment grande. Les travaux d'Irwin et Griffith ont permis de résoudre les problèmes reliés aux défauts de petites tailles à l'aide d'une méthode énergétique. Ces travaux ont mené au développement du facteur d'intensité de contrainte suivant :

$$K = Y\sigma\sqrt{\pi a} \tag{1.3}$$

ou lorsque la contrainte est alternée :

$$\Delta K = Y(\sigma_{max} - \sigma_{min})\sqrt{\pi a} \tag{1.4}$$

Dans cette équation, le terme K correspond au facteur d'intensité de contrainte, Y est un facteur de forme associé à la géométrie de la fissure et à sa proximité à la surface, σ correspond à la contrainte appliquée sur la pièce et a est la taille de la fissure. Pour les cas simples, Y peut être déterminé à partir d'abaques tandis que pour les cas plus compliqués, des méthodes numériques peuvent être utilisées. K peut être suivi d'un indicateur c pour désigner la ténacité du matériau. K_C est obtenu expérimentalement et représente le facteur d'intensité de contrainte nécessaire à atteindre pour qu'une fissure puisse se propager brutalement. Un matériau ayant un K_C élevé implique qu'une contrainte élevée ou une taille de fissure importante sont nécessaires pour que la fissure puisse se propager brutalement dans celui-ci.

Le facteur d'intensité de contrainte repose sur la théorie qu'une zone plastique se développe en fond de fissure. La contrainte est répartie à travers la zone plastique, il n'y a donc pas de problème de singularité. La Figure 1-14 représente la contrainte en bordure de la fissure et de la zone plastique.



Figure 1-14 Contrainte en bordure de la fissure et de la zone plastique Tirée de Hertzberg, Vinci, et Hertzberg (2020)

La valeur de Kc dépend donc des propriétés du matériau, mais également de la taille de la zone plastique du matériau, la dernière étant contrôlée par les propriétés du matériau et par l'épaisseur de la pièce. La Figure 1-15 a) illustre comment Kc diminue lorsque l'épaisseur augmente. Un facteur d'intensité de contrainte moins élevé est alors nécessaire pour causer une propagation de fissure brutale dans une section épaisse (Dorlot, Baïlon, & Masounave, 1986).

Les concepts d'état de contrainte planes et d'état de déformation planes permettent d'expliquer l'évolution de *Kc* en fonction de l'épaisseur du matériau. Un état de contraintes planes ($\sigma_z = \tau_{xz}$ = $\tau_{zx} = 0$) est considéré lorsque l'épaisseur de la pièce est suffisamment mince par rapport à la dimension *a* de la fissure, représenté par t^*_1 sur la Figure 1-15 a). Dans cet état et sous l'application d'une charge, la zone de déformation plastique en fond de fissure peut être plus importante, car la faible épaisseur implique une plus petite quantité d'éléments volumiques pouvant s'opposer à la déformation plastique. L'énergie engendrée par l'application de la charge peut donc être dissipée dans une zone de déformation plastique de taille supérieure. Au contraire dans un état de déformations planes ($\varepsilon_z = \gamma_{xz} = \gamma_{zx} = 0$), l'épaisseur importante implique une quantité d'éléments volumiques s'opposant à l'expansion de la zone de déformation plastique en fond de fissure plus importante, représenté par t^*_2 sur la Figure 1-15 a). L'état de déformations planes représente alors un cas plus critique, car l'énergie engendrée par l'application de la charge est répartie dans une zone de déformation plastique plus petite. C'est donc cet état qui est reproduit lors des essais de propagation de fissure. Il est possible de distinguer la zone de déformations planes et la zone de contraintes planes à la Figure 1-15 b).



Figure 1-15 État de déformation planes et de contrainte planes : a) Facteur d'intensité de contrainte (K_C) en fonction de l'épaisseur de la pièce (t^*), Tirée de (Hertzberg et al., 2020); b) Variation de la taille de la zone plastique en fonction de l'épaisseur Tirée de Krupp (2007)

Mécanismes de fermeture de fissure

Lors du processus d'endommagement en fatigue, la fissure ne se propage que lorsqu'elle est ouverte ou en d'autres mots, lorsque la zone en bout de fissure est en tension. Dû à certains mécanismes appelés mécanismes de fermeture de fissure, la zone en bout de fissure peut être fermée même si la pièce est sous tension telle que présentée à la Figure 1-16.



Figure 1-16 Schéma de la fermeture de fissure Adaptée de ASTM (2014b)

Pour cette raison, la formule de ΔK est généralement rectifiée comme suit :

$$\Delta K_{eff} = Y(\sigma_{max} - \sigma_0)\sqrt{\pi a} \tag{1.5}$$

Dans cette formule, σ_0 est la contrainte minimale pour que la fissure soit ouverte. Les trois mécanismes de fermeture de fissure les plus importants sont la fermeture par la zone de plasticité induite, par rugosité de surface de la fissure et par le film d'oxyde induit. Un schéma de la fermeture de fissure et des mécanismes associés sont présentés à la Figure 1-17.



Figure 1-17 Mécanismes de fermeture de fissure: a) ΔK_{eff} , b) Plasticité induite, c) Rugosité de surface, d) Film d'oxyde induit Tirée de Zerbst et al. (2016)

1.6.3 Résistance à la propagation de fissures longues (diagramme de Paris)

L'outil le plus utilisé pour exprimer le comportement de propagation de fissure longue dans un matériau est le diagramme de Paris. La norme ASTM E 647 (ASTM, 2011) fournit les directives permettant de bâtir le diagramme de Paris. La Figure 1-18 représente un exemple de diagramme de Paris qui représente la vitesse de propagation de la fissure longue (da/dN) en mm/cycle en fonction de la variation du facteur d'intensité de contrainte (ΔK) en MPa m^{1/2}.



Figure 1-18 Diagramme de Paris Adaptée de Krupp (2007)

Le diagramme de Paris est généralement divisé en trois zones distinctes (dans la Figure 1-18, les zones sont nommées I, II et III) :

I. Dans cette zone, la valeur de ΔK est petite et la vitesse de propagation de fissure est faible. Même s'il s'agit de la propagation de fissure longue, l'influence locale de la microstructure est encore présente, ce qui rend le comportement difficile à prévoir. La valeur la plus importante à déterminer dans cette zone est le seuil de propagation de fissure (*stress intensity threshold ou* [ΔK_{th}] en anglais). Le seuil de propagation de fissure correspond à une valeur limite de variation du facteur d'intensité de contrainte en dessous de laquelle on considère qu'il n'y a pas de propagation de fissure longue. II. Dans cette zone, la relation entre la vitesse de propagation et la variation du facteur de concentration de contrainte est une droite (lorsque les échelles sont logarithmiques) et est prévisible. Le comportement n'est pas influencé par la microstructure autant que dans la zone I. Les valeurs les plus importantes à déterminer dans cette zone sont la valeur des constantes *C* et *m*. Ces deux variables permettent de décrire la droite mentionnée plus tôt, tel que présenté à la Figure 1-18 et à l'équation (1.6).

$$\frac{da}{dN} = C\Delta K^m \tag{1.6}$$

III. Dans cette zone, la propagation est considérée comme instable et est difficilement prévisible. La valeur la plus importante à déterminer dans cette zone est ΔK_C . Cette valeur est liée à K_{IC} mentionné précédemment menant à la propagation brutale de la fissure.

Comme pour la courbe de Wöhler, le diagramme de Paris ne prend pas en compte la contrainte moyenne, il est donc important d'indiquer la contrainte moyenne ou le ratio *R* correspondants sans quoi le diagramme n'est pas utilisable.

1.6.4 Diagramme de Kitagawa-Takahashi

Le diagramme de Kitagawa-Takahashi est un outil permettant de déterminer une zone d'utilisation sécuritaire d'une pièce contenant des défauts (fissures, pores, etc.). Cet outil repose d'une part sur la limite d'endurance en fatigue du matériau obtenu sur la courbe de Wöhler et d'autre part sur le seuil de propagation de fissure obtenu sur le diagramme de Paris. Un diagramme de Kitagawa-Takahashi est représenté à la Figure 1-19. Ce diagramme relie la contrainte alternée à la longueur de la fissure ou la taille du défaut.



Figure 1-19 Diagramme de Kitagawa-Takahashi Adaptée de Stefano Beretta et Romano (2017)

Le diagramme peut être séparé en trois parties. Dans la première zone, la longueur de la fissure est de l'ordre de grandeur de la fissure microstructurellement courte et la plage sécuritaire est définie par la limite d'endurance (courbe de Wöhler). À noter que des contraintes alternées inférieures à $\Delta \sigma_f$ peuvent permettre à la fissure courte de se propager et passer à travers différents stades d'accélération, de ralentissement et d'arrêt. Toutefois, la définition du diagramme utilisant $\Delta \sigma_f$ reste sécuritaire considérant que cette limite est définie par la valeur des contraintes alternées maximales auxquelles la fissure courte va s'arrêter et pas à laquelle elle sera initiée (Zerbst et al., 2021). Dans la troisième zone, la fissure est de l'ordre de grandeur de la fissure longue et la plage sécuritaire est définie par le seuil de propagation de fissure (diagramme de Paris). Dans la deuxième zone, la fissure est de l'ordre de grandeur de la fissure longue et la plage sécuritaire est définie par le seuil de propagation de fissure (diagramme de Paris). Dans la deuxième zone, la fissure est de l'ordre de grandeur de la fissure mécaniquement/physiquement courte. La limite dans cette zone n'est pas définie aussi clairement que dans la zone 1 et 3. Une méthode expérimentale consiste à tester des échantillons comportant des entailles artificielles. Une autre méthode est celle amenée par El Haddad (El Haddad, Smith, & Topper, 1979). Selon cette approche, la courbe limite décrivant cette courbe est obtenue à partir de l'équation suivante :

$$\Delta \sigma_{th} = \frac{\Delta K_{th}}{Y \sqrt{\pi (a + a_0)}} \tag{1.7}$$

où,

$$a_0 = \frac{1}{\pi} \left(\frac{\Delta K_{th}}{Y \cdot \Delta \sigma_f} \right)^2 \tag{1.8}$$

Dans cette équation, *a* correspond à la taille de fissure, *ao* correspond à la taille de fissure fictive associée au point de croisement entre la droite de la limite d'endurance et la droite du seuil de propagation de contrainte (voir Figure 1-19) et *Y* correspond à un facteur géométrique. Le facteur géométrique *Y*=0.5 est utilisé pour des défauts internes et *Y*=0.65 pour des défauts de surfaces (Y Murakami, 1985). Suivant l'approche de Murakami (Y Murakami, 1985; Zerbst, Madia, Klinger, Bettge, & Murakami, 2019), dans le graphique, la longueur de la fissure est généralement remplacée par la racine carrée de l'aire projetée du défaut perpendiculaire à l'axe de chargement (\sqrt{area} et $\sqrt{area_0}$).

1.7 Problématique de recherche

La revue de littérature a montré comment la LPBF permet la fabrication de pièces complexes, mais également comment ces pièces sont générées avec plusieurs défauts qui compromettent leurs propriétés mécaniques. Parmi ces défauts on retrouve les contraintes résiduelles, la microstructure hétérogène, le fini de surface grossier et la porosité. Il a également été démontré que ces défauts affectent de manière spécifique certaines propriétés mécaniques. Heureusement, le Ti64 a été abondement étudié dans le domaine de la LPBF de sorte que les propriétés de celui-ci en présence de défauts spécifiques sont connues. Malheureusement, la plupart des études existantes sont focalisées sur un défaut ou une propriété en particulier sans fournir une image détaillée de toutes les caractéristiques des échantillons testés. Il peut donc être ardu de comparer différentes études et de conclure sur l'impact d'un défaut précis sur l'ensemble des propriétés lorsque les caractéristiques des échantillons ne sont pas connues. Ceci est particulièrement vrai pour les défauts internes tels que les pores qui sont ardus à détecter et à mesurer.

1.8 Objectif de recherche

L'objectif principal du projet est de répondre à la question de recherche qui a été formulée telle que : Quelle est l'influence des caractéristiques des pores induits lors de la mise en forme par LPBF sur les propriétés mécaniques de pièces en Ti64 et comment prédire la résistance en fatigue de ces pièces en fonction de ces défauts? Pour y arriver, les objectifs spécifiques du projet sont formulés tels que :

- Produire des échantillons avec des combinaisons de paramètres d'impressions générant des populations de pores spécifiques ;
- 2. Caractériser les échantillons sous la base de leur composition chimique, leur microstructure et leur porosité ;
- Évaluer les propriétés mécaniques des échantillons par des essais de traction uniaxiale, de fatigue uniaxiale et de propagation de fissure. Établir des liens entre la vie en fatigue et les caractéristiques des pores détectés avant (tomographie) et après (fractographie) les essais;
- Bâtir la courbe de Wöhler, le diagramme de Paris et de Kitagawa-Takahashi pour déterminer une zone d'utilisation sécuritaire basée sur une méthode de conception mécanique tolérante aux dommages;
- 5. Effectuer des essais en fatigue sur des pièces complexes contenant les défauts de fabrication, déterminer si l'influence des pores est la même que sur les échantillons normalisés et déterminer si le diagramme de conception mécanique tolérante aux dommages construite pour des échantillons normalisés est applicable pour des pièces complexes ;

CHAPITRE 2

High cycle fatigue resistance of laser powder bed fused Ti-6Al-4V alloys with purposely-induced porosity: towards damage-tolerant design of printed components

E. Moquin^a, M. Letenneur^b, A. Kreitcberg^c, J.-R. Poulin-Masson^d, V. Brailovski^e

^{a, b, c, d, e} Département de Génie mécanique, École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada H3C 1K3

Article soumis dans le journal « Materials Science & Engineering A », Avril 2023

2.1 Avant-propos

Afin d'étudier l'influence de la porosité induite sur les propriétés mécaniques et de déterminer une plage d'utilisation sécuritaire en présence desdits défauts, dans ce chapitre, trois groupes échantillons en Ti64 sont fabriqués par LPBF avec des populations de pores spécifiques. La composition chimique, la microstructure et la porosité de chaque groupe sont ensuite analysées. Les propriétés mécaniques de chaque groupe sont obtenues grâce à des essais de traction uniaxiale, de fatigue uniaxiale et de propagation de fissure. La population de pores obtenus par μ CT peut ensuite être comparée aux pores critiques observés par fractographie. Un diagramme de Kitagawa est ensuite bâti pour déterminer une plage d'utilisation sécuritaire des échantillons en présence de défauts.

2.2 Résumé

Trois groupes d'échantillons en Ti-6Al-4V (Ti64) ont été imprimés par fusion laser sur lit de poudre en utilisant trois densités d'énergie respective (47, 38 et 30 J/mm³), appelés Haute (*High*), Optimale (*Optimal*) et Basse (*Low*) densité d'énergie (HED, OED and LED), et ont été soumis à des traitements thermiques de relaxation des contraintes et de recuit. Le groupe de référence OED a le plus bas niveau de porosité <0,01 %, tandis que les deux autres groupes ont des niveaux similaires de porosité (0,03 % - 0,05 %) mais contiennent des pores de natures différentes, bulles de gaz emprisonnées (*Gas pores*) (HED) et défauts de sous-fusion (*Lack-of*-

fusion defects) (LED). Premièrement, la composition chimique, la microstructure et les caractéristiques des pores de chaque groupe ont été analysées. Ensuite, des essais de traction uniaxiale, de fatigue uniaxiale et de propagation de fissure ont été réalisés. Une composition chimique et une microstructure bimodale $(a + \beta)$ semblables ont été observées dans tous les groupes. L'analyse de microtomographie a confirmé que les niveaux de porosité dans les échantillons correspondaient aux niveaux visés, et que seuls les échantillons LED avaient un nombre considérable de grands pores (> 0,07 mm). Les propriétés en traction uniaxiale étaient similaires pour tous les groupes à l'exception de l'élongation à la rupture du groupe LED qui était nettement plus faible que pour les échantillons HED et OED (~11 vs. ~14 %). Les essais de fatigue réalisés sur les groupes HED, OED et LED ont permis de déterminer une limite d'endurance ($\Delta \sigma_0$) respective de 450, 495 et 360 MPa, tandis que le seuil de propagation de fissure était de 3,9 MPa m^{1/2} pour tous les groupes. Un diagramme de Kitagawa-Takahashi a été bâti en utilisant les tailles de pores maximaux mesurés par µCT et s'est avéré être un outil approprié, mais conservateur, pour accomplir une conception tolérante aux défauts des échantillons en Ti64 obtenu par LPBF. La taille des défauts et leur proximité à la surface se sont avérées être les deux caractéristiques les plus critiques affectant la résistance en fatigue des échantillons obtenues par LPBF. Par ailleurs, aucun effet significatif de la forme des pores n'a été observé.

2.3 Abstract

Three groups of Ti-6Al-4V specimens were printed on an industrial laser powder bed fusion system using three volumetric energy densities (47, 38 and 30 J/mm³), called High, Optimal and Low (HED, OED and LED), and subjected to stress relief and annealing heat treatments. The reference OED group had the smallest amount of porosity <0.005%, while the two other groups (HED and LED) had similar levels of porosity (0.03-0.05%), but formed by flaws of different nature: gas pores (HED) and lack-of-fusion defects (LED). First, chemical composition, microstructure and porosity features of each group of specimens were analyzed. Then, uniaxial tensile testing, axial fatigue testing, fractography analysis and fatigue crack growth testing were carried out. Similar chemical compositions and duplex $(a+\beta)$

microstructures were observed in all the specimens. Micro-computed tomography (µCT) confirmed the targeted porosities and types of pores for each group of specimens, with only the LED specimens having a significant number of pores larger than 0.07 mm. Tensile properties were similar for all the specimens with the exception of elongation to failure, which was significantly lower for the LED specimens as compared to the HED and OED specimens (~11 vs. ~14%). Fatigue testing of the HED, OED and LED specimens showed runout (10^7) stress ranges ($\Delta\sigma$) of, respectively, 450, 495 and 360 MPa, while fatigue crack growth testing resulted in a threshold stress intensity value of $\Delta K=3.9$ MPa·m¹/₂ for all the specimens. A Kitagawa-Takahashi diagram was built as a function of the µCT-measured defect size and showed to be an appropriate while conservative tool for the defect tolerant design of Ti-6Al-4V LPBF components. A strong influence of the defect size and proximity to the surface on the fatigue behavior was observed, while the defect shape was shown to have little incidence on this property. Overall, this study showed that the influence of pore size on the fatigue resistance becomes particularly significant once a certain pore size threshold ($\sqrt{area} \approx 0.2$ mm) is exceeded, and that this eventuality coincides with a $\sim 20\%$ decrease in the volumetric laser fusion energy density as compared to its optimum value.

2.4 Keywords

Additive manufacturing; Laser powder bed fusion, Ti-6Al-4V; Processing-induced flaws; Fatigue; Damage tolerant design;

2.5 Introduction

In recent years, increasing attention has been directed at the fatigue resistance of laser powder bed fusion (LPBF)-manufactured metallic components, which can be explained by a large scatter in their fatigue behavior observed in numerous studies (Zerbst et al., 2021). This discrepancy is at odds with the ever-increasing requirements of the industry and is caused by such factors as residual stresses, heterogeneous microstructures, poor surface finish, and processing-induced flaws (pores, inclusions, cracks, etc.) typical for LPBF parts. Most of these factors can be mitigated to some extent by the optimization of printing parameters and postprinting treatments. Despite these efforts, the complex nature of LPBF and the shape complexity of manufactured components make the presence of a certain level of residual flaws unavoidable, even when suitable processing and post-processing conditions are applied. It is therefore important, for the industry, to be able to detect the presence of such flaws in LPBF parts and assess their impact on the mechanical properties of such parts, particularly on their fatigue resistance. The latter is necessary to determine the suitability of LPBF components for critical applications, such as those related to aerospace and medicine. Note that among numerous mechanically- and chemically-resistant metallic materials now qualified for the process, lightweight Ti-6Al-4V (Ti64) alloy can be considered as one of the most-used LPBF materials with mechanical properties comparable to those of its conventionally-manufactured analog material (Rafi, Karthik, Gong, Starr, & Stucker, 2013).

One of the consequences of a complex thermal history of LPBF components is a high level of residual stresses caused by local and repetitive melting of the powder bed, strong thermal and strain gradients in the vicinity of the melt pool, deformations caused by non-uniform strain fields, and finally, by cooling and shrinking of the material in the heat-affected zone (Kruth et al., 2012). It has been shown that the as-printed Ti64 manifests a more significant level of residual stresses as compared to other LPBF metallic materials (IN718, 316L, maraging steel), mostly due to its lower thermal diffusivity and higher yield stress-Young's modulus ratio (Bartlett & Li, 2019). It has also been shown that the residual stresses particularly influence crack propagation during repetitive loading (Leuders et al., 2013; Zerbst et al., 2021) and their amount can be reduced with the use of adequate processing conditions (Bartlett & Li, 2019). In addition, when manufacturing is completed and while the components are still on the build plate, a common way to decrease the level of residual stresses is to apply an appropriate stress relief thermal treatment (Bartlett & Li, 2019).

As far as the microstructure is concerned, LPBF Ti64 alloys, in the as-built state, are generally composed of acicular α ' martensite formed inside prior columnar β phase grains (Murr et al., 2009; Vandenbroucke & Kruth, 2007; Vilaro et al., 2011; Vrancken et al., 2012). Boundaries of these grains favor intergranular failure and deteriorate the ductility of LPBF Ti64 alloys (Al-

Bermani, Blackmore, Zhang, & Todd, 2010). Moreover, fine acicular martensitic structures caused by rapid cooling and high dislocation density further reduce the alloy ductility (Murr et al., 2009; Vandenbroucke & Kruth, 2007; Vilaro et al., 2011; Vrancken et al., 2012). The size of prior β grains and as a consequence, the length of martensite laths, depend on LPBF processing parameters such as the laser power, the scanning speed, the hatching space, and the layer thickness. For example, increasing the hatching space promotes the formation of coarser prior β grains and longer martensite laths (Kumar et al., 2018; Yang et al., 2016), while decreasing the laser power promotes the formation of smaller prior β grains (Cepeda-Jiménez et al., 2020) with a reduced aspect ratio (length/width) and fine α ' laths (Zhao et al., 2022), thus decreasing the level of material anisotropy. Conversely, increasing the laser power, and thus increasing the heating of previously deposed layers (Cepeda-Jiménez et al., 2020), triggers multiples processes, including the decomposition of acicular α martensite and the formation of mixed microstructures containing acicular α ' martensite and ultrafine lamellar ($\alpha+\beta$) structures (W. Xu et al., 2015). Yet in the as-built stage, the microstructure is too brittle for most applications and to improve the ductility and fatigue resistance, the material must be subjected to thermal treatments transforming α ' martensite into an equilibrium $\alpha + \beta$ phase mixture (Gorsse et al., 2017).

Thermal treatments of Ti64 alloy, such as solution treatment, annealing, aging and stress relief, are usually divided into two groups in accordance with their temperature conditions as sub-(<995°C) and supra-(>995°C) β -transus thermal treatments. Relative fraction, size, shape and distribution of α ', α and β phases depend on the specific temperature ranges and cooling rates applied (Huang et al., 2015) and determine the mechanical properties of Ti64 alloy (Simonelli, Tse, & Tuck, 2014). Generally, the finer the microstructure elements, the higher the yield and tensile strengths. For example, the mechanical resistance was reported to increase when the α ' laths width in the as-built alloy decreases (W. Xu et al., 2017). However, according to (Zhao et al., 2022), the mechanical strength continues to increase with increasing laser power even when the α ' laths are not further refined, due to an increase in the dislocation density. Furthermore, it is usually observed that the smaller the size of prior β grains and α lamellae, the higher the resistance of the alloy to crack propagation at the microstructural level (microcracks) but the lower the critical stress intensity K_{IC} and threshold stress intensity ΔK_{th} values for long fatigue cracks (Hasib et al., 2021; Leuders et al., 2013; Lutjering & Williams, 2007; Yadollahi & Shamsaei, 2017).

One of the most detrimental factors affecting the fatigue resistance of LPBF parts is their high as-built surface roughness caused by the layer-by-layer manufacturing process and the presence of unmelted particles on the component surface. Materials with higher strength and lower ductility are more sensitive to the surface finish quality since they develop smaller local plastic zones in the vicinity of stress risers (Yadollahi & Shamsaei, 2017). For example, as determined in (Kahlin et al., 2017), the as-built surface finish of LPBF Ti64 specimens results in the fatigue stress concentration factor as high as ~ 3 which significantly decreases their fatigue resistance (Li et al., 2016). Numerous techniques, such as machining and polishing, are available to improve the surface roughness of printed components, but since the more complex the component, the more complicated its finishing, relatively high surface roughness of asbuilt LPBF components is considered as one of the main hindrances to their larger industrial use. While smoother surface finish can be obtained with several techniques, it remains generally higher than the typical roughness metrics, thus resulting in a limited improvement of the fatigue resistance of printed components(Bezuidenhout et al., 2020; Lee, Ahmadi, Pegues, Mahjouri-Samani, & Shamsaei, 2021; Malcolm, 2021; Sandell, Nilsson, Hansson, Åkerfeldt, & Antti, 2022; Y. Sun et al., 2020; Żrodowski, Choma, Wilkos, & Kurek, 2021).

Finally, the level of porosity in LPBF components depends on the melting conditions generated by laser beam scanning of the powder bed (Gong, Rafi, Gu, Starr, & Stucker, 2014). Previous studies demonstrated that to minimize the total amount of porosity in a specimen, three dimensionless melt pool metrics must be optimized: the melt pool depth (*pd*) to layer thickness (t) ratio must fall in the 1.5 < pd/t < 2 range, the melt pool width (*W*) to hatching space (*h*) ratio, in the 1.5 < W/h < 2.5 range, and the melt pool length (*L*) to melt pool width ratio, in the $L/W < 2\pi$ range (Aboulkhair, Everitt, Ashcroft, & Tuck, 2014; Yadroitsev, Yadroitsava, Bertrand, & Smurov, 2012). The most common types of processing-induced flaws observed in LPBF components are lack-of-fusion (LOF) defects and gas-filled pores and one of the most

used aggregated metrics combining key LPBF processing parameters and impacting the nature, size and shape of these defects is the volumetric laser energy density (Kasperovich et al., 2016). The LOF defects result from lower than optimal energy densities, have irregular shapes, may contain unconsolidated particles and are located between the layers of a deposed metal, while the gas-filled pores typically result from higher than optimal energy densities, have spherical shapes and are randomly distributed in the component (Zhang et al., 2017). (Note that in this study, the term "pore" will refer to the both types of processing-induced flaws.) Both types of defects could also appear in parts produced using optimized processing conditions due to instabilities in the melt pool, disrupted gas flow, etc. When special care is taken to optimize printing parameters, the porosity can be reduced to very low levels (under 0.05% in Ti64 (Kasperovich et al., 2016)). To further decrease the processing-induced porosity, it is recommended to subject printed components to a HIP (hot isostatic pressing) treatment where a combined application of high temperatures and pressures favorizes shrinking and collapsing of pores. Even though HIP has been shown to improve the fatigue resistance of LPBF parts (Li et al., 2016), the process is costly, not always available, and cannot eliminate the processinginduced porosity in LPBF parts completely. Pores connected and close to the surface are especially unaffected by the HIP treatments (A Du Plessis & Macdonald, 2020).

The impact that residual pores have on the fatigue resistance depends on their shape, size, position relative to other pores and free surfaces, and, evidently, on the stress state in their vicinity (Zerbst et al., 2021). The shape of a pore can be described by the pore aspect ratio, i.e., ratio of the minor axis to the major axis of an ellipse fitted to the pore. According to the definition of a stress concentration factor (McGuigan, 1998), a pore elongated in the plane perpendicular to the loading direction is more critical than a spherical pore, and therefore, has a greater stress concentration factor. For highly elongated pores (e.g., lack of fusions), stress concentration can be very high (Zerbst et al., 2021), such that the nucleation of fatigue cracks would occur after very few fatigue loading cycles. Given the short time leading to crack nucleation, high aspect ratio pores can be conservatively considered as fatigue cracks. Under this assumption, the severity of a pore can better be assessed using the stress intensity factor

 ΔK derived from the linear elastic fracture mechanics and considered proportional to a square root of the pore size *a* (2.1).

$$\Delta K = Y(\sigma_{max} - \sigma_{min})\sqrt{\pi a}$$
(2.1)

Where Y is the shape factor and σ_{max} (σ_{min}) are the maximum (minimum) stresses in a cycle.

Finally, pore position impacts both the crack nucleation and crack propagation processes. The shorter the distance of a pore from the free surface or from other pores, the higher the stress near this pore and the greater the stress concentration factor (Tammas-Williams et al., 2017). The relative distance of a pore to the surface is often expressed as a ratio of the equivalent diameter of the pore to the distance from the center of the pore to the surface (D/d). According to (Tammas-Williams et al., 2017), when $D/d \ge 0.67$, stress concentration generated by a pore starts to increase to reach its maximum at D/d = 2 where the pore just touches the surface. From the stress intensity factor standpoint, the pore is considered to be external when $D/d \ge 1.6$ (Romano et al., 2018). This pore-to-surface proximity is frequently considered by applying Y = 0.65 for external defects instead of Y = 0.5, for internal defects, in the stress intensity factor equation (2.1) (Y Murakami, 1985). The pore-to-pore proximity can also affect the fatigue resistance, and this influence is twofold. Firstly, pores close to each other can coalesce, so that a cluster of interconnected pores can be considered as a single pore of a greater size (Zerbst et al., 2021). Secondly, distinct cracks can either nucleate at neighboring pores and link up during their propagation or remain disconnected, thus representing the case of multi-site damage accumulation frequent in the case of low-cycle fatigue (Yadollahi & Shamsaei, 2017).

Considering that LPBF parts inevitably contain pores characterized by their shape, size and location, and that these pores affect the series of local events, spanning from fatigue crack nucleation, coalescence, crack arrest and propagation — to part failure, it becomes essential to identify which set of pore characteristics is critical from the LPBF part application safety viewpoint. There exists a large body of work on the fatigue-related aspects of LPBF Ti64 alloy stemming from numerous research groups around the globe, including Italy, USA, France, UK,

Germany and China. Several thorough review paper have been published lately that summarize the current state of understanding of the topic (Sanaei & Fatemi, 2021; Zerbst et al., 2021). It appears that as far as the process-structure-properties understanding are concerned, working from a fracture mechanics viewpoint is a promising way to link the processing-induced defects with the conventional fatigue limit derived from S-N Curves (Stefano Beretta & Romano, 2017). There are also significant activities on the defect detection in LPBF components, more specifically using X-ray tomography (μ CT) (Anton Du Plessis, Yadroitsava, & Yadroitsev, 2020; Anton Du Plessis, Yadroitsev, Yadroitsava, & Le Roux, 2018; Thompson, Maskery, & Leach, 2016) or synchrotron radiation (An et al., 2022; D. Hu et al., 2021; Ioannidou et al., 2022). These characterization methods allow detecting process-inherent defects populations with an unprecedented level of accuracy, and they can be used to inform probabilistic life prediction models (S Beretta, 2021; Macallister & Becker, 2022; Wu et al., 2021).

These topics are of particular interest for the aerospace industry when weight optimization drives the design safety factors to be relatively small and where the damage-tolerance-based design approach is especially appropriate. In this context, X-Ray microtomography represents the most appropriate technique for the non-destructive quantification of LPBF-induced defects (Siddique et al., 2015; Yang et al., 2016), while a Kitagawa-Takahashi diagram (Figure 2-1) allows relating the defect size to the pass-or-fail criterium for a given stress range and a given span of the fatigue life (Y. Hu et al., 2020; Kitagawa, 1976).



Figure 2-1: Kitagawa-Takahashi diagram with El-Haddad's formulation and Murakami's parameter

In its simplest form, the Kitagawa-Takahashi diagram defines a fatigue-safe zone for parts containing defects (cracks, pores, etc.), the fatigue limit ($\Delta\sigma_{f0}$) measured on defect-free specimens (stress life approach) is combined with the threshold stress intensity factor measured using the fatigue crack growth rate testing procedure (Kitagawa, 1976) In its original definition, the Kitagawa-Takahashi diagram was shown to be non-conservative for mechanically/physically short cracks, since the fatigue crack growth threshold in those regimes varies according to their size. To account for this limitation, El-Haddad formulation (El Haddad et al., 1979) defines a transition zone using a theoretical crack length ($a + a_0$), where the permissible stress ($\Delta\sigma_f$) for defect-contained specimens can be calculated using equation (2.2):

$$\Delta \sigma_f = \frac{\Delta K_{th,LC}}{Y\sqrt{\pi(a+a_0)}} \tag{2.2}$$
In this equation, $\Delta K_{th,LC}$ corresponds to the stress intensity factor threshold for long cracks, *Y* is the same shape factor as in (2.1), *a* corresponds to the crack length, and *a*₀ is the intrinsic flaw size (2.3):

$$a_0 = \frac{1}{\pi} \left(\frac{\Delta K_{th,LC}}{Y * \Delta \sigma_{f,0}} \right)^2 \tag{2.3}$$

Following Murakami (Yukitaka Murakami, 2019), the intrinsic crack size a_0 is frequently replaced by the square root of a projected pore area in the load direction (\sqrt{area}). This method has the advantage of being easy to apply to defects of various shapes. Applying this to equations (2.2) and (2.3) gives the following expressions:

$$\Delta \sigma_f = \frac{\Delta K_{th,LC}}{Y \sqrt{\pi \left(\sqrt{area} + \sqrt{area_0}\right)}}$$
(2.4)

$$\sqrt{area_0} = \frac{1}{\pi} \left(\frac{\Delta K_{th,LC}}{Y * \Delta \sigma_{f,0}} \right)^2$$
(2.5)

Note that other definitions of the defect size have also been proposed, such as an effective pore size value \sqrt{area}/π , which was found to be more appropriate for nearly circular defects (Junet et al., 2022).

The present work intends to determine the stress-life-based fatigue limits of Ti64 LPBF specimens containing purposely-induced pores of different nature, size and shape, and assess the detectability of these pores using an industrial μ CT technique. To intentionally seed pores defects within parts, ex-situ and in-situ approaches can be applied (ASTM-ISO, 2022). The ex-situ approach implies the post-printing introduction of controlled defects using subtractive methods, such as conventional machining, electrical discharge machining or laser drilling (Pourheidar, Patriarca, Beretta, & Regazzi, 2021), the main limitation being the lack of

representativeness of the common defects generated by the LPBF process. The in-situ approach can create either controlled or stochastic defects, the former introduced directly into the CAD of a part (Ansari, Crampton, Garrard, Cai, & Attallah, 2022) and the latter, by altering the process parameters (Gordon et al., 2020; Poulin, Kreitcberg, Terriault, & Brailovski, 2020; Stopka et al., 2023). While the first method has the advantage of fixing the position, the size and the geometry of a defect, which can be useful for the detection study, the size of such defects is limited by the manufacturing resolution. For example, previous works have shown that the resolution of the process does not allow the creation of artificial defects smaller than 0.2 mm in size (Ansari et al., 2022). Opposingly, while the second approach does not allow precise control of the defect size and position, it has the advantage to be representative of the actual process, thus allowing testing both the robustness of this process and the probability of defect detection. Given these advantages, the last method was adopted for this study.

In the first part of the study, three sets of LPBF process parameters are used to print three groups of specimens with different levels of processing-induced porosity: the 1st group containing the lowest level of porosity achievable in the framework of this study (<0.005%), and the 2nd and 3rd groups containing similar levels of porosity (0.03-0.05%), but created by flaws of different nature and shape: spherical gas-filled pores (2nd group) and elongated LOF defects (3rd group). Targeting such low levels of processing-induced porosity was intentional since they represent the industrial reality of using highly performant industrial equipment. Next, all the specimens are subjected to identical post-processing thermal treatments, chemical and microstructure analyses and μ CT inspections. Finally, monotonic tensile testing, axial fatigue testing, fractography analysis and fatigue crack propagation testing are carried out, and the Kitagawa-Takahashi diagram is built to relate the μ CT-measured size of processing-induced defects to the safe application stress ranges of Ti64 LPBF parts for the fatigue life of $N=10^7$ cycles.

2.6 Methodology

2.6.1 Processing and post-processing of specimens with purposely-induced porosity

Grade 5 Ti64 powder (GE Additive, Boisbriand, Canada) with the following particle size distribution: d₁₀=24, d₅₀=44 and d₉₀=61 (µm), was processed under argon protective atmosphere using an EOSINT M 280 LPBF system (EOS GmbH, Krailling, Germany) equipped with a 400 W Yttrium laser. Four types of specimens were produced for the study (Figure 2-2): Ø10 mm - 20 mm long cylindrical specimens for microstructure analysis, 11x16x80 (mm) prismatic specimens for uniaxial tensile testing, Ø15 mm - 105 mm long cylindrical specimens for uniaxial fatigue testing, and 11x47x49 (mm) prismatic specimens for fatigue crack growth testing. As shown in Figure 2-2, all the specimens were printed vertically and then either machined (tensile and fatigue testing specimens) or Electrical Discharge Machining (EDM) wire-cut (fatigue crack growth testing specimens) to their final dimensions given in Section 2.2. Note that this study was limited to vertically-printed specimens, because this orientation was thought to be less favorable from the mechanical properties point of view because of anticipated presence of elongated pores oriented perpendicular to the loading direction (Baghi, Nafisi, Hashemi, Ebendorff-Heidepriem, & Ghomashchi, 2021; Brandl, Heckenberger, Holzinger, & Buchbinder, 2012; Cao et al., 2017; Qian, Jian, Pan, & Berto, 2020; Ren, Chen, Liu, & Qu, 2019; Stef et al., 2018; Syed et al., 2019; Z. Xu, Liu, & Wang, 2019). It must be noted that opposite results, where horizontal orientation was found to be more critical, can also be found (Jiao et al., 2023; Sun, Huang, Zhang, & Qian, 2020). This study was also limited to specimens with machined surfaces in order to isolate the influence of internal processing-induced defects (pores) from that of their surface primary (laser trackdominated) or secondary (adhered particles-dominated) counterparts (Barricelli, Patriarca, du Plessis, & Beretta, 2023; Chastand, Quaegebeur, Maia, & Charkaluk, 2018; D Greitemeier, Dalle Donne, Syassen, Eufinger, & Melz, 2016; Daniel Greitemeier, Palm, Syassen, & Melz, 2017; Kahlin et al., 2017; Kasperovich & Hausmann, 2015).



Figure 2-2: Schematics of the LPBF specimens (as-printed)

To generate a controlled amount of porosity in the specimens, three combinations of LPBF processing parameters (laser power *P*, scanning speed *v*, hatching space *h* and layer thickness *t*) were defined. The first combination, called "High Energy Density" (HED), was intended to produce specimens with spherical randomly distributed gas-filled pores for an overall level of porosity ranging from 0.03 to 0.05%. The second combination, called "Optimal Energy Density" (OED), was intended to print specimens with the lowest level of porosity of this study (<0.005%) and corresponds to a standard (EOS) bulk (hatching) set of parameters. The third combination, called "Low Energy Density" (LED), was intended to result in a porosity level similar to that of HED, but formed by elongated LOF pores. Specific printing parameters for all three combinations, namely, the laser power and the scanning speed, are shown in Tableau 2-1, along with the aggregated metrics, such as the laser energy density *VOD* = *P*/*vht* and the material build rate *BR* = *vht*. The hatching space and the layer thickness were identical for all three combinations of printing parameters, and corresponded to 120 and 60 µm, respectively. In all cases, the scanning strategy used was stripes, with a stripe width of 5 mm and rotation of 67° between each layer.

Parameter sets	Laser power,	Scanning speed,	Volumetric energy	Build rate <i>BR</i> ,	
	W	mm/s	density VED, J/mm ³	cm ³ /h	
HED	310	920	47	24	
OED	340	1250	38	32	
LED	340	1550	30	40	

Tableau 2-1 Three combinations of printing parameters

In order to define these parameter sets, the LPBF *VED-BR* process mapping technique described in (Letenneur et al., 2019) was used. For a given powder-printer combination, this method combines the melt pool modeling and design of experiment approaches to correlate a specific set of processing parameters with a specific level of processing-induced porosity. The *VED-BR* density map for a generic Ti64 powder processed by a generic EOS M280 LPBF system is presented in Figure 2-3a) and indicates the positions of three printing parameter sets for this study, i.e., HED, OED and LED. A preliminary printing using 40 potential sets of parameters within the *VED-BR* zone of interest was also completed in order to calibrate the map and select the best HED and LED parameters based on the density measurements.

After printing, three cylindrical specimens corresponding to the HED, OED and LED printing conditions were removed from the build plate, as references for the microstructure analysis, and the remaining specimens, while resting on the build plate, were subjected to a two-step thermal treatment consisting of a stress relief heat treatment at 593°C (1100°F) for 2 hours followed by an annealing at 900°C (1650°F) for 2 hours (Figure 2-3 b)). The thermal treatments were intended to remove residual stresses and then to decompose α ' martensite inherited from the LPBF process and form duplex ($\alpha+\beta$) structure. In a previous study, these treatments were successfully applied to Ti64 specimens printed on the same equipment using the same powder feedstock (Jimenez, Kreitcberg, Moquin, & Brailovski, 2022). Both treatments were performed using a Nabertherm H41/N furnace under argon continuous flow (~15 L/min) and were followed by forced argon flow cooling. After the thermal treatments, specimens were cut from the build plate using a band saw.



Figure 2-3: a) LPBF density map for Ti64 powders (EOS M280), b) two-step post-processing thermal treatment

2.6.2 Specimens preparation

Microstructure analysis: Six cylindrical specimens were produced for microstructure analysis: two for each combination of printing parameters (HED, OED and LED) in the asbuilt (AB) and heat-treated (HT) states. As presented in Figure 2-4a), the specimens were cut with two planes, perpendicular to the building direction (plane XY) and parallel to the building direction (plane XZ) using a SECOTOM 500 precision cutting machine. For all the analyses (X-ray diffraction, optical and electron microscopy), a standard specimen preparation metallographic technique was applied first. This technique consisted of three steps: 1) mounting in conductive Bakelite; 2) manual polishing with p800, p1200 and p2400 SiC paper, and 3) mirror-like finish polishing on a Buehler's VibroMet 2 vibratory polisher for 15h with a polishing cloth and a solution composed of 90% colloidal silica $(0.05 \mu m) + H_2O_2$. Next, for optical microscopy, secondary electron (SE) and backscattered electron (BSE) imaging and electron backscatter diffraction (EBSD) analyses, electropolishing (120 s under a voltage of 23V in A3 electrolyte) was carried out, and the specimens prepared were cleaned in an ultrasonic bath, first with distilled water and then ethanol. For optical microscopy and BSE image observations, a 30 s chemical etching in Kroll's reagent (2 ml of HF + 5 ml of HNO₂ + 100 ml H₂O) was additionally realized. Finally, for EBSD analyses, specimens subjected to the standard metallography and electropolishing techniques received a final polishing using a

Hitachi IM400 ion milling (Ar ions) system with a gun voltage of 4V and an incident angle of 10°.

Tensile testing: 30 tensile test specimens (10 for each set of printing parameters) were prepared following the ASTM E8-15a (ASTM, 2015a) standard guidelines (Figure 2-4b).

Fatigue testing: 75 axial fatigue specimens (25 for each set of printing parameters) were prepared following the ASTM E466-15 (ASTM, 2015b) standard guidelines (Figure 2-4c). From the 25 specimens for each group, about 20 were tested and the rest were kept for future validation purposes.

Fatigue crack growth testing: 12 specimens (4 for each set of printing parameters) were prepared following the ASTM E647-13a (ASTM, 2011) standard guidelines. The sides, crack and fixing holes of the specimens were cut out using wire-EDM. The two lateral faces of the specimens were rectified by machining (Figure 2-4d1,2) and then gradually polished using 80, 120, 240, 320, 400, 600, 800 and 1200 grit sand-paper on a manual polishing table. The polishing was completed using a VibroMet 2 polisher with a solution composed of 90% colloidal silica (0.05μ m) and H₂O₂.



Figure 2-4: Specimens with their final dimensions: microstructure a1) XY-plane, a2) XZplane; b) uniaxial tensile testing; c) uniaxial fatigue testing; fatigue crack growth testing d1) overall view, d2) notch details (all dimensions in mm)

2.6.3 Specimens characterization

2.6.3.1 Chemical composition analysis

The chemical compositions of the Ti64 powder and printed specimens (HED, OED and LED) were measured using inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICAP-AES), combustion fusion (nitrogen and oxygen) and inert gas fusion (hydrogen) techniques. The measurements were carried out following the ASTM E1479-16, E1941-16, E1409-13 and E1447-09 standards.

2.6.3.2 Microstructure analysis

Phase and structure features, before and after the thermal treatments, were analyzed using the XRD, SEM and EBSD techniques. X'Pert-Pro Panalytical with Co-K α radiation (λ =1.7902 Å) at 45 kV and 40 mA was used for the phase identification and quantification. A step size of

 0.05° was applied to acquire diffractograms in the 30 to $125^{\circ} 2\theta$ range. For more precise detection of the β -phase peaks, supplementary diffractograms with a smaller step size of 0.015° were acquired in the 38 to 51° 2 θ range and the β phase fraction was calculated using the relative intensity ratio (RIR) method and HighScore Plus software.

Optical microscopy observations in the XY- and ZX-planes were performed using a LEXT4100 Laser Confocal Microscope with x10, x20, and x50 magnifications. Measures of the prior β grain size were carried out on the optical microscopy images using the linear intercept procedure (ASTM, 2021b). Secondary electron (SE) and backscattered electron (BSE) image observations of the XY and ZX planes were conducted using an S3600-N Hitachi SEM. Observations at low (x100) and high (up to x3000) magnifications were realized using an accelerating voltage of 15 kV. EBSD and energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) analyses were carried out using a SU8260 Hitachi SEM, tilting all the specimens at 70° and scanning them at 25 kV. Low (x300, step size of 0.5 µm) and high (x1500, step size of 0.1 µm) magnification EBSD maps were built for the as-built and heat-treated specimens. Collected data were post-processed and analyzed using Quantax Esprit-Bruker software by indexing the two main phases: α (hcp, P63/mmc, #194) and β (bcc, Im3⁻m, #229). An EBSD-Mtex toolbox was used to reconstruct prior beta phase structures in all the specimens(Niessen, Nyyssönen, Gazder, & Hielscher, 2022). The length and thickness of α/α i laths were measured using the linear intercept procedure (ASTM, 2021b) and the size of globular α phase was measured manually on the EBSD images.

2.6.3.3 X-Ray microtomography analysis

The X-Ray microtomography technique was used to retrieve geometrical attributes of the processing-induced pores in all axial fatigue specimens. Qualitative observations of the crack growth specimens were also carried out. An XT H 225 micro-CT (Nikon) equipped with a reflection target provided the following resolutions: 13 μ m/voxel for fatigue specimens and 32 μ m/pixel, for crack growth specimens. For the fatigue specimens, the following X-Ray source parameters were used: acceleration voltage 205 kV, current 60 μ A and exposure time 708 ms, while for the crack growth specimens, these parameters were 212 kV, 37 μ A and 4 s,

respectively. A 1.5 mm-thick copper filter was used for the crack growth specimens. The reconstruction and the beam hardening correction were carried out using the Nikon CT PRO 3D software. The Dragonfly software ("Dragonfly 2020.2 [Computer software]," 2020) was used for image analysis. In order to minimize scatter in the pore size measurements caused by variabilities in the selection of a threshold grey value (threshold between material and pores), a Convolutional Neural Network-based algorithm was used for the porosity detection (Desrosiers et al., Awaiting publication). In order to remove noise, pores smaller than 3x3x3 voxels were removed from consideration. Once the pores were extracted, geometrical attributes of each pore (X, Y, Z positions, equivalent diameter, maximum Ferret diameter, volume, voxel count and X, Y, Z surface area) were calculated.

2.6.3.4 Uniaxial tensile testing

Tensile testing was performed on an MTS 858 Mini Bionix II servohydraulic test system, following the ASTM E8-15a standard procedure (ASTM, 2015a), with a constant cross-head displacement and an initial strain rate of 2.14 x 10^4 s⁻¹. For each group, HED, OED and LED, 3 specimens were tested and the *E* (Young's modulus), *S_Y* and *S_u* (yield and ultimate tensile strengths), and Δ (elongation to failure) values were calculated.

2.6.3.5 Uniaxial fatigue testing

Fatigue testing was realized on an MTS Landmark servohydraulic test system following the ASTM E466-15 standard procedure (ASTM, 2015b). The tests were done at $R = F_{min}/F_{max} = 0.1$ at a frequency of f = 12Hz. The fatigue runout was set to $N = 10^7$ cycles. For each group, HED, OED and LED, a minimum of 17 specimens were tested.

2.6.3.6 Fractography analysis

Fractography analyses of all the fatigue testing specimens were conducted using a TM3000 Hitachi Tabletop microscope using a magnification ranging from x40 to x2000. Geometric characteristics of the processing-induced pores located in the fracture surfaces were calculated using the Dragonfly software.

2.6.4 Fatigue crack growth testing

Fatigue crack growth testing was realized on an MTS 810 servohydraulic test system equipped with a 2.5 kN 661.18F load cell and an MTS 632.02F crack mouth opening displacement extensometer. Visual measurements on each side of the specimen were also carried out using two 5 MP cameras (GOM Aramis digital image correlation system). The tests were realized at R=0.1 and f=20 Hz. For each 10 000 cycles, force, displacement and strain values were recorded for three full cycles, at a rate of 1024 Hz. The compliance method described in the ASTM E647-13a standard was used to measure the crack length and to control the test.

The fatigue crack growth test sequence was divided into three steps: a) pre-cracking of the sample; b) ΔK decreasing (step-down) procedure near the threshold regime and c) ΔK increasing procedure for the Paris regime. The pre-cracking procedure was used to obtain a sharpened crack of sufficient length. In this study, an initial ΔK of 6.5 MPa m^{1/2} was chosen. An extension of the pre-crack to a 1.5 mm length was needed to end the procedure. Data collected during pre-cracking were not used when building the fatigue crack growth diagram. For the ΔK decreasing procedure, an incremental load shedding method was used where an extension of the crack of 0.5 mm had to be achieved before the force was shed by 8.5% (K-gradient > -0.1 mm⁻¹). This procedure was repeated until no such extension was obtained for $5x10^6$ cycles of testing, which corresponds to a crack propagation rate below 10^{-7} mm/cycle. The corresponding ΔK was considered as a stress intensity threshold, in accordance with the ASTM definition.

For the ΔK increasing procedure, an initial ΔK of 6.5 MPa m^{1/2} was used to overlap data from the step-down procedure. From the selected value of ΔK and the final crack length of the last procedure, the force range was calculated. The same force range was maintained until the end of the test, i.e., until the saturation of the extensometer.

A Paris diagram was then built using a Matlab post-processing routine and data from the ΔK decreasing and increasing procedures. The crack closure effect was considered via the determination of the fatigue crack opening forces. Open crack compliance was calculated from

the data corresponding to 65 to 90% of the force range in the unloading section of each measured cycle. The loading sections were then divided in segment and compared to the open crack compliance as described in ASTM E647-13a. An offset criterion of 5% from the open crack compliance was used to identify the minimum opening force which ended up corresponding to 20% of the maximum force. For each of the groups, HED, OED and LED, 2 specimens were tested.

2.6.5 Statistical treatment of the results

In order to ascertain statistical significance of the results obtained, including multiple measurements of the microstructure features, uniaxial tensile and fatigue properties, average values and standard deviations were calculated and are indicated in the corresponding sections. More precisely, for each test, the number of measurements per group was as follows: the width of prior β grain, ~160; the height of prior β grain, ~24; the width of as-built α ' lath, ~150; the width of heat-treated α lath, ~350; the width of heat-treated globularized α , ~200; the height of printed layers, ~13; the number of repetition of uniaxial tensile tests 3; the minimum number of repetitions at each stress level and the minimum stress levels of uniaxial fatigue tests, 3 and 4, respectively. The analysis of variance (ANOVA) was used to evaluate the statistical significance of the differences between the three groups of specimens, HED, OED and LED, in all cases, except for the fatigue results where only two groups were tested at a certain load. In the latter case, the student test (t-test) was used. The P-values of the F-test (ANOVA) and t-test (student) were used as indicators, and where a P-value was smaller than 0.05, differences between the means values were considered to be statistically significant.

2.7 Results

2.7.1 Chemical composition

Chemical compositions of the Ti64 powder and printed specimens are presented in Tableau 2-2. It is known that titanium-based alloys are sensitive to oxygen and nitrogen contents. Higher contents of C, O and N can stabilize α phase, thus significantly reducing the ductility,

resistance to crack propagation, and fracture toughness of the alloy. According to [15, 16, 17], increasing the oxygen content beyond 0.2 wt.% increases the strength of Ti64 alloys while decreasing their ductility. As can be seen in Tableau 2-2, all printed specimens show similar contents of the interstitial elements and they are all in the safe zone. Even though some slight compositional differences caused by the alloy fusion at different energy densities were observed, such as losses of a low melting temperature element Al, powder and printed specimens were in the acceptable chemical composition ranges for a standard LPBF Ti64 alloy (ASTM, 2014a).

Tableau 2-2 Chemical compositions of the Ti64 powder, printed specimens (HED, OED and LED), and a standard LPBF alloy

	Composition, wt.%							
	Ti	Al	С	Fe	V	O2	N2	Н
Powder	89.3	6.7	0.06	0.20	3.6	0.13	0.01	0.002
HED	89.4	6.4	0.02	0.19	3.9	0.14	0.01	0.003
OED	89.6	6.2	0.01	0.20	3.9	0.14	0.02	0.003
LED	89.4	6.3	0.03	0.20	3.9	0.14	0.01	0.002
Standard	88-91	5.5-6.75	< 0.08	< 0.3	3.5-4.5	< 0.2	< 0.05	< 0.015

2.7.2 Phase composition and microstructure of the as-built and heat-treated specimens

2.7.2.1 Phase composition

Figure 2-5 presents diffraction patterns of the HED, OED and LED specimens in the as-built (AB) state (dashed lines) and after heat treatments (black lines). XRD analysis reveals that despite the differences in laser power density, all AB specimens contain predominantly α' / α phase. Since the lattice parameters of hexagonal close-packed (hcp) α and α' phases are identical, they cannot be distinguished by XRD, but considering the extreme cooling rates occurring during LPBF, this phase is commonly identified as α' martensite (Hocine et al., 2020; Lutjering & Williams, 2007). Despite some shifts in the angular peak positions, the

calculated c/a ratio for α' martensite is 1.5945 ± 0.0005, which is in correspondence with (Bignon, Bertrand, Rivera-Díaz-del-Castillo, & Tancret, 2021; Zhongxue, Yang, Xu, & Shi, 2018). After heat treatments, in addition to α'/α phase, the HED, OED and LED specimens contain, respectively, 3.9, 5.3 and 6.3% of β phase.



Figure 2-5: Diffraction patterns of the specimens in the as-built state and after heat treatments.

The amounts of α and β phases and their distributions in the XY- and ZX-planes after heat treatments were also determined using the high-resolution EBSD maps shown in Figure 2-6. Note that these amounts were calculated using four EBSD maps each covering 80x80 µm². The rod-shaped β phase (yellow inclusions) is located between the α plates (red matrix). The EBSD results suggest that during heat treatment, the majority of α ' martensite decomposes, thus leading to the formation of a lamellar α phase structure with interlaying β phase. Some fine globular β phase inclusions can also be seen. The EBSD results confirm the conclusions of XRD analyses that the heat-treated specimens can be ranged with respect to their β phase content from the lowest to the highest as HED (3.51%), OED (3.67%) and LED (3.82%).



Figure 2-6: Phase composition (EBSD maps in the XY- and ZX-planes) after heat treatments: a) HED, b) OED and c) LED specimens

2.7.2.2 Microstructure

As-built specimens

Using optical microscopy images of the as-built specimens (not shown), it was observed that in all the cases, the melt pool penetration was greater than the thickness of one powder layer (60 µm). A typical microstructure of the LPBF Ti64 alloy containing columnar prior β grains of irregular sizes and shapes was observed. For all specimens, columnar prior β grains grow epitaxially along the build direction (Z) and across several layers. For the HED, OED and LED specimens, the width of prior β grains in the XY-plane are 150±85, 120±65 and 90±40 µm, respectively, while the grain lengths (ZX-plane) are 900±350, 440±250 and 250±100 µm, respectively. For both characteristics, the differences between groups are shown to be statistically significant and the higher the laser energy density, the greater the melt pool, and the larger the prior β grain width and length, which is consistent with (Han et al., 2017). For illustrative purposes, prior β grains were reconstructed using the EBSD maps (x300 magnification) and the MTex toolbox (Niessen et al., 2022) with Burgers' orientation relationship between the hexagonal α and cubic prior β phases (Figure 2-7). It can clearly be seen from this figure that the higher the laser energy density, the coarser the prior β phase grains: HED>OED>LED.



Figure 2-7: Reconstructed β grains in the as-built specimens: a) HED, b) OED and c) LED

High-resolution EBSD analysis allowed to observe that during printing, fine acicular α' martensite forms within the columnar prior β grains (Figure 2-8). Considering the martensite morphology defined in (S. Liu & Shin, 2019), parallel α' laths, forming colonies in Figure 2-8, are considered as primary martensite and this microstructure can be referred to as the Widmanstatten structure. The width of the martensite laths of the as-built HED, OED and LED specimens are 1.1 ± 0.5 , 1.15 ± 0.6 and 1.2 ± 0.6 µm, respectively (differences being statistically insignificant).



Figure 2-8: EBSD images illustrating α' martensite in the XY- and ZX-planes of the as-built specimens: a) HED, b) OED and c) LED

Heat-treated specimens

Note that since the heat treatments were performed at 593°C and 900°C, which is below the β transus temperature (975 - 995°C), no significant changes in the β grain size were expected. From the optical microscopy images (not shown), only some prior β grain boundary fragments composed of α phase can be distinguished, thus complicating the recognition of prior β grains. According to the EBSD reconstructed maps (Figure 2-9), grains in the heat-treated specimens are still elongated and follow the same trend as in the as-built state: they can be ranged from coarser to finer as HED, OED and LED.



Figure 2-9: Reconstructed β grains of the heat-treated specimens: a) HED, b) OED and c) LED

Furthermore, during heat treatment, acicular α ' martensite in all specimens transforms to $(\alpha+\beta)$ lamellar structures containing globularized and lamellar α structures. The α plates and the inclusions of β phase between the plates can be seen in Figure 2-10. In some areas, α plates started to globularize, as indicated by the arrows in Figure 2-10. For the HED, OED and LED specimens, the width of original α plates are 1.7 ± 0.7 , 1.9 ± 0.8 and 1.8 ± 0.9 µm and that of globularized α phase, 12 ± 3 , 9 ± 5 and 9 ± 5 µm, respectively. The width of α plates and that of globularized α phase were statistically different only for the HED specimens. For the HED, OED and 8%, respectively.



Figure 2-10: High resolution SEM/BSE and EBSD images (for XY plane) of the heat-treated specimens: a) HED, b) OED and c) LED; arrows indicate globuralized α phase

2.7.3 X-Ray microtomography

Following the microtomography analysis, geometric characteristics of the processing-induced pores in the HED, OED and LED axial fatigue specimens were obtained. First of all, mean measured porosities of the HED, OED and LED specimens are, respectively, 0.033, 0.003 and 0.044%, which are in the target ranges of 0.03-0.05% for the HED and LED specimens and < 0.005%, for their OED equivalents. Moreover, for the same volume of analyzed material (10cm³), HED specimens contain in average ~28 · 10³ pores, OED specimens, ~3 · 10³ pores, and LED specimens, ~20 · 10³ pores (considering the μ CT resolution, only pores larger than 40 μ m in size were counted). Figure 2-11 and Figure 2-12 present distributions of the pore area square root (\sqrt{area}) and the pore aspect ratio in the XY plane (perpendicular to the direction of the applied load) for the typical fatigue specimens. In Figure 2-11, it can be observed that for the same volume of analyzed material, HED specimens have a significant number of pores of small and medium size (90% of all pores are in the 0.04-0.07 mm range), while LED specimens have a significant number of large pores (35% of pores exceeding 0.09 mm in size).

It must be noted that only 1% of pores found in the OED and HED specimens were bigger than 0.11 mm in size and only 1% of pores found in the LED specimens were bigger than 0.16 mm in size. From Figure 2-12, it can be observed that the pore aspect ratio distribution is narrower for the HED specimens than for their OED and LED counterparts, and the lower the energy density, the less round the pores: the mean pore aspect ratio is 0.75 for HED specimens, 0.70 for OED specimens and 0.65, for LED specimens.



Figure 2-11: Histogram of the pore area square root in the XY-plane for the HED, OED and LED specimens (volume of the analyzed matter for each group of specimens is 11.23x10³ mm³); Inserts: for larger pores, smaller scales are used in the Y axes



Figure 2-12: Histogram of the pore aspect ratio in the XY-plane for the HED, OED and LED specimens (volume of the analyzed matter for each group of specimens 11.23x10³ mm³)

Other geometric characteristics of pores were also calculated; the equivalent diameter (*D*), the maximum Feret diameter (*F_{max}*), the pore volume (*V*), and their mean and max values are presented in Figure 2-13. It can be observed that both the OED and HED specimens contain smaller pores in terms of equivalent diameter, max Feret diameter, \sqrt{area} and volume, than the LED specimens. However, the number of pores in the HED specimens is respectively ~9 and ~1.5 times greater than in their OED and LED counterparts. Finally, pores of similar shape and size were also observed in the fatigue crack growth specimens but were not quantified.



Figure 2-13: Porosity characteristics for an equivalent volume of 591 mm³: a) Comparison between three groups, b) maximum values on the radar chart

2.7.4 Uniaxial tensile testing

Typical tensile strain-stress diagrams for each printed group are presented in Figure 2-14 and the mechanical properties obtained from these diagrams are reported in Tableau 2-3. From the figure and the table, it can be observed that the tensile mechanical properties of all the specimens are close, except for the elongations to failure, which is significantly smaller for the LED specimens. More specifically, the analysis showed that the HED and OED specimens are statistically different in respect to their elongations to failure Δ , the HED and LED specimens are statistically different in respect to their *E*, *Sy* and Δ values, while the OED and LED specimens are statistically different in respect to all the characteristics.



Figure 2-14: Typical stress-strain (engineering) diagrams of the three printed groups of specimens, HED, OED, LED

Group	E (GPa)	S_Y (MPa)	S _u (MPa)	Δ (%)
HED	116±1	898±4	989±7	13.64±0.4
OED	116±2	898±4	994±7	14.93±0.3
LED	113±1	878±2	978±3	11.30±0.3

Tableau 2-3 Tensile mechanical properties

2.7.5 Uniaxial fatigue testing

Results of the uniaxial fatigue testing are reported in Figure 2-15. It can be observed that while the OED specimens perform slightly better than the HED specimens, both the OED and HED specimens significantly outperform their LED counterparts: for the HED, OED and LED specimens, the runout (10^7 cycles) stress ranges ($\Delta \sigma$) are, respectively, 450, 495 and 360 MPa. Note also that the data scatter for the LED specimens is much larger than for their HED and OED counterparts. The statistical differences were calculated for each stress level where at least two groups were tested, and the difference in the fatigue behavior of each group from the two others was found to be statistically significant.



Figure 2-15: Wöhler diagrams obtained from uniaxial fatigue testing of the HED, OED and LED specimens

2.7.6 Fractography

Different aspects of the fracture surfaces were observed using the SEM technique. In the fatigue crack nucleation sites, pore characteristics, such as their size, shape and distance to the surface were measured. In the fatigue crack propagation region, the presence of river lines starting from the nucleation site, striations distant from the nucleation site and secondary cracks were noted. The final breaking zone was also observed. Figure 2-16 shows typical fractography images for the HED specimens (similar images for the OED and LED specimens are shown in Appendix. With the exception of pore characteristics, no major topological differences between the groups were observed.

Concerning the crack nucleation area, the contour of each critical pore found in the fracture surface was manually delimited and the pore aspect ratio, 2D equivalent diameter, max Feret diameter and \sqrt{area} were retrieved. Low-magnification images were used to calculate the

proximity of pores to the surface. Figure 2-17 presents examples of the fractography images from specimens of each group tested at the same stress range; the associated numbers of cycles to failure (N) are also provided.



Figure 2-16: Typical fractography images of the HED specimens ($\Delta \sigma = 765$ MPa; $N=1.4 \times 10^5$); a2, a3, b1, c1, d1, e1, e2 are magnifications of different zones of a1



Figure 2-17: Selected fractography images of the specimens tested at the same stress range of $\Delta \sigma = 585$ MPa: a) HED ($N = 3.4 \times 10^6$); b) OED ($N = 4.8 \times 10^6$) and c) LED ($N = 0.24 \times 10^6$)

Analysis of the fractography images showed that the fatigue cracks always nucleated at a pore, with the exception of two of four OED specimens tested at lower stresses ($\Delta \sigma < 585$ MPa). The size of pores observed in each nucleation area (SEM-measured pores) are superposed in Figure 2-18a) on the average cumulative distributions of the μ CT-measured pores, where black lines indicate the minimum and maximum \sqrt{area} measured for each group of specimens. It can be observed that for the HED and OED specimens, the size of pores that caused specimen failure (critical pores) was distributed along the entire cumulative distribution meaning that critical pores were not necessarily the biggest pores in these specimens. On the contrary, for the LED specimens, critical pores always belonged to the top 5% of the largest pores measured by µCT. Note that in some LED specimens, the SEM-measured pores were found larger than the biggest µCT-measured pores. This last discrepancy can be explained by two main factors. The first is that irregular shape of the LED pores with intricate details and potential interconnectivity was resolved differently using inspection techniques with the significantly different resolutions: 12 μ m/pixel for μ CT and 0.3 μ m/pixel for SEM. The second reason is that μ CT simply cannot differentiate unmelted particles inside the LED pores from the mechanically sound material, thus underestimating the pore size. For the specimens where the critical pore size measured by SEM was bigger than the largest pore measured by μ CT, the difference between the two measurements was calculated. For the LED specimens, the relative differences in the average and maximum pore \sqrt{area} values were, respectively, 28 and 55%, which means that the μ CT measurements significantly underestimated the size of LOF defects.



Figure 2-18: μ CT cumulated probability of the pores: a) \sqrt{area} and b) aspect ratios; black lines indicate the minimum and maximum values of the critical pores metrics measured in the fracture surface (SEM)

Next, the 2D aspect ratios taken from the SEM-measurements were compared to their μ CT-measured equivalents (Figure 2-18b)). It can be observed that for all groups, the aspect ratios of the SEM-measured pores are distributed all along the cumulated probability distribution. This seems to indicate that the elongated pores of this study are not more critical to the fatigue life than the more spherical ones.

In order to ensure that all the pores were uniformly distributed across the specimen crosssections, their positions with respect to the specimen surface are plotted in Figure 2-19, where the number of pores in each column were normalized to a constant volume of 100 mm³. Finally, for each critical pore, the D/d ratio, where D is the pore diameter and d is the distance from the center of a pore and the specimen surface, was related to the stress range that caused specimen failure (Figure 2-20). It can be observed that the closer the pore to the surface, the more critical it is. While only 3% of the μ CT-measured pores had a D/d ratio > 0.67, 35% (17/48 runout excluded) of such pores were critical. Furthermore, the higher the stresses, the greater the risk of a close-to-surface pore to be the site of fatigue crack initiation. For example, while only 1% of the μ CT-measured pores had a D/d ratio >1.6, 75% (14/19) of such pores became critical under the stresses exceeding 700 MPa.



Figure 2-19: Distance from the center of the pore to the surface: μ CT (histograms) and SEM (red arrows indicating the minimum and maximum values measured in the fracture surface), sign x indicates the mean value



Figure 2-20: D/d ratio of critical pores as a function of the stress range, dashed line representing the studied criteria of the pore-to-surface proximity

2.7.7 Fatigue crack growth testing

The results from fatigue crack growth testing are presented in Figure 2-21. It can be observed that all groups of specimens have a similar fatigue crack growth behavior with a $\Delta K_{th} = 3.9$ MPa m^{1/2}.



Figure 2-21: Paris diagram from the fatigue crack growth testing

2.8 Discussion

2.8.1 Microstructure

The as-built specimens are characterized by columnar β grains which are oriented more or less in the build direction. The grain boundaries are identified as prior β grains that grow epitaxially during the fusion process. The epitaxial growth is due to the directional thermal gradient and the partial re-melting of the previously deposed layers. Because of the different energy densities applied during processing of the LED, OED and HED specimens, the size (width and length) of the prior β grains differ. A decrease in the energy density from 46.8 to 30.5 J/mm³ leads to a prior β grain refinement, which is in good agreement with (Cepeda-Jiménez et al., 2020). Fine α ' martensite laths are found within the prior β grains. The ultrafine morphology of α ' martensite in all the specimens is due to extremely rapid cooling from the β range occurring during the LPBF process; the estimated cooling rate being ~10⁴ K/s (Vilaro et al., 2011). However, when the energy density decreases from 46.8 to 30.5 J/mm³, the width of α ' martensite laths also decreases from 1.2±0.5 to 1.1±0.6 µm, this difference not being statistically significant. The same trend was found in (Cepeda-Jiménez et al., 2020) and can be explained as follows: the lower the energy density, the smaller the melt pool, the higher the thermal gradient and the finer the microstructure.

Overall, heat treatments at temperatures below β transus led to α ' martensite decomposition, an increase in the β phase fraction (up to 6% according to XRD), and to the formation of lamellar structures. Both XRD and EBSD analyses showed that the lower the energy density, the lower the β fraction: it decreases from 6.3 to 3.9% when the energy density decreases from 46.8 to 30.5 J/mm³.

Finally, as expected, the heat treatments selected for this study did not significantly affect the prior β grains morphology. The grains remain elongated, but their length reduced, especially for the LED specimens. The size of the grains remained mostly unchanged due to the short duration of heat treatments and the temperatures remaining below β transus. Even though the width of α plates increased slightly, their average values remained similar for all the specimens: 1.7 µm for the HED specimens as compared to 1.8-1.9 µm for the OED and LED specimens. On the other hand, the lower the energy density (46.8 \rightarrow 30.5 J/mm³), the smaller the fraction and the size of globularized α particles after the heat treatments: 15 \rightarrow 8 % and 12 \rightarrow 9 µm, respectively. Intensity of the globularization process appears to be related to the dislocation density in the as-built specimens: the lower the energy density, the lower the globularization process (Bustillos, Kim, & Moridi, 2021).

Thus, after the heat treatments, HED specimens contained a higher fraction of globularized α phase and a lower fraction of β phase, while LED specimens contained a lower fraction of globularized α phase and a higher fraction of β phase (Tableau 2-4). As for OED specimens, they represent an intermediate case where a competitive growth of both α and β phases during annealing can be observed. It is known that the smaller the size of α plates/globularized α , and the lower the fraction of β phase, the higher the expected strength of the alloy (de Formanoir, Michotte, Rigo, Germain, & Godet, 2016). Moreover, the greater the fraction of globularized α phase, the HED

specimens present the most suitable microstructure from the mechanical properties viewpoint, since they contain the lowest fraction of β phase combined with the greatest fractions of fine globular and lamellar α phase structure elements. Of note, in terms of the fatigue properties, some microstructural features promote certain fatigue mechanisms at the expense of the others. For example, larger α colonies usually promote the roughness-induced crack closure, thus increasing ΔK_{th} and slowing down the long crack growth, while smaller α lamellae and colonies are more beneficial in slowing down the growth of micro-cracks by forcing them to change direction more often (Lutjering & Williams, 2007). Overall, from the microstructure viewpoint, specimens of this study can be ranged, from the most to the least suitable in terms of their potential fatigue performance, as HED>OED>LED.

Tableau 2-4 Microstructure features of the LPBF Ti64 alloy after HT

	β fraction, %		α lamellar structure	Globularized α	
	XRD	EBSD	Plate width, µm	Width, µm	Fraction, %
HED	3.9	3.51 ± 0.52	1.7±0.7	12±3	15 ± 1
OED	5.3	3.67 ± 0.2	1.9±0.8	9±5	10 ± 2
LED	6.3	3.82 ± 0.39	1.8±0.9	9±5	8 ± 2.5

2.8.2 Tensile testing, fatigue testing, fractography, tomography and fatigue crack growth testing

Uniaxial tensile testing of the three groups of specimens revealed similar mechanical characteristics in all cases, with the exception of elongations to failure, which were notably different: OED>HED>>LED. Note that despite the fact that the HED specimens possess more favorable microstructure than their OED equivalents (finer α lamellae, larger amount of globularized α phase and smaller amount of β phase), their tensile properties are not superior. This supports the fact that the mechanical properties of the specimens of this study are more connected to the defect population than to the material microstructure: the OED specimens with lower porosity and smaller pores behave better than the LED specimens with higher porosity and larger pores. Previous studies (Kan et al., 2022; W. Liu et al., 2020; Mathe, Tshabalala, Hoosain, Motibane, & du Plessis, 2021; Montalbano et al., 2021) observed that in

the case of similarly low porosities (<0.1%), the total amount of porosity impacts the tensile properties less than it does the size and shape of pores. Considering that the HED and LED specimens of this study have similar levels of porosity but significantly different pore size and shape, and therefore, the mechanical properties, the same conclusion can be made here.

Finally, the results of fatigue testing and fractography observations were analyzed in terms of size, shape and proximity to the surface of critical pores in order to find how these characteristics affect the fatigue behavior of each group of specimens. It can be asserted that overall, the larger the pore, the more irregular its shape and the closer it is to the surface, the more affected the fatigue life, which is consistent with previous studies (Akgun, Zhang, Lowe, Zhang, & Doré, 2022; Benedetti et al., 2017; S Beretta, 2021; de Jesus, Martins Ferreira, Borrego, Costa, & Capela, 2021; Gao, Tao, Wu, Chen, & Wu, 2022; Günther et al., 2018; Y. Hu et al., 2020; Jiao et al., 2023; Le, Pessard, Morel, & Edy, 2019). However, since these pore characteristics (size, shape and closeness to the surface) were different for the HED, OED and LED specimens of this study, their impact on the fatigue behavior was also different is discussed below.

Pore size

As observed by μ CT and confirmed by the SEM measurements, critical pores of the LED specimens were always among the biggest pores found in these specimens. On the contrary, critical pores of the HED and OED specimens were not necessarily the largest, but were rather situated in the midrange of the pore sizes of these specimens. This observation allows to suppose that the influence of pore size on the fatigue strength becomes particularly significant once a certain pore size threshold ($\sqrt{area} \approx 0.2 \text{ mm}$) is exceeded, and this appears to be the case in this study, irrespective of the stress amplitude. This value is somewhat close to the observations in (S Beretta, 2021). High-risk pores of such size are sufficiently large to be commonly detected using conventional μ CT systems, at least for parts of small size and simple geometry. Their detection in large complex part could be much more complicated because of the X-ray related artifacts related to geometric complexity and lower resolution related to larger volume of analyzed matter (Anton Du Plessis et al., 2018).

Pore shape

The most elongated pore in the LED specimens has an aspect ratio of ≈ 0.06 , which corresponds to a stress concentration factor of $k \approx 8$ according to (McGuigan, 1998), while a perfectly spherical pore (aspect ratio of 1) would have $k \approx 1.7$, meaning that an elongated pore bears a much greater risk of crack nucleation. However, in this study, pore shape seemed to have little impact on the fatigue life. This observation is in agreement with (Günther et al., 2018). As shown in Figure 2-18, pores from which the crack nucleated had an aspect ratio varying from 0.33 to 0.95 and, for the same level of stress, no relation between the number of cycles to failure and the pore aspect ratio was found. The absence of a clear relation between the fatigue life and the pore shape can be explained by the fact that the crack nucleation stage accounts for only a fraction of the total fatigue life according to (Zerbst et al., 2021). Once the crack is initiated, the initial pore shape should have little impact on the crack propagation. This observation is however in a certain contradiction with theoretical predictions and some experimental observations (Biswal, Syed, & Zhang, 2018; Jiao et al., 2023).

Pore proximity to the surface

In this section, two criteria involving the relative distance of a pore to the free surface D/d are applied during the analysis of the results. According to the first criterion, the impact of pore-to-surface proximity starts when its D/d exceeds 0.67, a threshold after which the stress concentration factor starts to increase (Tammas-Williams et al., 2017). According to the second criterion, to be considered as an external defect from the stress intensity factor perspective, and to have a more critical effect on crack propagation, D/d must be higher than 1.6 (Romano et al., 2018). Note for the HED, OED and LED specimens, D/d > 0.67 in ~3% of pores, while D/d > 1.6 in only <1% of pores. Despite these small numbers, 65% of the HED, 45% of the OED and 60% of the LED specimens had critical pores with D/d > 0.67. Moreover, tested under higher stresses ($\Delta \sigma > 700$ MPa), 78% of the HED, 67% of the OED and 75% of the LED specimens had critical pores were however much lower for lower stresses ($\Delta \sigma < 700$ MPa), where only 15% of the HED, 13% of the OED and 10% of the LED specimens met this same criterion. It can be concluded that the first criterion D/d > 0.67

can be used to identify potentially critical pores, since pores meeting this criterion were highly overrepresented as critical pores. The second criterion D/d > 1.6 is especially suitable to identify pores at risk for higher stresses but seems to be less relevant for lower stresses. That means that under lower stresses, proximity of a pore to the surface is less compromising than under higher stresses, which is in agreement with (Wycisk, Siddique, Herzog, Walther, & Emmelmann, 2015).

Differences in the number of critical pores meeting each of the two criteria for each group of specimens may be due to multiple reasons. First, the HED specimens have a higher pore count per unit volume than all other specimens, which means that in this case, larger pores could easily appear near the surface and became the crack initiation site. The OED specimens have pores of an approximately same size as the HED specimens, but in much lower numbers, thus, statistically speaking, presenting a lesser occurrence of large pores close to the surface. Regarding the LED specimens, their pores were large enough to become critical, even when they were far from the surface. This indicates that the proximity to the surface is an important characteristic of processing-induced pores from the fatigue resistance viewpoint, which agrees with the previous studies (Benedetti et al., 2018; Benedetti et al., 2017; Biswal et al., 2018; Brandl et al., 2012; de Jesus et al., 2021; Günther et al., 2018; Jiao et al., 2023).

Fatigue crack growth testing

All groups have shown similar fatigue crack growth behavior and threshold stress intensity, which allows to conclude that neither small differences in the microstructural features, nor differences in the processing-induced porosity of the specimens of this study had a significative impact on the fatigue crack growth behavior. The threshold stress intensity value obtained (3.9 MPa m^{1/2}) is in the same range than those reported in the literature (Stefano Beretta & Romano, 2017; Y. Hu et al., 2020; Leuders et al., 2013; Wycisk et al., 2014) for LPBF Ti64 specimens.

2.8.3 Kitagawa-Takahashi diagram

The Kitagawa-Takahashi diagram presented in Figure 2-22 was built using the $\Delta \sigma_0$ value obtained from the fatigue testing of OED specimens (495 MPa) and the ΔK_{th} value from the

fatigue crack growth testing of all the specimens (3.9 MPa m^{1/2}). Usually, $\Delta \sigma_0$ values are taken from specimens without flaws, but here, since the OED specimens have the lowest achievable level of porosity of this study, this exemption was considered acceptable. Even though a *Y* factor of 0.65 is commonly used for specimen containing defects close to the surface (D/d >1.6), a *Y* factor of 0.5 (for internal defects) was shown to be conservative to build the Kitagawa-Takahashi diagram. The usage of a *Y* factor of 0.5 is however in accordance with the reduction of criticality of the D/d ratio of pores tested at lower stresses, as observed in Figure 2-20. The flaw size indicated on the diagram corresponds to a size of the biggest pore retrieved by μ CT for each tested specimen.

Previous studies have shown that in order to provide conservative prediction in the defect tolerant design perspective, the Kitagawa-Takahashi diagram gained to be rectified using the El-Haddad (Benedetti & Santus, 2020; Stefano Beretta & Romano, 2017; Kumar & Ramamurty, 2020; Nalla, Ritchie, Boyce, Campbell, & Peters, 2002; Poulin et al., 2020; Romano et al., 2018) or Chapetti (Y. Hu et al., 2020) formulations. However, in this study, the Kitagawa-Takahashi diagram with a *Y* factor of 0.5, instead of 0.65, provides predictions that are already conservative. The shape of the diagram is also close to those of the previous studies (Benedetti & Santus, 2020; Stefano Beretta & Romano, 2017; Kumar & Ramamurty, 2020; Nalla et al., 2002), considering the likely differences in the process, specimens, testing conditions and approximations used.


Figure 2-22: Kitagawa-Takahashi diagram

2.8.4 Study limitations

Firstly, the study was limited to vertical specimens since this orientation was deemed to be critical (Baghi et al., 2021; Brandl et al., 2012; Cao et al., 2017; Qian et al., 2020; Ren et al., 2019; Stef et al., 2018; Syed et al., 2019; Z. Xu et al., 2019). However, horizontally-printed specimens were found to be less fatigue-resistant than their vertical counterparts in other studies (Jiao et al., 2023; W. Sun et al., 2020). However, printing and post-processing conditions of the tested specimens in these studies differ a lot from those of this study and the anisotropy was related to many causes, such as the microstructure, porosity, residual stresses, surface roughness, etc. Considering the preceding, precautions should be taken before applying the results obtained in this study to specimens manufactured with other build orientations. Secondly, surfaces of the specimens of this study were machined to decouple the influence of internal processing-induced defects (pores) from that of the surface defects. Since, as it was shown in many studies (Barricelli et al., 2023; Chastand et al., 2018; D Greitemeier et al., 2016; Daniel Greitemeier et al., 2017; Kahlin et al., 2017; Kasperovich & Hausmann, 2015), the impact of surface defects can overshadow that of internal porosity, their presence cannot be ignored in the framework of the damage tolerant design of real parts.

2.9 CONCLUSION

The method described in this study allowed the production of three groups of specimens (HED, OED and LED) with similar chemical compositions and microstructures but with very specific pore population characteristics. In order to realize a comprehensive study of each group of specimens, chemical compositions were ascertained using ICAP-AES, combustion fusion and inert gas fusion. Microstructural features were analyzed using EBSD, XRD and optical microscopy, pore characteristics were measured using X-ray micro-tomography and fractography, and finally, mechanical properties were assessed with tensile testing, uniaxial fatigue testing and fatigue crack growth testing. The following observations were made:

- The chemical composition of each group of specimens was within the standard ranges;
- HED specimens had a significant number of pores of small and medium size ranging from 0.04 to 0.09 mm, of spherical shape, mostly identified as gas pores, and a total porosity of 0.03%;
- OED specimens had only a limited number of small pores ranging from 0.04 to 0.07 mm, and a total porosity of 0.003%;
- LED specimens had a significant number of pores larger than 0.07 mm, of elongated shape, mostly identified as lack-of-fusion defects, and a total porosity of 0.04%;
- Following the stress relief and annealing heat treatments, a similar mixture of α laths within discontinuous prior columnar beta grains, β and globularized α phase were found in all groups, with the following ranking in terms of the microstructure suitability from the mechanical properties viewpoint: HED>OED>LED;
- Uniaxial tensile testing revealed similar *E*, *Sy* and *Su* values, while significantly lower elongations to failure for the LED specimens such as OED>HED>>LED and this loss in the mechanical properties was related to the presence of larger processing-induced defect, microstructure playing secondary role;
- Uniaxial fatigue properties and fractography analyses revealed that the pore size was particularly critical for the LED specimens (containing larger pores), while not being

so critical for their HED and OED counterparts. It was also revealed that pores close to the surface (ratio of the pore equivalent diameter to the pore-to-surface distance $D/d \ge 1.6$) were more critical at higher stresses ($\Delta \sigma > 700$ MPa), while pores close to the surface ($D/d \ge 0.67$) were moderately significant at all stress levels. Finally, the shape of pores did not significantly impact the overall fatigue resistance;

- Fatigue crack growth testing revealed similar fatigue crack growth behavior and ΔK_{th} (= 3.9 MPa m^{1/2}) for all groups. This means that neither the porosity nor microstructural differences between the specimens of this study had a significative impact on the fatigue crack growth behavior;
- The Kitagawa-Takahashi diagram was plotted using the defect size of \sqrt{area} and a *Y* factor of 0.5. In the framework of this study, this diagram provided conservative results;
- It was found that there exists a certain threshold pore size (√area ≈ 0.2 mm) where the influence of pore size on the fatigue strength becomes particularly significant, and that this eventuality coincides with a ~20% decrease in the volumetric laser fusion energy density as compared to its optimum value.

2.10 Acknowledgements

The authors are grateful to C. Desrosiers for the development of a convolutional neural network (CNN) algorithm used for porosity segmentation. The authors would like to express their gratitude to ETS technicians R. Romanica, J. Grignon and S. Plamondon, and LAMSI research group students A. Timercan, S. Brika and E. Herrera for their support in specimen preparation and mechanical testing. The authors also acknowledge the financial support provided by CRIAQ (Consortium de Recherche et d'Innovation en Aérospatiale au Québec), NSERC (Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada), Object Research Systems, Bell Textron Canada and Pratt & Whitney Canada.



2.11 Appendix: Typical fractography images for OED and LED

Figure 2-23 Typical fractography images of the OED specimens ($\Delta \sigma = 765$ MPa; $N=2.6 \times 10^5$)



Figure 2-24 Typical fractography images of the LED specimens ($\Delta \sigma = 765$ MPa; $N=3.3 \times 10^4$)

CHAPITRE 3

SÉRIE D'ESSAIS SUR PIÈCES PILOTES

3.1 Introduction

Le CHAPITRE 2 a présenté une étude réalisée sur trois groupes d'échantillons en Ti64 fabriqués par LPBF avec des paramètres de fabrications distincts (HED, OED et LED). Les différentes combinaisons de paramètres de fabrication ont permis la génération des différentes populations de pores. Afin d'étudier l'impact de ces pores sur les propriétés mécaniques, les échantillons des trois groupes ont été soumis à des essais normalisés de traction uniaxiale, de fatigue uniaxiale et de propagation de fissure, en plus des caractérisations microstructurales et tomographiques. Bien que cette étude soit informative sur l'impact de certaines caractéristiques des pores sur les propriétés mécaniques, celle-ci concerne des échantillons normalisés ayant été conçus spécifiquement dans le but de caractériser ces propriétés. Entre autres, ces échantillons ont été usinés pour minimiser l'effet de défauts de surface inhérents au procédé de fabrication et pouvant affecter ces propriétés.

Dans le présent chapitre, des essais de fatigue seront effectués sur deux groupes de pièces complexes en Ti64 fabriquées avec les combinaisons de paramètres HED et OED décrits et utilisés dans le CHAPITRE 2 (la combinaison de paramètres de fabrication LED a été retirée de cette étude, car celle-ci entrainait des propriétés en fatigue nettement inférieures à celles des deux autres groupes). Ces essais devaient permettre de déterminer si une légère baisse de résistance en fatigue des échantillons standardisés HED avec une porosité de 0,03 % ($\Delta \sigma_f = 450$ MPa; N = 10⁷ cycles) par rapport à celle des échantillons standardisés OED avec une porosité de 0,003 % ($\Delta \sigma_f = 495$ MPa; N = 10⁷ cycles), sera également observée sur des pièces complexes et ce, en présence des défauts de surface qui ne peuvent pas être complètement éliminés par usinage conventionnel.

Afin de fournir une réponse à cette question, le chapitre est divisé en huit parties. La pièce sélectionnée, les conditions de chargement et les modifications apportées à la pièce pour les

essais sont d'abord présentées. Ensuite, la fabrication des pièces par LPBF est expliquée. Le modèle par éléments finis utilisé pour prédire les contraintes et les déformations dans la pièce est alors présenté. Ensuite, le banc d'essai est décrit. Puis, les résultats des essais permettant d'étudier la conformité du banc d'essai au modèle par éléments finis sont présentés. Après quoi, le déroulement des essais en fatigue et la méthode utilisée pour les analyser sont expliqués. Finalement, les résultats des essais en fatigue sur les pièces complexes sont présentés.

3.2 Sélection de la pièce, conditions de chargement et modifications apportées

La pièce sélectionnée (Figure 3-1 a)) pour cette partie de l'étude a été proposée par un partenaire industriel.



Figure 3-1 Pièce sélectionnée; a) Pièce numérique originale, b) Cas de chargement choisi pour les essais, c) Vue de face de la pièce modifiée, d) Vue de derrière de la pièce modifiée

Le cas de chargement choisi pour les essais est constitué de deux forces (F_1 et F_2) et deux supports, tel qu'illustré à la Figure 3-1 b). F₁ agit toujours en compression et F_2 toujours en traction. Les forces varient avec un R = 0,1 et sont synchronisées de manière à exercer une force absolue maximale au même instant avec un ratio $F_1/F_2 = -1,47$. La stratégie utilisée pour établir les valeurs exactes des forces à exercer lors des essais de fatigue est expliquée dans la section 3.4.

Avant la fabrication, des modifications mineures ont été effectuées sur la pièce. Premièrement, deux trous générant des concentrations de contrainte non désirées ont été remplis (voir Figure 3-1 b)). Des surépaisseurs d'usinage ont été ajoutées à certains emplacements sur la surface de la pièce et dans les trous de fixation. Les surépaisseurs sur les surfaces ont été ajoutées pour permettre le collage de jauges de déformations, après usinage. Les surépaisseurs dans les trous de fixation ont été ajoutées pour garantir leurs dimensions après l'alésage. Le dessin de la pièce après le remplissage des trous et des surépaisseurs est présenté à la Figure 3-1 c) et d).

3.3 Préparation à la fabrication

3.3.1 Génération des supports

Les supports ont plusieurs fonctions essentielles lors de la fabrication par LPBF. Premièrement, comme leur nom l'indique, ils permettent de supporter des sections trop penchées non soutenues par les couches inférieures lors de la fabrication. Ils permettent également le transfert de chaleur par conduction vers la plaque de fabrication. Finalement, ils empêchent certains déplacements indésirables causés par déformations thermiques. Les supports sont constitués d'un même alliage que le reste de la pièce, mais il en existe plusieurs types allant de simple « ligne », facile à retirer, à un « volume plein » maximisant l'échange thermique et minimisant les déformations. Les supports sont générés à l'aide du logiciel *Materialise Magics* qui propose une orientation permettant de limiter la quantité de supports pour un angle d'orientation de la pièce fixe. L'utilisateur peut également fixer la position de la pièce manuellement et choisir l'emplacement et les paramètres des supports. Dans le cas présent, les supports ont été générés pour minimiser l'usinage à effectuer après la fabrication. La pièce avec ses supports est présentée à la Figure 3-2. Elle contient majoritairement les supports de type « bloc », c'est-à-dire un volume dont seulement un motif est fusionné, et de six supports de type cône. Ces derniers sont colorés en rouge dans la Figure 3-2 b).



Figure 3-2 Pièce avec supports : a) Vue iso; b) Vue du dessous

3.3.2 Choix des paramètres de fabrication, impression, traitements thermiques, usinage et microtomographie (μCT) des pièces

La fabrication des pièces par LPBF a suivi les mêmes étapes (sélection des paramètres de fabrication, impression et traitements thermiques) que les échantillons normalisés avec quelques différences. Les grandes lignes de ces étapes ont été présentées dans le CHAPITRE 2. Comme cela a été déjà précisé, des trois combinaisons de paramètres d'impressions utilisées dans le CHAPITRE 2, uniquement les paramètres HED et OED ont été retenus pour cette partie de l'étude. L'usinage des pièces se distingue de celui des échantillons normalisés par la complexité de l'opération. Pour y parvenir, un guide d'usinage en acier a été usiné (voir la Figure 3-3). Il est à noter que l'usinage n'a été réalisé que sur les surfaces où les supports devaient être supprimés et sur les faces de la pièce contenant les surépaisseurs d'usinage. Le reste des surfaces a été laissé tel que fabriqué.



Figure 3-3 Guide d'usinage

Les pièces ont par la suite toutes été soumises à l'inspection microtomographique en utilisant la méthode décrite au CHAPITRE 2. Il est important de noter que la taille et la complexité de la pièce posent des difficultés sur le plan de l'analyse tomographique. En raison de la taille de la pièce, la résolution est moins bonne que celle des échantillons normalisés (53 µm au lieu de 13 µm). Quant à la complexité de la pièce, celle-ci engendre des artefacts de reconstruction. La Figure 3-4 représente des images tirées de l'analyse tomographique. Dans cette figure, les artefacts de reconstruction créent des dégradés dans les niveaux de gris qui complexifient la segmentation des pores et de la matière.



Figure 3-4 Résultats de l'analyse tomographique : a) HED; b) OED

3.4 Modélisation par éléments finis

Un modèle d'analyse par éléments finis a été créé, sous *ANSYS Workbench*, afin d'estimer les déformations et les contraintes dans la pièce. Un cas de chargement prédéfini a été modélisé en utilisant deux forces, quatre supports fixes et deux supports en compressions. Tous ces éléments sont représentés à la Figure 3-5. Premièrement, les forces ont été appliquées sur des cylindres qui sont liés totalement à la pièce. Ensuite, quatre supports fixes (Figure 3-5 b)) ont été générés dans les faces internes des trous de la partie inférieure de la pièce. Deux supports en compression (Figure 3-5 c)) ont été ajoutés sur les surfaces internes des membrures inférieures de la pièce de manière à représenter la plaque de fixation qui sera installée sur le modèle expérimental. Ici, les choix d'utiliser des liaisons totales et des supports fixes sont des simplifications effectuées pour permettre la convergence du modèle dans un temps raisonnable et pour éviter des problèmes de singularités. Ces simplifications peuvent avoir mené à de légères différences dans les résultats.



Figure 3-5 Éléments principaux du modèle : a) Forces; b) Supports fixes; c) Supports en compression sur les deux faces internes

Le modèle permet de calculer la contrainte équivalente de Von Mises (σ_{eq}), la contrainte équivalente de Von Mises signée ($\sigma_{eq, signée}$), et les déplacements aux endroits où les jauges de déformation seront installées. La contrainte équivalente signée est calculée avec l'équation (3.1) afin de pouvoir déterminer les zones maximales en compression et en tension. Les zones en tension sont considérées comme plus critiques puisqu'elles sont propices à la propagation d'une fissure.

Les forces (Figure 3-5 a)) ont été appliquées avec la même orientation qu'indiqué à la Figure 3-1 b) et pour trois incréments de force (Figure 3-6). La stratégie suivante a été utilisée pour déterminer les valeurs de ces forces. Le cas de chargement intermédiaire (cas de chargement

2) correspond à celui qui devrait générer une contrainte maximale dans la pièce correspondant à environ 50% de la contrainte moyenne alternée utilisée lors des essais de fatigue sur les échantillons normalisés, à savoir $(\Delta \sigma_{min} + \Delta \sigma_{max})/2 = (450 + 830)/2 = 640$ MPa et correspondant à une vie en fatigue d'environ 10⁶ cycles (rectifié à 625 MPa). Ce cas correspond à l'application d'une force maximale absolue de 4244 N sur *F1*. Les forces appliquées aux cas de chargements 1 et 3 ont été choisies pour obtenir une vie en fatigue correspondant à la moitié et au double de la vie en fatigue du cas de chargement intermédiaire, respectivement. Les contraintes et les forces associées à chaque niveau de charge sont présentées dans la Tableau 3-1.

$$\sigma_{eq,sign\acute{e}e} = \frac{\sigma_{eq}(\sigma_x + \sigma_y + \sigma_z)}{\left|\sigma_x + \sigma_y + \sigma_z\right|}$$
(3.1)



Figure 3-6 Sélection des cas de chargement à partir de la courbe de Wöhler des échantillons normalisés

Niveau	$F_{1,max}(N)$	$F_{1,min}(\mathbf{N})$	$F_{2,max}(N)$	$F_{2,min}(N)$	$\Delta \sigma_{eq,signé}$ (MPa)
1	-449	-4493	3055	305	660
2	-424	-4244	2885	289	624
3	-387	-3874	2634	263	570

Tableau 3-1 Niveau de charges des essais

Le raffinement de la taille des éléments aux endroits critiques a été réalisé avec une étude de convergence appliquée sur la contrainte équivalente de Von Mises, avec un critère de convergence de 5 %. La taille générale des éléments dans l'analyse est d'environ 1 mm et la taille des éléments raffinés est de l'ordre de 0.1 mm. La Figure 3-7 présente l'endroit où la contrainte alternée maximale en tension a été observée dans le modèle (calculée à partir avec l'équation (3.1)). Cet endroit sera désormais appelé « zone d'intérêt ».



Figure 3-7 Zone d'intérêt de l'analyse par éléments finis et contrainte maximale en tension $(\sigma_{eq, signée})$ correspondante (Niveau de charge 2) : a) Pièce complète; b) Vue de détail de la zone d'intérêt

3.5 Description du banc d'essai

3.5.1 Banc d'essai

Le banc d'essai est composé de plusieurs éléments. Premièrement, une plaque de fixation en acier (Figure 3-8 a) (1)) épaisse de 7,8 mm permet de fixer les membrures inférieures de la pièce avec deux boulons serrés à 4,2 Nm. Deuxièmement, deux actionneurs (Figure 3-8 c) (2)) du modèle MTS 244.11 G2 ayant une capacité de 15 kN, chacun muni d'un capteur de déplacement de type LVDT intégré ayant une résolution de 0,00254 mm (0,0001 po) permettent de fixer et de transmettre la charge aux membrures supérieures de la pièce à l'aide d'un boulon serré à 1,7 Nm. Les actionneurs sont également connectés à des cellules de charge de la marque *Interface* et du modèle 1010FIU-1-1K-B ayant une capacité de 4,9 kN (Figure 3-8 c) (3)). Finalement, une structure en acier (Figure 3-8 c) (4)) permet de fixation et aux actionneurs et éviter des différences de serrage entre les différents essais, les boulons ont reçu un serrage supérieur à la valeur visée, puis, en revenant d'un quart de tour, le serrage a été ramené à la valeur visée.



Figure 3-8 Schéma du banc d'essai; a) Vue de côté instrumentée, b) Vue de face, c) Vue de la structure

3.5.2 Jauges de déformation

Les pièces ont été instrumentées avec deux jauges unidirectionnelles (type 125BZ) et deux jauges bidirectionnelles (type 062TZ) de la marque *Micro Measurements*. Le choix du type de jauge et de la position de celles-ci sur la pièce a été fait à partir du modèle d'analyse par éléments finis. Plus précisément, les centres des jauges ont été positionnés sur les surfaces suffisamment larges pour accueillir les jauges où les plus grandes déformations étaient prédites. Par la suite, l'orientation de chaque jauge a été déterminée visuellement en fonction de la direction où la déformation était la plus constante. Il faut noter que la position et l'orientation des jauges ont été calculées sur une ancienne version du modèle par éléments finis qui précédait les essais préliminaires. Suivant ces essais, des modifications ont été apportées au modèle par éléments finis pour aboutir au modèle final présenté dans la section 3.4. La position et l'orientation des jauges s'avèrent donc moins optimales que précédemment calculées. La proportion de la déformation totale causée par des facteurs locaux non modélisés,

tels que le serrage des boulons, devrait donc être plus importante aux jauges dont la position est suboptimale, ce qui complexifie la validation du modèle et du banc d'essai. Les schémas des jauges sont présentés à la Figure 3-9 et la position schématique des jauges sur la pièce est présentée à la Figure 3-10.



Figure 3-9 Schéma des jauges de déformation; a) jauge unidirectionnelle, b) jauge bidirectionnelle



Figure 3-10 Positions et orientations schématiques des jauges de déformation

La déformation des jauges est estimée par le modèle d'analyse par éléments finis. Pour ce faire, deux sondes de déplacement sont placées par zone de mesures de jauges (deux sondes par jauge unidirectionnelle et quatre sondes par jauge bidirectionnelle), pour un total de 12. Le début et la fin de chaque zone de mesure de jauges sont positionnés à l'aide de systèmes de coordonnées.

Pour chaque incrément de force, les positions des sondes de déplacement (x, y, z) sont tirées du modèle. La déformation à la jauge (ε) peut donc être calculée à partir du modèle en utilisant l'équation (3.2).

$$\varepsilon_{n} = \frac{\sqrt{\left(x_{n,a,f} - x_{n,b,f}\right)^{2} + \left(y_{n,a,f} - y_{n,b,f}\right)^{2} + \left(z_{n,a,f} - z_{n,b,f}\right)^{2}}}{\sqrt{\left(x_{n,a,i} - x_{n,b,i}\right)^{2} + \left(y_{n,a,i} - y_{n,b,i}\right)^{2} + \left(z_{n,a,i} - z_{n,b,i}\right)^{2}}}$$
(3.2)

Dans cette équation, n correspond à l'indice de la jauge étudiée, a et b correspondent respectivement au début et à la fin de la zone de mesure de la jauge et i et f indiquent respectivement la référence à la position initiale et finale. Pour valider le modèle par éléments finis, la valeur de la déformation estimée doit être comparée à la déformation mesurée sur le banc d'essai.

3.6 Conformité entre les conditions expérimentales et le modèle par éléments finis

Avant le lancement des essais en fatigue sur les pièces, une série d'essais de suivi de déformation (*strain survey*) est effectuée pour valider la conformité entre le modèle numérique et la pièce réelle. Pour ce faire, les déformations mesurées aux jauges de déformations sur la pièce au cours d'une série de cycles sont comparées aux déformations prédites par les sondes de déplacement du modèle par éléments finis et l'équation (3.2). Les déformations prédites sur le modèle et mesurées sur la pièce réelle sont présentées à la Figure 3-11.



Figure 3-11 Étude de déformation (cas de chargement A); a) Jauge 1; b) Jauge 2; c) Jauge 3, direction A; d) Jauge 3, direction B; e) Jauge 4, direction A; f) Jauge 4, direction B

La Figure 3-11, permet de constater que le modèle prédit bien les variations de déformation aux jauges 1, 2, 3 dans la direction A et de la jauge 4, dans la direction B. Au contraire, la prédiction du modèle semble être assez loin de la réalité pour la jauge 3 dans la direction B et de la jauge 4 dans la direction A. Le principe de Saint-Venant (Bazergui, 2002) permet d'expliquer cette différence de comportement à partir de la position des jauges. En effet, les jauges 1 et 2 sont situées relativement loin des fixations tandis que les jauges 3 et 4 sont situées près des fixations et de la plaque de fixation. Le principe de Saint-Venant stipule qu'à une distance suffisante du point d'application de la charge, ici les fixations, les contraintes et les déformations, sont indépendantes de la manière dont elle est appliquée. Les résultats semblent indiquer que le modèle prédit correctement les déformations globales dans la pièce, mais que localement, aux fixations, les contraintes et les déformation locale près des fixations est accentué par la position suboptimale des jauges de déformation telle que traitée dans la section 3.5.2. Cependant, considérant que la zone d'intérêt est elle-même éloignée des fixations, le modèle devrait prédire correctement les variations de contraintes et de déformations à celle-ci.

Il faut également mentionner que l'installation de la pièce, soit le serrage des boulons à la plaque de fixation et aux actionneurs, engendre des déformations initiales dans la pièce, et ce, même lorsque les cellules de charge ne détectent aucune force. Pour faciliter la comparaison avec le modèle, ces déformations initiales ne sont pas représentées à la Figure 3-11. Pour les jauges 1, 2, 3 dans la direction A, 3 dans la direction B, 4 dans la direction A et 4 dans la direction B, la déformation initiale mesurée est de l'ordre de -0,34, 0,82, -1,08, -0,04, -0,76 et 0,16 mm/mm x 10⁻³ respectivement. Toutes ces déformations initiales sont du même ordre que les déformations cycliques présentées à la Figure 3-11. Les raisons principales pouvant expliquer ces déformations sont le serrage des boulons et un désalignement de l'actionneur 1 de sorte qu'il n'est pas parfaitement parallèle à l'attache de la pièce, ce qui impose une flexion aux jauges 1 et 2. Ces déformations contribuent à l'augmentation de la contrainte statique (en tension ou en compression) dans la pièce et affectent la résistance en fatigue de la pièce en modifiant localement le ratio *R*.

3.7 Déroulement des essais en fatigue

Les essais sont contrôlés en force et sont réalisés à une fréquence de 6 Hz. Les variables enregistrées pendant l'essai sont le nombre de cycles, puis, pour chaque actionneur, le déplacement, la commande de force et la force appliquée, et, pour chaque jauge, la déformation. L'acquisition se déroule en continu à une fréquence de 333 Hz. Afin de détecter l'apparition de fissure, plusieurs limites sont appliquées sur le déplacement des actionneurs. Les limites sont calculées à partir des valeurs de déplacement initial maximal des actionneurs $(d_{i,max})$. Pour tenir compte du changement rapide dans le déplacement ayant lieu lors des premiers cycles, di,max est établi après 100 cycles et correspond au déplacement à la force maximale. À partir de ces valeurs, mesurées pour chaque actionneur, trois limites sont calculées. La première limite est déclenchée lorsque le déplacement maximal de l'actionneur dépasse $d_{i,max}$ par au moins 0,0127 mm (0,0005 po) durant 5 cycles successifs. La valeur de cette limite a été sélectionnée à partir de l'analyse par éléments finis, pour le cas de chargement intermédiaire, pour détecter une fissure longue d'environ 2,5 mm dans la zone d'intérêt. Des essais préliminaires ont permis de valider que cette limite est assez sévère pour détecter une fissure à peine détectable par inspection visuelle mais suffisamment large pour éviter des interruptions fréquentes par des variations non-significatives sur le banc d'essai. La seconde limite est déclenchée lorsque le déplacement maximal de l'actionneur dépasse $d_{i,max}$ par au moins 0,0508 mm (0,002 po). La dernière limite est déclenchée, et arrête le système hydraulique par mesure de sécurité, lorsque le déplacement maximal de l'actionneur dépasse $d_{i,max}$ par au moins 0,762 mm (0,03 "). Les deuxième et troisième limite ont uniquement été mises en place par mesure de sécurité.

Sur déclenchement d'une des limites décrites précédemment, l'essai est mis en pause, et la présence de fissure est examinée par analyse visuelle. Si une fissure est observée et que celleci s'est développée dans la zone d'intérêt (Figure 3-7), l'essai est arrêté. La zone d'intérêt est l'endroit où la contrainte équivalente maximale en tension est prédite dans le modèle par éléments finis. Dans le cas où une fissure se développe à la connexion à l'actionneur 2, tel qu'à la Figure 3-12, la zone est réparée et l'essai est reparti. Si une fissure s'est développée ailleurs que dans la zone d'intérêt, ou à la connexion à l'actionneur 2, l'essai est remis en marche. Finalement, si les fissures situées hors de la zone d'intérêt provoquent des déplacements trop importants, l'essai est arrêté.



Figure 3-12 Fissures aux membrures de la pièce connectées à l'actionneur 2; a) Fissure détectée nécessitant une réparation, b) fissure non-réparée, c) fissure amenant au bris de la pièce et empêchant la complétion de l'essai, d) pièce réparée avant le bris de la pièce

Une technique de détection de fissure basée sur une technologie de *break wire*, dans laquelle la fissure est détectée par la rupture d'un fil collé à l'endroit où la fissure devrait se développer, a été envisagée, mais celle-ci s'est avérée impossible à utiliser en raison du mauvais fini de surface.

3.8 Méthode d'analyse des essais en fatigue

Afin d'estimer le nombre de cycles auquel une ou plusieurs fissures se sont développées, un post-traitement des données sur Matlab basé sur la souplesse de la pièce a été effectué pour accompagner l'estimation basée sur les limites de déplacement des actionneurs et les inspections visuelles.

La souplesse de l'échantillon à un certain nombre de cycles est calculée à partir de la section de chargement d'un cycle de l'actionneur 1, comme illustrée la Figure 3-13. Une équation linéaire est ajustée sur les points se trouvant entre 28 et 95 % de la force maximale (F_{max}) du couple de données Force — Déplacement. La souplesse de l'échantillon correspond à la pente de l'équation linéaire décrite et est moyennée sur 20 cycles consécutifs. Ce calcul de souplesse

est répété à intervalle régulier tout au long de l'essai et est représenté sur un graphique tel que celui présenté à la Figure 3-14. À la Figure 3-14 par exemple, il est possible de voir que deux fissures ont commencé à affecter la souplesse de la pièce de façon successive aux alentours de $6 \cdot 10^4$ et $1,1 \cdot 10^5$ cycles (les points d'inflexions sont représentés par des lignes verticales) avant d'être finalement détectées à $8.8 \cdot 10^4$ et $1.2 \cdot 10^5$ cycles (les points correspondant à la détection à l'aide des limites des actionneurs, d'une fissure sont représentés à l'aide d'un X).



Figure 3-13 Calcul de la souplesse de la pièce



Figure 3-14 Évolution de la souplesse d'une pièce pendant l'essai. Les X représentent le déclenchement d'une limite et les barres verticales représentent le moment correspondant à un changement de souplesse caractéristique du développement d'une fissure

3.9 Résultat des essais en fatigue

Des fissures se sont développées dans quatre zones présentées à la Figure 3-15. La première zone correspond à la zone d'intérêt (Figure 3-7) et où l'analyse par éléments finis prévoyait la contrainte la plus élevée en tension. Les trois autres zones correspondent à des connexions entre la pièce et les actionneurs ou la plaque de fixation. Les nombres de cycles auxquels des fissures ont été détectées dans chaque pièce sont présentés à la Figure 3-16. Un diagramme de Wöhler considérant les pièces ayant fissuré dans la zone d'intérêt est présenté à la Figure 3-17.



Figure 3-15 Zone de développement des fissures; la zone d'intérêt est identifiée avec la couleur rouge tandis que les trois autres zones sont en jaune



Figure 3-16 Nombre de cycles correspondant à la détection de fissures, pour chaque échantillon



Figure 3-17 Courbe de Wöhler incluant les pièces complexes ayant fissuré dans la zone d'intérêt. Pour les pièces complexes, le point représente le nombre de cycles correspondant à un changement de souplesse précédant la détection de la fissure dans la zone d'intérêt

Les essais en fatigue permettent de révéler six éléments principaux.

- Les fissures dans la pièce apparaissent plus rapidement au cours des essais réalisés à des niveaux de charge plus élevés.
- La génération de fissure aux connexions révèle que des mécanismes d'endommagement secondaires non désirés, notamment de l'usure de contact (*fretting*), ont une grande importance sur la résistance en fatigue des pièces.
- 3. Les mécanismes d'endommagement secondaires deviennent plus importants, en comparaison aux mécanismes d'endommagement par fatigue, à mesure que les charges exercées diminuent. Ceci se manifeste par l'accroissement du nombre de fissures aux connexions, en comparaison aux fissures dans la zone d'intérêt, à mesure que la charge appliquée diminue. Les essais réalisés sur les échantillons standardisés avaient également révélé que les critères de criticité des pores devenaient moins importants à

mesure que le niveau de contrainte diminuait. Notamment, à deux reprises, aucun pore n'a été détecté dans la zone d'initiation d'échantillons standardisés OED testés à faible contrainte. Ceci semble indiquer que les mécanismes d'endommagement non reliés aux pores sont plus critiques à faible contrainte.

- 4. Le modèle par éléments finis semble bien calculer les champs de contrainte et de déformation dans la pièce. Cette conclusion est appuyée par les mesures des jauges de déformation et par le fait que la seule fissure qui se soit développée ailleurs qu'à une fixation soit dans la zone d'intérêt. Toutefois, les simplifications du modèle (cylindres liés totalement à la pièce et supports fixes) peuvent provoquer une sous-évaluation (ou surévaluations) des contraintes dans la pièce.
- 5. Les résultats de la résistance en fatigue des pièces HED et OED sont indistinguables. En effet, bien que des différences soient visibles dans les résultats des échantillons normalisés, discutés dans le CHAPITRE 2, les différences liées aux pores ne sont pas critiques en ce qui concerne la résistance en fatigue des pièces complexes. Plusieurs théories peuvent être avancées pour expliquer ces résultats. Il faut d'abord rappeler que même sur les échantillons normalisés, la différence entre les résultats en fatigue des deux groupes était modérée. Il faut également rappeler que la distribution de la taille et de la position des pores dans les deux groupes était similaire, mais que le nombre de pores proche de la surface (D/d élevé) est plus élevé dans le groupe HED. Or, il a été révélé que les pores ayant un D/d élevé étaient plus critiques pour la résistance en fatigue, ce qui expliquerait également la différence dans les résultats en fatigue entre les groupes des échantillons normalisés. Considérant que la pièce complexe est composée de membrures assez minces (2,54 mm), la quantité de pores ayant un D/dcritique est plus élevée pour les deux groupes que dans les échantillons cylindriques. Toutefois, la raison la plus probable expliquant que les variations de caractéristiques de la porosité n'influencent pas ou peu les propriétés en fatigue des pièces complexes est que d'autres défauts plus critiques éclipsent l'effet de ces défauts. Dans ce cas, il s'agit du fini de surface tel que fabriqué dont l'impact néfaste sur les propriétés en

fatigue est connu dans la littérature et décrit dans la section 1.3. Concernant la porosité, il faut également mentionner que les pores dans les pièces complexes n'ont pas été quantifiés et ont donc été estimés comme ayant les mêmes caractéristiques que dans les échantillons standardisés. Cette incapacité à caractériser les pores dans les pièces complexes est due à la basse résolution des images tirées de l'analyse microtomographique (causée par la taille de la pièce) et à la création d'artefacts (*beam hardening*) qui est difficile à rectifier numériquement pour des échantillons complexes.

6. La méthode de tolérancement au dommage du diagramme de Kitagawa-Takahashi n'est pas applicable sur les pièces complexes discutées dans cette étude. En effet, bien que la porosité dans les pièces imprimées devrait être semblable à celle des échantillons normalisés, le fini de surface tel que fabriqué et les mécanismes d'endommagement secondaires réduisent la vie en fatigue des pièces par environ 90 % par rapport aux échantillons normalisés, tel qu'on peut le voir sur la courbe de Wöhler présentée à la Figure 3-17.

3.10 Conclusion

Dans ce chapitre, une série de pièces complexes, dont la géométrie a été fournie par un partenaire industriel, a été fabriquée en Ti64 par LPBF en utilisant deux combinaisons de paramètres de fabrications permettant d'obtenir des populations de pores aux caractéristiques respectives. La composition chimique, la microstructure et la porosité de chaque groupe ont été caractérisées dans le CHAPITRE 2 sur des échantillons normalisés et ont été présumées comme identiques pour les pièces étudiées dans le présent chapitre. Les pièces complexes ont également été analysées par microtomographie, mais les résultats n'ont pas permis de caractériser quantitativement la porosité dans les pièces. Les différents éléments menant aux essais en fatigue ont été décrits soit : la sélection de la pièce et du cas de chargement, la fabrication, la modélisation par éléments finis, l'élaboration du banc d'essai, les essais de conformité entre le modèle et le banc d'essai et le déroulement des essais. Les essais de conformité ont permis de conclure que le modèle prédit assez bien les déformations globales dans la pièce, mais moins bien localement, près des fixations. Les essais en fatigue ont permis

d'observer que la fissure se développait bien à l'endroit prévu, mais que certains mécanismes d'endommagements secondaires et le mauvais fini de surface causaient une réduction importante de la résistance en fatigue et rendaient indistinguables les résultats des essais réalisés sur les pièces HED et OED. La méthode de tolérancement des dommages basée sur le diagramme de Kitagawa-Takahashi n'est pas sécuritaire dans ce cas puisque l'effet de la porosité est négligeable par rapport à l'effet du fini de surface et des mécanismes d'endommagement secondaires.

CONCLUSION

Les travaux réalisés dans le cadre de ce mémoire visaient à évaluer l'impact des caractéristiques de la porosité issue du procédé de fabrication sur les propriétés mécaniques d'échantillons normalisés en Ti64 fabriqués par LPBF, puis d'appliquer une approche basée sur la tolérance aux dommages pour définir une plage d'utilisation sécuritaire d'une pièce complexe en Ti64 mise en forme par LPBF.

Le CHAPITRE 1 a passé en revue l'état de l'industrie de la fabrication additive, le procédé de LPBF, les caractéristiques du Ti-6Al-4V mis en forme par LPBF, la conception tolérante aux dommages et l'endommagement par fatigue de matériaux mis en œuvre par LPBF.

Le CHAPITRE 2 a présenté la méthodologie ayant permis de caractériser et de tester mécaniquement trois groupes d'échantillons en Ti64 mis en forme par LPBF. Les paramètres de fabrication des trois groupes ont été ajustés pour produire des échantillons contenant des populations de pores avec des caractéristiques spécifiques. Les post-traitements, tels que les traitements thermiques et l'usinage effectués sur chaque groupe sont identiques. Afin de fournir une image des échantillons aussi complète que possible, la composition chimique, la microstructure et la population de pores de chaque groupe ont été analysées. Il a été confirmé que les seules différences notables entre les groupes étaient liées à la porosité. Chaque groupe a ensuite subi des essais de traction uniaxiale, de fatigue uniaxiale et de propagation de fissure. Il a été remarqué que la résistance (S_y et S_u), le seuil de propagation de fissure et le comportement de propagation de fissure de tous les groupes étaient peu ou pas affectés par la présence de défauts. Au contraire, une influence modérée de la porosité a été remarquée sur la ductilité des échantillons. Toutefois, c'est la résistance en fatigue qui était le plus affectée par la porosité. La taille des pores ainsi que leur proximité de la surface sont les deux paramètres qui ont été identifiés comme les plus critiques pour la vie en fatigue des échantillons.

Le CHAPITRE 3 a présenté la méthodologie utilisée pour fabriquer des pièces en Ti64 complexes avec deux des trois combinaisons de paramètres de fabrication décrits plus tôt. Le

banc d'essai et le modèle par éléments finis ayant permis d'estimer les contraintes et les déformations dans la pièce ont également été présentés. Une étude de déformation a permis de valider le modèle par éléments finis. Les pièces ont ensuite été testées en fatigue à trois niveaux de charge. La résistance en fatigue des pièces s'est avérée nettement inférieure à celle des échantillons normalisés testés dans le CHAPITRE 2. Cette baisse de la résistance en fatigue a été attribuée au fini de surface tel que fabriqué et aux mécanismes d'endommagement secondaires tels que l'usure par frottement. Ces effets se sont avérés particulièrement critiques lors des essais effectués à plus basses charges. Aucune différence majeure n'a été observée entre la résistance en fatigue des pièces des deux groupes.

RECOMMANDATIONS

Les travaux réalisés pour ce mémoire ont permis de révéler plusieurs éléments qui doivent être approfondis pour appliquer de manière rigoureuse une approche de tolérancement aux dommages sur des pièces complexes fabriquées par LPBF dans un contexte industriel.

Un des défis les plus importants qui limite l'application d'une méthode de tolérancement aux dommages sur des pièces complexes réside dans la détection des défauts par microtomographie. La complexité des pièces engendre des artefacts de reconstruction numérique complexifiant la segmentation des défauts. L'application de méthodes de reconstruction et de segmentation avancées serait très intéressante pour de futures études et pour l'industrie. La taille des pièces génère également un défi de détection des défauts puisque celle-ci limite la résolution maximale pouvant être atteinte par la microtomographie.

Le mauvais fini de surface des pièces obtenues par LPBF constitue un problème particulier puisqu'il est en contradiction avec l'un des avantages les plus importants de la fabrication additive, c'est-à-dire la faculté de fabriquer des pièces complexes avec les dimensions presquefinales. La contradiction provient du fait que le fini de surface doit être amélioré par des méthodes conventionnelles pour obtenir des propriétés en fatigue maximales. Il pourrait être intéressant de répéter l'étude réalisée ici pour des pièces complexes dont la surface a été rectifiée par des méthodes utilisées en industrie, telles qu'un polissage chimique par exemple, ou de prendre en compte l'impact du fini de surface sur la résistance en fatigue.
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Aboulkhair, N. T., Everitt, N. M., Ashcroft, I., & Tuck, C. (2014). Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 1, 77-86.
- 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.
- Al-Bermani, S. S., Blackmore, M. L., Zhang, W., & Todd, I. (2010). The Origin of Microstructural Diversity, Texture, and Mechanical Properties in Electron Beam Melted Ti-6Al-4V. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41(13), 3422-3434. doi: 10.1007/s11661-010-0397-x. Repéré à <u>https://doi.org/10.1007/s11661-010-0397-x</u>
- An, N., Shuai, S., Hu, T., Chen, C., Wang, J., & Ren, Z. (2022). Application of synchrotron X-ray imaging and diffraction in additive manufacturing: a review. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 1-24.
- Ansari, M. A., Crampton, A., Garrard, R., Cai, B., & Attallah, M. (2022). A Convolutional Neural Network (CNN) classification to identify the presence of pores in powder bed fusion images. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 120(7-8), 5133-5150.
- ASTM-ISO. (2022). ISO/ASTMTR52906-EB Additive Manufacturing Nondestructive Testing — Intentionally Seeding Flaws in Metallic Parts.
- ASTM. (2011). *E647 Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates.*
- ASTM. (2014a). *E2924-12A Specification for Additive Manufacturing Titanium-6 Aluminum-*4 Vanadium with Powder Bed Fusion.
- ASTM. (2014b). Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates. doi: 10.1520/E0647-13A
- ASTM. (2015a). *E8M-04 Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*.
- ASTM. (2015b). Standard Practice for Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials.
- ASTM. (2021a). Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing.

ASTM. (2021b). Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. ASTM.

- Baghi, A. D., Nafisi, S., Hashemi, R., Ebendorff-Heidepriem, H., & Ghomashchi, R. (2021). Experimental realisation of build orientation effects on the mechanical properties of truly as-built Ti-6A1-4V SLM parts. *Journal of Manufacturing Processes*, 64, 140-152.
- Barricelli, L., Patriarca, L., du Plessis, A., & Beretta, S. (2023). Orientation-dependent fatigue assessment of Ti6Al4V manufactured by L-PBF: Size of surface features and shielding effect. *International Journal of Fatigue, 168*, 107401.
- Bartlett, J. L., & Li, X. (2019). An overview of residual stresses in metal powder bed fusion. *Additive Manufacturing*, 27, 131-149.
- Bazergui, A. (2002). Résistance des matériaux. Presses inter Polytechnique.
- Benedetti, M., Fontanari, V., Bandini, M., Zanini, F., & Carmignato, S. (2018). Low-and highcycle fatigue resistance of Ti-6Al-4V ELI additively manufactured via selective laser melting: Mean stress and defect sensitivity. *International Journal of Fatigue, 107*, 96-109.
- Benedetti, M., & Santus, C. (2020). Building the Kitagawa-Takahashi diagram of flawed materials and components using an optimized V-notched cylindrical specimen. *Engineering Fracture Mechanics, 224*, 106810.
- Benedetti, M., Torresani, E., Leoni, M., Fontanari, V., Bandini, M., Pederzolli, C., & Potrich, C. (2017). The effect of post-sintering treatments on the fatigue and biological behavior of Ti-6Al-4V ELI parts made by selective laser melting. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 71, 295-306.
- Beretta, S. (2021). More than 25 years of extreme value statistics for defects: Fundamentals, historical developments, recent applications. *International Journal of Fatigue, 151*, 106407.
- 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.
- Bezuidenhout, M., Ter Haar, G., Becker, T., Rudolph, S., Damm, O., & Sacks, N. (2020). The effect of HF-HNO3 chemical polishing on the surface roughness and fatigue life of laser powder bed fusion produced Ti6Al4V. *Materials Today Communications, 25*, 101396.

- Bignon, M., Bertrand, E., Rivera-Díaz-del-Castillo, P. E. J., & Tancret, F. (2021). Martensite formation in titanium alloys: Crystallographic and compositional effects. *Journal of Alloys and Compounds, 872, 159636.* doi: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.159636. Repéré à https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925838821010458
- Biswal, R., Syed, A. K., & Zhang, X. (2018). Assessment of the effect of isolated porosity defects on the fatigue performance of additive manufactured titanium alloy. *Additive Manufacturing*, 23, 433-442.
- Biswal, R., Zhang, X., Shamir, M., Al Mamun, A., Awd, M., Walther, F., & Syed, A. K. (2019). Interrupted fatigue testing with periodic tomography to monitor porosity defects in wire+ arc additive manufactured Ti-6Al-4V. *Additive Manufacturing*, 28, 517-527.
- Boyer, R., Welsch, G., & Collings, E. W. Materials Properties Handbook Titanium Alloys: ASM International.
- Brandl, E., Heckenberger, U., Holzinger, V., & Buchbinder, D. (2012). Additive manufactured AlSi10Mg samples using Selective Laser Melting (SLM): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior. *Materials & Design, 34*, 159-169.
- Bustillos, J., Kim, J., & Moridi, A. (2021). Lack of Fusion in Additive Manufacturing: Defect or Asset? *arXiv preprint arXiv:2104.07014*.
- Cao, S., Chen, Z., Lim, C. V. S., Yang, K., Jia, Q., Jarvis, T., . . . Wu, X. (2017). Defect, microstructure, and mechanical property of Ti-6Al-4V alloy fabricated by high-power selective laser melting. *JOM*, 69(12), 2684-2692.
- Cepeda-Jiménez, C. M., Potenza, F., Magalini, E., Luchin, V., Molinari, A., & Pérez-Prado, M. T. (2020). Effect of energy density on the microstructure and texture evolution of Ti-6Al-4V manufactured by laser powder bed fusion. *Materials Characterization, 163*, 110238. doi: <u>https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110238</u>. Repéré à <u>http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580319326063</u>
- Chastand, V., Quaegebeur, P., Maia, W., & Charkaluk, E. (2018). Comparative study of fatigue properties of Ti-6A1-4V specimens built by electron beam melting (EBM) and selective laser melting (SLM). *Materials Characterization, 143*, 76-81.
- Crucible. (2015). Design guidelines for Direct Metal Laser Sintering. Repéré à <u>http://www.crucibledesign.co.uk/images/uploaded/guides/bs7000-part-2-a-management-guide-download-original.pdf</u>

Davis, J. (2003). Metals Handbook, Desk Edition 2nd Edition I (Vol. 629).

- de Formanoir, C., Michotte, S., Rigo, O., Germain, L., & Godet, S. (2016). Electron beam melted Ti–6Al–4V: Microstructure, texture and mechanical behavior of the as-built and heat-treated material. *Materials Science and Engineering: A, 652*, 105-119. doi: https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.11.052. Repéré à https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509315306420
- de Jesus, J., Martins Ferreira, J. A., Borrego, L., Costa, J. D., & Capela, C. (2021). Fatigue failure from inner surfaces of additive manufactured ti-6al-4v components. *Materials*, 14(4), 737.
- Desrosiers, C., Letenneur, M., Bernier, F., Guibault, F., Provencher, B., Cheriet, F., . . . Brailovski, V. (Awaiting publication). Automated porosity detection in laser powder bed fusion parts with purposely-induced porosity using computed tomography and convolutional neural network algorithm.
- Dorlot, J.-M., Baïlon, J.-P., & Masounave, J. (1986). *Des matériaux*. Éditions de l'École polytechnique de Montréal.
- . Dragonfly 2020.2 [Computer software] (Version 2020.2). (2020). Montreal, Canada: Object Research Systems.
- Du Plessis, A., & Macdonald, E. (2020). Hot isostatic pressing in metal additive manufacturing: X-ray tomography reveals details of pore closure. *Additive Manufacturing*, 34, 101191.
- du Plessis, A., & Rossouw, P. (2015). Investigation of porosity changes in cast Ti6Al4V rods after hot isostatic pressing. *Journal of materials engineering and performance, 24*, 3137-3141.
- Du Plessis, A., Yadroitsava, I., & Yadroitsev, I. (2020). Effects of defects on mechanical properties in metal additive manufacturing: A review focusing on X-ray tomography insights. *Materials & Design, 187*, 108385.
- Du Plessis, A., Yadroitsev, I., Yadroitsava, I., & Le Roux, S. G. (2018). X-ray microcomputed tomography in additive manufacturing: a review of the current technology and applications. *3D Printing and Additive Manufacturing*, 5(3), 227-247.
- El Haddad, M., Smith, K., & Topper, T. H. (1979). Fatigue crack propagation of short cracks.
- Gao, X., Tao, C., Wu, S., Chen, B., & Wu, S. (2022). X-ray imaging of defect population and the effect on high cycle fatigue life of laser additive manufactured Ti6Al4V alloys. *International Journal of Fatigue, 162*, 106979.

- Gong, H., Rafi, K., Gu, H., Starr, T., & Stucker, B. (2014). Analysis of defect generation in Ti–6Al–4V parts made using powder bed fusion additive manufacturing processes. *Additive Manufacturing*, 1, 87-98.
- Gordon, J. V., Narra, S. P., Cunningham, R. W., Liu, H., Chen, H., Suter, R. M., . . . Rollett, A. D. (2020). Defect structure process maps for laser powder bed fusion additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 36, 101552.
- Gorsse, S., Hutchinson, C., Gouné, M., & Banerjee, R. (2017). Additive manufacturing of metals: a brief review of the characteristic microstructures and properties of steels, Ti-6Al-4V and high-entropy alloys. *Science and Technology of advanced MaTerialS*, 18(1), 584-610.
- Greitemeier, D., Dalle Donne, C., Syassen, F., Eufinger, J., & Melz, T. (2016). Effect of surface roughness on fatigue performance of additive manufactured Ti–6Al–4V. *Materials Science and Technology*, 32(7), 629-634.
- Greitemeier, D., Palm, F., Syassen, F., & Melz, T. (2017). Fatigue performance of additive manufactured TiAl6V4 using electron and laser beam melting. *International Journal of Fatigue, 94*, 211-217.
- Günther, J., Leuders, S., Koppa, P., Tröster, T., Henkel, S., Biermann, H., & Niendorf, T. (2018). On the effect of internal channels and surface roughness on the high-cycle fatigue performance of Ti-6Al-4V processed by SLM. *Materials & Design*, 143, 1-11.
- Han, J., Yang, J., Yu, H., Yin, J., Gao, M., Wang, Z., & Zeng, X. (2017). Microstructure and mechanical property of selective laser melted Ti6Al4V dependence on laser energy density. *Rapid Prototyping Journal*, 23, 217-226. doi: 10.1108/RPJ-12-2015-0193
- Hasib, M. T., Ostergaard, H. E., Li, X., & Kruzic, J. J. (2021). Fatigue crack growth behavior of laser powder bed fusion additive manufactured Ti-6Al-4V: Roles of post heat treatment and build orientation. *International Journal of Fatigue*, 142, 105955.
- Hertzberg, R. W., Vinci, R. P., & Hertzberg, J. L. (2020). *Deformation and fracture mechanics* of engineering materials. John Wiley & Sons.
- Hocine, S., Van Swygenhoven, H., Van Petegem, S., Chang, C. S. T., Maimaitiyili, T., Tinti, G., . . . Casati, N. (2020). Operando X-ray diffraction during laser 3D printing. *Materials Today*, 34, 30-40. doi: <u>https://doi.org/10.1016/j.mattod.2019.10.001</u>. Repéré à <u>http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S136970211930803X</u>
- Hu, D., Pan, J., Mao, J., Hu, S., Liu, X., Fu, Y., & Wang, R. (2021). Mechanical behavior prediction of additively manufactured components based on defect evolution observation by synchrotron radiation X-ray tomography. *Materials & Design*, 198, 109353.

- Hu, Y., Wu, S., Wu, Z., Zhong, X., Ahmed, S., Karabal, S., . . . Withers, P. (2020). A new approach to correlate the defect population with the fatigue life of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy. *International Journal of Fatigue*, *136*, 105584.
- Huang, Q., Liu, X., Yang, X., Zhang, R., Shen, Z., & Feng, Q. (2015). Specific heat treatment of selective laser melted Ti–6Al–4V for biomedical applications. *Frontiers of Materials Science*, 9(4), 373-381.
- Hudok, D. (1990). Properties and selection: irons, steels, and high-performance alloys. *Metals handbook, 1*, 200-211.
- Ioannidou, C., König, H.-H., Semjatov, N., Ackelid, U., Staron, P., Koerner, C., . . . Lindwall, G. (2022). In-situ synchrotron X-ray analysis of metal additive manufacturing: Current state, opportunities and challenges. *Materials & Design*, 219, 110790.
- Jiao, Z., Wu, X., Yu, H., Xu, R., & Wu, L. (2023). High cycle fatigue behavior of a selective laser melted Ti6Al4V alloy: Anisotropy, defects effect and life prediction. *International Journal of Fatigue, 167*, 107252.
- Jimenez, E. H., Kreitcberg, A., Moquin, E., & Brailovski, V. (2022). Influence of postprocessing conditions on the microstructure, static, and fatigue resistance of laser powder bed fused Ti-6Al-4V components. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 6(4), 85.
- Junet, A., Messager, A., Weck, A., Nadot, Y., Boulnat, X., & Buffiere, J.-Y. (2022). Internal fatigue crack propagation in a Ti-6Al-4V alloy: An in situ study. *International Journal of Fatigue*, 107450.
- Kahlin, M., Ansell, H., & Moverare, J. (2017). Fatigue behaviour of notched additive manufactured Ti6Al4V with as-built surfaces. *International Journal of Fatigue, 101*, 51-60.
- Kan, W. H., Gao, M., Zhang, X., Liang, E., Chiu, N. S. L., Lim, C. V. S., & Huang, A. (2022). The influence of porosity on Ti-6Al-4V parts fabricated by laser powder bed fusion in the pursuit of process efficiency. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 119(7-8), 5417-5438.
- 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.
- 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.

- Kitagawa, H. (1976). Applicability of fracture mechanics to very small cracks or the cracks in the early stage. Dans *Proc. 2nd Int. Conf. on Mechanical Behaviour of Materials* (pp. 627-631).
- Krupp, U. (2007). Fatigue crack propagation in metals and alloys: microstructural aspects and modelling concepts. John Wiley & Sons.
- Kruth, J.-P., Deckers, J., Yasa, E., & Wauthlé, R. (2012). Assessing and comparing influencing factors of residual stresses in selective laser melting using a novel analysis method. *Proceedings of the institution of mechanical engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture, 226*(6), 980-991.
- Kumar, P., Prakash, O., & Ramamurty, U. (2018). Micro-and meso-structures and their influence on mechanical properties of selectively laser melted Ti-6Al-4V. *Acta Materialia*, 154, 246-260.
- Kumar, P., & Ramamurty, U. (2020). High cycle fatigue in selective laser melted Ti-6Al-4V. *Acta Materialia, 194*, 305-320.
- 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.
- Lee, S., Ahmadi, Z., Pegues, J. W., Mahjouri-Samani, M., & Shamsaei, N. (2021). Laser polishing for improving fatigue performance of additive manufactured Ti-6Al-4V parts. Optics & Laser Technology, 134, 106639.
- Letenneur, M., Kreitcberg, A., & Brailovski, V. (2019). Optimization of laser powder bed fusion processing using a combination of melt pool modeling and design of experiment approaches: density control. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, *3*(1), 21.
- Leuders, S., Thöne, M., Riemer, A., Niendorf, T., Tröster, T., Richard, H. a., & Maier, H. (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.
- Li, P., Warner, D., Fatemi, A., & Phan, N. (2016). Critical assessment of the fatigue performance of additively manufactured Ti–6Al–4V and perspective for future research. *International Journal of Fatigue*, 85, 130-143.
- Liu, S., & Shin, Y. C. (2019). Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: A review. Materials & Design, 164, 107552. doi: <u>https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.107552</u>. Repéré à <u>https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S026412751830916X</u>

Liu, W., Chen, C., Shuai, S., Zhao, R., Liu, L., Wang, X., . . . Yu, J. (2020). Study of pore defect and mechanical properties in selective laser melted Ti6Al4V alloy based on X-ray computed tomography. *Materials Science and Engineering: A*, 797, 139981.

Lutjering, G., & Williams, J. C. (2007). Titanium. Springer-Verlag Berlin Heidelberg.

- Macallister, N., & Becker, T. H. (2022). Fatigue life estimation of additively manufactured Ti-6Al-4V: Sensitivity, scatter and defect description in Damage-tolerant models. *Acta Materialia*, 237, 118189.
- Malcolm, J. S. (2021). Chemical Etching Investigation on Surface Finish and Fatigue Behaviour of Laser Powder Bed Fusion Produced Ti-6Al-4V.
- Mathe, N. R., Tshabalala, L. C., Hoosain, S., Motibane, L., & du Plessis, A. (2021). The effect of porosity on the mechanical properties of Ti-6Al-4V components manufactured by high-power selective laser melting. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 115(11-12), 3589-3597.
- McGuigan, S. (1998). Peterson's Stress Concentration Factors Second Edition. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, 212(2), 145.
- Montalbano, T., Briggs, B. N., Waterman, J. L., Nimer, S., Peitsch, C., Sopcisak, J., ... Storck, S. (2021). Uncovering the coupled impact of defect morphology and microstructure on the tensile behavior of Ti-6Al-4V fabricated via laser powder bed fusion. *Journal of materials processing technology*, 294, 117113.
- Murakami, Y. (1985). Analysis of stress intensity factors of modes I, II and III for inclined surface cracks of arbitrary shape. *Engineering Fracture Mechanics*, 22(1), 101-114.
- Murakami, Y. (2019). Metal fatigue: effects of small defects and nonmetallic inclusions. Academic Press.
- Murr, L. E., Quinones, S. A., Gaytan, S. M., Lopez, M. I., Rodela, A., Martinez, E. Y., ... Wicker, R. B. (2009). Microstructure and mechanical behavior of Ti–6Al–4V produced by rapid-layer manufacturing, for biomedical applications. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2(1), 20-32. doi: <u>https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2008.05.004</u>. Repéré à <u>http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1751616108000350</u>
- Nalla, R., Ritchie, R., Boyce, B., Campbell, J., & Peters, J. (2002). Influence of microstructure on high-cycle fatigue of Ti-6Al-4V: Bimodal vs. lamellar structures. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33(3), 899-918.

- Niessen, F., Nyyssönen, T., Gazder, A. A., & Hielscher, R. (2022). Parent grain reconstruction from partially or fully transformed microstructures in MTEX. *Journal of Applied Crystallography*, 55(1).
- Poulin, J.-R., Kreitcberg, A., Terriault, P., & Brailovski, V. (2020). Fatigue strength prediction of laser powder bed fusion processed Inconel 625 specimens with intentionally-seeded porosity: Feasibility study. *International Journal of Fatigue*, 132, 105394.
- Pourheidar, A., Patriarca, L., Beretta, S., & Regazzi, D. (2021). Investigation of Fatigue Crack Growth in Full-Scale Railway Axles Subjected to Service Load Spectra: Experiments and Predictive Models. *Metals*, 11(9), 1427.
- Qian, G., Jian, Z., Pan, X., & Berto, F. (2020). In-situ investigation on fatigue behaviors of Ti-6A1-4V manufactured by selective laser melting. *International Journal of Fatigue, 133*, 105424.
- Rafi, H., Karthik, N., Gong, H., Starr, T. L., & Stucker, B. E. (2013). Microstructures and mechanical properties of Ti6Al4V parts fabricated by selective laser melting and electron beam melting. *Journal of materials engineering and performance*, 22(12), 3872-3883.
- Ren, S., Chen, Y., Liu, T., & Qu, X. (2019). Effect of build orientation on mechanical properties and microstructure of Ti-6Al-4V manufactured by selective laser melting. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 50, 4388-4409.
- Romano, S., Brückner-Foit, A., Brandão, A., Gumpinger, J., Ghidini, T., & Beretta, S. (2018). Fatigue properties of AlSi10Mg obtained by additive manufacturing: Defect-based modelling and prediction of fatigue strength. *Engineering Fracture Mechanics*, 187, 165-189.
- Sanaei, N., & Fatemi, A. (2021). Defects in additive manufactured metals and their effect on fatigue performance: A state-of-the-art review. *Progress in materials science*, 117, 100724.
- Sandell, V., Nilsson, J., Hansson, T., Åkerfeldt, P., & Antti, M.-L. (2022). Effect of chemical post-processing on surfaces and sub-surface defects in electron beam melted Ti-6Al-4V. *Materials Characterization*, 193, 112281.
- Siddique, S., Imran, M., Rauer, M., Kaloudis, M., Wycisk, E., Emmelmann, C., & Walther, F. (2015). Computed tomography for characterization of fatigue performance of selective laser melted parts. *Materials & Design*, 83, 661-669.
- Sieniawski, J., Ziaja, W., Kubiak, K., & Motyka, M. (2013). Microstructure and mechanical properties of high strength two-phase titanium alloys. *Titanium alloys-advances in* properties control, 69-80.

- 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. doi: <u>https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.07.086</u>. Repéré à <u>http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509314009538</u>
- Stef, J., Poulon-Quintin, A., Redjaïmia, A., Ghanbaja, J., Ferry, O., De Sousa, M., & Goune, M. (2018). Mechanism of porosity formation and influence on mechanical properties in selective laser melting of Ti-6Al-4V parts. *Materials & Design*, 156, 480-493.
- Stopka, K. S., Desrosiers, A., Nicodemus, T., Krutz, N., Andreaco, A., & Sangid, M. D. (2023). Intentionally seeding pores in additively manufactured alloy 718: Process parameters, microstructure, defects, and fatigue. *Additive Manufacturing*, 66, 103450.
- Strano, G., Hao, L., Everson, R. M., & Evans, K. E. (2013). Surface roughness analysis, modelling and prediction in selective laser melting. *Journal of materials processing* technology, 213(4), 589-597.
- Sun, W., Huang, W., Zhang, W., & Qian, X. (2020). Effects of build direction on tensile and fatigue performance of selective laser melting Ti6Al4V titanium alloy. *International Journal of Fatigue, 130*, 105260.
- Sun, Y., Lu, S., Gulizia, S., Oh, C., Fraser, D., Leary, M., & Qian, M. (2020). Fatigue performance of additively manufactured Ti-6Al-4V: surface condition vs. internal defects. JOM, 72, 1022-1030.
- Syed, A. K., Ahmad, B., Guo, H., Machry, T., Eatock, D., Meyer, J., ... Zhang, X. (2019). An experimental study of residual stress and direction-dependence of fatigue crack growth behaviour in as-built and stress-relieved selective-laser-melted Ti6Al4V. *Materials Science and Engineering: A*, 755, 246-257.
- Tammas-Williams, S., Withers, P. J., Todd, I., & Prangnell, P. (2017). The influence of porosity on fatigue crack initiation in additively manufactured titanium components. *Scientific reports*, 7(1), 1-13.
- Thijs, L., Verhaeghe, F., Craeghs, T., Humbeeck, J. V., & Kruth, J.-P. (2010). A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti–6Al–4V. Acta Materialia, 58(9), 3303-3312. doi: <u>https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.02.004</u>. Repéré à <u>http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S135964541000090X</u>
- Thompson, A., Maskery, I., & Leach, R. K. (2016). X-ray computed tomography for additive manufacturing: a review. *Measurement Science and Technology*, 27(7), 072001.

- Vandenbroucke, B., & Kruth, J. P. (2007). Selective laser melting of biocompatible metals for rapid manufacturing of medical parts. *Rapid Prototyping Journal*, 13(4), 196-203. doi: 10.1108/13552540710776142. Repéré à <u>https://doi.org/10.1108/13552540710776142</u>
- 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. doi: 10.1007/s11661-011-0731-y. Repéré à https://doi.org/10.1007/s11661-011-0731-y
- Vrancken, B., Thijs, L., Kruth, J.-P., & Van Humbeeck, J. (2012). Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 541, 177-185. doi: <u>https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.07.022</u>. Repéré à <u>http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925838812011826</u>
- Wohlers, T. (2021). Wohlers report. Wohlers Associates Inc.
- Wohlers, T. T., Campbell, I., Diegel, O., Huff, R., & Kowen, J. (2022). Wohlers Report 2022 3D Printing and Additive Manufacturing Global State of the Industry.
- Wu, Z., Wu, S., Bao, J., Qian, W., Karabal, S., Sun, W., & Withers, P. J. (2021). The effect of defect population on the anisotropic fatigue resistance of AlSi10Mg alloy fabricated by laser powder bed fusion. *International Journal of Fatigue*, 151, 106317.
- 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*, 72.
- 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.
- 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. doi: <u>https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.11.028</u>. Repéré à <u>http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645414008817</u>
- 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. doi: 10.1016/j.actamat.2016.12.027. Repéré à <u>https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-</u> <u>85006515840&doi=10.1016%2fj.actamat.2016.12.027&partnerID=40&md5=6520c7</u> <u>bb47c88d1b114eabb81eb22fc7</u>

- Xu, Z., Liu, A., & Wang, X. (2019). The influence of building direction on the fatigue crack propagation behavior of Ti6Al4V alloy produced by selective laser melting. *Materials Science and Engineering: A*, 767, 138409.
- Yadollahi, A., & Shamsaei, N. (2017). Additive manufacturing of fatigue resistant materials: Challenges and opportunities. *International Journal of Fatigue*, *98*, 14-31.
- Yadroitsev, I., Yadroitsava, I., Bertrand, P., & Smurov, I. (2012). Factor analysis of selective laser melting process parameters and geometrical characteristics of synthesized single tracks. *Rapid Prototyping Journal*.
- Yang, J., Yu, H., Yin, J., Gao, M., Wang, Z., & Zeng, X. (2016). Formation and control of martensite in Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting. *Materials & Design*, 108, 308-318. doi: <u>https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.06.117</u>. Repéré à <u>http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0264127516308796</u>
- Zerbst, U., Bruno, G., Buffiere, J.-Y., Wegener, T., Niendorf, T., Wu, T., . . . Hrabe, N. (2021). Damage tolerant design of additively manufactured metallic components subjected to cyclic loading: State of the art and challenges. *Progress in materials science*, 100786.
- Zerbst, U., Madia, M., Klinger, C., Bettge, D., & Murakami, Y. (2019). Defects as a root cause of fatigue failure of metallic components. III: Cavities, dents, corrosion pits, scratches. *Engineering Failure Analysis*, 97, 759-776.
- Zerbst, U., Vormwald, M., Pippan, R., Gänser, H.-P., Sarrazin-Baudoux, C., & Madia, M. (2016). About the fatigue crack propagation threshold of metals as a design criterion– a review. *Engineering Fracture Mechanics*, 153, 190-243.
- 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.
- 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. doi: <u>https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.102605</u>. Repéré à <u>https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214860422000136</u>
- Zhongxue, F., Yang, Y., Xu, Z., & Shi, Q. (2018). Effect of Martensitic Transformation on Elastic Modulus Anisotropy of Ti-6Al-4V Alloy. *Materials Research*, 21. doi: 10.1590/1980-5373-mr-2018-0197
- Żrodowski, Ł., Choma, T., Wilkos, I., & Kurek, A. (2021). Influence of surface characteristics and finishing on fatigue properties of additively manufactured Ti6A14V. Dans 2021 6th International Conference on Nanotechnology for Instrumentation and Measurement (NanofIM) (pp. 1-4). IEEE.