

Influence des paramètres process du procédé SLM sur les propriétés mécaniques du TA6V.

M. Cesbron^a, F. Toussaint^a, C. Antion^a, C. Déprès^a, G. Mougel^b.

a. Univ. Savoie Mont Blanc, SYMME, 74000 Annecy, France

b. Initial, 4 Chemin de Branchy, 74600 Seynod

Résumé :

La présente étude porte sur l'utilisation d'un plan d'expériences fractionnaire visant à mettre en corrélation cinq facteurs industriels d'impression du procédé SLM (recyclage des poudres, épaisseur des couches, orientation de l'impression, HIP et polissage) sur les propriétés mécaniques en traction (E , R_e , R_m et $A\%$) de 24 éprouvettes réalisées en TA6V. La méthode MANOVA a été utilisée pour expliciter les lois statistiques extraites du dépouillement de l'étude. Les propriétés mécaniques ont été mesurées à l'aide d'essais de traction. Il s'avère que les post-traitements de HIP et de polissage des échantillons après fabrication sont les facteurs clés permettant l'optimisation des propriétés mécaniques telles que R_e et R_m .

Abstract :

This study focuses on statistical analysis performed on five industrial parameters of SLM process in order to correlate their impact on mechanical properties (E , YTS, UTS, and plastic deformation) of TA6V samples. These parameters are reuse powder, layer thickness of powder, built orientation, HIP treatment and polishing of samples. Mechanical properties have been measured thanks to static tensile test on 24 samples of TA6V. Some statistical laws have been defined thanks to MANOVA method and reveal that HIP treatment and polishing are the most important parameters to optimise yield tensile stress and ultimate tensile stress of TA6V.

Mots clefs : TA6V, Selective Laser Melting (SLM), Traction, Plan d'expériences.

1 Introduction

Le développement de la fabrication additive lors de la décennie écoulée permet la fabrication de plus en plus précise de pièces aux géométries complexes avec une gamme de matériaux toujours plus importante [1]. Malgré les forces industrielles et le grand nombre de laboratoires travaillant sur une meilleure compréhension du procédé de *Fusion Sélective par Laser (Selective Laser Melting - SLM)*, certains aspects du procédé restent à mieux comprendre. Pour ce faire, le laboratoire SYMME en partenariat avec l'entreprise INITIAL, du groupe PROWDAYS, a mené une étude sur des échantillons en alliage de titane TA6V afin d'apporter de nouvelles connaissances sur la relation entre les paramètres d'impression et le

comportement mécanique de pièces issues du procédé SLM [13].

Dans ce but, une description de la matière première utilisée, puis des caractéristiques de la machine EOS M280 sont développées ainsi que les caractérisations mécaniques réalisées sur les échantillons. Un plan d'expériences fractionnaire $L_{24}(2^4 * 3)$ a été choisi pour réaliser cette étude [2,3]. Il permet d'extraire l'influence de cinq facteurs industriels facilement contrôlables en production sur les propriétés mécaniques (module d'Young, limite d'élasticité, limite à rupture et allongement à rupture) d'échantillons sollicités en traction. Les cinq paramètres d'impression choisis dans cette étude sont l'utilisation de poudre recyclées [4], l'épaisseur de couche déposée par la machine [5], l'orientation des éprouvettes fabriquées, la réalisation d'un traitement de HIP à 930°C pendant 2 heures sous une pression de 1000 bars ainsi que le polissage des éprouvettes [7]. L'objectif final de cette étude est de pouvoir exprimer un modèle statistique précis permettant de détecter le ou les paramètres les plus impactants sur l'optimisation des propriétés mécaniques.

2 Matériau, procédé et caractérisation mécanique

La matière première utilisée est une poudre de TA6V (Figure 1 (a)) fournie par l'industriel EOS. La composition chimique est donnée dans le tableau 1. La taille des particules neuves est de $39 \pm 3 \mu\text{m}$. Une étude qualitative de la morphologie et de la répartition granulométrique des particules constitutives de la poudre en lien avec le nombre de recyclage a été réalisée [9]. Elle met en évidence la détérioration de la bimodalité et du facteur de forme des poudres avec l'augmentation du nombre de recyclage.

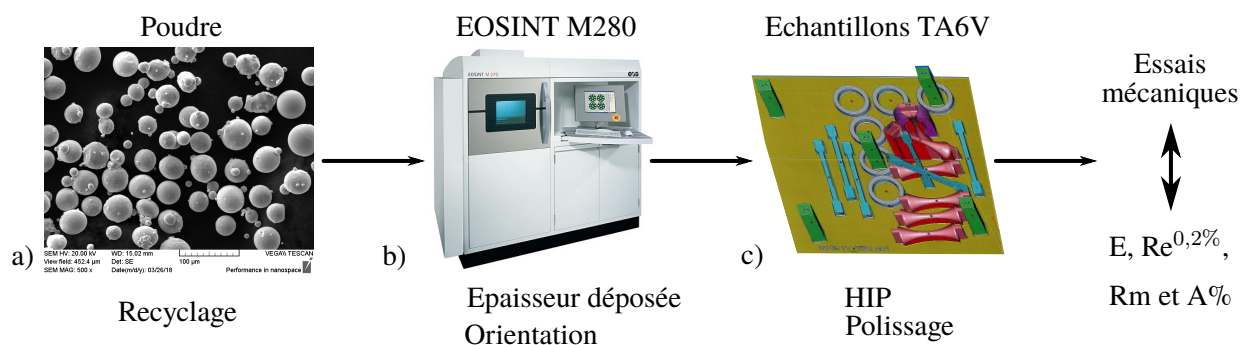


Figure 1: Principe de fabrication des pièces en Ti6Al4V par une machine SLM EOS M280.

Al	V	O	C	N	H	
5,5/6,75	3,5/4,5	0,2	0,08	0,05	0,0125	%wt

Table 1: Composition chimique du Ti-6Al-4V grade 5

Le procédé SLM utilisé pour la fabrication des pièces s'appuie sur une machine d'impression 3D EOS M280 (Figure 1 (b)) du fabricant EOS. Le volume d'impression de la chambre est de $250 \times 250 \times 325 \text{ mm}$. Elle utilise un laser de 200 W et permet d'atteindre une précision comprise entre 100 et $500 \mu\text{m}$. A l'issue de l'impression, les pièces fabriquées sont collées sur le support de production (Figure 1 (c)). Elles subissent alors un traitement thermique de détente à 730°C pendant 2 heures afin de diminuer les contraintes résiduelles induites par le procédé de fabrication. Puis, elles sont séparées du support par une découpe fil.

Afin de caractériser les propriétés mécaniques des pièces, des essais de traction uniaxiale ont été réalisés au moyen d'une machine de traction Instron 5569 de capacité 50 kN (précision à 0,5% de la charge) équipée d'un extensomètre mécanique axial Instron 2620-601 (précision à 0,15% dans la zone élastique) (Figure 2 (a)).

Les éprouvettes fabriquées sont de section carrée ($S \simeq 5 \times 5 \text{ mm}^2$) avec une longueur utile de 60 mm. Elles sont testées à une vitesse de déplacement de la traverse de 2 mm/min correspondant à une vitesse de déformation $\dot{\epsilon} \simeq 2.10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Les essais sont réalisés à température ambiante.

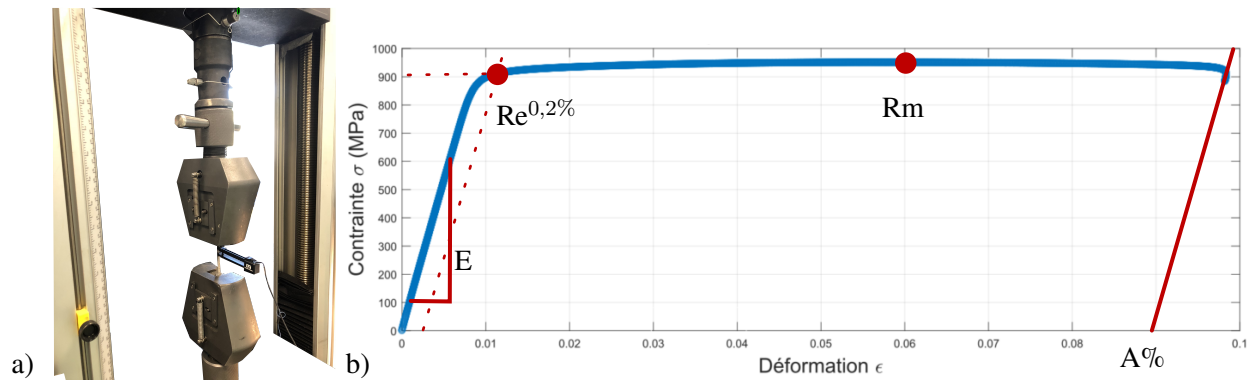


Figure 2: a) Machine de traction Instron 5569 et b) courbe brut de traction obtenue.

Les courbes de traction (figure 2 (b)) sont utilisées pour extraire le module d'Young (E), la limite élastique à 0,2% de déformation ($Re^{0,2\%}$), la limite à rupture (Rm) et l'allongement à rupture (A%).

3 Plan d'expériences

En accord avec le partenaire industriel, la présente analyse vise à étudier l'influence:

- du recyclage (R) des poudres utilisées dans la fabrication des pièces,
- de l'épaisseur (E) de la couche de poudre déposée par la machine,
- de l'orientation (O) des pièces fabriquées sur le support,
- de la réalisation d'un post-traitement HIP (H)
- du polissage (P) des pièces obtenues avant sollicitation.

Lors d'un cycle de production, la poudre non utilisée est recyclée afin de pouvoir être réutilisée lors de fabrication ultérieure. Deux états ont donc été choisis dans le plan d'expériences: une poudre dont le taux de recyclage est inférieur à dix et une dont le taux est supérieur à 10. Pour ces deux niveaux, le nombre d'échantillons est de douze. Deux paramètres intrinsèques à l'élaboration sont également caractérisés: l'épaisseur de couche déposée à chaque strate de fabrication, choisie à 30 et 60 μm avec pour chacune douze échantillons dédiés et d'autre part l'orientation de fabrication des échantillons par rapport au support, choisie à 0°, 45° ou 90° avec huit échantillons pour chaque niveau. Ce facteur est caractérisé sur trois niveaux au lieu de deux afin d'obtenir des informations plus précises sur une

variable continue. Le quatrième paramètre caractérisé est le post-traitement thermique de HIP à 930°C pendant 2 heures sous 1000 bars de pression. Ce traitement permet d'obtenir une structure lamellaire α à partir de la structure martensitique [15] liée au procédé d'élaboration. Il assure également la résorption des porosités internes. Le cinquième paramètre caractérisé est le post-traitement de polissage des pièces permettant une amélioration de l'aspect de surface des échantillons par une baisse de la rugosimétrie. Pour les deux niveaux de chaque facteur, le nombre d'éprouvette est de douze.

Le tableau 2 suivant résume les paramètres process et les variabilités testées lors du PE:

Paramètre	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
Recyclage	R<10	R>10	
Epaisseur déposée	30 μm	60 μm	
Orientation	0°	45°	90°
HIP	avec	sans	
Polissage	sans	avec	

Table 2: Paramètres du plan d'expériences fractionnaire $L_{24}(2^4 * 3)$

Une analyse de variance multivariée, MANOVA [14] a été choisie pour exploiter le plan d'expériences. Elle permet d'extraire parmi les paramètres testés, celui ou ceux qui auront le plus d'impact sur les propriétés testées mais aussi les éventuelles interactions entre paramètres.

Ceci se matérialise par une loi statistique dite modèle linéaire généralisé dont l'équation type (équation 1) est:

$$Y = \hat{Y} + A[X_1/ - X_1] + B[X_2/ - X_2] + AB[X_3/ - X_3] \quad (1)$$

Avec Y la réponse estimée par le modèle statistique, \hat{Y} est la moyenne de l'ensemble des résultats, A et B sont deux facteurs, AB est l'interaction entre les facteurs A et B. X_1 , X_2 et X_3 correspondent à la variation d'un niveau.

Afin d'évaluer l'impact d'un changement de niveau sur une réponse, un critère, nommé Valeur F, permet de quantifier la corrélation. L'expression de la Valeur F est donnée en équation 2. Lorsque $F > 5$, le facteur testé n'est pas lié donc pas important. Quand $1 < \text{Valeur } F < 5$, le facteur testé est modérément lié à la réponse et lorsque $F > 5$, la réponse est hautement liée au changement au paramètre testé.

$$F = \frac{SSF}{SSE} * \frac{n - J}{J - 1} \quad (2)$$

Avec SSF la somme des carrés expliqués par le modèle, SSE la somme des carrés résiduels non expliqué par le modèle et (n-J) et (J-1) le nombre de degré de liberté respectivement de SSE et SSF.

Afin d'évaluer la fiabilité du modèle obtenu, un comparatif est réalisé entre le modèle statistiquement obtenu et les résultats expérimentaux utilisés pour sa conception. Le premier terme utilisé est le taux de

corrélation R^2 entre les données expérimentales et le modèle établi à partir de celles-ci. L'inconvénient de ce premier terme est une surévaluation de la corrélation. Un second terme, R^2 prévu, est utilisé pour compenser cela. Il utilise de nouveau le modèle établi mais supprime la donnée expérimentale utilisée pour la comparaison.

4 Résultats et discussions

4.1 Analyse des effets principaux

La figure 3 présente les résultats des effets des paramètres principaux testés sur chacune des propriétés mécaniques mesurées. La visualisation des paramètres les plus influents correspond à ceux dont la valeur moyenne à chaque niveau varie le plus comme c'est le cas par exemple sur la figure 3 (a) avec l'impact du recyclage sur le module d'Young.

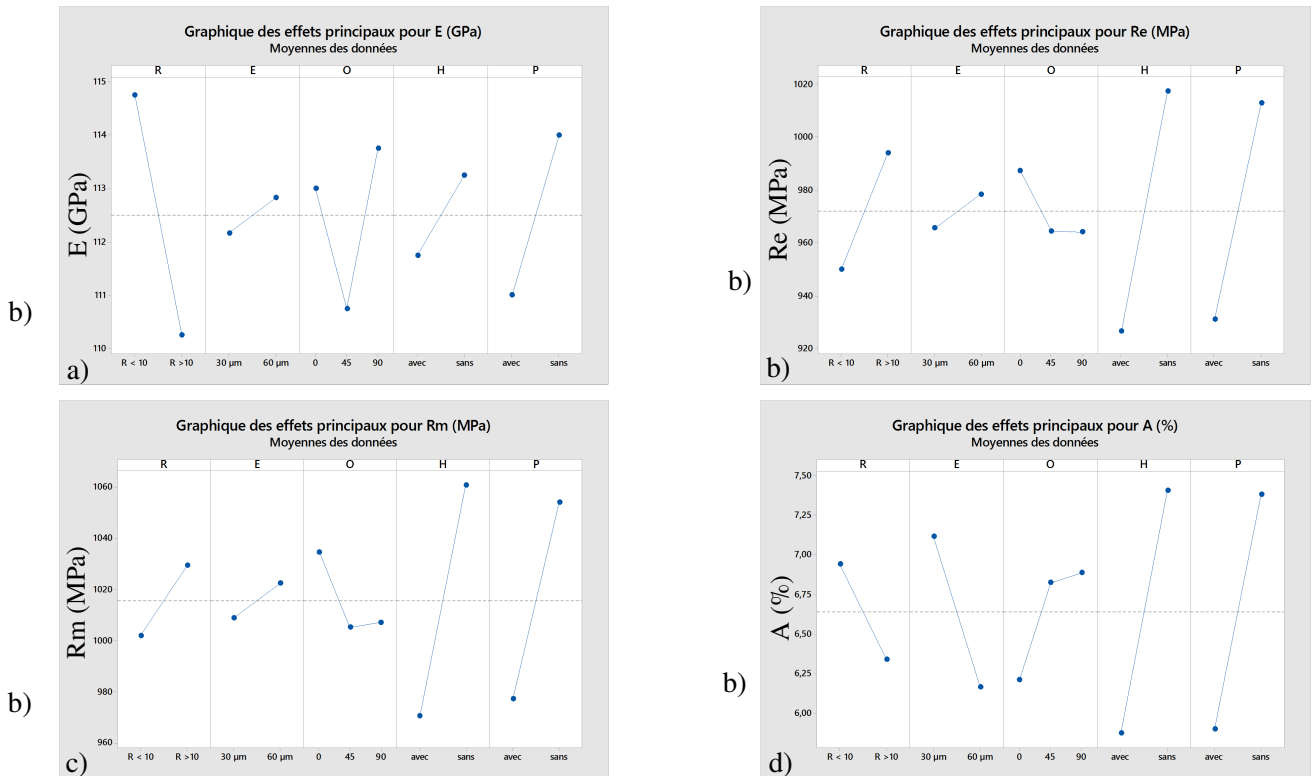


Figure 3: Graphiques des effets principaux pour le module d'Young (a), la résistance élastique (b), la résistance maximale à rupture (c) et l'allongement à rupture (d).

Module d'Young (Figure 3a)

Les deux paramètres ayant la plus grande influence sur les variations du module d'Young sont le recyclage des poudres et la réalisation d'un polissage. Cependant l'impact de ces paramètres reste faible car les variations apportées sur le module d'Young sont négligeables: de 5 GPa et 3 GPa.

Limite élastique (Figure 3b)

Les deux paramètres agissant le plus sur les variations de la limite élastique sont le traitement HIP et le polissage. Les variations mesurées sont respectivement de 100 MPa pour le HIP et 80 MPa pour le polissage. La limite élastique des pièces est améliorée par la présence de ces deux traitements.

Dans une moindre mesure, le recyclage des poudres a aussi une influence d'environ 50 MPa. L'orientation de l'impression fait peu varier la limite élastique; on peut noter une élévation de 20 MPa pour l'orientation de 0° par rapport aux orientations de 45° et 90° . L'épaisseur des couches ne joue pas sur la limite élastique.

Limite maximale à rupture (Figure 3c)

Les résultats sont sensiblement les mêmes que pour la limite d'élasticité: les post-traitements de HIP et de polissage sont les deux facteurs les plus influents sur les variations de la limite maximale à rupture. Les variations sont respectivement de 100 MPa et 90 MPa. Les trois autres facteurs ont un faible impact, voir un impact nul pour l'épaisseur de couche testée.

Allongement à rupture (Figure 3d)

Dans ce cas précis, les interprétations sont plus difficiles car tous les paramètres ont une influence sur les variations de $A\%$, légèrement plus marqués une fois encore pour le HIP et le polissage; mais les effets quantitatifs sont faibles sur la valeur de $A\%$ (variation de $0,75\%$ pour l'épaisseur et l'orientation jusqu'à $1,5\%$ pour le HIP et le polissage).

4.2 Analyse des interactions binaires

Afin d'évaluer l'impact éventuel de l'interaction de deux paramètres sur une réponse, il faut étudier les graphiques d'interactions (Figure 4). Ces graphiques mettent en évidence, pour chacune des réponses mesurées, l'impact simultané de deux paramètres. Dans la Figure 4 (a), les lignes de l'interaction entre le recyclage (R) et le HIP (H) ne sont pas parallèles, cela signifie qu'il y a une interaction entre ces deux paramètres. Cependant cette interaction sera moins significative que celle entre l'épaisseur de couche (E) et le HIP car les lignes sont nettement plus sécantes.

Il en ressort que:

- pour le module d'Young (Figure 4 (a)), les interactions importantes sont E avec H, E avec P et H avec P. Cependant, comme pour les effets principaux, les variations engendrées restent dans les valeurs de la littérature [10].
- pour la limite élastique et la limite à rupture (Figure 4 (b) et (c)), les effets conjugués de E et H ainsi que E et P, voire E et O ont un impact sur les variations de limite d'élasticité et de limite à rupture. Pour les interactions liées au recyclage (R), les variations peuvent aller jusqu'à 160 MPa.
- pour l'allongement à rupture (Figure 4 (d)), plus de la moitié des interactions de paramètres ont un impact sur ses variations. Les interactions entre R et O, R et H, R et P, E et H et E et P entraînent des variations allant jusqu'à 3% . A cela il est possible d'ajouter les interactions O et H et O et P qui entraînent des variations non négligeables allant jusqu'à 2% .

4.3 Développement d'un modèle linéaire

A l'aide de ces données, les modèles statistiques pour chaque propriété mécanique testée ont été établis. Sous la forme d'équations, les modèles permettent d'anticiper les propriétés mécaniques en fonction

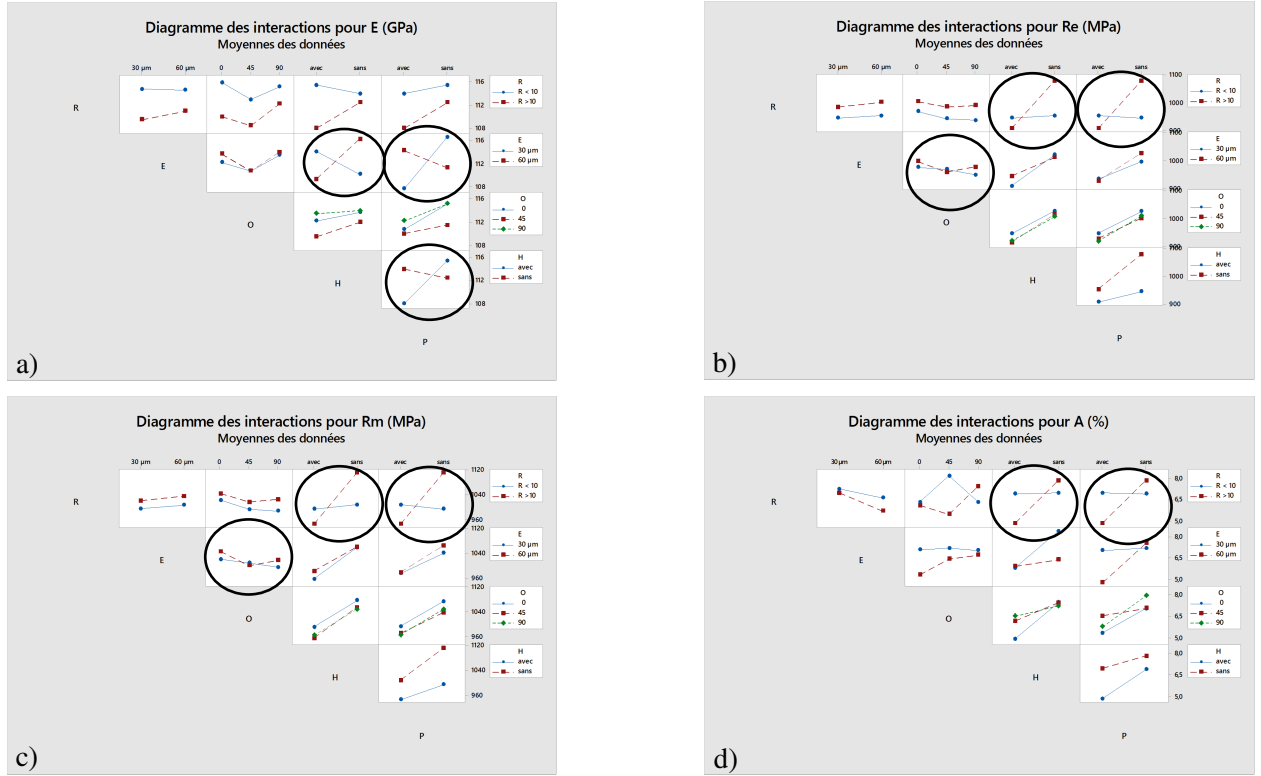


Figure 4: Graphiques des interactions binaires pour le module d'Young (a), la résistance élastique (b), la résistance maximale à rupture (c) et l'allongement à rupture (d).

des paramètres de l'impression. Le modèle statistique pour le module d'Young est donné par l'équation 3, pour la limite d'élasticité par l'équation 4, la limite maximale à rupture par l'équation 5 et pour l'allongement à rupture par l'équation 6.

$$E = 112,500 + R[2,250 / -2,250] + P[-1,500 / 1,500] + E * H \begin{bmatrix} 2,750 & -2,750 \\ -2,750 & 2,750 \end{bmatrix} + E * P \begin{bmatrix} -3,000 & 3,000 \\ 3,000 & -3,000 \end{bmatrix} \quad (3)$$

$$Re = 972,000 + R[-22,00 / 22,00] + E[-6,42 / 6,42] + O[15,38 / -7,50 / -7,88] + H[-45,33 / 45,33] + P[-40,83 / +40,83] + E * O \begin{bmatrix} -4,21 & +12,17 & -7,96 \\ 4,21 & -12,17 & 7,96 \end{bmatrix} + E * H \begin{bmatrix} -11,42 & 11,42 \\ 11,42 & -11,42 \end{bmatrix} + E * P \begin{bmatrix} 9,08 & -9,08 \\ -9,08 & 9,08 \end{bmatrix} \quad (4)$$

$$Rm = 1015,63 + R[-13,71 / 13,71] + E[-6,79 + 6,79] + O[19,00 / -10,50 / -8,50] + H[-45,21 / 45,21] + P[-38,46 / 38,46] \quad (5)$$

$$\begin{aligned}
A = & 6,6417 + R[0,3 / -0,3] + E[0,4750 / -0,4750] + O[-0,4292 / 0,1833 / 0,2458] \\
& + H[-0,7667 / 0,7667] + P[-0,7417 / 0,7417] \\
& + R * E \begin{bmatrix} -0,1667 & 0,1667 \\ 0,1667 & -0,1667 \end{bmatrix} + R * O \begin{bmatrix} -0,1875 & 1,0500 & -0,8625 \\ 0,1875 & -1,0500 & 0,8625 \end{bmatrix} \\
& + E * O \begin{bmatrix} 0,4125 & -0,1000 & -0,3125 \\ -0,4125 & 0,1000 & 0,3125 \end{bmatrix} + E * H \begin{bmatrix} -0,5333 & 0,5333 \\ 0,5333 & -0,5333 \end{bmatrix} \\
& + E * P \begin{bmatrix} 0,6583 & -0,6583 \\ -0,6583 & 0,6583 \end{bmatrix} + O * H \begin{bmatrix} -0,5208 & 0,5208 \\ 0,1167 & -0,1167 \\ 0,4042 & -0,4042 \end{bmatrix} + O * P \begin{bmatrix} -0,1208 & 0,1208 \\ 0,4667 & -0,4667 \\ -0,3458 & 0,3458 \end{bmatrix}
\end{aligned} \tag{6}$$

Le critère permettant d'inclure ou non des paramètres est la valeur F, valeur permettant de corrélérer une réponse avec les variations d'un niveau. Le tableau 3 donne la valeur du facteur F pour les différentes lois statistiques.

Valeur F pour le module d'Young				
Source	R	P	E*H	E*P
Valeur F	16,14	7,17	24,12	28,70

Valeur F pour la limite d'élasticité								
Source	R	E	O	H	P	E*O	E*H	E*P
Valeur F	48,76	4,15	5,95	207,03	167,97	3,85	13,13	8,31

Valeur F pour la limite maximale à rupture					
Source	R	E	O	H	P
Valeur F	10,21	2,51	4,92	111,03	80,35

Valeur F pour l'allongement à rupture												
Source	R	E	O	H	P	R*E	R*O	E*O	E*H	E*P	O*H	O*P
Valeur F	37,29	93,50	19,22	243,57	227,94	11,51	129,95	19,19	117,87	179,60	30,96	24,31

Table 3: Valeur du facteur F pour l'ensemble des facteurs d'influence des modèles statistiques

Il est alors possible de recouper les valeurs F avec les principaux facteurs d'influence et les interactions. En effet, en se référant à la Figure 3 (b), le HIP et le polissage sont les facteurs ayant la plus grande influence, ce qui est corroboré par des valeurs F élevées qui sont respectivement 207 et 168.

Les taux de corrélations des modèles statistiques sont explicités dans le tableau 4. L'obtention des prévi-

Réponse	R ² (%)	R ² prévu (%)
E (équation 3)	75,82	68,13
Re (équation 4)	98,18	87,07
Rm (équation 5)	92,64	85,33
A (équation 6)	99,86	79,87

Table 4: Prévisions statistiques des différents modèles

sions statistiques permet d'évaluer la fiabilité du modèle. En se référant au R² prévu, la fiabilité des

modèles statistiques pour R_e et R_m est supérieure à 85% alors qu'elle est inférieure à 80% pour E et A . Deux sources d'incertitudes ont été identifiées permettant d'expliquer l'écart entre les modèles théoriques et les résultats expérimentaux, c'est à dire l'écart entre le R^2 prévu et 100%. Le premier est une source d'erreur statistique. En effet les échantillons ont été fabriqués sur quatre plateformes différentes en fonction de leurs taux de recyclage (deux niveaux) et de l'épaisseur de couche (deux niveaux). Cet effet, dit de bloc, n'a pas été pris en compte lors de l'analyse. La seconde source d'incertitude est l'effet de la rugosité qui impacte les propriétés mécaniques des pièces [11,12]. L'ajout de cette variable aléatoire permettrait d'apporter de nouveaux éléments explicatifs afin de mieux corrélérer les résultats expérimentaux et les modèles statistiques.

5 Conclusion

Dans cet article, une méthode d'analyse statistique par plan fractionnaire a été mise en place pour mesurer l'impact de cinq paramètres d'impression sur les propriétés mécaniques d'éprouvette en TA6V par un procédé SLM. Il est ainsi possible de relier par des lois statistiques les paramètres de fabrications aux propriétés mécaniques en traction des échantillons fabriqués. Parmi ces cinq facteurs industriels, les post-traitements, traitement HIP et polissage, sont statistiquement les plus influents notamment sur la limite élastique et limite maximale à rupture. Le module d'Young est peu influencé par les variations de l'ensemble des paramètres. L'analyse des interactions binaires a mis en évidence que des interactions de certains paramètres avec l'épaisseur des couches déposées ou le recyclage des poudres sont aussi significatives bien que les facteurs isolés soient peu influents.

Références

- [1] C.P Astolfi, E. Constantin and A. Moulet. Fabrication additive, mobiliser les forces françaises. *Les Docs de la Fabrique*, ISBN: 978-2-35671-393-3, 2016.
- [2] Jianfeng Sun, Yongqiang Yang and Di Wang. Parametric optimization of selective laser melting for forming Ti6Al4V samples by Taguchi method. *Optics & Laser Technology.*, Vol. **49**, 118–124, 2013.
- [3] Jacques GOUPY. Les plans d'expériences. *Revue MODULAD*, Numéro 34, 74–116, 2006.
- [3] Jianfeng Sun, Yongqiang Yang and Di Wang. Parametric optimization of selective laser melting for forming Ti6Al4V samples by Taguchi method. *Optics & Laser Technology.*, Vol. **49**, 118–124, 2013.
- [4] A. Strondl, O. Lickfeldt, H. Brodin and U. Ackelid. Characterization and control of powder properties for additive manufacturing. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, Vol. **67**, 549–554, 2015.
- [5] Mohammad Vaezi and Chee Kai Chua. Effect of layer thickness and binder saturation level parameters on 3D printing process. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, Vol. **53**, 275–284, 2011.
- [6] M.W Wu, J.K. Chen, B.H. Lin and P.H Chiang. Improved fatigue endurance ratio of additive manufactured Ti-6Al-4V lattice by hot isostatic pressing. *Materials and Design*, Vol. **134**, 163–170, 2017.
- [7] S. Bagehorn, J.Wehr and H.J. Maier. Application of mechanical surface finishing processes for roughness reduction and fatigue improvement of additively manufactured Ti-6Al-4V parts. *International Journal of Fatigue*, Vol. **102**, 135–142, 2017.
- [8] Z.H.Jiao, R.D Xu, H.C. Yu and X.R Wu. Evaluation on tensile and fatigue crack growth performances of Ti6Al4V alloy produced buy selective laser melting *3rd International Symposium on fatigue design and material defects*, 19–22, 2017.
- [9] M. Cesbron, C. Antion, C. Déprès, F. Toussaint et G. Mougel Effets du recyclage des poudres dans le procédé SLM sur leurs caractéristiques morphologiques: application au Ti6Al4V. *SF2M Poudres 2019: Matériaux Frittés et Fabrication Additive*, Grenoble, mai 2019.
- [10] Manikandakumar Shunmugavel, Ashiwin Polishetty and Guy littlefair Microstructure and mechanical properties of wrought and Additive manufactured Ti-6Al-4V cylindrical bars. *The international Design Technology Conference, DesTech2015*,231–236, July 2015.
- [11] Bastien Vayssette, Nicolas Saintier, Charles Brugger, Mohamed Elmay and Etienne Pessard Surface roughness of Ti-6Al-4V parts obtained by SLM and EBM: Effect on the High Cycle Fatigue life. *Additive Manufacturing*.
- [12] Zhuoer Chen, Xinhua Wu, Dacian Tomus and Chris H.J. Davies Surface roughness in Selective Laser Melted Ti-6Al-4V alloy components. *The international Design Technology Conference, DesTech2015*,91–103, May 2018.
- [13] Jonathan Stef Fusion Laser Selective de poudres de TA6V: microstructure et mécanismes de formation des porosités en lien avec les paramètres du procédé SLM et les propriétés structurales *Thèse, Chapitre IV* ,113–146, 2018.
- [14] Alvin C. Rencher, *Methods of Multivariate Analysis*, second edition, 2002
- [15] G.A. Longhitano Correlation between microstructures and mechanical properties under tensile and compression tests of heat-treated Ti-6Al-4 V ELI alloy produced by additive manufacturing for biomedical applications *Journal of Materials Processing Tech.*, 202–210, 2018.