Élaboration in situ d'alliages de titane et de structures architecturées par fabrication additive : application aux dispositifs médicaux implantables

Marie Fischer

▶ **To cite this version:**

Marie Fischer. Élaboration in situ d'alliages de titane et de structures architecturées par fabrication additive : application aux dispositifs médicaux implantables. Génie des procédés. Université de Lorraine, 2017. Français. NNT : 2017LORR0257 . tel-01810095

HAL Id: tel-01810095
https://theses.hal.science/tel-01810095

Submitted on 7 Jun 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

Ecole doctorale EMMA

THESE

Pour l'obtention du titre de :

DOCTEUR de L'UNIVERSITE DE LORRAINE

Spécialité : Science des Matériaux

Présentée par :

MARIE FISCHER

Ingénieur INSA

Elaboration *in situ* d'alliages de titane et de structures architecturées par fabrication additive – Application aux dispositifs médicaux implantables

Thèse soutenue publiquement le 20 décembre 2017 à Metz devant le jury composé de :

M. Frédéric PRIMA, Professeur des universités, IRCP, Chimie-ParisTech, Paris	Rapporteur
M. Jan VAN HUMBEECK, Professeur des universités, KU Leuven, Belgique	Rapporteur
M. Lucas DEMBINSKI, Enseignant chercheur contractuel, LERMPS, UTBM, Sevenans	Examinateur
M. Thierry GLORIANT, Professeur des universités, ISCR, INSA de Rennes	Examinateur
Mme Anne-Sophie BONNET, Maître de conférences HDR, LEM3, ENIM, Metz	Examinateur
M. Daniel GEORGE, Maître de conférences HDR, ICUBE, Université de Strasbourg	Examinateur
M. Pascal LAHEURTE, Maître de conférences HDR, LEM3, Université de Lorraine, Metz	Co-directeur de thèse
M. Etienne PATOOR, Professeur des universités, Georgia Tech-Lorraine, Metz	Directeur de thèse
M. Boris PIOTROWSKI, Ingénieur de recherche, LEM3, Arts et Métiers ParisTech, Metz	Invité
M. Philippe CLAVERT, Professeur des universités - Praticien hospitalier, Université de Strasbourg	Invité

Université de Lorraine

Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux

« Toutes les grandes personnes ont d'abord été des enfants,
mais peu d'entre elles s'en souviennent »

Antoine de Saint-Exupéry / Le petit prince

Remerciements

En préambule de ce manuscrit de thèse, je souhaiterais adresser mes sincères remerciements aux personnes qui m'ont soutenue et qui ont contribué au bon déroulement et à la réalisation de cette thèse.

Je remercie l'ensemble des membres du jury pour m'avoir fait l'honneur d'évaluer mes travaux. J'adresse mes remerciements aux professeurs Frédéric Prima et Jan Van Humbeeck pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail en acceptant d'être rapporteurs de cette thèse. Je remercie Thierry Gloriant pour avoir présidé le jury, Anne-Sophie Bonnet, Lucas Dembinski et Daniel Georges pour avoir participé en tant qu'examinateurs, pour la lecture du manuscrit et la pertinence de leurs questions et remarques ; et aussi Philippe Clavert pour être venu en tant qu'invité et avoir apporté son avis de chirurgien orthopédique.

Je tiens à exprimer ma gratitude envers mes directeurs de thèse Pascal Laheurte et Etienne Patoor pour leur soutien durant ces trois années de thèse. Je les remercie pour la confiance qu'ils m'ont accordée en me donnant la responsabilité du nouvel équipement de fabrication additive. Grâce à eux, j'ai acquis de nombreuses compétences techniques et scientifiques qui m'ont permis de mener à bien ce projet mais aussi de prendre du recul sur le travail réalisé. Ils ont su me guider et me conseiller ; grâce à leurs qualités humaines, travailler avec eux fut toujours agréable et appréciable.

Je remercie ensuite Boris Piotrowski pour son encadrement et sa contribution à ces travaux. J'ai beaucoup apprécié de travailler avec lui. Son expertise en simulations numériques mais aussi sa disponibilité, sa sympathie et son optimisme ont été essentiels à la bonne progression de cette thèse. Pour cela, mais aussi pour toutes nos discussions, son support et son apport dans la rédaction du manuscrit, je lui suis reconnaissante.

Je remercie l'ensemble des collègues du LEM3 pour leur bonne humeur et pour tous les moments conviviaux passés ensemble ainsi que pour leur aide et leurs conseils. Merci à Laurent Peltier, Gaël Le

Coz, Yves Chemisky, Pierre Charbonnier, Patrick Moll, Julien Favre, Jean-Sébastien Lecomte, Mohamad Jrad, Guillaume Robin, Laurent Weiss...

J'adresse un remerciement particulier aux collègues du LERMPS : David Joguet, Yoann Danlos et Lucas Dembinski qui m'ont accueillie quelques jours à Belfort au début de ma thèse pour me faire découvrir l'univers des poudres et de la fabrication additive. Je les remercie pour tous leurs conseils ainsi que pour l'ensemble de la collaboration qui s'est poursuivie au long du projet.

Merci à tous les doctorants et post-doctorants du CIRAM avec qui j'ai échangé et rigolé, Clément, Pascal, Francis A., Kévin, Dimitri, Francis P. ; Paul D. et Paul L. auxquels je confie ma machine, j'espère qu'ils en prendront bien soin ; et enfin un grand merci à ma collègue de bureau Wafa pour toute son aide et son soutien au cours de ces trois années mais aussi pour son amitié, pour nos papotages et sorties shopping. Merci aussi aux doctorants du (ou plutôt de l'ancien) Saulcy : Rita et Maxime pour les bons moments partagés en voyage / conférence et aussi Alban pour nos sorties et soirées cuisine chez Rita, ainsi que Catherine, Anis, Marc, Youssef, Safaa, Hana, Mariem, Dasha et Amal.

J'exprime enfin ma reconnaissance envers ma famille. Merci à mes parents et à ma sœur pour m'avoir encouragée, entourée et soutenue durant toutes ces années d'études, merci à mes grands-parents qui ont été et sont toujours là pour moi, merci à ma tante pour la relecture du manuscrit en un temps record et à mon oncle, et mon cousin pour leur support. C'est grâce à eux tous que je suis arrivée là où j'en suis aujourd'hui.

Et à tous ceux que j'oublie, merci.

Table des matières

Introduction générale 1

Chapitre 1 : Etat de l'art 5

1.1 La fabrication additive 5

1.1.1 Généralités 5

1.1.2 Enjeux et principales applications 6

1.1.3 La fusion laser sur lit de poudre 10

1.2 L'apport de la métallurgie et des procédés additifs pour les dispositifs médicaux implantables 13

1.2.1 Généralités sur les implants et les prothèses 13

1.2.2 Biocompatibilité mécanique et cellulaire 14

1.2.2.1 Biocompatibilité chimique 15

1.2.2.2 Biocompatibilité mécanique 15

1.2.3 Les alliages de titane : vers une solution matériau 20

1.2.3.1 Deux générations d'alliages 20

1.2.3.2 Spécificités de la mise en œuvre des alliages de titane en SLM 22

1.2.4 Une réponse au problème d'indisponibilité des poudres : l'élaboration d'alliages *in situ* 25

1.2.5 Apport des structures architecturées 27

1.3 La simulation numérique : un outil pour l'évaluation de la biocompatibilité mécanique 31

1.4 Conclusion 32

Chapitre 2 : Techniques expérimentales 35

2.1 Elaboration et fabrication 35

2.1.1 Poudre pré-alliée 35

2.1.1.1 Fusion en creuset froid 35

2.1.1.2 Mise en forme par tréfilage 37

2.1.1.3 Atomisation, procédé arc-fil 37

2.1.1.4 Caractérisation de la poudre pré-alliée 39
2.1.2 Poudres mélangées 40
2.1.2.1 Manipulation des poudres 40
2.1.2.2 Mélange des poudres 40
2.1.3 Fusion laser sur lit de poudres 41
2.1.3.1 Fonctionnement du procédé 41
2.1.3.2 Machine Realizer 250 43
2.1.3.3 Machine SLM280HL 43
2.1.3.4 Préparation numérique et paramètres du procédé 44
2.1.3.5 Le post-traitement 48
2.1.4 Plans d'expériences 49
2.2 Caractérisation microstructurale et mécanique 50
2.2.1 Mesures de granulométrie 50
2.2.2 Analyses de composition chimique 50
2.2.3 Micro-tomographie 51
2.2.4 Microscopie électronique à balayage 53
2.2.5 Diffraction des rayons X 56
2.2.6 Mesures par ultrasons 57
2.2.7 Essais mécaniques 60
2.3 Conclusion 61
Chapitre 3 : Elaboration d'un alliage de Ti-26Nb *in situ* par fusion laser sur lit de poudre 63
3.1 Introduction 63
3.2 Etude préliminaire : poudres non-sphériques, collaboration LERMPS 64
3.2.1 Matériaux 64
3.2.2 Méthodes : plan d'expériences - essais sélectionnés 65
3.2.3 Résultats 66
3.2.3.1 Validation des paramètres : porosité et homogénéité 66
3.2.3.2 Analyse de la microstructure et des phases en présence 68
3.2.4 Propriétés mécaniques 74
3.2.4.1 Essais de compression 74
3.2.4.2 Mesures de module de Young par ultrasons 75
3.2.5 Conclusion de l'étude sur poudres non sphériques 76
3.3 Poudres sphériques 77
3.3.1 Préparation de la poudre 77
3.3.2 Optimisation des paramètres de fabrication : les campagnes d'essais 80

3.3.2.1 Premier plan d'expériences 80
3.3.2.2 Second plan d'expériences 81
3.3.2.3 Troisième campagne d'essais 84
3.3.3 Propriétés microstructurales 86
3.3.3.1 Analyses EDX 86
3.3.3.2 Identification des phases 88
3.3.3.3 Analyse de la microstructure 88
3.3.4 Propriétés mécaniques 93
3.3.4.1 Essais de compression 93
3.3.4.2 Essais de traction 95
3.3.4.3 Mesures par ultrasons 96
3.3.1 Conclusion de l'étude sur poudres sphériques 97
3.4 Conclusion 98

Chapitre 4 : Structures architecturées : maîtrise des propriétés 101

4.1 Introduction 101
4.2 Outil de prédiction des propriétés des structures architecturées 102
4.2.1 Composant principal des structures : les poutres 102
4.2.2 Modèle par éléments finis 103
4.2.2.1 Propriétés géométriques 103
4.2.2.2 Calcul de la densité relative 104
4.2.2.3 Modélisation et module d'élasticité 105
4.2.3 Validation du modèle 107
4.2.3.1 Vérification de la densité relative 107
4.2.3.2 Taille du volume élémentaire représentatif pour le calcul de E 108
4.2.3.3 Confrontation à l'expérience 109
4.2.4 Exploitation du modèle 111
4.2.4.1 $\rho^*=f(r/l)$ et $E^*=f(r/l)$ 111
4.2.4.2 Indices de performance 113
4.3 Programme d'optimisation 114
4.3.1 Principe général 114
4.3.2 Fonctionnement 115
4.4 Développement d'une structure biomimétique 118
4.4.1 Propriétés de l'os 118
4.4.2 Propriétés visées et recherche des paramètres géométriques 119
4.4.3 Vérification expérimentale 123
4.5 Conclusion 127

Chapitre 5 : Evaluation numérique de la réduction du s*tress-shielding* : solutions matériau et structure appliquées à une arthroplastie totale de hanche 129

5.1 Introduction 129

5.2 Conception d'un DMI 130

5.2.1 Contexte 130

5.2.2 Types de prothèse 131

5.2.3 Construction du modèle éléments finis : du scanner à la 3D 133

5.2.4 Choix des conditions aux limites 136

5.2.5 Modèle Abaqus 140

5.3 Simulation et analyse du transfert de charge dans l'os peri-implanté 142

5.3.1 Démarche d'analyse 142

5.3.2 Résultats de l'étude 143

5.3.2.1 Analyse qualitative 143

5.3.2.2 Analyse de l'interface os-implant 145

5.3.2.3 Analyse des contraintes dans l'os cortical 149

5.4 Conclusion 151

Conclusion générale 153

Références bibliographiques 159

Table des figures 169

Table des tableaux 175

Production scientifique 177

Introduction générale

Développées depuis les années 1980, les technologies de fabrication additive connaissent un essor remarquable depuis plusieurs années. Alors que leur usage se destinait au départ au prototypage rapide, leurs applications se sont rapidement étendues à de nombreux domaines grâce aux avancées des différents procédés et à la diversité des matériaux précurseurs (plastique, résine, métal : poudre, fil). Le procédé de fusion laser sur lit de poudre aussi appelé SLM pour *Selective Laser Melting* (brevet DE 19649865) est basé sur le balayage d'un lit de poudre métallique par un faisceau laser. A partir de données de conception assistée par ordinateur (CAO), des couches successives de poudre sont déposées et portées à température de fusion au moyen d'un faisceau laser focalisé balayant une zone donnée, définie par une section du modèle CAO. Il permet ainsi de fabriquer, couche après couche, des pièces en métal aux géométries complexes. Le succès de cette technologie est lié aux nombreuses possibilités qu'elle offre : liberté de design, pièces complexes, customisation de masse, gain matière, réduction des étapes d'assemblage... Elle présente ainsi des avantages à être utilisée dans les domaines de l'industrie, de l'aérospacial, de l'automobile, du biomédical... Dans ce travail, nous nous intéressons en particulier aux applications biomédicales et plus précisément à l'arthroplastie.

La réussite de la pose d'un dispositif médical implantable (DMI) repose sur une problématique de biocompatibilité qui implique à la fois des aspects biologiques et mécaniques. D'une part, l'introduction du corps étranger qu'est le DMI ne doit pas provoquer de réaction néfaste sur les tissus environnants. Les inflammations et le relargage d'ions métalliques dans le corps doivent être évités à tout prix et cela passe par le choix des matériaux. D'autre part, les sollicitations mécaniques appliquées à l'os jouent un rôle important dans les mécanismes de remodelage osseux et d'osteointégration. Or, la discontinuité élastique induite par la pose d'une prothèse à l'interface os / implant conduit à une redistribution des contraintes dans l'os appelée *stress-shielding* qui mène conséquemment à l'apparition de zones sous-sollicitées et de zones sur-sollicitées. Ce phénomène est principalement dû au module d'élasticité élevé du dispositif médical qui devrait être le plus proche possible de celui de l'os. Le choix du matériau est donc primordial.

Les matériaux classiquement utilisés pour la fabrication des implants et des prothèses sont le titane pur et l'alliage Ti-6Al-4V. Ils ont été choisis pour leurs propriétés de résistance mécanique, de résistance à la corrosion et de biocompatibilité. Or, depuis quelques années, les éléments d'alliage du Ti-6Al-4V portent à controverse et sont soupçonnés d'être à l'origine de certains cancers (sarcomes) et de la maladie d'Alzheimer. De plus, leur module d'élasticité relativement élevé (110 GPa), largement supérieur à celui de l'os (20 GPa), ne favorise pas la biocompatibilité mécanique. Néanmoins, de nouveaux alliages constitués seulement d'éléments bio-inertes (Ti, Nb, Zr, Ta) et au module d'élasticité bas ont été développés et font l'objet de nombreuses études. C'est dans ce cadre que l'alliage β-métastable Ti-26Nb(%at.) a été développé au LEM3. Il permet d'atteindre un module d'élasticité d'environ 50 GPa et présente un réel intérêt pour la réduction du *stress-shielding*.

L'utilisation des récentes techniques de fabrication additive ouvre de nouveaux champs d'investigation. En effet, la réalisation de structures poreuses constitue un autre moyen de maîtriser les propriétés élastiques et notamment d'abaisser le module apparent d'élasticité, et ce indépendamment des propriétés intrinsèques du matériau. Si l'obtention de structures poreuses était déjà possible par la mise en œuvre de mousses métalliques, la fabrication additive avec le procédé SLM permet de maîtriser l'architecture fabriquée en termes de taux de porosité, taille et forme des porosités... Il devient alors possible d'adapter les propriétés de la pièce fabriquée en intervenant à l'échelle mésoscopique. On peut ainsi envisager la construction de DMI biomimétiques présentant un comportement mécanique proche de celui de l'os. Cependant, l'obtention d'un bas module d'élasticité grâce à la présence de porosités s'accompagne d'une diminution importante de la résistance mécanique. L'emploi d'un alliage de titane possédant un bas module d'élasticité intrinsèque nécessite, toutes choses égales par ailleurs, moins de porosités. La concession faite à la résistance du fait de la présence de ces porosités sera donc moins importante et le rapport σ/E sera meilleur.

Les structures architecturées semblent donc bien adaptées dans le cas de dispositifs médicaux implantables sollicités mécaniquement tels que les implants et les prothèses orthopédiques pour lesquels la réduction du phénomène de *stress-shielding* est déterminante pour la réussite de l'opération. Ces structures peuvent également être bénéfiques car elles favorisent la croissance osseuse et la revascularisation et donc l'ostéointégration. Les propriétés de la pièce et même sa forme globale sont adaptées à chacun des patients grâce à la fabrication additive.

Un problème demeure : l'utilisation de cet alliage n'est pas encore commune en métallurgie des poudres. L'absence du Ti-26Nb et plus généralement d'alliages Ti-Nb chez les fabricants de poudres nécessite une réalisation sur mesure de la poudre avec l'élaboration préalable d'une quantité importante d'alliage. Cette étape a fait l'objet d'une collaboration avec le LERMPS (Laboratoire

d'Etudes et de Recherches sur les Matériaux, les Procédés et les Surfaces). Néanmoins, dans cette étude, nous avons privilégié une autre stratégie consistant à élaborer l'alliage *in situ* à partir d'un mélange de poudres élémentaires de titane et de niobium ; ces poudres étant disponibles chez les fabricants de poudre. L'alliage est ainsi élaboré sous le faisceau laser pendant la fabrication de la pièce. Cette méthode, en plus de palier à la rareté des nuances d'alliage de titane sous forme de poudre, autorise un choix de compositions quasi infini.

Ce travail de thèse effectué au sein du LEM3 (Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux) a été réalisé dans le cadre du projet FAPROM (*Fabrication de Prothèses sur Mesure),* financé par la Région Lorraine. Il a permis de développer la thématique fabrication additive au laboratoire avec l'acquisition d'une machine de fusion laser sur lit de poudre SLM280HL (SLM Solutions).

La conception et la fabrication de dispositifs médicaux biomimétiques en Ti-26Nb par procédé de fusion laser sur lit de poudre sont un travail qui requiert plusieurs étapes :

- la mise au point des paramètres du procédé pour l'élaboration *in situ* de Ti-26Nb,
- la validation des propriétés microstructurales et mécaniques du matériau ainsi élaboré,
- l'optimisation de la géométrie des structures pour l'obtention de propriétés biomimétiques,
- l'évaluation du *stress-shielding* dans le cas d'une prothèse totale de hanche et la validation de l'utilisation du Ti-26Nb et des structures architecturées pour sa réduction.

Ce manuscrit expose l'ensemble de la démarche suivie pour ces travaux et s'articule en 5 chapitres.

Le premier chapitre permet de situer l'étude. Il présente un état de l'art des avancées actuelles en termes de fabrication additive et de développement de matériaux pour les domaines du biomédical. Il expose les apports de la fabrication additive pour ces applications et introduit les limites actuelles du procédé, liées notamment au marché des poudres et qui nous conduit à employer la stratégie d'élaboration *in situ* d'alliages. On présente également l'intérêt de la simulation numérique pour l'étude de la biocompatibilité mécanique.

Dans le second chapitre, nous proposons tout d'abord une description détaillée des aspects techniques de la fabrication par SLM et de ses paramètres, en partant de l'obtention de la poudre jusqu'à la pièce finale. Les différentes techniques de caractérisations microstructurales et mécaniques employées pour analyser les pièces fabriquées sont rappelées.

Le troisième chapitre est consacré à la fabrication de l'alliage Ti-26Nb *in situ* avec le procédé SLM. Il est constitué d'une étude préliminaire pour laquelle des poudres irrégulières sont utilisées, et d'une seconde partie où des poudres sphériques de Ti et de Nb sont employées, ce qui nous a permis d'évaluer l'effet de la morphologie de la poudre. Ces deux parties suivent une démarche d'optimisation des paramètres de fabrication avec pour objectif l'obtention d'un alliage homogène, c'est-à-dire exempt de porosités et de particules non-fondues. Ensuite, la caractérisation microstructurale et mécanique des échantillons est décrite et les échantillons ainsi élaborés sont comparés à des échantillons de Ti-26Nb obtenus à partir de poudre pré-alliée ou encore par coulée.

Dans le quatrième chapitre, les structures architecturées sont introduites et leur comportement mécanique étudié. L'intérêt est porté sur deux types de mailles élémentaires basés sur les réseaux cubiques face centré et cubiques centré. Dans une première partie, des abaques sont construits pour déterminer la densité relative et le module d'élasticité relatif d'une structure en fonction des paramètres géométriques des cellules. Ils forment un outil de choix pour l'ingénieur. Dans une seconde partie, un outil d'optimisation des paramètres géométriques des structures est développé. A partir de modules d'élasticité choisis dans chacune des trois directions de l'espace, on détermine les paramètres géométriques à appliquer à la structure. Enfin, on se sert de cet algorithme pour développer une structure imitant les propriétés d'un os long.

Le cinquième chapitre est dédié à l'étude numérique de prothèses totales de hanche. Nous nous attachons à analyser les effets du bas module d'élasticité avec l'utilisation du Ti-26Nb et d'une structure poreuse biomimétique dans la tige fémorale sur le phénomène de *stress-shielding*. Ce chapitre illustre la mise en œuvre des concepts et technologies développés tout au long de la thèse.

Chapitre 1 : Etat de l'art

1.1 La fabrication additive

1.1.1 Généralités

La fabrication additive (FA) correspond d'après la norme française NF E 67-001 [1], à l'ensemble des procédés permettant de fabriquer, couche par couche, par ajout de matière, un objet physique à partir d'un objet numérique. Elle est aussi définie par l'ASTM (F2792) [2] comme étant un procédé d'assemblage des matériaux pour fabriquer des objets à partir de données de modèles 3D, généralement couche par couche, en opposition avec les méthodes de fabrication soustractive telles que l'usinage ou le découpage. Les procédés couche par couche de ces systèmes ne nécessitent pas l'utilisation d'outils, de moules ou de matrice.

C'est en France que la fabrication additive a été évoquée pour la première fois avec l'invention de la stéréolithographie par Jean-Claude André, Alain Le Mehauté et Olivier De Witte [3], [4]. Ils déposent un brevet en 1984 alors qu'un brevet américain est déposé à la même période par Charles W. Hull [5]. La technologie est à ce moment là destinée à la production de prototypes polymères d'où l'appellation originale de la fabrication additive de « prototypage rapide ». Depuis cette période, la technologie a rapidement évolué menant au développement de nouveaux procédés permettant encore la mise en œuvre de polymères mais aussi de céramiques et de métaux. On compte aujourd'hui 7 grandes familles de procédés de fabrication additive qui se différencient de par la source d'énergie utilisée et le type de matériau employé aussi bien en termes de composition que de forme (photopolymérisation en cuve, projection de matière, fusion sur lit de poudre, extrusion de matière, dépôt de matière sous énergie concentrée, stratification de couches) [1], [6]. Les procédés mettant en œuvre les métaux font généralement intervenir des sources d'énergie laser ou faisceau d'électrons et la matière se présente sous la forme de fil ou de poudre. Les procédés employant de la poudre métallique sont résumés dans la figure 1 [7]. Ils sont divisés en deux catégories : les procédés sur lit de poudre et les procédés de déposition directe. Une seconde division se fait en fonction de la source d'énergie utilisée : laser ou

faisceau d'électrons. Dans le cadre de ce projet, nous nous concentrerons principalement sur le procédé de fusion laser sur lit de poudre ou *selective laser melting* SLM.

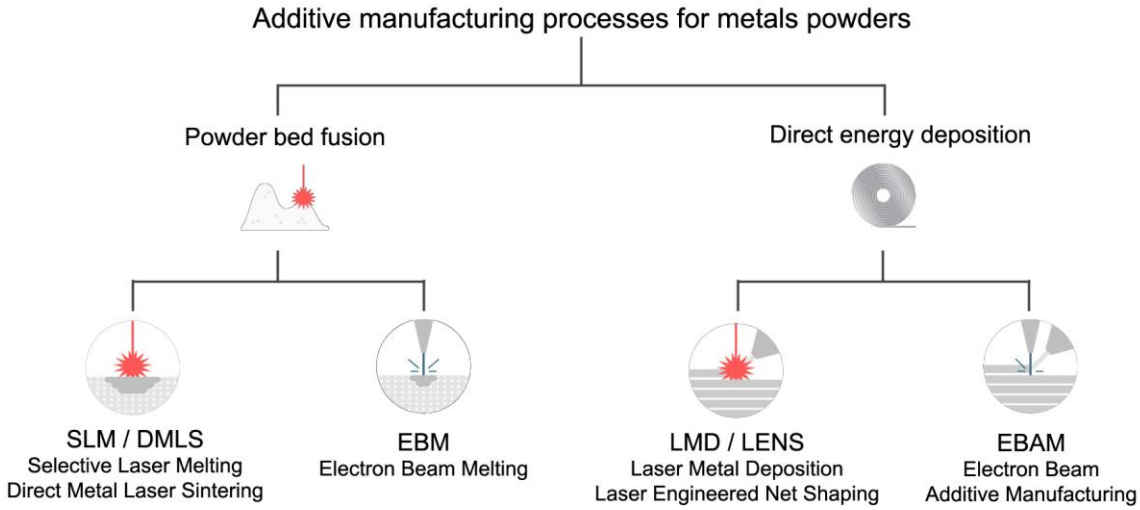


Figure 1 : Procédés de fabrication additive métal à base de poudre (d'après 3DHubs [7]*)*

1.1.2 Enjeux et principales applications

Depuis les débuts de la fabrication additive dans les années 1980, cette technologie a pris de l'ampleur et connaît une croissance exponentielle. L'industrie de l'impression 3D a progressé de 17,4 % dans les recettes mondiales en 2016 [8]. La fabrication additive représente actuellement l'un des marchés les plus prometteurs du secteur des matériaux. Les enjeux de la fabrication additive dans l'industrie sont considérables. Si à ses débuts, sa principale utilisation était la fabrication rapide de prototypes, elle est aujourd'hui employée pour de nombreuses applications. La figure 2, issue de l'enquête annuelle effectuée par le cabinet d'étude Wohlers Associates [8] en collaboration avec des industriels et des fabricants de machines, présente la part des différents domaines. Le diagramme montre que les procédés de fabrication additive sont majoritairement employés dans les secteurs industriels, de l'aérospatial, de l'automobile des produits de consommation et du médical.

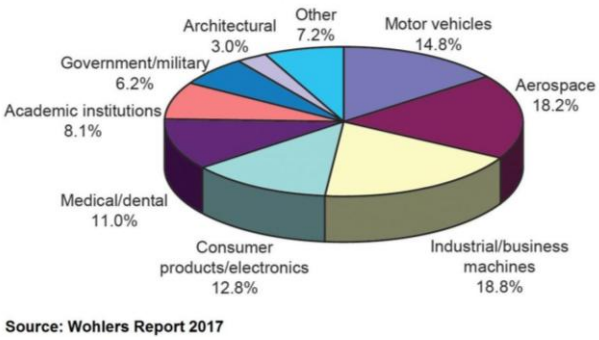


Figure 2 : Domaines d'application de la fabrication additive [8]

La liberté de design que permet la fabrication additive mène entre autres à une minimisation du poids et à des performances optimisées qui la rendent particulièrement attrayante pour les domaines de l'aéronautique et de l'aérospatial [9]. En outre, le ratio « buy-to-fly » qui mesure le rapport entre la masse de matière mise en œuvre pour réaliser une pièce et la masse qui vole effectivement est d'environ 1-5:1 pour les composants fabriqués par la voie de la fabrication additive et de 10-30:1 par la voie classique lingot coulé ou forgé et usiné [10], [11]. La juste quantité de matière est utilisée. Les avions Airbus A350 XWB comportent déjà des pièces obtenues par procédés additifs, principalement pour des composants de cabine. Aussi, très récemment Airbus a réalisé la première installation d'une charnière en titane obtenue par fabrication additive SLM sur un avion commercial (A350 XWB) pour un élément de structure de l'avion [12], [13].

Par ailleurs, la liberté de design induite par la nature des procédés additifs permet de fabriquer en une pièce ce qui était fait auparavant à partir de plusieurs composants et ainsi de supprimer la majeure partie des étapes d'assemblages. La conception d'outillages spécifiques n'est ainsi plus nécessaire, ce qui signifie que des variations de design peuvent être réalisées rapidement et sans effets significatifs sur le coût. Il est aussi possible de conduire des productions de petites quantités économiquement viables, ce qui n'est pas le cas avec les méthodes conventionnelles [14]–[16]. Dans le cas de la fabrication additive, la production de 10 pièces identiques ou de 10 pièces différentes revient au même. Seule la partie design prendra plus de temps, mais étant donné que les étapes de conception d'outillage et d'assemblage sont supprimées par rapport aux méthodes conventionnelles, il n'y a au final pas d'augmentation de la durée de production. Elle offre ainsi la possibilité d'envisager la customisation de masse [17]. Elle est pour cela particulièrement intéressante pour les domaines du biomédical comme l'implantologie, les prothèses orthopédiques, l'orthodontie et les prothèses auditives. On peut noter que de nombreuses sociétés spécialisées dans les prothèses auditives ont adopté la fabrication additive et l'utilisent de manière courante. Dans ce domaine, les dispositifs sur mesure sont de rigueur et étaient auparavant produits de manière artisanale. Ils peuvent aujourd'hui être conçus numériquement pour être ensuite fabriqués en matériaux polymères ou en résine par SLS ou SLA et même depuis peu en titane par SLM (figure 3 (a) et (b)). On peut également citer l'exemple de gouttières d'alignement orthodontiques conçues numériquement et dont les modèles sont fabriqués par procédé additif (figure 3 (c)).

Figure 3 : Prothèses auditives en impression 3D en résine (a) et en titane (b) commercialisées par Phonak [18] *; gouttière d'alignement orthodontique (Invisalign)* [19]*(c)*

On s'intéressera dans cette thèse à la fabrication additive à partir de poudre métallique avec le procédé de fusion laser sur lit de poudre. Elle présente un avantage considérable pour le développement de solutions prothétiques et de reconstructions osseuses sur mesure. Avec cette technologie, les applications dans le secteur cranio-facial sont nombreuses, on peut citer les plaques crâniennes [20], des reconstructions de planchers orbitaux [21], des reconstructions mandibulaires ou la réparation de défects particuliers pour lesquels aucune solution standard n'existe (figure 4)... Dans le domaine orthopédique et de l'implantologie, les dispositifs sont dans une phase de développement plus antérieure. La plupart ont été réalisés de manière unique pour des cas bien spécifiques et généralement dans le cadre de collaborations entre des hôpitaux et des utilisateurs de machines de fabrication additive (universitaires ou industriels). Toutefois, la société Xilloc produit déjà des implants transcutanés adaptés à chaque patient, à poser dans le fémur, pour la fixation de prothèses de jambe (figure 4 (f)).

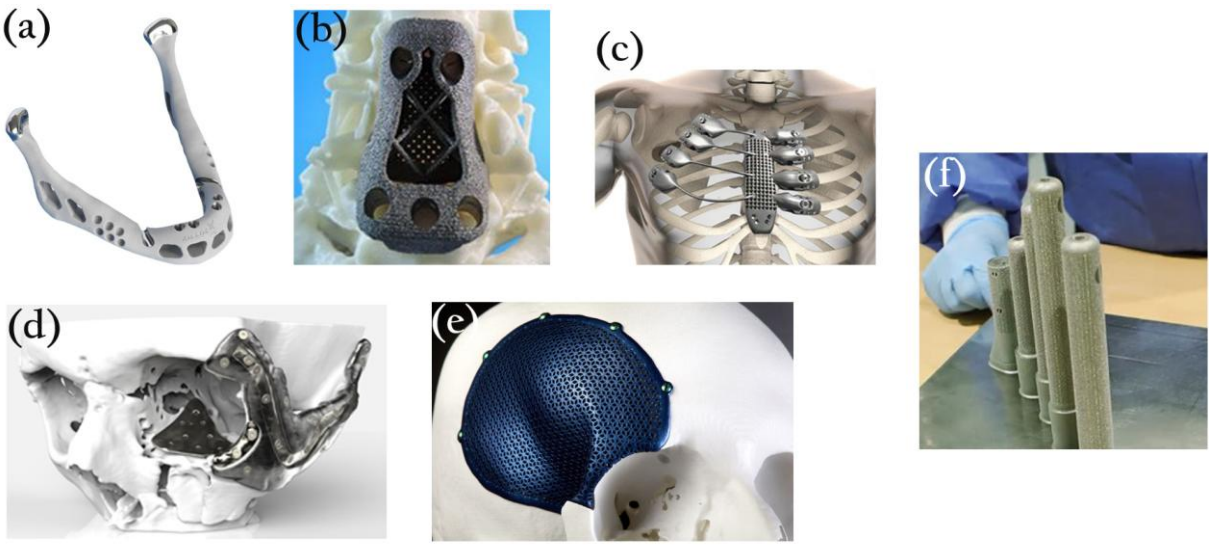


Figure 4 : Exemples d'utilisations de la fabrication additive métal pour la construction d'une mandibulle (Xilloc) [22] *(a), implant cervical (Anatomics)*[23] *(b), reconstruction de cage thoracique (Anatomics)* [23] *(c), reconstruction de plancher orbital (Renishaw)* [24] *(d), plaque crânienne (Materialise)* [25] *(e), implants sur mesure pour fixation de prothèse de jambe (Xilloc)* [22] *(f)*

Chacun des domaines de l'impression 3D est à sa propre étape de maturité. La figure 5 présente l'édition 2017 du cycle de Hype pour la fabrication additive, réalisé par le cabinet Gartner [26]. Ce cycle, qui fait le point sur les cycles d'adoption des nouvelles technologies, les caractérise en 5 phases :

- Les concepts émergents, *innovation trigger,* attirent beaucoup d'attention du fait de leur fort potentiel. A ce stade, la viabilité commerciale des concepts n'est pas encore prouvée.
- Dans le pic d'attentes démesurées, *peak of inflated expectations*, la technologie n'est pas encore adoptée et les premiers retours se font connaître.
- Dans la traversée de la désillusion, *trough of disillusionment*, l'intérêt pour la technologie diminue alors que les attentes initiales se confrontent à la réalité.
- C'est pendant le retour en grâce, *slope of enlightenment*, que la connaissance de la technologie s'améliore et son utilisation s'intensifie. Des nouvelles générations de produits apparaissent et plus d'acteurs se lancent.
- L'adoption définitive grand public est atteinte dans le *plateau of productivity*. La viabilité du produit sur le marché est assurée.

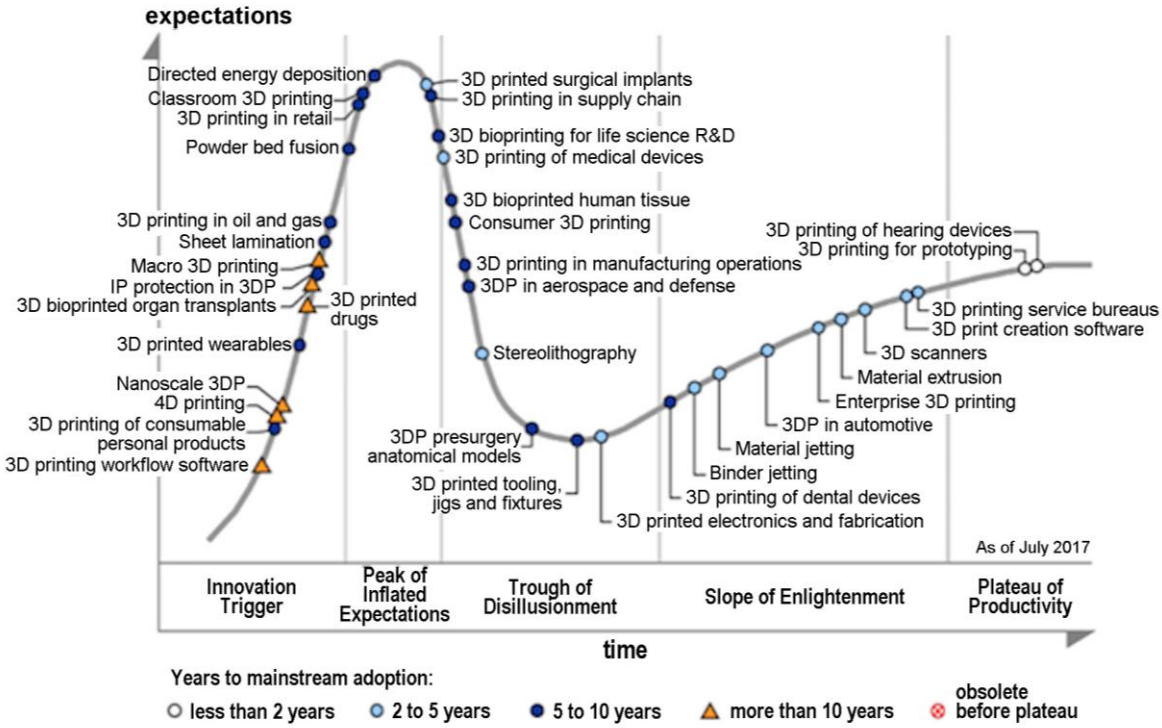


Figure 5 : « Hype cycle » de Gartner pour la fabrication additive (Juillet 2017) [26]

On retrouve sur ce cycle les différentes technologies et applications mentionnées précédemment. La fusion laser sur lit de poudre entre seulement dans le pic des attentes. Si la technologie est de plus en plus connue, elle n'est pas encore généralisée. On peut s'attendre dans les prochaines années à voir

diminuer l'intérêt de certains acteurs avant d'atteindre une maîtrise du procédé plus stable puis sa maturité. La fabrication de dispositifs médicaux et l'utilisation de l'impression 3D dans le secteur de l'aérospatial sont déjà dans la désillusion. On se rend compte de ce qu'il est réellement possible d'accomplir. Enfin, la fabrication de prothèses auditives, de dispositifs dentaires et l'utilisation de l'impression 3D pour le prototypage rapide sont dans les deux dernières phases du cycle, leur adoption généralisée est proche.

Ainsi, la fabrication additive présente aujourd'hui de nombreux challenges à dépasser avant de pouvoir être développée à plus grande échelle. En premier lieu, il existe une limitation au niveau des matériaux précurseurs. Si l'on se concentre sur les procédés à base de poudre métallique comme le procédé SLM, les matériaux disponibles sont limités, seuls certains alliages sont disponibles sur le marché sous forme de poudre. Le développement de l'industrie de la fabrication additive a pour prérequis le développement de l'industrie des poudres. Par ailleurs, le contrôle qualité de la production en cours de procédé, avec possibilité d'ajustement des paramètres, est un élément qui deviendra nécessaire pour assurer la viabilité des objets. La reproductibilité est également un élément qui peut parfois poser problème et qui bénéficierait de ce contrôle [27]. Aussi, le développement de nouveaux matériaux nécessite un travail d'optimisation des paramètres qui vise à minimiser la quantité de porosités.

1.1.3 La fusion laser sur lit de poudre

Le procédé de selective laser melting ou fusion laser sur lit de poudre est un procédé de fabrication additive qui emploie des poudres métalliques comme matériau et un laser comme source d'énergie. Le principe du procédé SLM est le suivant : dans une chambre sous atmosphère d'argon, une couche de poudre est déposée et étalée sur un plateau puis, elle est balayée par une source laser dont la trajectoire est contrôlée par un jeu de miroirs, ce qui entraîne sa fusion. Les couches de poudre sont successivement déposées, l'épaisseur étant contrôlée par le plateau de fabrication qui se déplace verticalement. Les trajectoires du laser ainsi que ses paramètres de fonctionnement sont imposés en amont. La pièce est construite couche par couche, par fusion du lit de poudre jusqu'à d'obtenir un objet en trois dimensions.

Le procédé reste toutefois compliqué à maîtriser car de nombreux paramètres entrent en jeu (figure 6). Les paramètres les plus importants dans le procédé SLM sont la vitesse de balayage v (mm/s), la puissance du laser P (W), la distance entre les hachures balayées h (mm) et l'épaisseur de couche t (mm).

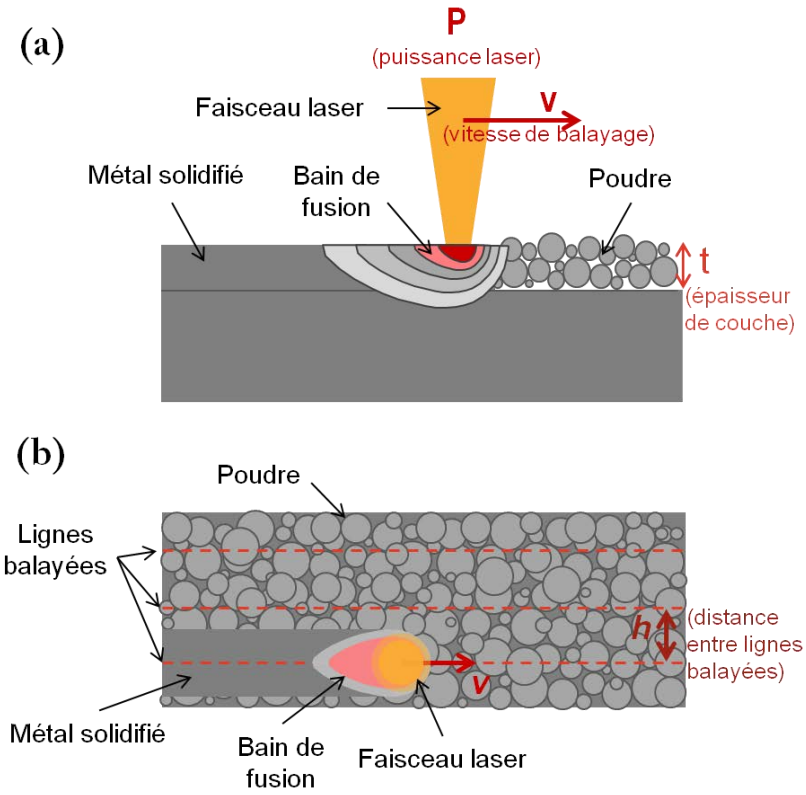


Figure 6 : Représentation schématique du procédé de fusion laser sur lit de poudre en vue de face (a) et en vue de dessus (b)

Ces paramètres ont une influence directe sur le comportement que la matière aura sous le faisceau laser et par conséquent sur la qualité des couches construites. Ce sont eux que l'on fait varier lorsque l'on souhaite optimiser le processus pour un matériau particulier. Ils permettent de calculer une variable qui correspond à une densité d'énergie E (J/mm^3) fournie au lit de poudre selon l'équation 1.

$$E = \frac{P}{v \times h \times t} \qquad \textit{Équation 1}$$

Pour obtenir une pièce homogène, il est nécessaire de fournir une énergie suffisante, c'est-à-dire une quantité de chaleur suffisante sur un volume donné pour faire fondre la matière. Les paramètres, puissance du laser et vitesse de balayage, sont généralement ajustés de manière concomitante.

Le couple P - v permet de définir des bornes d'une fenêtre de processus (figure 7). Dans cette fenêtre, l'énergie du laser est absorbée par les particules de poudres supérieures du lit de poudre qui fondent et se consolident du fait de la tension de surface dans le bain liquide. C'est la chaleur dans ce bain liquide qui fait refondre le matériau solide sous-jacent et forme alors une liaison entre les couches [28].

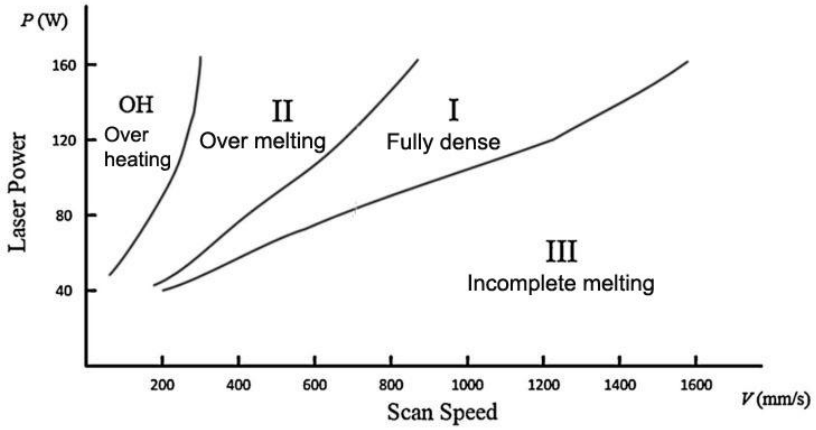


Figure 7 : Fenêtre de process pour du Ti-6Al-4V : I : énergie optimale, pièces denses ; II : fusion excessive, régime keyhole ;III : manque de fusion, effet balling ; OH : surchauffe, pièces déformées ; d'après Gong et al [29]

Lorsque la puissance augmente et que la vitesse diminue, l'énergie fournie au matériau devient trop importante et un régime de *keyhole* peut apparaître. Dans ce cas, la profondeur du bain de fusion devient importante et la matière chauffe à des températures supérieures à sa température de fusion. Il en résulte une vaporisation et la formation de gaz au fond du bain qui y créent une pression de recul. A cause de l'instabilité créée et du refroidissement rapide du bain de fusion, les gaz formés ne peuvent pas s'échapper et se retrouvent emprisonnés dans la matière. Du fait de la profondeur du pore, la fusion de la couche suivante ne permettra pas de faire fondre la matière qui l'entoure et de libérer le gaz [29]. La morphologie de bains de fusion en régime de *keyhole* est caractéristique avec une base relativement pointue et une tête plus large (figure 8 (a)). Les porosités qui y sont contenues présentent alors une forme relativement sphérique [30]. La pression dans le bain et l'effet Marangoni excessif causés par des densités d'énergies élevées peuvent également provoquer l'éjection de matière en dehors du bain de fusion [31], [32]. Les billes ainsi formées se redéposent alors sur la surface déjà solidifiée et peuvent gêner le dépôt de la couche suivante et initier la formation de porosités. Des niveaux d'énergie encore supérieurs provoquent une surchauffe de la matière qui peut aller jusqu'à sa déformation. Le dispositif de dépôt de poudre (*recoater*) peut alors se retrouver endommagé et l'étalement des couches suivantes en sera affecté [29].

Au contraire, lorsqu'une puissance trop faible ou une vitesse trop importante est utilisée, l'énergie apportée au lit de poudre n'est pas suffisante pour la faire fondre complètement. Les bains de fusion sont instables et peuvent former des lignes discontinues liées au manque de fusion. De plus, il peut arriver que la matière fondue ne s'étale pas suffisamment sur la matière sous-jacente pour s'y lier à cause d'une tension de surface trop élevé [33]. Au lieu de voir apparaître un cordon continu, celui-ci se rompt et se transforme en billes, on appelle cet effet le « *balling* » (figure 8 (b)).

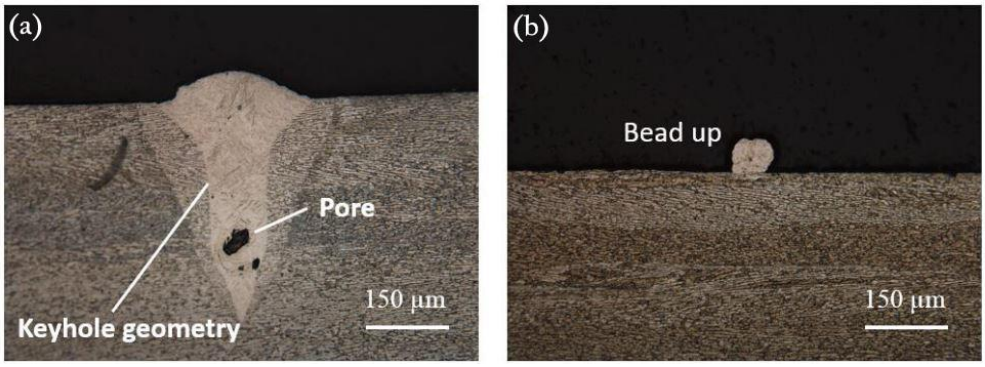


Figure 8 : Effets de keyhole (a) et de balling (b), d'après Gong et al. [30]

Il est donc important de rester dans la fenêtre des paramètres du procédé qui limitera ces effets indésirables.

1.2 L'apport de la métallurgie et des procédés additifs pour les dispositifs médicaux implantables

1.2.1 Généralités sur les implants et les prothèses

Lorsqu'un élément fonctionnel du corps humain est défectueux ou endommagé, il peut généralement être remplacé ou réparé par un dispositif médical implantable (DMI). Ce remplacement peut concerner les divers organes ou tissus du corps. Il existe de nombreux types de dispositifs médicaux implantables : ils permettent aussi bien de résoudre des problèmes cardiaques (valves cardiaques, stents), liés à des déficiences des organes (pancréas artificiel - développé par Defymed en collaboration avec le LEM3 [34]), dentaires (implants) ou encore articulaires et osseux (prothèses, vis, plaques, broches). Dans tous les cas, le but est de restaurer la ou les fonctions perdues.

Les matériaux utilisés sont aussi variés que les applications. Certains DMI sont faits de tissu corporel animal ; d'autres sont fait de métal, de céramique ou de polymère. Ils peuvent être posés de manière permanente, comme c'est le cas pour les prothèses de hanche, les stents ou les valves cardiaques, ou être placés en vue d'être retirés quand ils ne sont plus nécessaires, comme c'est le cas de certaines plaques, vis et broches.

Il existe des risques liés aux poses d'implants. Des complications peuvent apparaître pendant l'opération de mise en place ou de retrait mais aussi postérieurement à l'opération, de quelques jours à plusieurs années après. La figure 9 présente les principales causes de défaillance des implants. On

compte des causes liées au matériau (réactions allergiques ou inflammatoires), à l'usure de l'implant, à sa résistance ou encore à ses propriétés mécaniques [35].

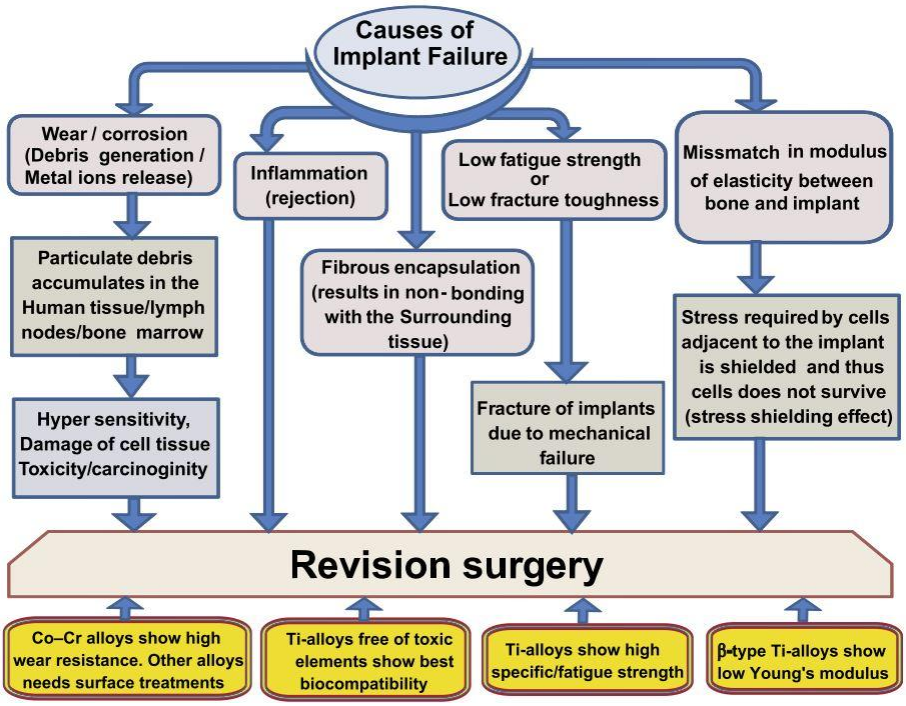


Figure 9 : Principales causes de défaillance d'implants [35]

1.2.2 Biocompatibilité mécanique et cellulaire

Pour limiter les risques liés à la pose d'un DMI, la question de la biocompatibilité intervient toujours dans l'habilitation de nouveaux dispositifs. La biocompatibilité peut être définie comme « la capacité d'un matériau à accomplir une tâche avec une réponse appropriée de l'hôte dans le cas d'une application spécifique » [36]. Bien que cette définition puisse paraître générale, il faut comprendre que la notion de biocompatibilité dépend du type d'implant et de son lieu d'implantation car différents tissus biologiques peuvent interagir différemment avec le dispositif. De ce fait, l'évaluation de la biocompatibilité est une tâche complexe. La norme ISO 10993 contient 20 parties qui décrivent les tests de biocompatibilité d'un dispositif médical avant essais cliniques. Dans le cas des prothèses articulaires et des implants auxquels nous nous intéresserons en particulier, il s'agira de limiter le relargage d'ions et la réponse inflammatoire des tissus, et de faciliter l'implantation à long terme dans le système musculo-squelettique [37]. On parle respectivement de biocompatibilité chimique et de biocompatibilité mécanique.

1.2.2.1 Biocompatibilité chimique

D'un point de vue biologique ou cellulaire, le dispositif implanté ne doit pas engendrer d'inflammation, d'infection ou d'allergie. Il doit avoir une bonne résistance à la corrosion et ne pas rejeter de substances toxiques dans l'organisme, le corps humain étant un milieu agressif et corrosif.

La caractérisation de la biocompatibilité consiste généralement à évaluer sa toxicité pour les cellules : en cytotoxicité directe ou indirecte, par des essais de cultures cellulaires ou d'adhésion cellulaire ; sa résistance à la corrosion par des mesures potentio-dynamiques ; et aussi son caractère cancérigène et allergène [38]–[43]. S.G Steinemann a établi une classification de la toxicité de plusieurs métaux et alliages utilisés en implantologie [41]. Il se base pour cela sur leur résistance à la corrosion et sur la réaction des tissus. Les matériaux sont alors regroupés dans 3 catégories : toxique, favorisant l'encapsulation et inerte. Les éléments Ti, Zr, Ta, Pt et Nb sont considérés parfaitement bio-inertes (figure 10).

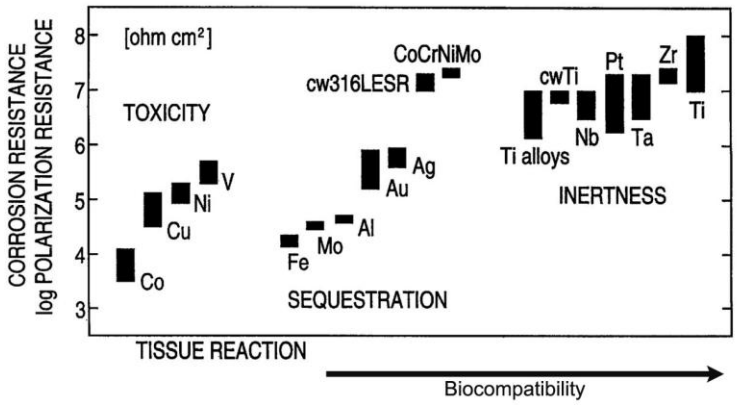


Figure 10 : Evaluation de la biocompatibilité des métaux par mesure de leur résistance à la corrosion [42]

La réaction de cellules, notamment pendant des tests de cytotoxicité ou de culture cellulaire, peut également être influencée par l'état de surface du matériau. La rugosité ou la présence d'un revêtement modifiant la chimie de surface peuvent améliorer ou détériorer la réponse des cellules [44]–[46].

1.2.2.2 Biocompatibilité mécanique

Les implants dentaires, les prothèses articulaires, les substituts osseux… ont pour objectif de remplacer une partie endommagée d'un os. L'os étant un tissu vivant et dynamique, il est en constant remodelage et en conséquence, il tend à s'adapter aux sollicitations, c'est-à-dire aux contraintes qu'il subit. Avant de s'intéresser à proprement dit aux problèmes de biocompatibilité mécanique, il faut comprendre les structures osseuses ainsi que les mécanismes de reconstruction osseuse. En effet, les os remplissent à la fois une fonction mécanique de résistance aux contraintes, de soutien du corps et de protection des organes, et une fonction métabolique qui leur permet de modifier leur forme.

1.2.2.2.1 Structure osseuse

Un os est constitué de deux principaux types de tissu : l'os cortical ou haversien compact, enveloppe extérieure dure de l'os, et l'os trabéculaire ou haversien alvéolaire d'apparence spongieuse, à l'intérieur de l'os. L'unité de base constituante de l'os cortical est l'ostéon aussi appelée système de Havers. C'est une succession compacte de lamelles osseuses concentriques, disposées longitudinalement à la manière de cylindres d'axes parallèles à celui de l'os. Cette structure contribue à la résistance de l'os en résistant à la flexion. Des cellules appelées ostéocytes sont distribuées dans des lacunes aux jonctions de chaque lamelle. Elles forment un réseau complexe qui contribue à maintenir la viabilité et l'intégrité structurale de l'os. Au centre des ostéons se trouvent des canaux de Havers. Ces canaux contiennent des vaisseaux sanguins et des nerfs qui facilitent les échanges entre les ostéocytes et le sang. L'os trabéculaire est présent à l'intérieur des os et contribue à leur résistance à la compression. Il a une structure spongieuse et alvéolaire, qui présente de petites cavités. Ainsi, il agit comme un amortisseur grâce à la moelle présente dans les alvéoles. Cette structure contient également des ostéocytes qui sont capables de détecter les changements de chargement et de contrainte. Il est alors capable de s'adapter en aménageant des espaces et en orientant les alvéoles pour mieux y résister.

1.2.2.2.2 Le remodelage osseux

L'os est un tissu qui est continuellement construit, détruit et reconstruit grâce au mécanisme du remodelage osseux. Les cellules osseuses intervenant dans ce processus peuvent être séparées en trois catégories principales : les ostéoformatrices qui correspondent aux ostéoblastes, les ostéocytes mécano-senseur, et les ostéoclastes qui entraînent la résorption osseuse. Le remodelage osseux est soumis à deux modes de régulation : une régulation hormonale et une régulation « mécanique ». La première vise à maintenir la concentration de calcium dans le sang et détermine le moment de démarrage du remodelage (l'attaque de l'os par les ostéoclastes libèrera les minéraux nécessaires). La seconde dépend des efforts mécaniques qui agissent sur le squelette. Elle détermine l'endroit de l'os auquel le remodelage sera effectué afin de s'adapter aux contraintes qu'il subit.

Des études ont déterminé les différentes étapes du remodelage osseux (figure 11) : activation, résorption, inversion, formation et latence [47]–[50].

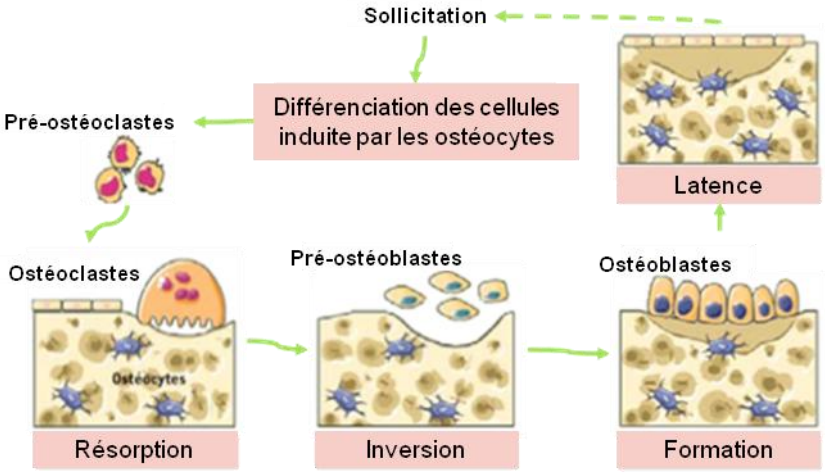


Figure 11 : Représentation schématique du remodelage osseux

Pendant la phase d'activation les cellules vont être activées grâce à des stimuli. Ces signaux vont permettre la différenciation de cellules du sang et de la moelle osseuse en cellules osseuses : ostéoclastes et ostéoblastes. Durant la phase de résorption, les ostéoclastes viennent adhérer à la surface de l'os pour créer un micro-environnement sous la cellule. Dans cette zone, les composants minéraux de l'os sont dissous puis, les enzymes libérées par l'ostéoclaste retirent le collagène restant pour compléter la résorption. Au cours de l'étape d'inversion, l'activité des cellules est inversée. Les ostéoblastes prennent la place des ostéoclastes pour lancer la reformation de tissu osseux. Pendant la phase de formation, les ostéoblastes sont « attirés » vers les surfaces résorbées. Ils les parcourent en y déposant principalement du collagène. Des minéraux cristallisent autour de ce collagène pour former de l'hydroxyapatite. Enfin, le tissu revient en phase de repos ou de latence. La structure est formée, les ostéoclastes ainsi que certains ostéoblastes subissent l'apoptose tandis que les autres ostéoblastes sont « piégés » dans la matrice osseuse et se transforment en ostéocytes. Le tissu reste alors « en veille » jusqu'au prochain remodelage qui pourra être déclenché par différents facteurs, par exemple mécaniques. En effet, les ostéocytes forment un système complexe dans l'os et sont capables de ressentir les changements de chargement et d'y répondre en lançant le processus de différenciation. Ils régulent alors l'activité des ostéoclastes et des ostéoblastes pour augmenter la densité osseuse d'un os dont le chargement aurait augmenté ou pour supprimer les tissus sous-chargés. Ce phénomène a été décrit par la loi de Wolff. Cette théorie stipule que l'os se remodèle en fonction du chargement extérieur qui lui est appliqué. L'architecture de l'os spongieux subira des changements adaptatifs de structure suivis par des modifications en épaisseur de l'os cortical. On comprend alors que lors de la pose d'une prothèse ou d'un implant, le chargement sur l'os se trouvera grandement modifié et ceci aura des conséquences sur les tissus osseux environnants.

1.2.2.2.3 Le *stress-shielding*

Le problème des prothèses est le comportement évolutif de l'os traité dans le temps. Du fait de la grande différence de module d'élasticité entre l'implant et l'os, il y a une discontinuité des contraintes entre les deux milieux. En effet, les mouvements du corps créent des charges qui s'appliquent sur les articulations et, en configuration physiologique, c'est-à-dire pour un os sain sans prothèse, celles-ci sont appliquées directement sur le fémur et les contraintes s'y répartissent d'une manière définie. La morphologie de l'os et des travées osseuses se construit en conséquence (figure 12).

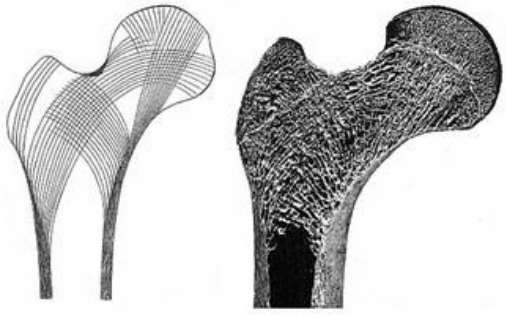


Figure 12 : Travées osseuses construites pour résister aux contraintes physiologiques

Lorsqu'un implant, de rigidité supérieure à celle de l'os, est inséré dans le canal médullaire, la charge est appliquée sur l'implant articulaire qui encaisse une grande partie des contraintes et transmet le reste à l'os. La répartition des contraintes dans l'os est ainsi modifiée et amoindrie, c'est le phénomène de *stress-shielding* (déviation des contraintes) [51]. Conformément à la loi de Wolff [52], l'os va tendre à s'adapter à cette nouvelle situation. Les contraintes jouant le rôle de stimulus pour le remodelage osseux, la réduction des contraintes relative à la situation naturelle va conduire l'os à s'adapter en réduisant sa masse, soit en devenant plus poreux soit en s'amincissant. En effet, la loi de Wolff établit le lien entre la différence de stimulus $S - S_{ref}$ et la dérivée de la masse spécifique de l'os en fonction du temps, S_{ref} correspondant à une configuration physiologique et S à la configuration modifiée au même endroit et pour un même chargement (équation 2). Cette règle de remodelage conduit à la classification de trois états. Ces états de remodelage peuvent être représentés graphiquement comme sur la figure 13.

$$\frac{d\rho}{dt} = f(S - S_{ref}) \qquad \textit{Équation 2}$$

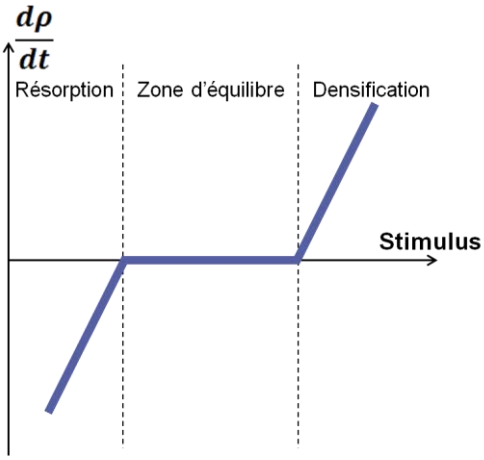


Figure 13 : Les trois états de remodelage osseux

La zone centrale horizontale correspond à une configuration physiologique de l'os. Les sollicitations sont « habituelles », le remodelage est en état de veille. Dans la zone de gauche, les tissus osseux sont sous-sollicités par rapport à la situation normale. L'os cherche à se résorber. Dans la partie de droite, la sollicitation sur l'os est forte, il y a donc formation de tissu osseux. Dans les deux cas, il y a *stress-shielding*. Ainsi, si $S - Sref < 0$, on observera une résorption osseuse et si $S - Sref > 0$, il y aura densification osseuse. Les changements de morphologie osseuse après pose d'une prothèse totale de hanche par exemple (figure 14) sont un effet du *stress-shielding* et du subséquent processus de remodelage osseux [53]. L'objectif étant que l'os reste globalement identique après pose de la prothèse, le stimulus souhaité peut être décrit par $S - S_{ref} = 0$.

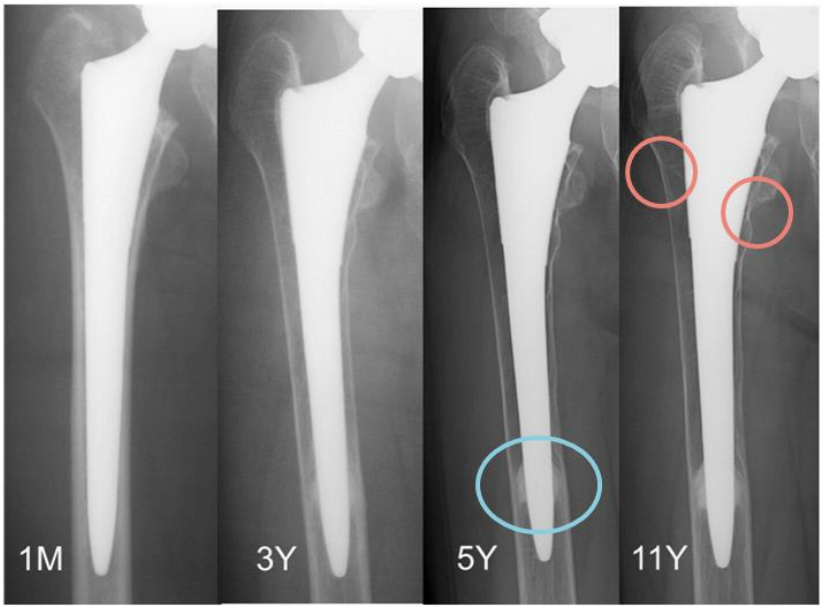


Figure 14 : Les effets du stress-shielding sur la résorption osseuse après pose d'une prothèse totale de hanche après 1 mois, 3 ans, 5 ans et 11 ans [53]. *Une densification peut être observée au niveau du bas de la tige fémorale (zone entourée en bleu), une résorption a lieu au niveau de la métaphyse fémorale (en rouge) et un affinement global de l'os cortical est visible.*

1.2.3 Les alliages de titane : vers une solution matériau

1.2.3.1 Deux générations d'alliages

Il a été montré que le *stress-shielding* était lié à la différence des propriétés mécaniques, notamment de module de Young, entre l'implant et l'os [54], [55]. Il apparaît donc qu'un bas module d'élasticité est particulièrement apprécié pour la fabrication d'implants et de prothèses car il permet de minimiser les discontinuités à l'interface os/implant et ainsi de réduire les risques de descellement d'implant. Or, les alliages les plus utilisés pour l'implantologie sont aujourd'hui des alliages à base de crome-cobalt, de titane ou de l'acier 316L. L'alliage de titane le plus largement utilisé est le Ti-6Al-4V. Cet alliage de titane ($\alpha+\beta$) est issu de développements matériaux dans le domaine de l'aéronautique. Il fait partie de la première génération de biomatériaux classifiés par Geetha et al. (tableau 1) [56]. Il présente d'excellentes caractéristiques en termes de résistance mécanique, de tenue en fatigue et de résistance à la corrosion mais son module de Young (110 GPa), bien qu'inférieur à celui de l'acier (200 GPa) reste très supérieur à celui de l'os (20 GPa) [56]–[59]. De plus, les éléments d'alliage posent question, les ions relargués par l'aluminium étant suspectés d'être à l'origine de pathologies neurologiques et le vanadium faisant partie des éléments évalués toxiques dans les travaux de Steinemann [41], [60]. A cause de ces limitations, la durée de service de ces implants est de 10 à 15 ans.

Tableau 1 : Propriétés mécaniques d'alliages de la première génération (1950-1990) d'alliages de titane biomédicaux [56]

Matériau	Norme	Module (GPa)	Résistance mécanique (MPa)
Titane commercialement pur (Ti CP grade 1-4)	ASTM 1341	100	240 – 255
Ti-6Al-4V ELI	ASTM F136	110	860 – 965
Ti-6Al-4V	ASTM F1472	112	895 – 930
Ti-6Al-7Nb	ASTM F1295	110	900 – 1050
Ti-5Al-2,5Fe		110	1020

Le développement d'alliages spécifiques pour le biomédical est assez récent (1990) et a mené à l'introduction des alliages de seconde génération (tableau 2)[56], [61]. Ils sont encore constitués d'une base titane associée à l'un ou plusieurs éléments d'addition tels que le niobium, le molybdène, le tantale ou le zirconium réputés bio-inertes et favorables à la croissance cellulaire [38], [62]–[65]. Un certain nombre de compositions a été étudié. On peut citer l'alliage de titane β quaternaire Ti-29Nb-13Ta-4,6Zr développé en 1998 [66] qui montre des propriétés de résistance et d'élongation équivalentes à celles des alliages de titane classiques tout en ayant un module de Young bien inférieur à celui du Ti-6Al-4V. Ces alliages quaternaires, que l'on nomme aussi « TNTZ », ont été largement étudiés en termes de propriétés mécaniques [67]–[73] : on leur attribue généralement un module entre

55 et 65 GPa ; et de biocompatibilité pour les cellules osseuses [63], [64], [74], [75] : il est favorable à la croissance des ostéoblastes et ne provoque pas de réaction inflammatoire.

Tableau 2 : Propriétés mécaniques d'alliages de la seconde génération (1990-...) d'alliages de titane biomédicaux [56]

Matériau	Norme	Module (GPa)	Résistance mécanique (MPa)
Ti-13Nb-13Zr	ASTM F1713	79-84	973-1037
Ti-12Mo-6Zr-2Fe (TMZF)	ASTM F1813	74-85	1060-1100
Ti-35Nb-7Zr-5Ta (TNZT)		55	596
Ti-29Nb-13Ta-4,6Zr		65	911
Ti-35Nb-5Ta-7Zr-0,4O (TNTZO)		66	1010
Ti-15Mo-5Zr-3Al		82	
Ti-Mo	ASTM F2066		

Des alliages de titane β binaires sont également issus des développements des matériaux pour le biomédical avec notamment l'introduction du Ti-Nb [76]–[82]. Elmay et al. [76] ont comparé trois alliages de titane binaire TN: Ti-Nb, ternaire TNZ: Ti-Nb-Zr et quaternaire TNZT: Ti-Nb-Zr-Ta. Ils ont montré que, dans un état de référence après traitement de mise en solution, les modules de Young des alliages binaires et quaternaires étaient relativement proches (60 GPa et 64 GPa respectivement) mais que celui de l'alliage ternaire était un peu plus élevé (67 GPa). En outre, ces deux alliages peuvent présenter, selon leur composition, un comportement à mémoire de forme ou superélastique c'est-à-dire respectivement une capacité à retrouver sa forme initiale par chauffage après une déformation non-élastique ou une capacité à se déformer de plusieurs pourcents de façon réversible. Ces alliages sont β-metastables : contrairement aux alliages austénitiques β qui présentent une grande stabilité thermomécanique, ils sont moins chargés en éléments bétagènes et une transformation martensitique peut être induite par la contrainte.

Nous nous concentrerons par la suite sur les alliages binaires Ti-Nb qui répondent au cahier des charges. Pour les alliages de Ti-Nb, la température de la transformation martensitique dépend de la teneur en niobium. Kim et al [77] ont étudié les effet de la proportion de niobium sur la température de transformation martensitique *Ms*. En combinant leurs résultats à ceux d'autres études ils ont pu tracer une courbe entre 20 % et 28 % atomique de niobium (figure 15) [78]. L'ajout de Nb fait diminuer la température Ms avec une pente de 40 K par %at.. Au-dessous de 25 %at. de Nb, la martensite est présente à température ambiante, ce résultat est confirmé par l'étude de la transformation martensitique dans le Ti-24Nb de Elmay et al. [83]. Au-dessus de cette valeur seule la phase beta est

retenue à température ambiante et la martensite peut être induite par contrainte ; enfin au dessus de 28 %at. de Nb, l'alliage est mécaniquement stable.

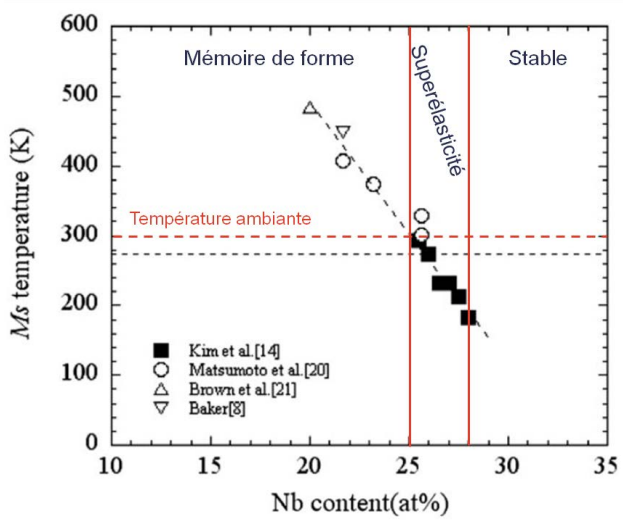


Figure 15 : Influence de la proportion de niobium sur la température Ms [78]

Des voies d'amélioration ont été envisagées pour ces alliages afin d'en améliorer les propriétés de résistance mécanique ou d'élasticité pour les applications visées. L'hyperdéformation permet de réduire la taille des grains et d'augmenter la résistance mécanique [84]–[86]. Des traitements thermomécaniques ont également été beaucoup étudiés dans le but de modifier la microstructure ou d'induire des phases α et ω qui ont un effet durcissant [87]–[89]. Il en ressort une difficulté pour trouver un bon équilibre entre résistance, bas module d'élasticité et effet superélastique ou mémoire de forme [90]. L'ajout d'éléments d'addition intersticiels comme l'oxygène a également un effet durcissant sur les propriétés mécaniques des alliages β. L'ajout d'oxygène fait diminuer la température Ms avec une pente de 160 K par %at. d'oxygène [91]. Il annihile la formation de phase α'' et stabilise ainsi la phase β [92]. Il permet d'augmenter la résistance du matériau. Cet élément interstitiel est néanmoins connu pour avoir un effet fragilisant, il faut donc limiter son ajout dans l'alliage.

Dans notre cas, nous travaillerons sur l'alliage Ti-26Nb(%at.) qui est austénitique à température ambiante.

1.2.3.2 Spécificités de la mise en œuvre des alliages de titane en SLM

Les alliages de titane, le Ti-6Al-4V en particulier, sont largement utilisés en fabrication additive et font l'objet de nombreuses études. Leurs propriétés mécaniques sont affectées par les caractéristiques microstructurales singulières induites par les procédés. Si l'on s'intéresse en particulier au procédé de fusion laser sur lit de poudre, celui-ci implique un apport de chaleur important très localisé avec des durées d'exposition généralement courtes qui affectent la microstructure. Dans le Ti-6Al-4V, la phase

martensitique α' est présente à cause des vitesses de refroidissement rapides. En effet, l'alliage Ti-6Al-4V, se transforme entièrement en phase β lorsqu'il est porté à une température supérieure à la température du transus β (998 °C environ). La quantité de phase β conservée à température ambiante dépend alors de la vitesse de refroidissement. Celle-ci étant rapide en SLM, seule la phase martensitique α' est conservée. Les grains α' aciculaires sont alors contenus dans des grains β antérieurs allongés dont les limites sont encore visibles (figure 16). Ces derniers ont grandi de manière épitaxique dans les couches successives, le gradient thermique principal étant vertical [93]. Par ailleurs, la texture cristallographique des grains α' semble aléatoire mais des reconstructions des cartographies d'orientation des grains β antérieurs montrent une croissance préférentielle avec la direction <100> parallèle à la direction de construction, orientation commune pour les alliages cubiques. A cause du nombre de variantes α' possibles liées à chaque grain β, cette texture n'est plus visible après refroidissement [93], [94].

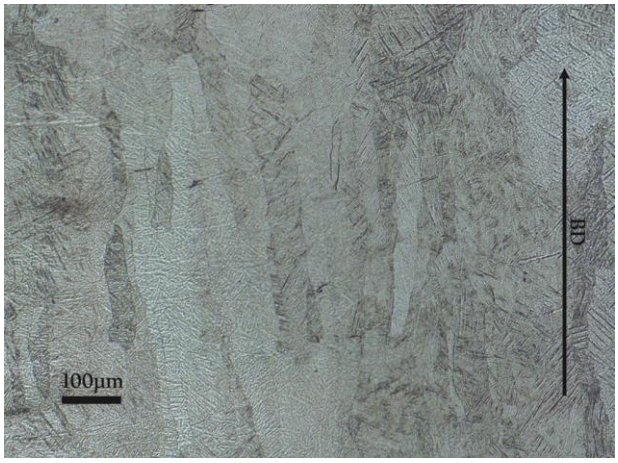


Figure 16 : Observation (en vue de face) de la microstructure d'un échantillon de Ti-6Al-4V obtenu en SLM

La direction de ces grains peut aussi être affectée par la stratégie de fabrication qui influe sur les gradients thermiques. Thijs et al. [95] ont étudié l'influence des paramètres et de la stratégie sur la microstructure du Ti-6Al-4V mis en forme par SLM en faisant varier, un par un, toutes choses par ailleurs identiques, la vitesse de balayage, la puissance du laser, la distance entre lignes balayées et la stratégie de balayage. Leurs observations montrent que la stratégie de balayage a une influence sur la morphologie des grains β. Une stratégie « zigzag » (figure 17 (a), (b)) donne un motif de grains β en chevrons en vue de dessus qui disparait avec l'utilisation de vecteurs unidirectionnels (figure 17 (d), (e)) alors que la stratégie « cross hatching » forme un damier (figure 17 (g), (h)). Sur les vues de face (figure 17 (e), (f), (i)) les grains β sont allongés avec des inclinaisons légèrement différentes.

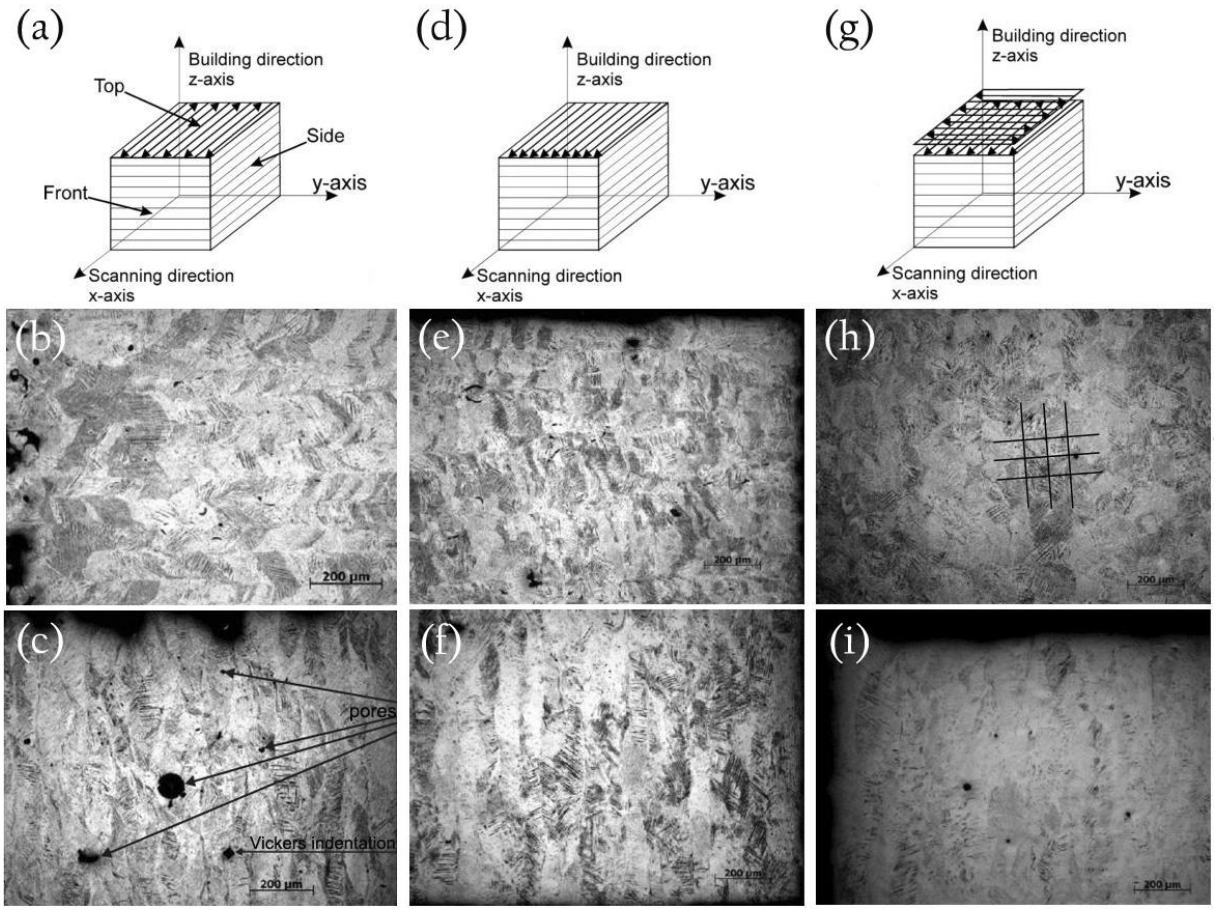


Figure 17 : Influence des stratégies de balayage sur les microstructures du Ti-6Al-4V SLM [95] *: les lignes (du haut vers le bas) représentent : les stratégies de fabrication, une vue du dessus, une vue de face*

De plus, certains auteurs ont construit des cartographies des processus de solidification qui permettent de prédire les tailles et morphologies de grains en fonction des vitesses de solidification et des gradients thermiques [96]. Ils suggèrent qu'il peut être possible de jouer sur les tailles et morphologies de grains en faisant varier les paramètres influant sur l'énergie apportée [97], [98]. Cette approche présente une limite dans la mesure où il sera toujours nécessaire de rester dans un certain intervalle de valeurs de puissance et vitesse de balayage pour obtenir une compacité satisfaisante. La solution classique des traitements thermiques reste la plus répandue pour modifier la microstructure et les propriétés mécaniques du matériau. En effet, le Ti-6Al-4V élaboré en SLM présente des propriétés légèrement différentes de celles obtenues sur l'alliage forgé ou coulé. Il présente en général un module d'élasticité proche voire légèrement inférieur, une résistance plus élevée et une ductilité réduite [94], [99], [100]. Les traitements thermiques permettent de transformer la microstructure α' en α+β et ainsi d'augmenter la ductilité et réduire la résistance. Les propriétés alors obtenues correspondent aux exigences des normes ASTM F1472 et ASTM F1108.

Les alliages de titane β et β-métastables comme le Ti-26Nb sont encore peu employés en fabrication additive. Une des raisons à cela est que ces compositions ne sont pas disponibles sur le marché des poudres. Il est nécessaire de les faire fabriquer sur mesure chez des fabricants de poudre en leur fournissant la matière première : l'alliage sous forme de lingots. Zhang et al. [101] ont étudié la mise en forme par SLM d'un alliage Ti-24Nb-4Zr-8Sn avec l'utilisation de différentes densités d'énergie. Ils ont montré que celle-ci avait une influence sur la présence de particules non fondues, sur la densité des échantillons fabriqués et sur leur dureté mais qu'une fois l'énergie optimale atteinte, il n'y avait pas de bénéfice à l'augmenter. A cette énergie les échantillons formés sont entièrement β, présentent un module de Young et une résistance mécanique proche de ceux de l'alliage obtenu par forgeage. Ils n'ont pas observé de transformation de phase à cause de la présence d'oxygène interstitiel qui stabilise la phase β et empêche la transformation. Par ailleurs, des articles présentent des résultats sur un alliage de Ti-45Nb(%m.) (Ti-30Nb(%at.)) mis en forme par procédé de fusion laser sur lit de poudre [102], [103]. Ils obtiennent également un alliage monophasé β et celui-ci présente une sous-structure cellulaire ultrafine. Elle est attribuée à une certaine instabilité du front de solidification qui devient cellulaire et non plane. Ils ont aussi montré que la résistance et la dureté de l'alliage augmentent avec l'utilisation de densités d'énergie élevées. Néanmoins, ils n'effectuent pas de comparaison avec l'alliage obtenu par coulée ou forgeage. Les études que l'on peut trouver sur les alliages β biomédicaux mis en forme par SLM sont peu nombreuses et moins complètes que celles disponibles pour le Ti-6Al-4V. L'utilisation du procédé SLM pour la mise en forme des matériaux est dépendante de la disponibilité des poudres.

1.2.4 Une réponse au problème d'indisponibilité des poudres : l'élaboration d'alliages *in situ*

Aujourd'hui, la plupart des matériaux, sous forme de poudre, sont encore rares et même indisponibles sur le marché. Pour les titanes, les poudres disponibles se limitent principalement au titane pur et au Ti-6Al-4V. Dans cette thèse, nous nous attacherons à développer et étudier une méthode pour fabriquer des pièces faites en un alliage de Ti-26Nb élaboré *in situ*, dans le procédé SLM, à partir d'un mélange de poudres élémentaires. Cette solution propose une nouvelle manière d'élaborer des alliages tout en étant libre et flexible sur les compositions choisies mais aussi en réduisant le cycle de production total grâce à la suppression de l'étape d'élaboration du lingot à atomiser, spécifique à chaque composition. Les tentatives de développement d'alliages *in situ* sont encore peu abondantes. Une des premières études est celle de Zhang et al. [104] sur du Ni-Ti préparé à partir de poudres sphériques de Ti et de Ni obtenues par atomisation. Les auteurs ont étudié les effets de la vitesse de balayage du laser sur la microstructure et la compacité de l'alliage élaboré. Ils ont obtenu des alliages homogènes avec les propriétés attendues pour des vitesses de balayage relativement lentes. Chlebus et al. [105] ont mis en œuvre cette méthode pour ajouter un faible pourcentage de rhénium (0,5 %at. ; 1

%at. et 1,5 %at.) à du titane afin d'en améliorer les propriétés de dureté, de résistance et de corrosion. Du fait de la haute température de fusion du Re (3 185 °C), c'est majoritairement grâce au titane liquide en fusion que va se dissoudre le rhénium et sa température du bain liquide va déterminer une limite de solubilité. Ils ont montré que les paramètres « habituels » utilisés pour le Ti étaient insuffisants pour dissoudre les particules de Re et ont obtenu des alliages denses en utilisant une densité d'énergie 4 fois supérieure (555 J/mm^3). Malgré tout, des particules infondues de rhénium demeurent. Ils suggèrent l'utilisation de densités d'énergies encore plus importantes et proposent le tamisage du Re à un diamètre réduit.

Un autre exemple est l'étude de Vrancken et al. [106] avec l'élaboration *in situ* d'un alliage de titane beta à partir de poudres de Ti-6Al-4V et de Mo. En utilisant des paramètres optimisés pour le Ti-6Al-4V, les particules de Mo ont fondu seulement partiellement permettant néanmoins de maintenir la phase β après refroidissement rapide. Ils observent une microstructure totalement différente de celle obtenue pour le Ti-6Al-4V : il n'y a pas de grains colonnaires β mais des grains β plus petits (figure 18 (a)). Dans ces grains est présente une sous-structure cellulaire de solidification qui est liée à un phénomène de déstabilisation du front de solidification qui mène à une transition d'une solidification plane à cellulaire (figure 18 (b)). Cette structure est comparable à celles observées par Schwab et al. et Dadbakhsh et al. sur l'analyse d'échantillons obtenus en SLM à partir de Ti-45Nb pré-allié [102], [103].

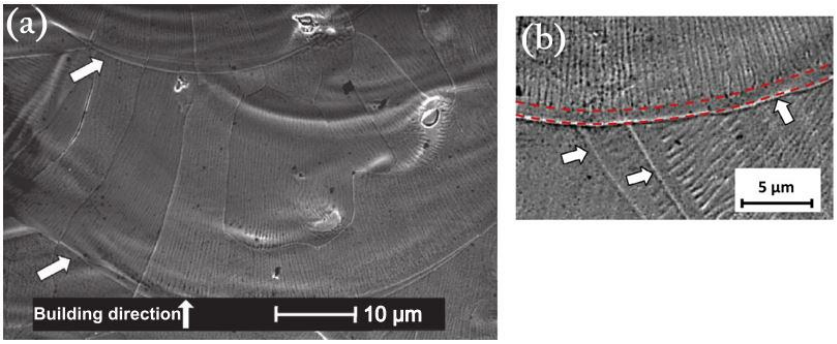


Figure 18 : Microstructure de l'alliage Ti-6Al-4V + 10% Mo élaboré in situ par Vrancken et al. [106]. *(a) illustre la morphologie des grains β et (b) met en avant les structures de solidification*

Par ailleurs, la microstructure de l'alliage ainsi élaboré présente une orientation <100> privilégiée dans la direction de construction. Cette direction est la direction de croissance privilégiée pour les alliages cubiques centrés : elle s'aligne avec le gradient de température maximal. De plus, les propriétés mécaniques obtenues combinent une résistance élevée et une ductilité améliorée par rapport au Ti-6Al-4V.

Une autre étude sur un alliage β a été réalisée par Sing et al [107] avec l'élaboration de Ti-50Ta(%m.) par SLM. Malgré la présence de particules de tantale non fondues dans l'alliage élaboré, celui-ci n'est constitué que de la phase β grâce à l'effet stabilisant du Ta. La microstructure obtenue est similaire à celle observée par Vrancken dans l'alliage β Ti-6Al-4V+10Mo mais aucune orientation cristallographique ne semble privilégiée ici. Finalement, les propriétés mécaniques montrent une augmentation de la résistance mécanique et une réduction du module de Young permettant conséquemment d'améliorer le ratio $\frac{\sigma}{E}$ qui rend l'alliage intéressant pour les applications biomédicales.

Enfin, une étude très récente de Wang et al. [108] s'est penchée sur l'élaboration d'alliages de Ti-Nb. Ils ne se sont pas intéressés de manière extensive à l'homogénéité de l'alliage mais plutôt à l'effet de la proportion de niobium sur les phases en présence, sur les propriétés microstructurales et mécaniques et sur la formation d'apatite *in vitro*. Globalement, cette étude soutient le concept de fabrication *in situ* en démontrant que la technologie SLM peut être utilisée pour fabriquer des implants en Ti-Nb avec des propriétés customisées par l'ajustement de la proportion de Nb.

L'ensemble de ces études montre qu'il est possible de réaliser des alliages en SLM à partir de poudres élémentaires avec une méthode d'élaboration *in situ*. Cette méthode présente un fort potentiel : en plus de pallier au manque de disponibilité des poudres, elle permet de jouer à l'infini sur les compositions et ainsi de personnaliser les propriétés des matériaux.

1.2.5 Apport des structures architecturées

Pour réduire le module d'élasticité des dispositifs médicaux implantables, la recherche a d'abord été concentrée sur la recherche de compositions et de traitements thermomécaniques. Toutefois, il existe un second levier sur lequel il est possible d'agir : la porosité [109]. L'attrait pour les structures poreuses ou architecturées s'est renforcé ces dernières années avec l'essor des procédés de fabrication additifs. Ces derniers permettent de concevoir et fabriquer des structures, généralement constituées d'une maille élémentaire ou de cellules unitaires répétées périodiquement, à taux de porosité contrôlés précisément et de tailles et formes de pores maîtrisés. Les propriétés de cette cellule élémentaire détermineront les propriétés du treillis complet.

Une structure treillis idéale doit restaurer les fonctions de l'os et favoriser la guérison des tissus osseux. Elle doit pour cela être biocompatible et présenter des surfaces adaptées à la croissance et la prolifération cellulaire pour permettre le développement des cellules osseuses dans les porosités [110]. L'article *review* de Karageorgiou et Kaplan [111] suggère que des tailles de pores supérieurs à 300 µm sont recommandés pour supporter la vascularisation et l'ostéogénèse. Taniguchi et al. [112] ont étudié

in vivo l'effet de la taille des pores sur la colonisation osseuse dans des implants poreux en titane. Des implants cylindriques de porosité constante de 65 % et avec des tailles de pores de 300, 600, et 900 µm ont été posé dans des fémurs de lapin. Ils ont montré que la structure aux pores de 600 µm favorisait une croissance osseuse plus rapide, un meilleur ancrage et était donc la plus adaptée pour la fabrication d'implants orthopédiques.

La fabrication de structures offre la possibilité de créer un matériau au module d'élasticité très bas afin d'imiter les propriétés de l'os et limiter le *stress-shielding* tout en améliorant l'ancrage mécanique de l'implant dans l'os. Il faut toutefois prendre l'ensemble des éléments en compte lors de la conception des structures, car si la porosité améliore les processus biologiques et réduit le module d'élasticité, elle réduit également la résistance du matériau [109], [113]. En effet, l'augmentation du taux de porosité réduit la surface qui supporte la charge et mène à une diminution logique des propriétés mécaniques.

Wauthle et al. [114] ont analysé les propriétés mécaniques statiques et dynamiques de structures poreuses de type dodécaèdre en titane pur (figure 19). Cette étude fait écho à deux études du même groupe de recherche présentant une approche similaire avec des structures en Ti-6Al-4V ELI (grade23 : Extra Low Interstitials) et en tantale [115], [116]. Les structures peuvent être définies par la taille des poutres et la taille de pore qui les composent.

Figure 19 : Cellule élémentaire dodécaèdre [116]

Ils ont étudié 4 combinaisons et donc 4 taux de porosité différents. La figure 20 présente leurs résultats et montre la présence de cet effet de réduction du module et des contraintes de compression avec la porosité. Les mêmes constatations sont faites sur la tenue en fatigue du matériau (figure 21).

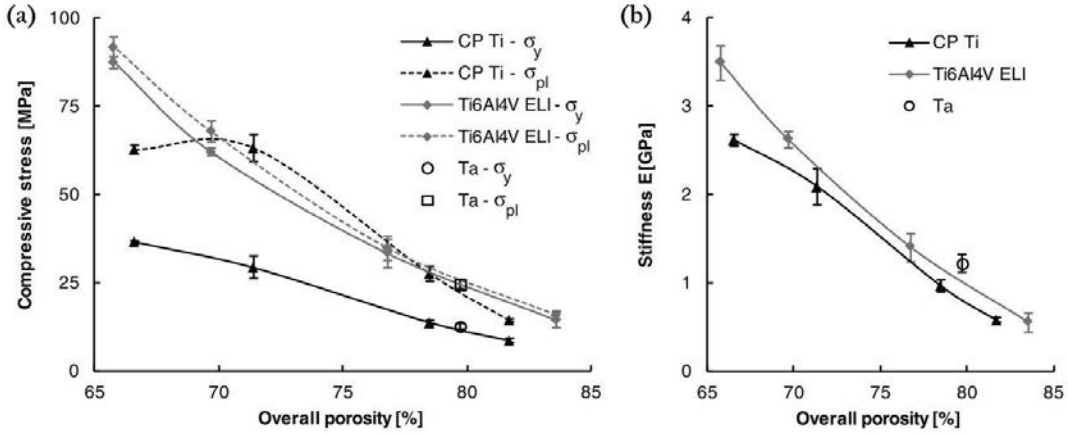


Figure 20 : Evolution en fonction de la porosité des contraintes de compression(σ_y : limite élastique et σ_{pl} : contrainte au plateau, soit la moyenne des contraintes à 20 % et 40 % de déformation) (a) et du module de Young (b) [114]

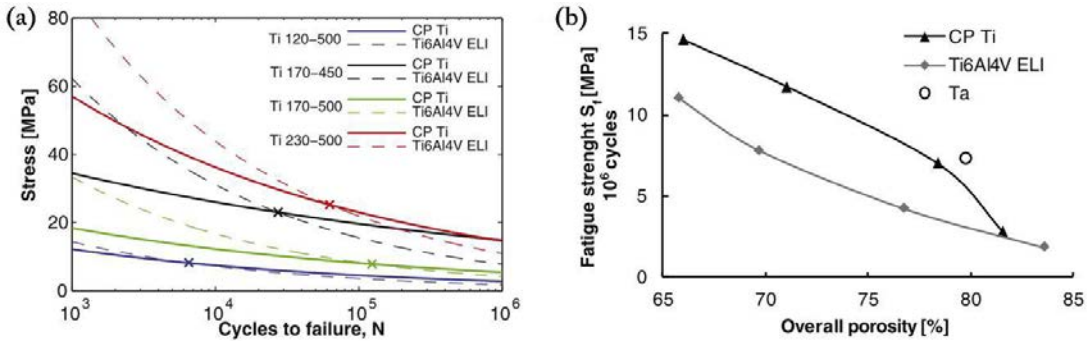


Figure 21 : Propriétés mécaniques dynamiques des structures dodécaèdre : lois puissance pour les 4 structures Ti et Ti-6Al-4V ELI (Taille de poutre-taille de pore) (a), résistance en fatigue à 10^6 cycles en fonction de la porosité (b)

Néanmoins, le taux de porosité n'est pas à prendre en compte seule [113]. L'architecture, la morphologie des porosités est également à prendre en compte car à matériau et taux de porosité égal, la géométrie de la cellule élémentaire peut influer sur les propriétés mécaniques de la structure. On peut citer les travaux de Ahmadi et al. [117] qui ont étudié 6 types de structures : cubique (C), diamant (D), cube tronqué (TC), cuboctaèdre tronqué (TCO), dodécaèdre rhombique (RD) et cuboctaèdre rhombique (RCO). Leurs résultats (figure 22) montrent une différence entre les propriétés des différentes cellules. La structure « cube tronqué » est la plus résistante mais présente aussi le plus haut module de Young relatif, alors que la structure « diamant » présente la résistance la plus faible et le module de Young relatif le plus bas.

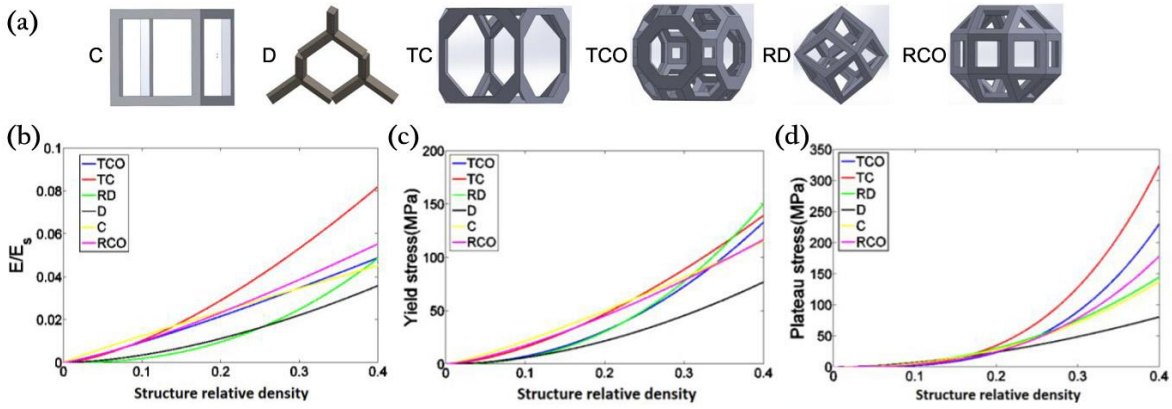


Figure 22 : Structures étudiées par Ahmadi et al. [117] *(a) et l'évolution en fonction de la densité relative du module d'élasticité relatif (b), de la limite d'élasticité (c) et de la contrainte au plateau (moyenne des contraintes à 20 % et 40 % de déformation) (d)*

Il est à noter qu'il existe de nombreuses méthodes pour concevoir des structures et les possibilités sont pratiquement infinies. Wang et al. [110] ont classifiés les différentes méthodes en 4 grandes catégories : le recours à un logiciel de CAO est la méthode la plus classique, le design basé sur des images de tomographie ou d'imagerie à résonnance magnétique (IRM) permet de se placer au plus prêt d'une géométrie biologique, la modélisation de surfaces implicites utilise les mathématiques pour

créer des formes, et l'optimisation topologique place la matière de manière à répondre aux contraintes appliquées au système (figure 23). Nonobstant, il faudra toujours prendre en compte les contraintes de fabrication lorsque l'on conçoit une structure [118].

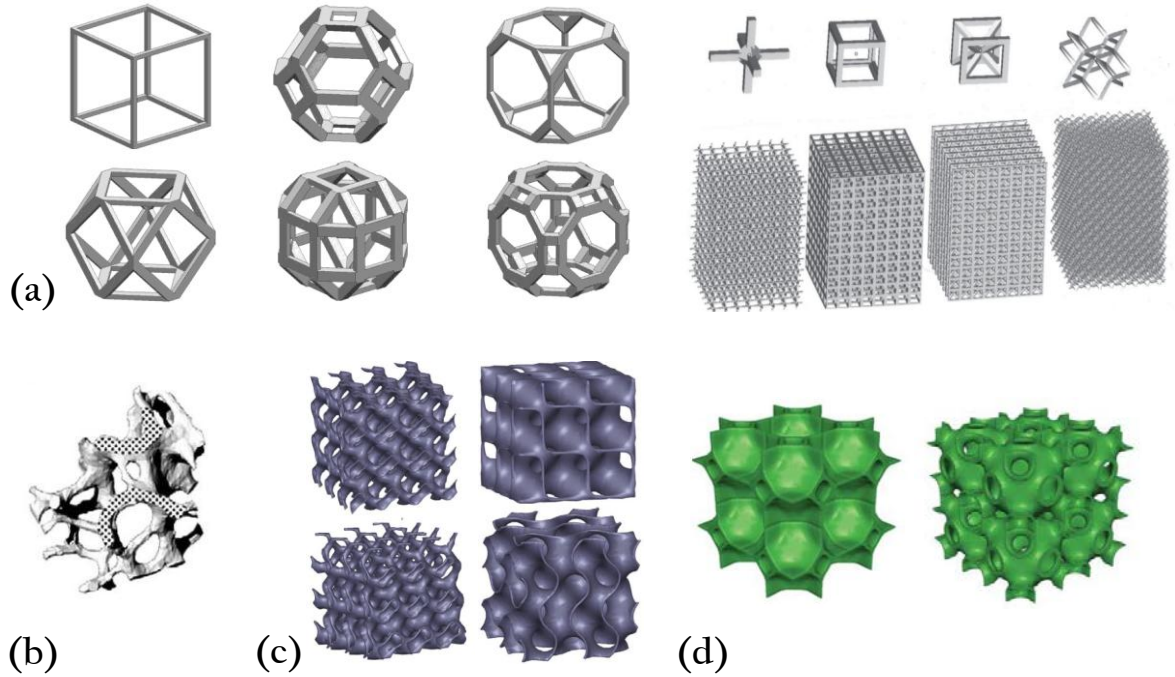


Figure 23 : Design par la CAO [119], [120] *(a), basé sur l'imagerie* [121] *(b), par surfaces mathématiques* [122]*(c),par optimisation topologique* [123]*(d)*

La variété de motifs élémentaires possibles permet de concevoir une structure adaptée qui présente un bon compromis entre module de Young, taille de pores et résistance mécanique. Néanmoins, certains auteurs ont étudié une autre piste en fabriquant des systèmes mixtes composés d'une partie poreuse entourant un cœur plein ou entourée d'une enveloppe pleine [124], [125]. Ils se sont basés sur le constat que l'os avait lui-même un gradient de porosité : les os longs sont composés d'une coque dense (os cortical) et d'un cœur poreux (os trabéculaire), engendrant une évolution de la résistance mécanique de l'intérieur vers l'extérieur de l'os. Avec un cœur poreux (79,2 % de porosité) et une enveloppe de 1 mm en Ti-6Al-4V, Fousová et al [124] ont obtenu un module de Young de 47,6 GPa ± 11,2 GPa et des résistances mécaniques en traction et en compression de respectivement 432 MPa ± 11 MPa et 579 MPa ± 1 MPa. On peut tout à fait imaginer qu'en optimisant la géométrie des cellules on puisse adapter les propriétés de la matière à l'application particulière envisagée.

1.3 La simulation numérique : un outil pour l'évaluation de la biocompatibilité mécanique

L'évaluation des performances des dispositifs médicaux est un élément important de leur phase de développement. Elle permet d'une part d'analyser leur viabilité et leur capacité à remplir leurs fonctions et d'autre part d'observer l'incidence de changements de design ou de matériau. Il est rare que ces performances puissent être évaluées *in vivo*. On a alors recours à la simulation numérique qui permet d'accéder à ces informations. En effet, les modèles numériques sont très largement utilisés pour prédire le comportement mécanique de dispositifs implantables. Plusieurs paramètres doivent être considérés avec soin comme les géométries, les maillages, les chargements et conditions aux limites, les interactions entre les différentes « pièces » du modèle, les propriétés des matériaux... Ces éléments font partie des sources d'erreurs potentielles décrites par Morris [126] et dont il faut se préoccuper.

De nombreuses études portent sur l'analyse du *stress-shielding* dans des applications de prothèses de hanche [54], [59], [127]–[132] ou d'implantologie dentaire [133]–[135]. Dans ces deux cas, la réduction du *stress-shielding* est un élément décisif pour le succès de l'opération, car ce sont des dispositifs chargés et sollicités mécaniquement. Les études portent sur le design de l'implant [128]–[131] ou sur le remplacement d'un matériau classique par un matériau à bas module d'élasticité [54], [59], [127], [132] afin d'en observer le gain sur le phénomène de *stress-shielding*. Peu étudient l'utilisation d'implants architecturés [136], [137].

Une question qui se pose est le choix des conditions aux limites et des géométries étudiées. Certains travaux choisissent d'utiliser des structures osseuses issues de bibliothèques [128] et d'autres construisent des modèles basés sur des géométries réelles issues de l'imagerie médicale [59], [127], [138]. De plus, pour modéliser le comportement osseux, plusieurs possibilités existent. Un modèle simplifié reviendrait à considérer l'os comme étant un milieu homogène et isotrope [132], [137], une seconde méthode reviendrait à considérer l'os comme un milieu homogène mais orthotrope ou anisotrope [131], [139]. Une troisième méthode consisterait à appliquer des propriétés mécaniques différentes aux différentes régions de l'os en fonction de leur densité, liée au niveau de gris relevé sur les images médicales de scanner [138]. En complément de cette méthode qui donne les propriétés de l'os à un instant donné, il est possible d'appliquer une loi simulant le remodelage osseux qui va, en fonction des contraintes c'est-à-dire des sollicitations osseuses, modifier la densité osseuse [54], [127], [140], [141]. Cette méthode permet d'analyser les effets dans le temps des différentes prothèses et implants. L'utilisation de telles lois est complexe et requiert des hypothèses quant aux facteurs qui

entrent en jeu dans le remodelage en plus du facteur le plus commun de densité d'énergie de déformation [127].

Dans le chapitre 5, nous étudierons l'influence sur le *stress-shielding* du changement de matériau et de l'intégration de structures architecturées dans un DMI. Nous nous intéresserons donc au transfert de charge entre l'implant et l'os pour différents implants. Nous travaillerons avec une géométrie et des propriétés mécaniques osseuses issues de données de l'imagerie médicale. Nous resterons dans une analyse statique qui ne pas prend pas en compte le remodelage.

Pour modéliser des structures architecturées, deux stratégies sont possibles : la modélisation en champs complets et la modélisation en champs moyens. En champs complets, les géométries exactes de la structure sont représentées, c'est-à-dire la cellule de base mais aussi l'ensemble de ses répétitions qui forment l'objet final. Ce type de modélisation permet une analyse fine et à plusieurs échelles du comportement mécanique. Son utilisation présente la possibilité de déterminer ce qui se passe exactement dans les poutres de l'architecture intégrée dans la prothèse. Cependant, ce genre de modèle nécessite des temps et des moyens de calculs considérables. En champs moyens, les propriétés du milieu homogène équivalent (MHE) sont recueillies à partir de l'analyse d'un volume représentatif élémentaire (VER) et c'est le comportement moyen de ce volume qui est appliqué à l'objet analysé [142]. Ce type de stratégie permet une analyse macroscopique du comportement avec un temps de calcul réduit. Dans ce travail, nous utilisons les deux approches. Dans le chapitre 4, nous cherchons à optimiser les paramètres géométriques d'une structure dans le but d'obtenir des propriétés mécaniques spécifiques ; une approche en champs complets est employée. Nous y faisons le lien entre une structure de ce type et son milieu homogène équivalent. Dans le chapitre 5, où nous nous intéressons à l'emploi de structures dans un dispositif médical implantable, l'approche en champs moyens est employée.

1.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons réalisé un état de l'art sur les procédés de fabrication additive avec un zoom sur la fusion laser sur lit de poudres et nous avons abordé les contraintes de biocompatibilité biologiques et mécaniques auxquelles devait répondre un dispositif médical implantable. Les matériaux répondant au mieux à ces contraintes ont été introduits et nous avons choisi de travailler avec un alliage de Ti-26Nb(%at.). Cet alliage β-métastable possède des propriétés particulièrement intéressantes pour les applications biomédicales du fait de sa composition constituée de deux éléments inertes pour le corps humain et du fait de son module d'élasticité bas qui aura un impact positif sur le

stress-shielding. De surcroît, une solution pour réduire davantage son module d'élasticité a été introduite avec l'utilisation de structures architecturées. Alors qu'auparavant les structures poreuses se présentaient uniquement sous forme de mousse dont la taille et forme des pores n'étaient pas contrôlées ; il est aujourd'hui possible, grâce à l'essor de la fabrication additive de construire des structures pensées et maîtrisées qui permettent d'atteindre des propriétés précises. Toutefois, il a été évoqué que la diversité des alliages disponibles sous forme de poudre était encore limitée. Nous proposons alors une solution afin d'élaborer l'alliage et la pièce de manière concomitante. A partir de poudres élémentaires mélangées, l'alliage est fabriqué *in situ* dans le procédé de fusion laser sur lit de poudre. Cette solution présente un fort potentiel car elle rend possible les ajustements de compositions. Enfin, pour valider le changement de matériau et, a fortiori, l'utilisation des structures architecturées dans le dispositif médical, les simulations numériques sont un outil fort qui permet d'évaluer l'intensité du *stress-shielding* et donc la biocompatibilité mécanique des solutions proposées.

Chapitre 2 : Techniques expérimentales

2.1 Elaboration et fabrication

L'alliage étudié au cours de ces travaux de thèse, le Ti-26Nb, n'est à l'heure actuelle pas disponible chez les fabricants de poudres, il requiert une réalisation sur mesure. L'élaboration d'une poudre pré-alliée avec élaboration de l'alliage en four à creuset froid et tréfilage au LEM3 suivi d'une atomisation arc-fil au LERMPS est tout d'abord envisagée, puis l'utilisation d'un mélange de poudres élémentaires mélangées est étudiée. Cette solution présente l'avantage d'autoriser les ajustements de composition. Dans ce cas, deux types de poudres sont utilisés : particules sphériques et particules irrégulières. Ce chapitre décrit l'ensemble des démarches expérimentales : de la poudre à la fabrication SLM, puis les méthodes de caractérisation.

2.1.1 Poudre pré-alliée

2.1.1.1 Fusion en creuset froid

L'alliage Ti-26Nb est élaboré à partir de métaux pur de titane et de niobium dont les températures de fusion respectives sont de 1668 °C et 2469 °C. La fusion est réalisée par la méthode de fusion par induction en semi-lévitation magnétique en creuset froid. Cette technique de fusion combine l'action de champs électriques, l'induction, le transfert de chaleur et la lévitation magnétique. Elle permet de fondre des matériaux à très haut point de fusion tout en limitant la contamination du fait des contacts limités entre la matière en fusion et le creuset. Aussi, le contrôle de l'atmosphère empêche l'oxydation de l'alliage. Les figure 24 et figure 25 présentent le four à creuset froid du LEM3.

Figure 24 : Four à semi-lévitation magnétique en creuset froid du LEM3

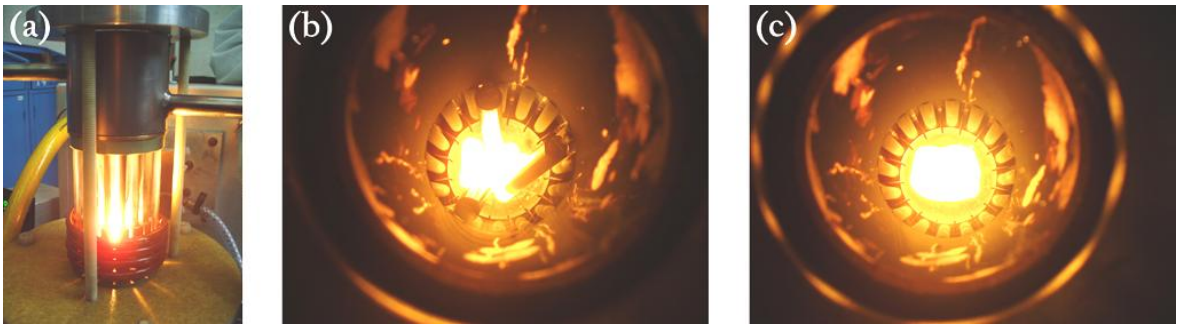


Figure 25 : Charge en fusion dans le four (a), vue de l'intérieur du creuset en début de fusion (b) et en cours de fusion (c)

Le creuset est composé de secteurs en cuivre placés en cercle ; il est refroidi par circulation d'eau. L'inducteur est enroulé autour du creuset froid. En envoyant un courant à travers de l'inducteur, un fort courant est induit dans les secteurs de cuivre. Ceux-ci induisent à leur tour un courant qui provoque un échauffement de la charge par effet Joule jusqu'à sa fusion. L'interaction du champ magnétique et des courants électriques émanant de l'inducteur et des sections de cuivre, créée des forces électromagnétiques, appelées forces de Laplace. Elles exercent une poussée vers le haut sur la charge, assurant le brassage du liquide qui favorise l'homogénéisation de la composition de l'alliage élaboré et limitant le contact entre la charge en fusion et le creuset.

En pratique, les métaux élémentaires sont pesés et nettoyés avant d'être introduits dans le creuset. Le titane et le niobium étant particulièrement réactifs à l'oxygène, la fusion s'effectue sous atmosphère d'argon. Après introduction de la charge, 4 à 5 balayages à l'argon sont effectués entre lesquels un vide primaire est réalisé. Afin d'assurer une bonne homogénéité de l'alliage, 4 fusions successives de la charge sont opérées avant de couler la matière dans la lingotière. Des volumes de 30 cc peuvent être

élaborés à chaque fusion. Les lingots ainsi obtenus sont dans un premier temps étêtés par tronçonnage puis écroutés par fraisage (figure 26 (a), (b) et (c)). Ils subissent ensuite un traitement thermique d'homogénéisation au cours duquel la température de l'alliage est portée au-dessus du transus beta avant de subir une trempe à l'eau. Il est effectué à 1000 °C pendant 8 h sous argon pur. Ce traitement permet d'améliorer l'homogénéité de l'alliage et de conserver la phase beta à température ambiante. L'alliage est alors dans un état de référence que l'on nommera ST pour *solution treated* (figure 26 (d)).

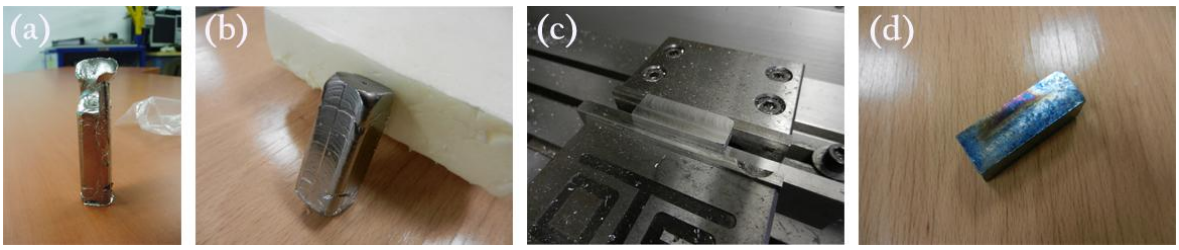


Figure 26 : Traitement du lingot: ligot brut (a), étêté (b), écroûté (c), lingot après traitement thermique (d)

2.1.1.2 Mise en forme par tréfilage

Les opérations de laminage et tréfilage permettent de transformer le lingot en fil de diamètre de 1,6 mm adapté au procédé d'atomisation arc-fil. Après le traitement thermique d'homogénéisation, le lingot est laminé dans un laminoir à rouleaux en procédant à une rotation de 90° à chaque passe pour maintenir la section carrée avant de passer dans un laminoir à gorges pour atteindre une section d'environ 2 x 2 mm^2. Le fil obtenu présente alors une section carrée. Il est martelé pour obtenir une section circulaire avant de passer dans une succession de filières pour tréfilage jusqu'au diamètre voulu (figure 27).

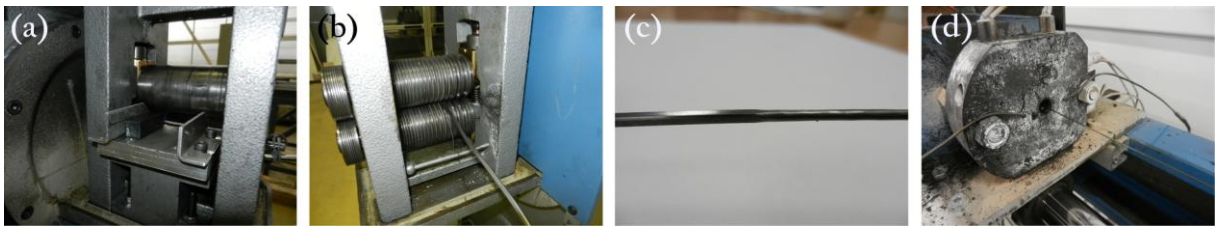


Figure 27 : Laminage en laminoir à rouleaux (a), à gorges (b), martelage (c) et tréfilage (d)

2.1.1.3 Atomisation, procédé arc-fil

L'atomisation est la pulvérisation en petites gouttelettes de matière en fusion grâce à un flux de gaz sous haute pression. Dans la tour d'atomisation, les gouttelettes se solidifient et donnent des particules de poudre. En pratique, une charge métallique est amenée en fusion dans un creuset et l'autoclave est mis sous pression. Une fois que la température de surchauffe de l'alliage est atteinte, une dépression

est produite au niveau de la buse de coulée : le métal s'écoule alors sous l'action de la gravité et de cette dépression jusqu'à atteindre le nez de la buse de coulée. Sous l'effet des forces d'un jet de gaz d'argon, le métal se pulvérise et se transforme en fines gouttelettes qui refroidissent et se solidifient au cours de leur descente dans la colonne d'atomisation pour former des particules sphériques de poudre.

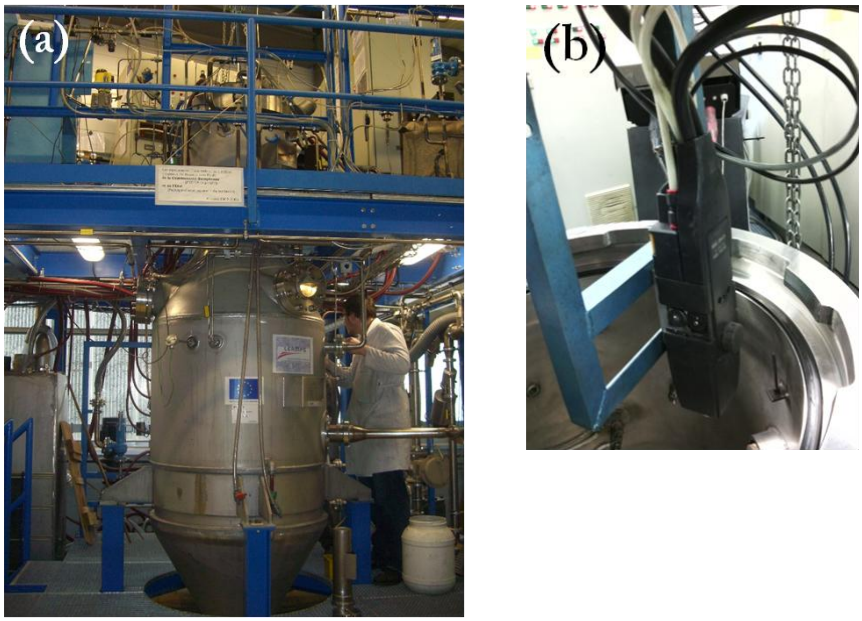


Figure 28 : La tour d'atomisation du LERMPS (a) et le pistolet arc-fil installé en haut de la tour (b)

Dans notre cas, des tentatives d'atomisation classique ont été effectuées sur le Ti-26Nb en utilisant un creuset froid dans la tour d'atomisation du LERMPS (figure 28) mais ont échoué. En effet, la puissance du générateur utilisé était trop faible et le design de la buse d'atomisation non adapté à l'alliage. Du fait de la haute température de fusion des alliages de Ti-Nb, le métal liquide, en coulant dans la buse a refroidi trop rapidement et a bouché la buse d'atomisation au lieu d'être transformé en poudre.

La méthode d'atomisation arc-fil est employée comme alternative au procédé d'atomisation classique. C'est le fil obtenu par tréfilage qui est transformé en poudre. Avec cette méthode, deux fils sont amenés de manière continue par des galets d'entraînement dans un pistolet de pulvérisation arc-fil où l'interaction entre les fils a lieu. Un courant électrique de 30 V est appliqué à chacun des deux fils, créant un arc au niveau de l'espace entre les extrémités des fils. L'arc chauffe le métal et produit une fine couche de matière en fusion. Une buse localisée au niveau de l'extrémité des fils projette un flux de gaz à haute vitesse en direction de la matière fondue pour arracher la couche fondue de leur l'extrémité et générer l'atomisation des particules (figure 29). Elles se solidifient dans la tour d'atomisation et forment la poudre. La poudre obtenue est généralement sphérique, comme pour l'atomisation classique.

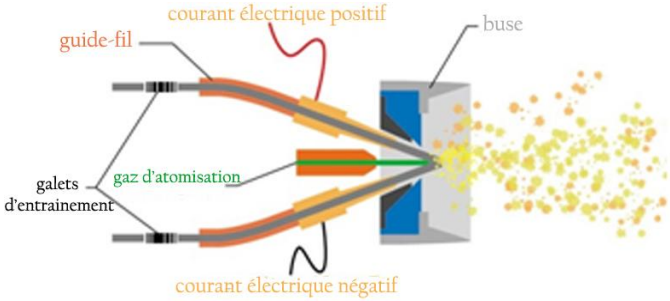


Figure 29 : Principe de l'atomisation arc-fil

Une petite quantité de poudre de Ti-26Nb est obtenue au LERMPS avec ce procédé après élaboration, laminage et tréfilage de l'alliage au LEM3. Elle permet de produire quelques échantillons par fusion laser sur lit de poudre qui sont destinés à une comparaison des propriétés mécanique avec les alliages obtenus par élaboration *in situ*. Les poudres élémentaires ont quant à elles été achetées chez des fournisseurs de poudres et sont issues de broyage ou d'atomisation classique.

2.1.1.4 Caractérisation de la poudre pré-alliée

La figure 30 montre une observation au microscope électronique à balayage de la poudre élaborée par procédé arc-fil ; la figure 31 en montre la distribution granulométrique. Celle-ci présente des particules sphériques et sans satellites avec un diamètre moyen de particules de 65 µm.

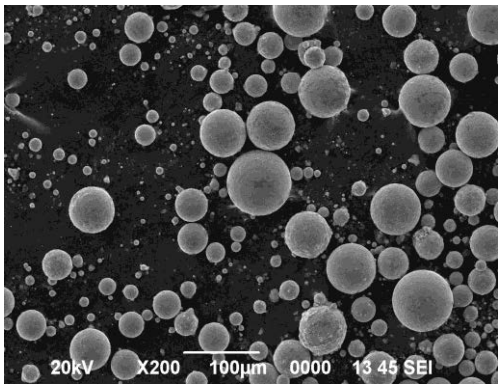


Figure 30 : Observation MEB de la poudre de Ti-26Nb obtenue par procédé arc-fil

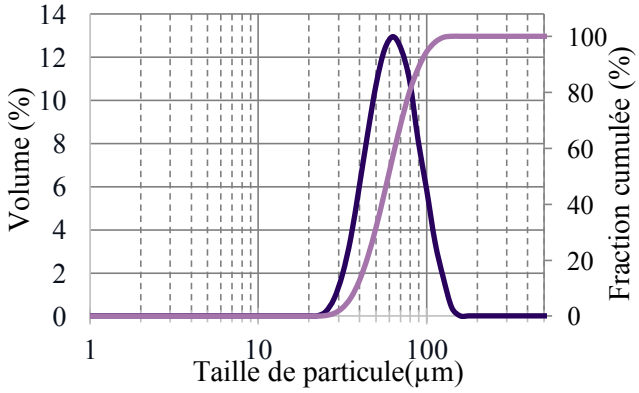


Figure 31 : Distribution granulométrique de la poudre de Ti-26Nb obtenue par procédé arc-fil

2.1.2 Poudres mélangées

2.1.2.1 Manipulation des poudres

Il existe des risques liés à la manipulation de poudres et en particulier de poudres de titane ou de niobium. En effet, ces deux éléments sont particulièrement sensibles à l'oxygène contenu dans l'air. Il en résulte des risques de feu ou d'explosion principalement liés à la réaction exothermique d'oxydation.

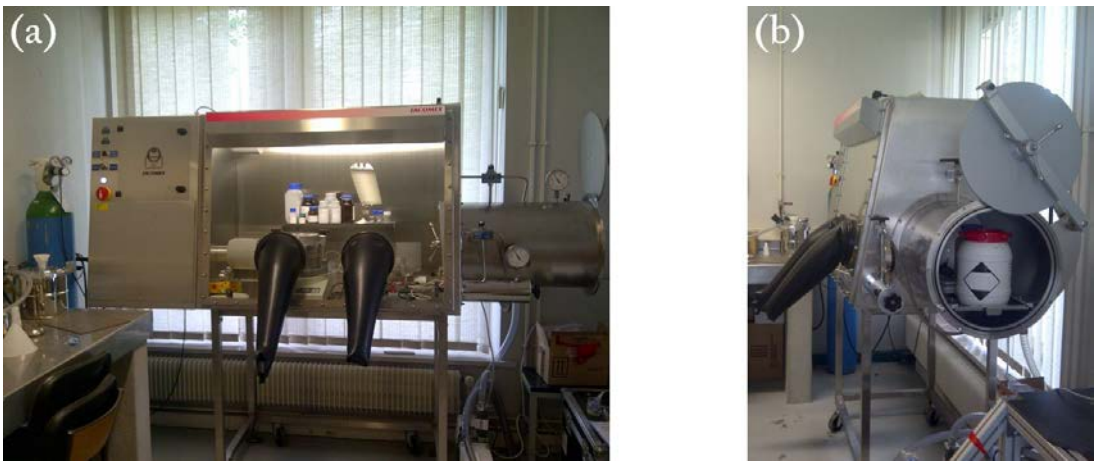


Figure 32 : Boîte à gants, vue d'ensemble (a), sas d'insertion des produits (b)

La boîte à gants (figure 32) est une enceinte maintenue sous atmosphère de gaz inerte et qui permet de manipuler des produits sensibles à l'air : à l'oxygène et à l'humidité. Elle a été utilisée pour effectuer les pesées et le pré-conditionnement des poudres de Ti et de Nb à mélanger. La boîte à gants fonctionne en circuit fermé de gaz inerte d'argon avec une légère surpression. Le gaz est purifié en continu et les concentrations en O_2 et en H_2O sont analysées en permanence pour être maintenues respectivement sous 1,5 ppm et 1 ppm.

2.1.2.2 Mélange des poudres

Le Turbula® est un mélangeur tridimensionnel dont le fonctionnement repose sur l'application combinée des trois mouvements de translation, rotation et d'inversion selon la théorie géométrique de Paul Schatz. Il en résulte des mouvements opposés et rythmiques sur les substances à mélanger, proches d'un mouvement chaotique. Celui-ci permet d'obtenir des mélanges satisfaisants en un temps réduit.

Le panier mélangeur, dans lequel le pot d'une capacité maximale de 2 L est inséré, est relié à deux axes de rotation par deux étriers. L'un d'eux conduit le mouvement de l'ensemble du système en tournant à une vitesse choisie. La plage de vitesse est comprise entre 22 et 96 tr/min et s'ajuste en déplaçant la courroie d'entraînement sur des poulies à étage. Mayer-Laigle et al. [143] ont étudié la

cinématique du Turbula® sur un tour et les mécanismes de mélange intervenant. Leur travail expérimental a montré que le mélangeur Turbula® permet d'atteindre rapidement (< 300 tours) des mélanges hautement satisfaisants peu importe la vitesse de rotation.

2.1.3 Fusion laser sur lit de poudres

2.1.3.1 Fonctionnement du procédé

Le principe général a été évoqué en 1.1.3, nous nous attacherons ici à décrire plus précisément le fonctionnement du procédé. La fabrication par fusion laser sur lit de poudre nécessite de nombreuses étapes successives : une étape de préparation numérique des fichiers de fabrication, une étape de préparation de la machine, le processus de fabrication à proprement parler, une étape de nettoyage de la machine et de tamisage des poudres récupérées et une étape de post-traitement des pièces.

Pour toute machine de *selective laser melting*, le principe général du processus de fabrication est le même. La chambre de fabrication est mise sous atmosphère d'argon et un plateau de fabrication, généralement de même composition ou de composition proche au matériau employé, est chauffé à une température adaptée au dit matériau. La préchauffe du plateau réduit les gradients thermiques et limite ainsi les contraintes résiduelles. Une fois l'atmosphère souhaitée et la température de préchauffe atteinte, le *job*, préparé en amont est chargé dans la machine et lancé.

La poudre est déposée et étalée sous forme de fines couches, généralement 30 µm ou 50 µm, sur le plateau grâce à un système de déposition ou *recoater*. Plusieurs types de systèmes de déposition existent : à racleur ou à rouleau, qui se déplacent au-dessus de la surface de fabrication. La poudre peut être amenée dans ce système soit par la présence d'un bac rempli de poudre en parallèle du plateau de fabrication et qui remonte à mesure que ce dernier descend, soit pas un réservoir de poudre qui lui délivre la poudre par le haut. Certaines machines sont équipées d'un système de contrôle de compacité du lit de poudre. Celui-ci prend une photo après chaque couche déposée et détecte par seuillage des zones trop brillantes ou trop sombres, synonymes d'un mauvais recouvrement. En cas de défaut, de nouvelles tentatives de dépôt sont effectuées par la machine avant sa mise en pause et l'envoi d'une alerte à l'opérateur. Toutes les images peuvent être enregistrées ce qui permet, si un défaut est constaté sur une pièce, de regarder s'il provient d'un mauvais dépôt.

Le lit de poudre est ensuite balayé par un faisceau laser dont la trajectoire, définie dans le programme préparé en amont, est contrôlée par un jeu de deux miroirs optiques effectuant des mouvements de rotation autour de chacun des deux axes horizontaux, ce qui entraîne sa fusion. Des éléments additionnels peuvent être intégrés pour analyser *in situ* la forme du bain de fusion ou la densité d'énergie reçue par le lit de poudre, et les relier à la qualité des pièces après production. Pour le

moment, ces systèmes sont en cours de développement, mais on peut imaginer que dans le futur ils permettront de contrôler et ajuster les paramètres en cours de processus. Ainsi de suite, les couches sont déposées et fusionnées successivement jusqu'à l'obtention d'un objet en trois dimensions. Après chaque balayage, avant le dépôt d'une nouvelle couche, la plateforme descend de l'épaisseur d'une couche pour faire de la place au-dessus pour la nouvelle couche de poudre. De plus, à chaque dépôt de couche, le surplus est poussé par le *recoater* dans des bouteilles situées à l'avant et à l'arrière de la machine.

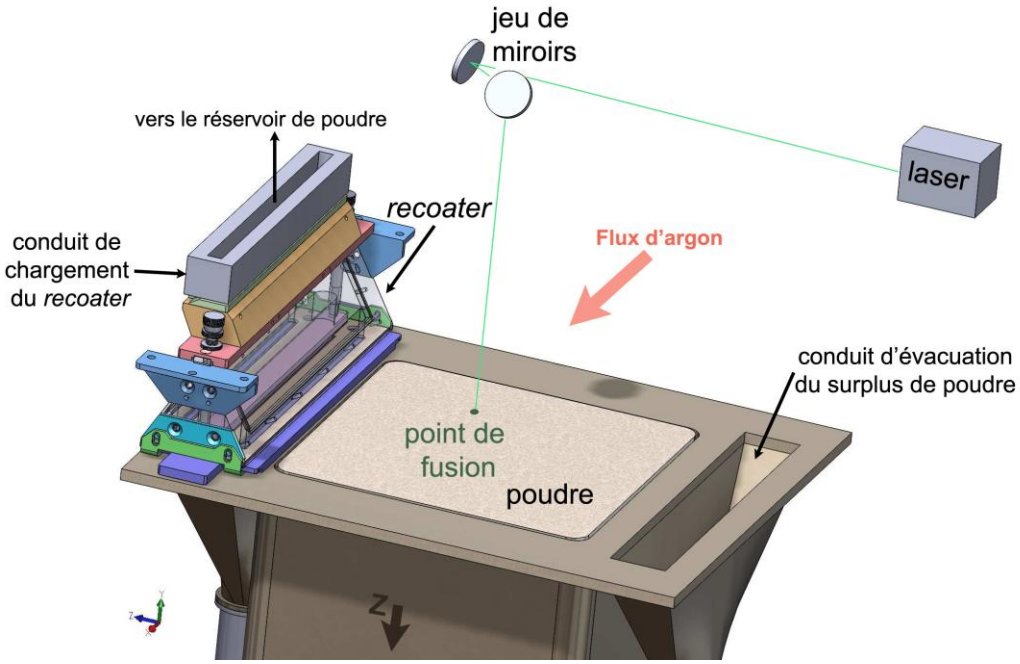


Figure 33 : Représentation schématique de l'intérieur de la chambre d'une machine SLM

A la fin du *job*, le plateau est remonté au niveau « zero » et le nettoyage commence par l'enlèvement de la poudre non fondue qui entoure les pièces. Elle est poussée vers les bouteilles de récupération pour être tamisée afin d'être réutilisée dans de futurs jobs. La poudre restant dans la chambre est ensuite aspirée, les pièces sont extraites de la machine et le *recoater* est sorti. Le *recoater* ainsi que la chambre de fabrication sont alors nettoyés à l'alcool isopropylique pour enlever les résidus de poudre.

Au cours de cette thèse, deux machines SLM ont été utilisées. La première était une Realizer SLM 250 implantée au laboratoire d'études et de recherches sur les matériaux, les procédés et les surfaces de l'université de technologie de Belfort Montbéliard (LERMPS-UTBM). La seconde est une SLM280HL implantée au LEM3. Cette dernière ayant été installée en septembre 2015, une première partie d'étude a été réalisée à Belfort.

2.1.3.2 Machine Realizer 250

Durant ces travaux de thèse, une des campagnes d'essais a été effectuée sur une Realizer SLM250 (figure 34) à l'UTBM.

Figure 34 : Machine SLM Realizer 250

La machine utilisée est équipée d'un laser à fibre optique IPG à l'ytterbium avec une longueur d'onde de 1070 nm et une puissance maximale de 400 W.

Elle fonctionne par balayage discontinu de la surface avec une vitesse de déplacement du laser entre deux points estimée à 2500 mm/s. La vitesse de balayage v (mm/s) peut alors être décrite par l'équation 3 ci-dessous avec p_{dist} la distance entre points (mm), t_{expo} le temps d'exposition (s), et v_x la vitesse de déplacement du laser entre deux points (mm/s).

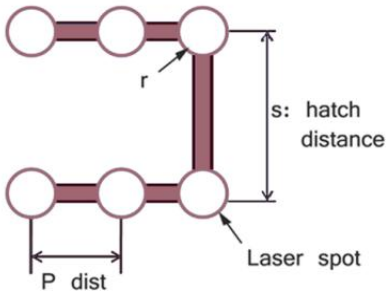


Figure 35 : Représentation des paramètres de la machine Realizer 250

$$v = \frac{p_{dist}}{\frac{p_{dist}}{v_x} + t_{expo}}$$ *Équation 3*

2.1.3.3 Machine SLM280HL

Pour la majeure partie de ces travaux de thèse, une machine de fusion laser sur lit de poudre commercialisée par SLM Solutions a été choisie. Il s'agit d'une machine SLM 280HL (figure 36) équipée d'un laser à fibre Ytterbium IPG de longueur d'onde λ = 1070 nm et de puissance maximale 400 W. Le volume de travail est de 280 x 280 x 365 mm^3 et peut être réduit grâce à l'utilisation d'un

système de réduction à 98 x 98 x 365 mm^3 (figure 36 (b)). Elle est équipée d'un système de contrôle de compacité du lit de poudre.

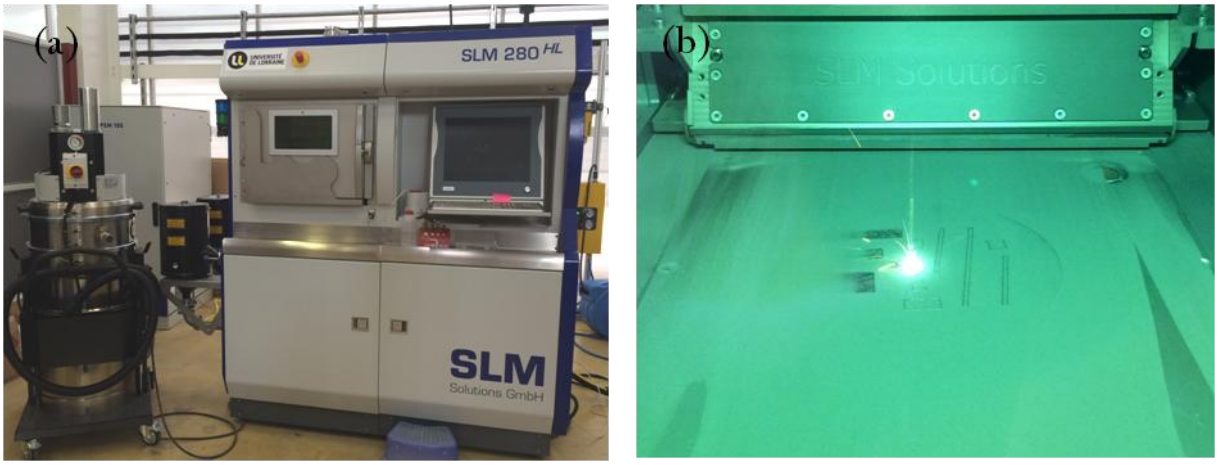


Figure 36 : Machine SLM280HL (a) et intérieur de la chambre avec utilisation de la plateforme réduite (b)

Les réglages à effectuer sur la machine sont délicats. Le plateau de fabrication doit être placé au $z = 0$. Le *recoater* doit être ajusté de manière à ce que le joint racleur soit bien plan. L'environnement dans la chambre de fabrication (température du plateau, gaz de protection...) doit être contrôlé et adapté au matériau mis en forme. Le procédé est difficile à maîtriser car de nombreux paramètres entrent en jeux. Le *build processor* SLM solutions (outil informatique qui permet de générer les fichiers d'entrée du procédé) pour la machine SLM280HL prévoit plus de 150 paramètres de réglages qui peuvent être modifiés. Les plus communs sont la puissance et la vitesse du laser ainsi que les stratégies de trajectoire de scan mais des paramètres tels que la défocalisation du laser, la longueur maximale de vecteur... pourraient également être modifiés. Il est possible de modifier les paramètres de fabrication entre différentes pièces d'un même plateau mais certains réglages, tels que l'épaisseur de couche ou le matériau utilisé, restent les mêmes tout au long d'un même *job*. Le *build processor* SLM Solution pour la machine SLM280HL est souple ; il est entièrement ouvert et permet à l'utilisateur de customiser les paramètres tels qu'il le souhaite.

2.1.3.4 Préparation numérique et paramètres du procédé

Le point de départ de l'ensemble de ces procédés est le fichier CAO en 3D de la géométrie à fabriquer. Elle est importée au format dans un logiciel, Magics, qui permet la réparation des fichiers .stl, le positionnement des pièces sur le plateau, la génération de supports, le choix des paramètres laser et des stratégies de scan, le découpage en slices des pièces.

- **Dessin des objets en CAO**

Les pièces peuvent être dessinées avec n'importe quel logiciel de CAO. Elles sont exportées au format .stl qui a historiquement été crée pour la stéréolithographie. Il décrit seulement la géométrie de surface d'un objet par une série de triangles. Cette géométrie est nécessairement fermée.

- **Réparation des fichiers .stl**

Après export des logiciels de CAO, les objets sont importés dans le logiciel Magics de Materialise qui est le leader mondial dans les logiciels de fabrication additive. Les .stl ainsi importés peuvent contenir des erreurs : triangles superposés, intersections de triangles... qu'il est indispensable de corriger. La correction automatique peut être utilisée mais il est parfois nécessaire de corriger manuellement. Le logiciel Magics dispose également d'outils de CAO qui permettent de dessiner des formes simples, de réaliser des opérations booléennes...

- **Orientation et positionnement des pièces**

Les formes les plus simples à fabriquer en SLM sont les murs droits et autres formes extrudées. Dans la pratique, il est rare que de telles pièces soient réalisées par fabrication additive. Il faut alors faire attention à un certain nombre d'éléments lors du positionnement des pièces. Il convient en premier lieu de limiter les grandes surfaces à scanner en une même couche car elles sont propices à l'apparition de fortes contraintes. Il faut limiter la quantité de supports, nécessaires dès lors qu'une surface forme un angle inférieur à 45° avec le plateau, car ceux-ci sont parfois difficile à retirer « proprement » et peuvent causer des rugosités indésirables. L'absence de support sur ces mêmes surfaces provoque également rugosité, effondrements et même porosité car le lit de poudre n'est pas à même de supporter la matière en fusion. Il faut détecter les géométries critiques pour le procédé SLM. Plus l'angle est faible, plus la qualité de surface de la pièce sera mauvaise [144], [145]. Il faut donc faire attention à toutes les surfaces en porte-à-faux : surfaces en pente en dessous de 45°, perçages, fenêtres, épaulements, poches, évidements... et tenter d'orienter la pièce de manière à les éviter. On place préférentiellement un cylindre ou un perçage parallèlement à la surface de construction et on incline la pièce pour limiter les porte-à-faux. Il faut trouver un compromis afin d'assurer la meilleure qualité de pièce en mettant la priorité sur les surfaces fonctionnelles.

Le positionnement des pièces sur le plateau doit en premier lieu éviter au *recoater* la rencontre avec des faces ou arêtes parallèles au joint racleur. On pivote alors les pièces dans le plan (généralement de 5°). De plus, il est préférable d'éviter l'alignement des pièces dans la direction de passage du *recoater* de sorte que, si un problème survient sur une pièce et abime le joint racleur, les autres pièces ne soient pas impactées. De même, l'alignement des pièces dans la direction du balayage d'argon est déconseillé pour éviter que des projections ne retombent sur la pièce adjacente en cours de scan et favorisent les

porosités. Il n'est pas toujours évident de respecter ces règles alors qu'en général la fabrication d'un maximum de pièces sur un plateau est souhaitée.

- **Génération de supports**

Les supports sont essentiels en fabrication additive sur lit de poudre. Ils permettent de maintenir en place les pièces pendant la fabrication, ils assurent le transfert de chaleur généré lors de la fabrication de la couche supérieure vers le plateau de fabrication, ils limitent la déformation des pièces fabriquées et supportent les nouvelles couches successives de surfaces en pente. Ils sont fabriqués dans le même matériau que la pièce et peuvent être supprimés plus ou moins facilement. Il est essentiel de trouver un compromis entre des supports assez « forts » pour maintenir la pièce et assez « faibles » pour être aisément retirés.

Les supports sont de plusieurs types comme présenté en figure 37 [146]. Chaque type de support est adapté à un différent type de surface à supporter. Les supports de type *Block* sont ceux majoritairement utilisés.

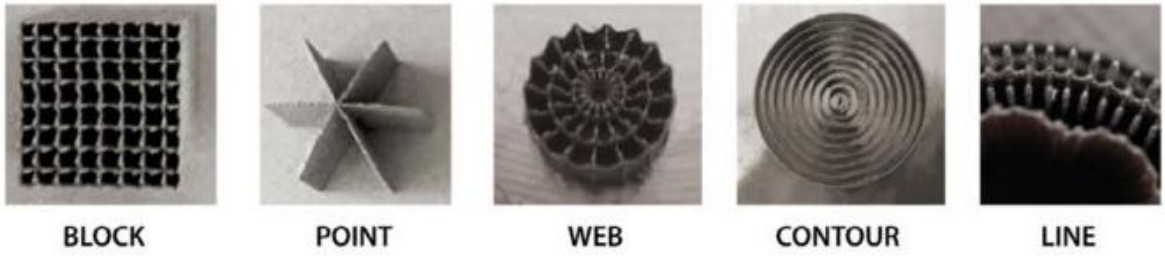


Figure 37 : Les différents types de supports [146]

Un support peut être décomposé en deux parties fonctionnelles : des « dents », *teeth*, qui lient la pièce à la partie principale des supports et permettent de limiter la surface en contact avec la pièce pour faciliter le retrait, et la structure principale des supports. De nombreux éléments sont paramétrables sur les supports tels que la distance entre les dents, la hauteur des dents, une fragmentation de la structure... Il est également possible de créer des perforations de forme rectangulaires ou en losange dans la structure principale des supports pour faciliter le détachement. L'ensemble de ces éléments va déterminer la rigidité des supports et leur capacité à remplir leurs fonctions. Une étude assez complète sur le design des supports a été réalisée en 2014 par Calignano [146].

- **Choix des paramètres de balayage et des stratégies**

Comme mentionné en chapitre 1, les paramètres de scan les plus importants sont la vitesse de scan v (mm/s), la puissance du laser P (W), la distance entre les hachures h (mm) et l'épaisseur de couche t (mm). Ce sont généralement ces paramètres qui sont variés pour l'optimisation du processus pour un

nouveau matériau et ils peuvent être combinés pour former un paramètre de densité d'énergie en J/mm^3. L'équation 4 rappelle la formule déjà évoquée au chapitre 1.

$$E = \frac{P}{v \times h \times t} \qquad \text{Équation 4}$$

Pour la machine Realizer, avec balayage discontinu, cette formule devient (équation 5) :

$$E = \frac{P \times \left(t_{expo} + \frac{p_{dist}}{v_x}\right)}{h \times p_{dist} \times t} \qquad \text{Équation 5}$$

La vitesse de scan dépend de l'inertie des miroirs optiques. La puissance maximale est définie par le laser implanté dans la machine. Elle peut être de 400, 700 voire 1000 W, et certaines machines sont équipées de deux lasers pour accélérer le processus. Ces deux paramètres sont souvent modifiés en même temps. Une puissance élevée et une vitesse faible va générer un apport d'énergie très important alors qu'une puissance faible et une vitesse élevée fournira très peu d'énergie au lit de poudre. Il est essentiel de trouver l'équilibre adapté à une fusion complète et stable.

L'*épaisseur de couche* est choisie de manière à ce que la pénétration du laser et la profondeur du bain de fusion soient assez importantes pour faire fondre les couches sous-jacentes, mais elle est limitée par la taille des particules de poudre. Il n'est toutefois pas nécessaire de choisir une épaisseur de couche supérieure à la granulométrie car lors de la fusion, le niveau supérieur « descend » grâce à la densification de la matière. La couche suivante a donc une épaisseur plus importante que l'épaisseur *t* imposée comme illustré par la figure 38. De plus, une épaisseur de couche faible améliore la résolution en réduisant la rugosité induite par l'effet « escalier » dans les surfaces en pente.

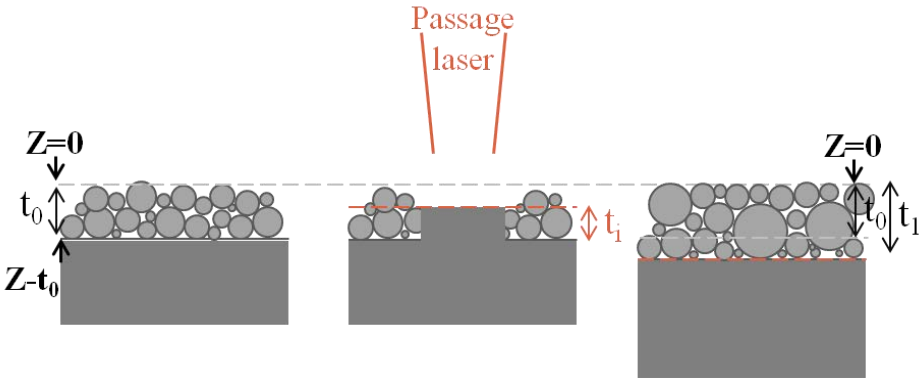


Figure 38 : Densification et "descente » du niveau avec le passage du laser

Il existe aussi plusieurs stratégies de scan pour contrôler les chemins suivis par le laser. Les deux principaux *patterns* possibles sont représentés en figure 39 : *chess* et *stripes* (ou *hachures*). Dans les deux cas, une ou plusieurs bordures forment les contours de la pièce, elles ont leurs propres paramètres de puissance, vitesse... Dans le cas du *chess*, la taille des « carreaux » du damier est définie. Pour les hachures, principalement utilisées dans ces travaux, une longueur maximale de vecteur est choisie ainsi qu'un angle de rotation entre les hachures de deux couches consécutives. Tous les paramètres peuvent être différents d'une pièce à l'autre sur un même plateau sauf la hauteur de couche qui doit rester constante.

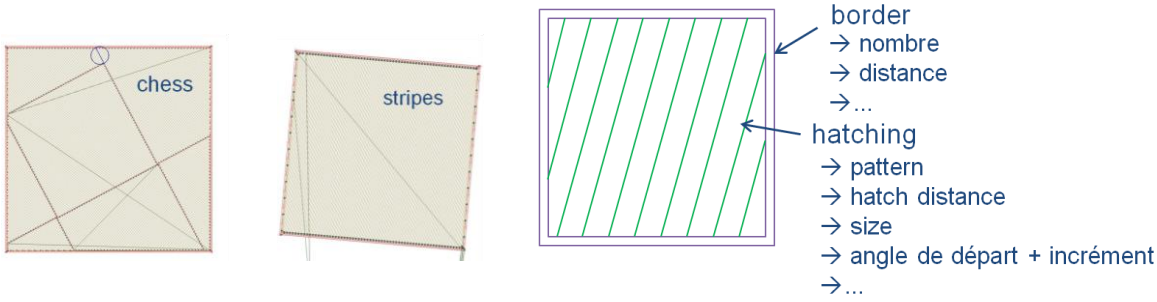


Figure 39 : Stratégies de scan

Bien d'autres paramètres peuvent être modifiés, mais ceux mentionnés sont les principaux et sont ceux auxquels nous nous sommes intéressés.

- **Découpage en slices**

La géométrie, dotée de paramètres de fabrication, est découpée grâce au logiciel Magics, en slices représentant chacune un dessin 2D. Un ré-empilement des slices reconstituerait la géométrie 3D. Chacune des slices correspond alors à une couche de matière qui sera déposée au cours de la fabrication. Dans chacune d'elles, les trajectoires du laser sont présentes. Les méthodes de fabrication additive traitent les fichiers d'entrée slice après slice pour une fusion couche après couche de la matière.

2.1.3.5 Le post-traitement

Les pièces réalisées sont détachées du plateau et les supports sont retirés. Les particules amalgamées en surface peuvent être éliminées par sablage. L'amélioration des états de surface peut ensuite se faire par reprise en usinage ou par polissage manuel.

2.1.4 Plans d'expériences

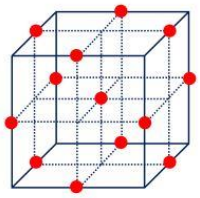
La fusion laser sur lit de poudre est un procédé multi-paramètres qui demeure relativement nouveau dont les réglages ne sont connus et fournis par les fabricants machine que pour quelques matériaux. Pour les autres, il est nécessaire d'optimiser les paramètres du processus qui permettront d'obtenir des pièces conformes en termes de porosité, homogénéité, état de surface, contraintes résiduelles... C'est l'objectif d'une partie de cette thèse.

Nous avons choisi de travailler avec la méthode des plans d'expériences. Un plan d'expériences est « une série d'expériences structurée de manière à traduire les objectifs d'une stratégie expérimentale préalablement définie. Son efficacité, en termes d'information, est supérieure à celle de toute autre séquence expérimentale non structurée de même taille » (AFNOR X06-080).

La première étape pour la définition d'un plan d'expériences est la détermination de paramètres d'entrée et de leur domaine d'étude ainsi que la fixation d'une ou plusieurs variables de sortie. Le plan d'expériences va permettre de quantifier les effets des paramètres d'entrée sur la donnée de sortie en un nombre réduit d'essais et ainsi d'optimiser la combinaison des variables d'entrée permettant d'obtenir la valeur de sortie souhaitée.

Les plans de Taguchi L25 permettent d'analyser jusqu'à 6 paramètres à 5 niveaux en 25 essais seulement. Ce type de plan permet d'obtenir l'aspect global des effets des paramètres et de dégrossir un problème multiparamétrique en un minimum d'essais. Il est généralement suivi d'une seconde série d'essais plus ciblés.

Les plans de surface de réponse de Box-Behnken sont également utilisés dans ces travaux avec 3 paramètres à 3 niveaux. La détermination des essais fonctionne avec des combinaisons de points situés au centre des bords de l'espace expérimental (figure 40). Ces plans sont particulièrement utiles lorsque la zone sécuritaire des paramètres du procédé est connue car ils ne génèrent pas de point en dehors de l'espace du « cube ». Les valeurs « extrêmes » des paramètres ne se retrouvent jamais utilisés toutes à la fois. Ils comportent 15 expériences avec la valeur centrale dupliquée 3 fois.



	paramètres		
essais	A	B	C
1	-1	-1	0
2	1	-1	0
3	-1	1	0
4	1	1	0
5	-1	0	-1
6	1	0	-1
7	-1	0	1
8	1	0	1
9	0	-1	-1
10	0	1	-1
11	0	-1	1
12	0	1	1
13	0	0	0
14	0	0	0
15	0	0	0

Figure 40: Représentation des essais du plan de Box-Behnken dans le "cube" et table des essais

2.2 Caractérisation microstructurale et mécanique

2.2.1 Mesures de granulométrie

Un granulomètre est un système de mesure de taille de poudre constitué d'un système de dispersion de la poudre, d'un système de mise en circulation de la poudre, d'un banc optique, d'un ensemble d'amplification électronique des signaux ainsi que d'un micro-ordinateur.

La distribution granulométrique des poudres a été mesurée au LERMPS par diffraction laser avec un appareil MASTERSIZER 2000 de chez Malvern Instruments Ltd., UK, équipé d'une unité de dispersion à l'eau (Hydro 2000). Cette technique est basée sur la déviation de la lumière par les particules : lorsqu'elles sont entraînées devant le faisceau laser, la lumière est déviée d'un angle inversement proportionnel à leur taille et avec une intensité proportionnelle à leur taille. Les particules sont analysées dans leur ensemble et supposées sphériques. L'algorithme implanté dans le logiciel est utilisé pour l'analyse des mesures et mène à la distribution granulométrique de la poudre en termes de volume et de quantité. Trois diamètres caractéristiques peuvent être déterminés pour chaque distribution : D_{10}, D_{50} et D_{90}. D_{50} est le diamètre pour lequel 50 % des particules en volume sont plus petits, il représente la taille moyenne des grains. D_{10} et D_{90} sont définis de la même manière.

2.2.2 Analyses de composition chimique

Des analyses chimiques sont réalisées sur les poudres ainsi que sur les échantillons élaborés. Ces analyses, effectuées par l'entreprise CEZUS, donnent un dosage en éléments hydrogène, azote et oxygène dans les échantillons.

L'hydrogène est mesuré par une méthode d'extraction de l'hydrogène à chaud après fusion en bain d'étain de l'échantillon, avec de l'argon comme gaz porteur. L'essai consiste à décomposer les composés hydrogénés présents dans l'alliage et à faire dégazer l'hydrogène. Il est séparé des autres gaz : le carbone est oxydé par un réactif et absorbé par un piège à CO_2 (Ascarite®), et l'azote est séparé de l'hydrogène par absorption sur un tamis moléculaire. La différence de conductivité thermique entre l'argon et l'hydrogène, proportionnelle à la quantité d'hydrogène, est alors mesurée par un capteur. L'appareil de mesure (analyseur d'Hydrogène LECO RH 404) étant étalonné avec des volumes connus d'hydrogène, il est possible de remonter à la quantité d'hydrogène dans l'échantillon. La gamme de mesure étalonnée s'étend de 13 ppm ± 3 ppm à 100 ppm ± 10 ppm.

L'azote est mesuré par une méthode similaire de fusion avec mesure par différence de conductivité des gaz. L'échantillon est porté à fusion en creuset de graphite à 2500 °C en bain de nickel avec de l'hélium pour gaz porteur. L'azote est séparé des autres gaz et une mesure de thermo-conductivité (proportionnelle à la quantité d'azote) est réalisée. A nouveau, grâce à l'étalonnage de l'appareil de mesure (TC 436 LECO - TCH 600 LECO), la quantité d'azote dans l'échantillon est connue. La gamme de mesure étalonnée s'étend de 100 ppm ± 20 ppm à 300 ppm ± 30 ppm.

L'oxygène est analysé par une méthode de décomposition thermique des composés oxygénés présent dans l'alliage sous fusion en présence de nickel et sous courant d'hélium. L'échantillon est ainsi porté à fusion dans un creuset de graphite à 2500 °C. L'oxygène, sous forme de dioxyde de carbone, est entraîné par l'hélium à travers une cellule où l'absorption infrarouge du CO_2 est déterminée. Le dispositif de mesure (TC 436 LECO - TCH 600 LECO) étant étalonné avec des volumes connus de CO_2, il est alors possible de remonter à la quantité d'oxygène dans l'échantillon. La gamme de mesure étalonnée s'étend de 600 ppm ± 30 ppm à 2000 ppm ± 50 ppm.

Les valeurs des incertitudes dans la gamme de mesure étalonnée sont estimées par régression linéaire entre les deux valeurs extrêmes de la gamme ; dans les cas où la valeur mesurée se trouve en dehors de la gamme étalonnée, la mesure est entachée d'un biais plus important dont la valeur ne peut être évaluée.

2.2.3 Micro-tomographie

Le principe de la tomographie est basé sur l'interaction d'un faisceau de rayons X avec la matière et l'acquisition par des capteurs du rayonnement transmis après la traversée d'un échantillon. Les différences d'absorption des rayons X vont être détectées. Une image digitale 3D peut être reconstruite en niveaux de gris pour permettre d'apprécier l'atténuation locale du faisceau. Elle représente une cartographie de la variation d'atténuation des rayons X à travers un échantillon. La tomographie aux

rayons X permet alors de caractériser la matière jusqu'en son cœur pour y apprécier les différences de densité et de composition et ainsi localiser finement des singularités dans le matériau : hétérogénéités, porosités, fissures, inclusions... Les géométries de pièce peuvent également être analysées en termes de dimensions ou de positionnement dans un assemblage.

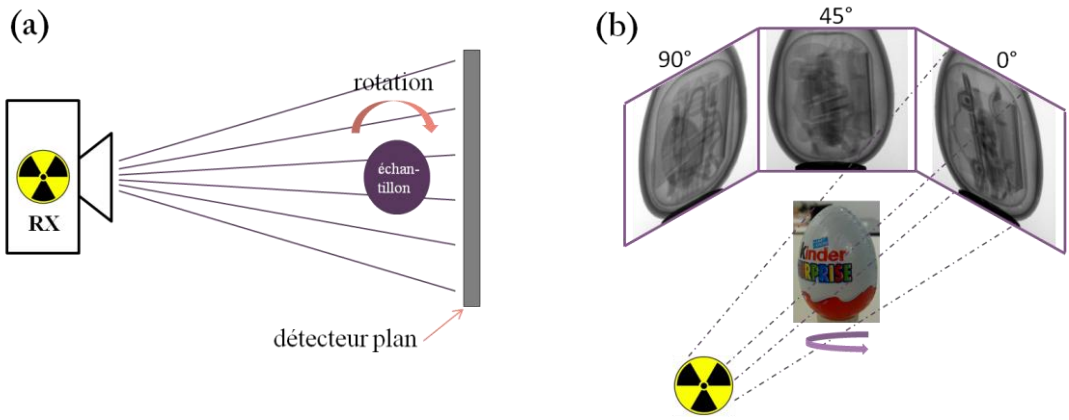


Figure 41 : L'acquisition tomographique, schéma de principe (a), scan tomographique (b)

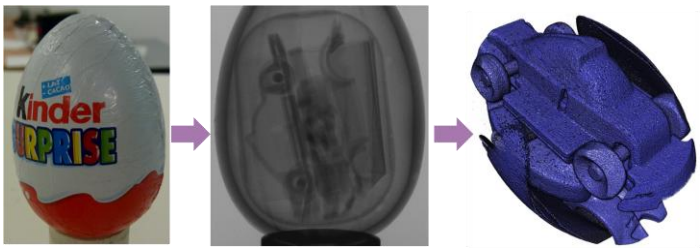


Figure 42 : De l'objet à la reconstruction 3D en passant par la tomographie

Une analyse tomographique est réalisée en deux grandes étapes : l'acquisition des données (figure 41) et la reconstruction (figure 42). Chacune de ces étapes est réalisée sur des postes distincts. Sur le poste d'acquisition, un ordinateur est relié au tomographe et permet le contrôle des éléments de ce dernier. Le tomographe est constitué de trois éléments principaux : le générateur de rayons X, un banc mécanique de positionnement et de balayage de l'objet et un système de détection. Un scan tomographique consiste à enregistrer une série de radiographies sous différents angles (figure 41 (b)). Pour cela, l'échantillon est fixé sur le banc mécanique au plus près de la source, et est mis en rotation pour subir les radiographies. Alors que la radiographie simple ne permet d'obtenir des informations que dans une direction, le balayage en tomographie permet de reconstruire le volume complet ainsi que des coupes de l'objet. Les informations volumétriques complètes sont préservées.

L'étape d'acquisition est suivie d'une étape de reconstruction et d'analyse des images sur le second poste. Un premier travail sur des vues en coupe est effectué pour éliminer les artefacts de tomographie tels que les anneaux et le durcissement de faisceau, et obtenir les images les plus nettes possibles. Le volume est reconstruit en 3D pour poursuivre l'analyse. Les images peuvent encore être améliorées

par des filtres avant d'être analysées. Ici, c'est la segmentation des niveaux de gris qui nous intéresse. En effet, grâce aux différences d'absorbions des rayons, elle va permettre de mettre en évidence les hétérogénéités telles que les inclusions et les porosités. Le logiciel de reconstruction permet de réaliser alors un comptage des différents éléments segmentés et de les quantifier.

Ainsi, la caractérisation de l'homogénéité et la compacité des échantillons élaborés par SLM est réalisée à l'aide d'un micro-tomographe aux rayons X de type EasyTom Nano de chez Rx solutions (figure 43).

Figure 43 : Tomographe EasyTom nano

Sur ce tomographe sont disponibles deux types de filaments (LAB6 et tungstène), deux types de capteurs (caméra CCD et capteur plan), et deux types de cibles (béryllium et diamant). Le filament tungstène, permettant des tensions d'accélération jusqu'à 160 kV et une résolution maximale de 0,75 µm, associé à un capteur plan, est majoritairement utilisé car il permet l'acquisition d'images haute résolution à forte énergie, ce qui nécessaire pour traverser le Ti-Nb. Les échantillons analysés sont de petites dimensions pour être positionnés au plus près de la source ce qui permet d'atteindre des résolutions de l'ordre de 2 µm.

2.2.4 Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique d'imagerie qui repose sur les interactions électrons-matière. Un fin pinceau d'électrons balaye la surface ligne après ligne et la détection des signaux électroniques permet de reconstruire une image. Différents signaux électroniques peuvent être analysés afin d'obtenir des informations sur la topographie, la composition chimique et les caractéristiques cristallographiques d'un échantillon.

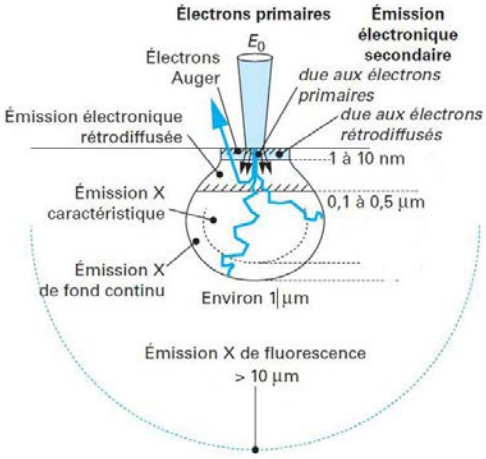


Figure 44 : Interaction électrons-matière [147]

Différents aspects peuvent alors être étudiés selon la nature du signal analysé, émis par l'échantillon (figure 44). Les électrons secondaires émergent de la surface sous l'impact du pinceau d'électrons qui la balaye. Ils ont une énergie faible et permettent d'obtenir des images avec un contraste topographique. Les électrons rétrodiffusés émergent de la surface avec une énergie proche de E_0, ils ont subi peu de chocs dans la matière. Leur détection permet d'obtenir des images avec un contraste chimique et cristallographique. Les émissions de photons (rayonnements X) sont caractéristiques de chaque espèce d'atomes présents et permettent ainsi l'analyse chimique des échantillons étudiés.

La spectroscopie à dispersion d'énergie ou energy dispersive X-ray (EDX) permet l'analyse chimique de la surface. Lors de l'interaction entre le faisceau d'électrons et la matière, une émission X caractéristique est renvoyée par le matériau. Le spectre obtenu est caractéristique du nombre atomique du ou des éléments balayés. L'indexation des pics du spectre permet de reconnaître les éléments en présence dans la matière. En pratique, une telle analyse peut être réalisée par pointés pour connaître la composition en un point précis de la surface, par profils pour analyser une évolution de composition selon une ligne, ou en cartographies pour analyser toute une zone.

L'acquisition EBSD : Electron Back-Scatter Diffraction permet une analyse approfondie de la microstructure. Elle permet la détermination des orientations cristallographiques locales par diffraction d'électrons rétrodiffusés ainsi que l'accès aux phases en présence et à la morphologie des grains. Lorsque les électrons frappent l'échantillon, certains se trouvent en conditions de Bragg avec des familles de plans *hkl*. Il y a alors formation de cônes de diffraction. L'intersection de ces cônes avec l'écran de la caméra forme des bandes de Kikuchi. Les clichés de Kikuchi rassemblent la trace des plans diffractants (figure 45). En pratique, pour optimiser le rendement de la retrodiffusion, l'échantillon est incliné à 70° dans la chambre du microscope.

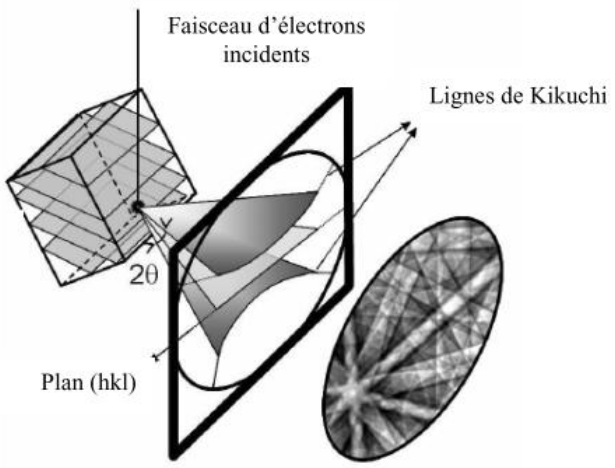


Figure 45 : Principe de l'analyse EBSD, formation des clichés de Kikuchi

L'indexation des clichés est ensuite nécessaire pour connaître l'orientation cristallographique correspondante. Elle se fait en général de manière automatique grâce aux algorithmes intégrés dans les logiciels d'acquisition. En premier lieu, le bruit de fond est soustrait du cliché et des filtres sont appliqués pour faire ressortir les bandes. Elles sont détectées par la transformée de Hough et l'angle entre les bandes, qui correspondent à des plans spécifiques *hkl*, est mesuré. La comparaison des angles à des valeurs théoriques permet enfin le calcul des orientations cristallographiques. L'analyse point par point d'une surface permet la construction de cartographies d'orientation. Un grand nombre d'information peuvent en être extraites telles que : une orientation cristallographique privilégiée, les désorientations entre les grains, la distribution des tailles de grain...

Pour l'analyse des microstructures obtenues en SLM, un microscope électronique à balayage Zeiss Supra 40 est utilisé (figure 46 (a)). Cet équipement dispose d'un canon à émission de champ qui permet d'obtenir une résolution très fine. Il est muni de deux détecteurs d'électrons secondaires : un dans la chambre et un dans la lentille, d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés et d'un système de microanalyse EDX (Energy Dispersive X-ray). Un second MEB (figure 46 (b)) est utilisé pour réaliser des cartes d'orientations cristallines EBSD (Electron Back-Scatter Diffraction). Le Jeol 6490, équipé d'un filament tungstène, a une résolution en imagerie inférieure à celle du Supra 40 mais est bien adapté à l'analyse cristallographique de microstructures à gros grains. On utilise un pas de balayage de 1 µm à 1,5 µm.

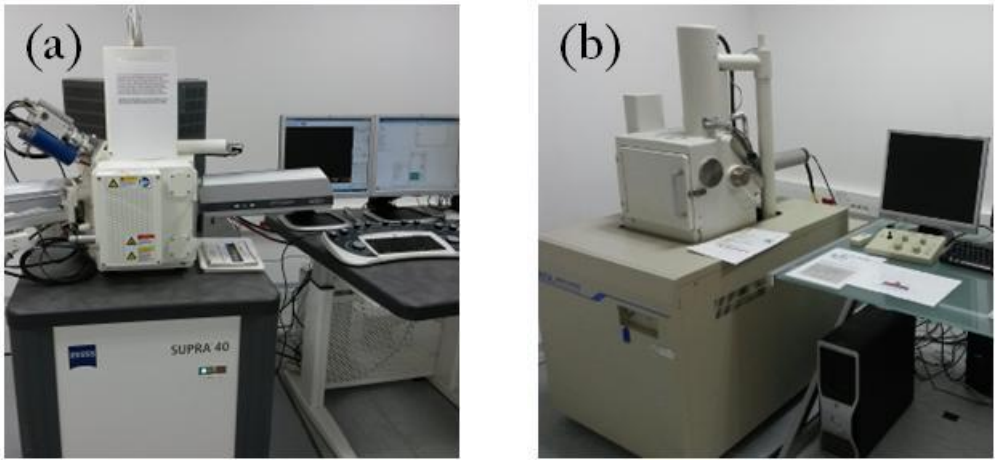


Figure 46 : Microscopes électroniques à balayage, Zeiss Supra 40 (a) et Jeol 6490 (b)

Avant d'effectuer une quelconque observation, les échantillons ont subi plusieurs étapes de préparation. Afin de réaliser des observations à cœur, ils sont dans un premier temps découpés avec une micro-tronçonneuse. Ils sont ensuite enrobés dans une résine à froid. Un polissage avec des papiers abrasifs de grade 800 à 4000 est suivi d'un polissage de finition sur drap avec une suspension à la silice colloïdale non-cristallisante boostée à l'eau oxygénée. Cette procédure permet d'obtenir un poli-miroir. Pour les observations MEB, les échantillons sont désenrobés. Dans certains cas, les surfaces sont attaquées au réactif de Kroll (4% acide fluorhydrique HF, 6% acide nitrique HNO3, 90% eau) pour révéler la microstructure.

2.2.5 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique qui permet d'accéder à des informations relatives aux phases en présence dans un matériau. Un cristal peut être défini comme un arrangement d'atomes avec un motif particulier qui se répète périodiquement. Les distances inter-réticulaires sont du même ordre de grandeur que la longueur d'onde des rayonnements X qui est de l'ordre de l'Angström. Lorsqu'un faisceau de rayons X interagit avec la matière, une partie du faisceau est diffractée par les atomes du cristal si la famille de plan (*hkl*) est en position de diffraction et répond à la loi de Bragg (équation 6) (figure 47).

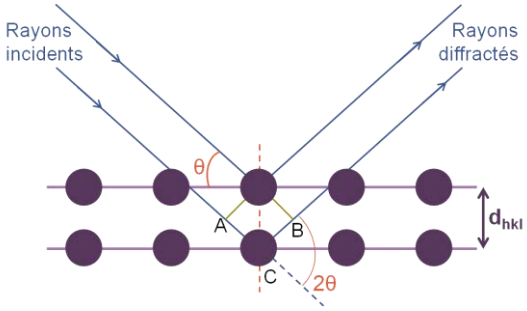


Figure 47 : Illustration de la loi de Bragg

$$2d_{hkl}sin\theta_{hkl} = n\lambda \qquad \text{Équation 6}$$

Où d_{hkl} est la distance inter-réticulaire entre plans de la famille (hkl), θ_{hkl} est l'angle de Bragg, il représente la moitié de l'angle formé entre le rayon incident et le rayon réfléchi, n est l'ordre de diffraction et λ la longueur d'onde du rayonnement X.

La diffraction des rayons X par un réseau atomique périodique révèle la position des atomes à l'intérieur de la structure. La différence de marche entre deux rayons est égale à AC + CB soit $2dsin\theta$. Alors, d'après la loi de Bravais, pour que les rayons interfèrent de manière constructive, cette différence doit être égale à un multiple de la longueur d'onde du faisceau incident. Il en résulte un diffractogramme représentant une intensité diffractée en fonction de l'angle θ. Chaque pic obtenu sur le diffractogramme correspond à la diffraction d'une famille de plans. L'intensité du pic dépend du nombre d'atomes diffractant.

L'identification des pics peut se faire de manière automatique grâce à un logiciel qui compare les pics expérimentaux à une base de données. A partir de cette identification, les phases en présence sont identifiées et la connaissance des angles diffractant permet de calculer le paramètre de maille.

Le diffractomètre utilisé est un goniomètre de texture MFDP développé au laboratoire. La source de rayons X est équipée d'une anticathode de cuivre produisant un faisceau de rayons X de longueur d'ondes λ = 1,54 Å.

2.2.6 Mesures par ultrasons

La vitesse des ondes ultrasonores dans un matériau est directement liée à sa densité et à ses propriétés élastiques. En effet, la propagation d'une onde se manifeste comme une perturbation et créée d'une contrainte dans la matière. L'élasticité du matériau introduit un délai de transmission de l'onde. Après le passage de l'onde, l'ensemble revient à sa position d'équilibre : la contrainte induite est non destructive.

Deux types de déformations, associées à deux modes de propagation d'ondes, peuvent être introduits par vibration ultrasonore. Il en résulte une contrainte de compression ou de cisaillement. Les ondes longitudinales induisent un mouvement des particules dans la direction de propagation de l'onde (figure 48 (a)) tandis que les ondes transversales induisent un mouvement des particules perpendiculaire à la direction de propagation de l'onde (figure 48 (b)).

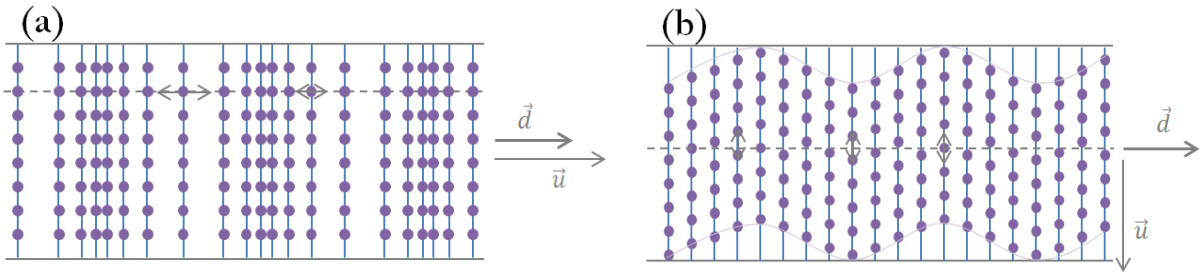


Figure 48 : Ondes longitudinales (a) et transversales (b) ($\vec{d}$: direction de propagation, $\vec{u}$: mouvement des particules)

La vitesse de propagation des ondes dans la matière est caractéristique du matériau. Ainsi, dans ces travaux, pour obtenir une partie des propriétés mécaniques des échantillons fabriqués, en particulier le module d'élasticité, une méthode ultrasonore a été utilisée. Cette méthode consiste à mesurer le temps de vol d'une onde qui se propage à travers le matériau pour en déduire son module de Young.

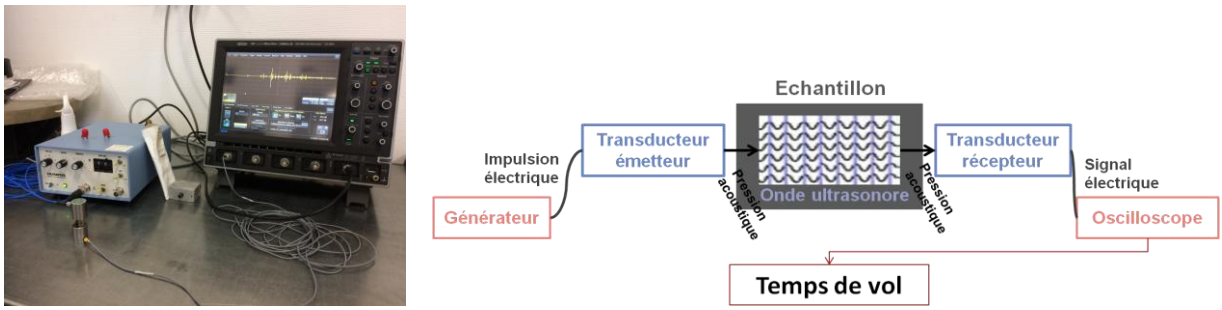


Figure 49 : Dispositif expérimental pour les mesures ultrasonores et sa représentation schématique

L'échantillon, préparé avec deux faces parallèles, est placé directement en contact avec deux transducteurs : un émetteur et un récepteur. Deux paires de transducteurs sont utilisées pour faire propager à travers l'échantillon les ondes longitudinales et transversales respectivement. Un gel à base d'eau fait le contact entre les transducteurs d'ondes longitudinales car elles voyagent aussi bien dans les liquides et les solides alors qu'une pâte spécifique est utilisée avec les transducteurs d'ondes transversales car elles ne se propagent que dans les solides. Le dispositif expérimental et une représentation schématique de son fonctionnement sont présentés en figure 49.

Un générateur d'impulsion électrique connecté au transducteur permet la génération d'une pression acoustique qui se propage comme une onde à travers l'échantillon à une fréquence de 100 Hz. Le second transducteur reçoit l'onde à sa surface et la convertit en un signal électrique qui peut être affiché sur un oscilloscope. L'échantillonnage de l'acquisition est fixé à 0,5 ns. Les vitesses des ondes longitudinales (VL) et transversales (VT) peuvent alors être directement déterminées (figure 50).

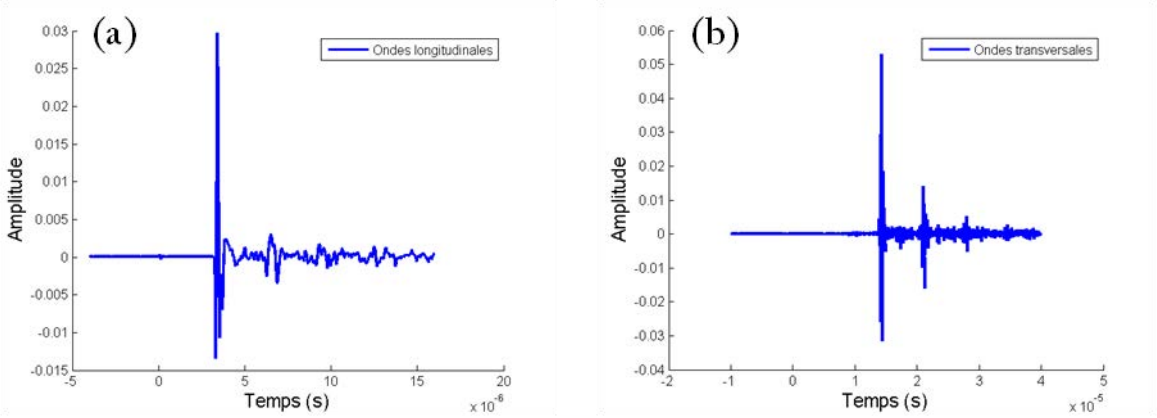


Figure 50 : Signal des ondes longitudinales (a) et des ondes transversales (b)

Les propriétés mécaniques peuvent en être déduites [148] : module de Young (E) (équation 7), module de cisaillement (G) (équation 8) et coefficient de Poisson (ν) (équation 9).

$$E = \frac{\rho V_T^2 (3V_L^2 - 4V_T^2)}{V_L^2 - V_T^2} \qquad \textit{Équation 7}$$

$$G = \rho V_T^2 \qquad \textit{Équation 8}$$

$$\upsilon = \frac{\frac{1}{2}(V_L^2 - 2V_T^2)}{V_L^2 - V_T^2} \qquad \textit{Équation 9}$$

Les résultats obtenus par cette méthode sont précis, l'erreur sur la mesure découle principalement de la mesure des dimensions de l'échantillon et de l'évaluation de sa masse volumique.

2.2.7 Essais mécaniques

Pour obtenir le comportement mécanique des matériaux élaborés, des essais de traction et de compression sont conduits. Ils permettent de déterminer des caractéristiques telles que le module de Young E, la limite d'élasticité σ_e, la résistance maximale σ_{max} ou encore l'allongement à la rupture A%.

La majorité des essais sont réalisés avec un chargement cyclique charge-décharge où la déformation imposée est incrémentée à chaque cycle. Ils permettent de mettre en évidence un éventuel effet superélastique sur l'alliage de Ti-26Nb mais aussi dans certains cas d'évaluer le module de Young à la décharge plutôt qu'au chargement. En effet, dans le cas des essais de compression en particulier, le début du chargement rattrape parfois le défaut de parallélisme des faces de l'échantillon et conduit au tracé de courbes de contrainte – déformation en forme de « S ». Il est alors délicat de mesurer une pente à la charge et donc plus pertinent de la mesurer à la décharge. La majorité des essais sont conduits jusqu'à rupture.

Les essais sont réalisés à température ambiante sur une machine d'essais quasi-statiques uniaxiale Zwick 1476 équipée d'une des deux cellules de forces 50 kN ou 100 kN. La déformation est suivie par un extensomètre à couteaux multi-X-tens. Pour les essais de traction, l'extensomètre se fixe directement sur l'éprouvette (figure 51 (a)) et pour les essais de compression, un système composé d'une pièce intermédiaire : un cube en acier cémenté entre le plateau et l'éprouvette, permet l'utilisation de l'extensomètre qui prend la mesure sur le cube (figure 51 (b)).

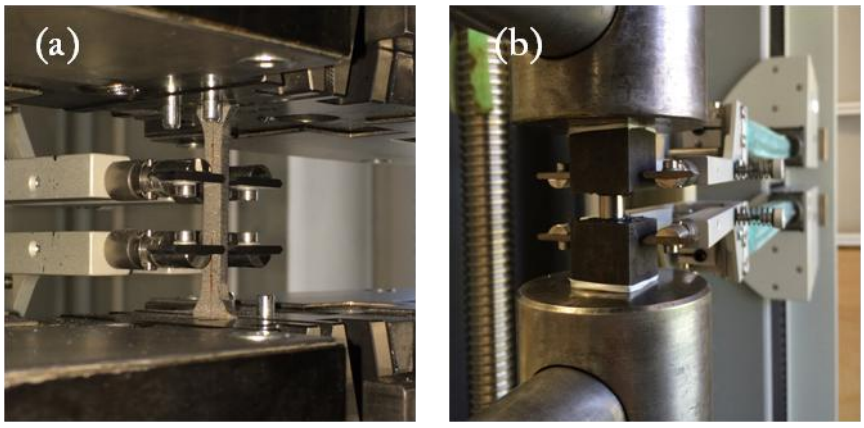


Figure 51 : Essais mécaniques en traction (a) et en compression (b)

La longueur initiale de l'extensomètre dépend de la géométrie de l'échantillon. Elle reste la même dans une même série d'essais. Pour les essais de traction elle était en général de 20 mm avec une vitesse de déplacement de 0,5 mm/min soit une vitesse de déformation de $2{,}5.10^{-2}$ min^{-1}.

2.3 Conclusion

Les techniques expérimentales présentées dans ce chapitre sont utilisées dans ces travaux de thèse. La méthode d'élaboration par fusion en four à creuset froid est employée pour fabriquer des échantillons de référence. Associée au tréfilage et suivie par l'atomisation arc-fil, elle permet d'obtenir une poudre pré-alliée qui est consacrée à être mise en forme par fusion laser sur lit de poudre. Les échantillons ainsi fabriqués feront également office de référence. L'élaboration *in situ,* à partir de poudres élémentaires, d'un alliage de titane à bas module d'élasticité par fusion laser sur lit de poudre, est étudiée. L'homogénéité des échantillons est vérifiée par micro-tomographie puis les moyens de caractérisation microstructurale (DRX, MEB, EBSD, EDX) et mécanique (ultrasons, traction, compression) sont employées pour analyser les propriétés des échantillons. Les corrélations entre les paramètres du procédé et les propriétés obtenues sont examinées. L'ensemble des échantillons, poudres ou pièces élaborées, font l'objet d'analyses chimiques permettant d'évaluer une éventuelle contamination à l'oxygène.

Chapitre 3 : Elaboration d'un alliage de Ti-26Nb *in situ* par fusion laser sur lit de poudre

3.1 Introduction

La fabrication par fusion laser sur lit de poudre ou *selective laser melting* (SLM) nécessite la disponibilité de poudres de l'alliage envisagé. Dans le cas présent, nous souhaitons fabriquer *in fine* des implants ou des prothèses en Ti-26Nb(%at.), or, de telles poudres sont actuellement indisponibles sur le marché. La fabrication de poudre de Ti-26Nb pré-alliée nécessite beaucoup d'efforts en termes d'élaboration et de transformation (2.1.1) et présente d'autant plus de risques de contamination (O_2, N_2...) que le nombre d'étapes est grand.

La réalisation d'alliages *in situ* sous le faisceau laser, à partir de mélanges de poudres élémentaires souvent plus courantes et donc disponibles, est encore peu étudiée mais permettrait d'élargir les possibilités en termes de compositions. Les travaux de Chlebus et al., Fallah et al., Vrancken et al., Zhang et al., Sing et al., et Wang et al. employant cette méthode sur des alliages de titane [104]–[108], [149] ont montré que l'homogénéité est maximale lorsque les éléments d'alliage ont des températures de fusion proches. Dans notre cas, la difficulté réside dans la différence de température de fusion entre le titane : 1668 °C et le niobium 2469 °C.

L'objectif de cette étude est de valider la possibilité d'élaborer un alliage de titane homogène en partant d'une poudre constituée d'un mélange de poudres élémentaires de titane et de niobium. Deux morphologies de poudres sont employées : des particules irrégulières obtenues par broyage et des particules sphériques obtenues par atomisation (Ti) et sphéroïdisation de poudres irrégulières (Nb). Les échantillons obtenus sont comparés à l'alliage de référence coulé et à des échantillons fabriqués à partir de poudre pré-alliée en collaboration avec le LERMPS.

3.2 Etude préliminaire : poudres non-sphériques, collaboration LERMPS

3.2.1 Matériaux

Des poudres élémentaires de titane pur T40 et de niobium, obtenues par broyage, ont été utilisées. Ce sont des poudres non sphériques qui présentent une morphologie irrégulière (figure 52) et des distributions granulométriques différentes (figure 53). Les distributions granulométriques de ces poudres ont été mesurées au LERMPS avec un granulomètre à diffraction laser comme expliqué en 2.2.1.

La distribution des particules de titane et de niobium est caractérisée de la manière suivante : D_{10} = 26 µm, D_{50} = 62 µm et D_{90} = 118 µm et D_{10} = 12 µm, D_{50} = 44 µm et D_{90} = 100 µm, respectivement. En considérant les températures de fusion respectives du titane et du niobium de 1668 °C et 2469 °C et la forme irrégulière des particules, une meilleure fusion et une meilleure diffusion du niobium dans le titane sont espérées avec des particules de niobium plus petites que celles de titane. Cette stratégie a également été utilisée par Vrancken et al. [106] pour élaborer un alliage β à partir de poudre de Ti-6Al-4V (D_{50} = 34 µm) mélangée à des particules de niobium (D_{50} = 5-10 µm). De ce fait, la poudre de niobium a été tamisée avec un tamis de 40 µm pour atteindre une distribution plus restreinte avec D_{10} = 9 µm, D_{50} = 25 µm et D_{90} = 50 µm. La figure 53 présente les distributions de tailles de particules de titane et de niobium.

Les poudres ont été mélangées dans les proportions massiques Ti:Nb=59,5 :40,5, c'est-à-dire 74:26 en proportions atomiques. La composition chimique du mélange est présentée en tableau 3.

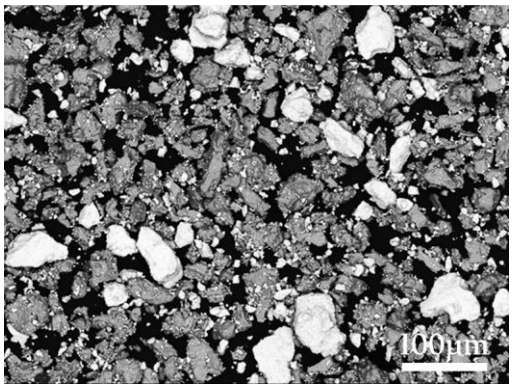


Figure 52 : Image MEB de la poudre de Ti-40,5(%masse)Nb

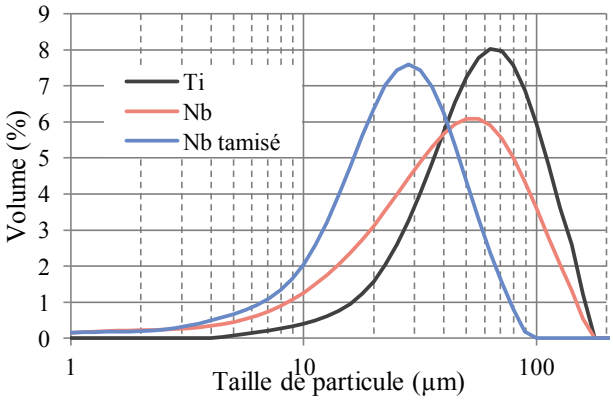


Figure 53 : Distribution de la granulométrie des poudres de titane et de niobium

Tableau 3 : Composition chimique (%m) du mélange de poudres

Elément	H	N	O
Mélange de poudres (ppm)	56 ± 6	70 ± 20	4600

3.2.2 Méthodes : plan d'expériences - essais sélectionnés

Pour cet essai, l'ensemble des échantillons a été fabriqué au laboratoire d'études et de recherches sur les matériaux, les procédés et les surfaces de l'université de technologie de Belfort Montbéliard (LERMPS-UTBM). La machine utilisée est la Realizer SLM 250 équipée d'un laser IPG à l'ytterbium à fibre optique avec une longueur d'onde de 1070 nm et une puissance maximale de 400 W.

Cette étude a comporté deux étapes. La première avait pour but d'obtenir une première idée du comportement des poudres sous le faisceau laser. Les expériences ont été réalisées selon un plan de Taguchi L25 et les résultats ont permis d'établir de nouveaux sets de paramètres pour sept nouvelles expériences qui constituent la deuxième étape de l'étude. Seule cette étape sera présentée car elle contient les résultats les plus concluants.

Les paramètres de l'étude permettent de couvrir une large plage d'énergies, de 30 J/mm^3 à 1500 J/mm^3 : puissance laser = 120 W – 360 W, distance entre les lignes = 0,01 mm – 0,1 mm, distance entre les points = 0,02 mm – 0,065 mm, temps d'exposition = 20 µs – 100 µs (tableau 4). Une stratégie de balayage en *cross-hatching* ou en hachures croisées (figure 54), où la direction de scannage est inversée de x vers y (et de y vers x) pour le passage d'une couche à la suivante, a été adoptée. L'épaisseur des couches a été fixée à 30µm dans tous les essais et la surface de la poudre, en cours de fusion, correspond à la focale du laser.

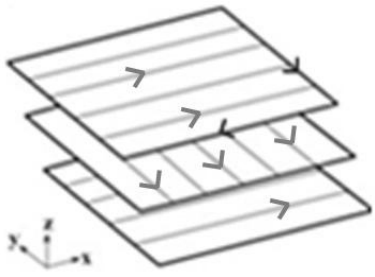


Figure 54: Stratégie de balayage laser

Tableau 4 : Paramètres d'essais retenus

n°	Puissance (W)	Distance entre les lignes (mm)	Distance entre les points (mm)	Temps d'exposition (µs)	Vitesse effective (mm/s)	Energie (J/mm^3)
1	120	0,100	0,035	20	1029	39
2	120	0,060	0,020	20	714	93
3	120	0,080	0,035	90	336	148
4	220	0,040	0,065	50	855	214
5	360	0,040	0,065	80	613	489
6	220	0,020	0,040	100	344	1063
7	220	0,010	0,050	80	500	1467

Les réponses étudiées, dans le but de valider les paramètres du procédé pour la fabrication *in situ* sont le taux de porosité et la portion de niobium infondu évaluée par rapport au niobium introduit initialement. Ces deux réponses sont caractérisées par micro-tomographie aux rayons X et le taux de porosité est également mesuré par analyse d'image en microscopie optique.

3.2.3 Résultats

3.2.3.1 Validation des paramètres : porosité et homogénéité

Les analyses de porosité donnent des informations sur le comportement du matériau dans le bain de fusion pendant le passage du laser. La figure 55 présente une vue générale de deux échantillons obtenus dans l'étude : n°1 et n°4 (tableau 4).

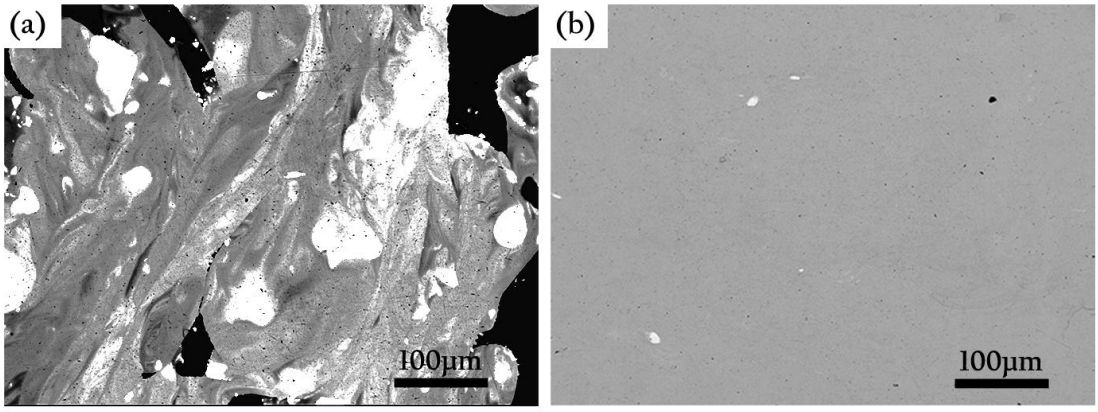


Figure 55 : Image MEB des échantillons (a.) n°1 et (b.) n°4. La matrice Ti-xNb apparaît en gris, le Nb en blanc et les porosités en noir.

Les porosités observées dans chacun des échantillons présentent des morphologies et des tailles différentes mais leur répartition reste homogène. La figure 55 (a) montre la présence de nombreuses particules de niobium partiellement fondues et de nombreuses porosités de grandes dimensions. La

figure 55 (b) présente une structure relativement homogène avec peu de particules de niobium et de porosités. La figure 56 présente les mesures du taux de porosité (p) en fonction de l'énergie délivrée à la surface du lit de poudre.

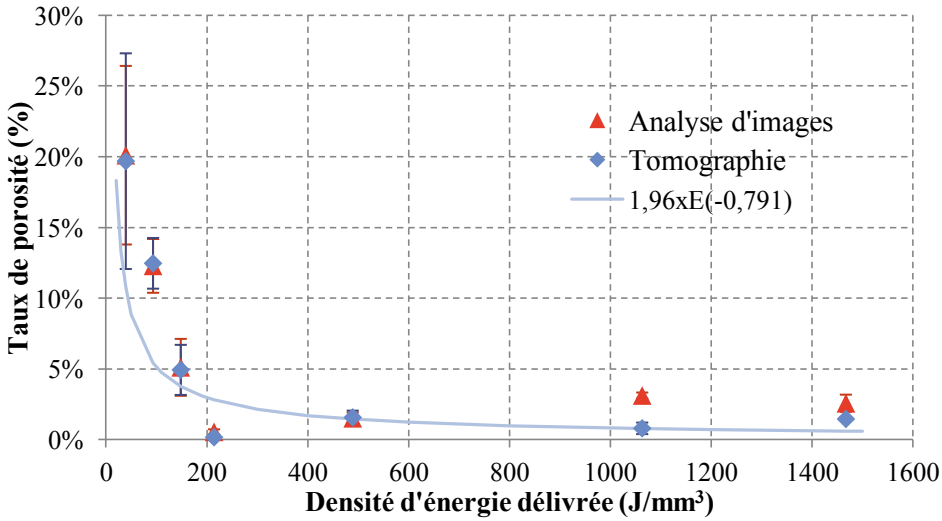


Figure 56: Représentation du taux de porosité en fonction de l'énergie délivrée

Les deux méthodes de mesure, en tomographie et en analyse d'image montrent des résultats similaires. La tendance est traduite par l'équation $p = 1{,}96 \times {E_f}^{-0{,}791}$ et confirme l'importance de l'énergie délivrée sur l'homogénéité de la microstructure. A partir d'une énergie de 210 J/mm^3, le taux de porosité se stabilise et atteint une valeur inférieure à 3%. Une légère augmentation du taux de porosité peut toutefois être remarquée pour des énergies supérieures à cet optimum. Elles peuvent être dues à un excès d'énergie. En effet, des énergies trop élevées ont un impact direct sur les mouvements de convection dans les bains de fusion [32], [33], [150], [151]. Deux phénomènes peuvent alors se produire. L'état de surface obtenu après solidification de la couche est irrégulier et perturbé : il va empêcher l'étalement correct de la couche de poudre suivante et ainsi favoriser les porosités. Une seconde possibilité fait entrer en jeu des phénomènes de vaporisation et de *key holing* qui résultent en des porosités enfermées dans la matrice [28], [33], [152], [153].

Afin d'évaluer l'homogénéité de l'alliage de Ti-Nb élaboré, le rapport en masse du niobium infondu sur le niobium introduit a été calculé à partir des résultats des analyses en tomographie. Une reconstruction de tomographie est présentée en figure 57 et le taux de niobium non-fondu en fonction de la densité d'énergie délivrée est présenté en figure 58.

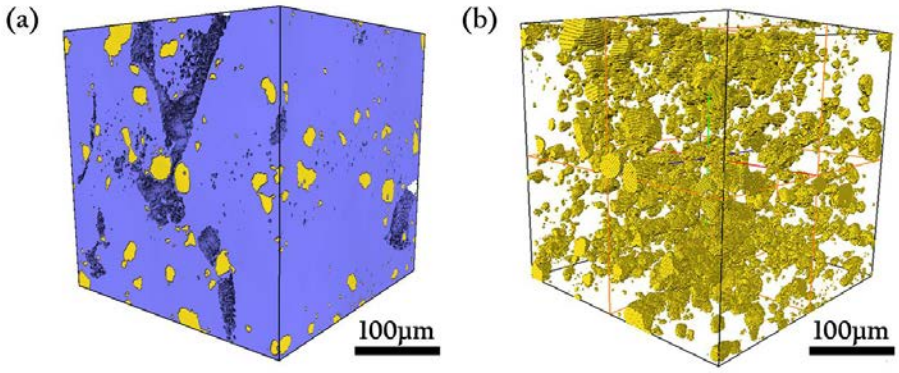


Figure 57 : Reconstruction en tomographie d'un volume dans l'échantillon n°1 avec 19.7% de porosités et 20.3% de particules de niobium; (a.) volume complet avec l'alliage TiNb (bleu), les particules de Nb (jaune) et les porosités (vides) et (b.) particules de Nb du volume seules

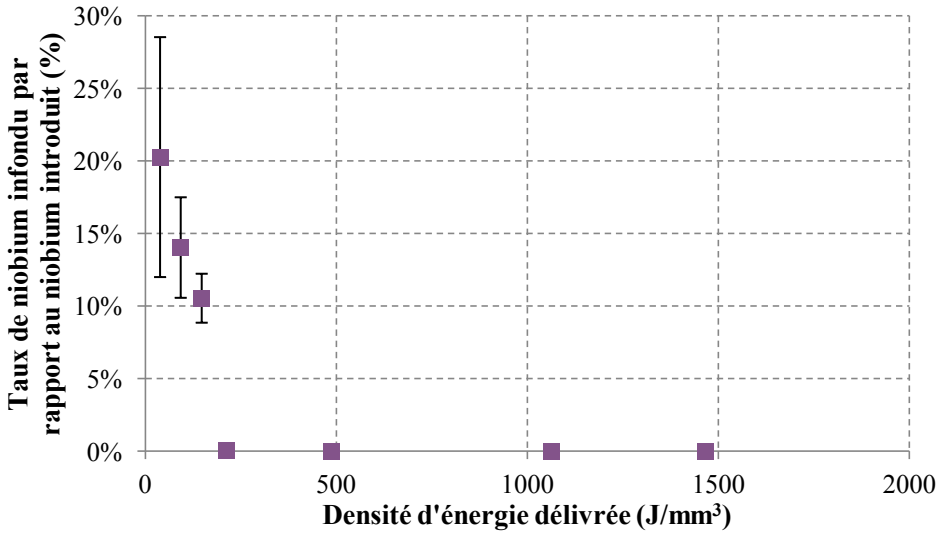


Figure 58 : Représentation du taux de Nb infondu en fonction de la densité d'énergie délivrée

Le taux de niobium partiellement fondu à la fin du processus montre une tendance décroissante similaire à celle observée pour la porosité. Les particules partiellement fondues représentent moins de 1 % de la totalité de la masse de niobium dans l'alliage quand l'énergie utilisée est supérieure à 210 J/mm^3. Les caractéristiques observées sont très proches pour les quatre derniers échantillons.

3.2.3.2 Analyse de la microstructure et des phases en présence

Les phases en présence dans les matériaux ainsi élaborés ont été analysées par diffraction des rayons X. Les diffractogrammes obtenus pour la poudre, l'échantillon indexé n°1 (39 J/mm^3) et celui indexé n°4 (214 J/mm^3) sont présentés en figure 59.

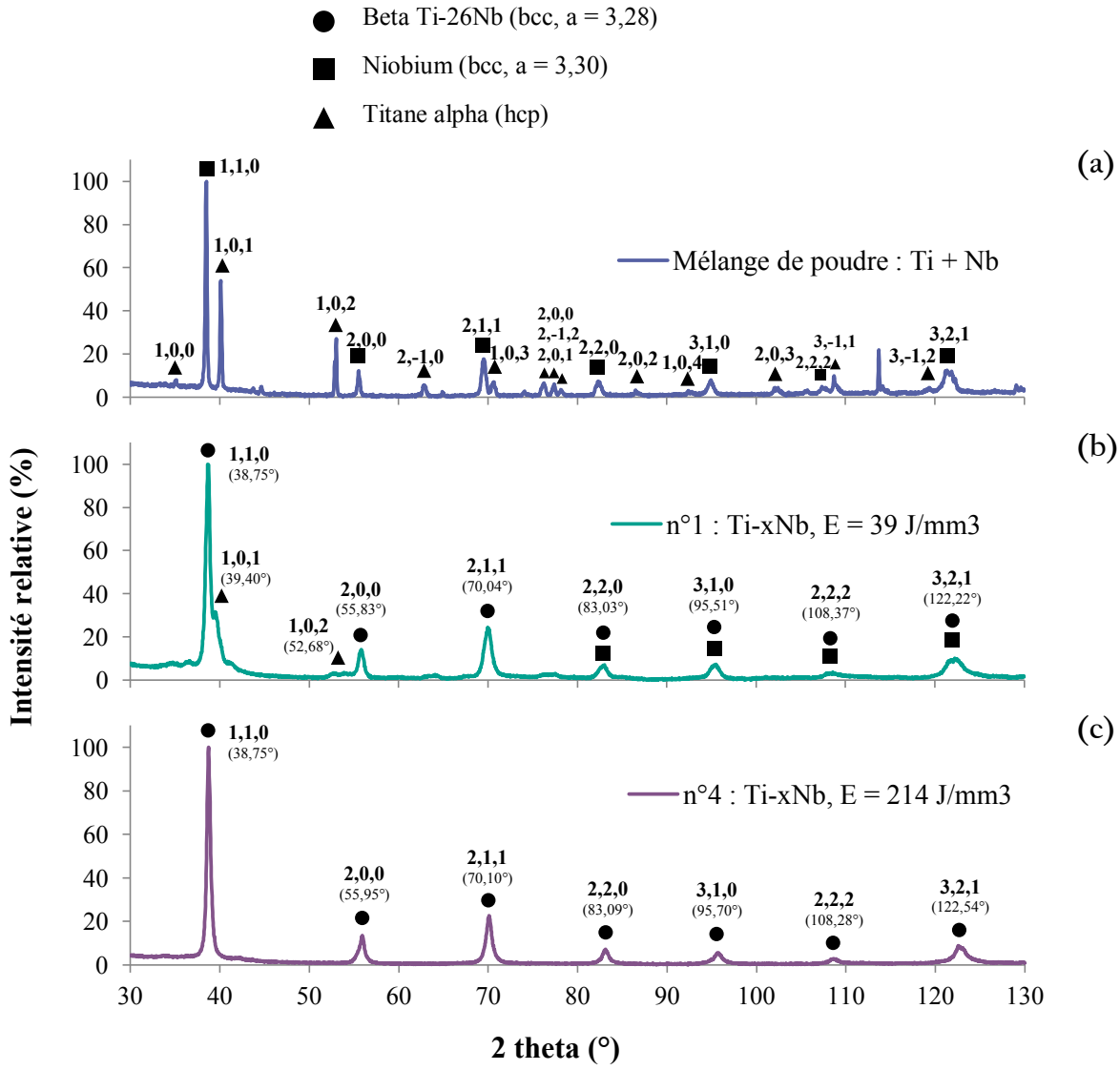


Figure 59 : Diffractogrammes RX pour le mélange de poudre (a) et pour les échantillons obtenus à différents niveaux d'énergie : 39 J/mm^3 (b) et 214 J/mm^3 (c)

Les deux phases α_{hcp} et β_{bcc} correspondant au titane hexagonal et au niobium cubique centré ont été identifiées dans la poudre.

Dans les échantillons produits, lorsque l'énergie apportée augmente, le diffractogramme montre l'élimination de la phase α du titane. Dans l'échantillon fabriqué avec une énergie de 39 J/mm^3, non-homogène et non-compact, le niobium bcc et une phase β_{bcc} Ti-*x*Nb sont présents. Les pics identifiés, correspondant à une phase β_{bcc} Ti-*x*Nb, présentent un élargissement à la base. Cette singularité est liée à la présence de niobium, son paramètre de maille (3,30) étant proche de celui de la phase β_{bcc} Ti-*x*Nb (3,28).

La seule phase présente dans l'échantillon fabriqué à 214 J/mm^3 est la phase β du Ti-26Nb. L'absence de phase α'' confirme que l'alliage contient bien un pourcentage de niobium supérieur à 25 % [78]. De plus, ceci montre que les vitesses de refroidissement sont suffisamment rapides pour retenir la phase β-métastable à température ambiante. Le paramètre de maille a été recalculé avec le diffractogramme expérimental ; il est de a = 3,289 ± 0.001 Å et est cohérant avec le paramètre du Ti-26Nb beta-métastable. Toutefois, cette information seule n'est pas suffisante pour prouver la composition exacte de l'alliage car le paramètre de maille β ne varie pas beaucoup avec le taux de Nb [78]. Le taux de Nb de 26 %at. ou 40,5 %m. est confirmé par la quantification EDX en figure 60.

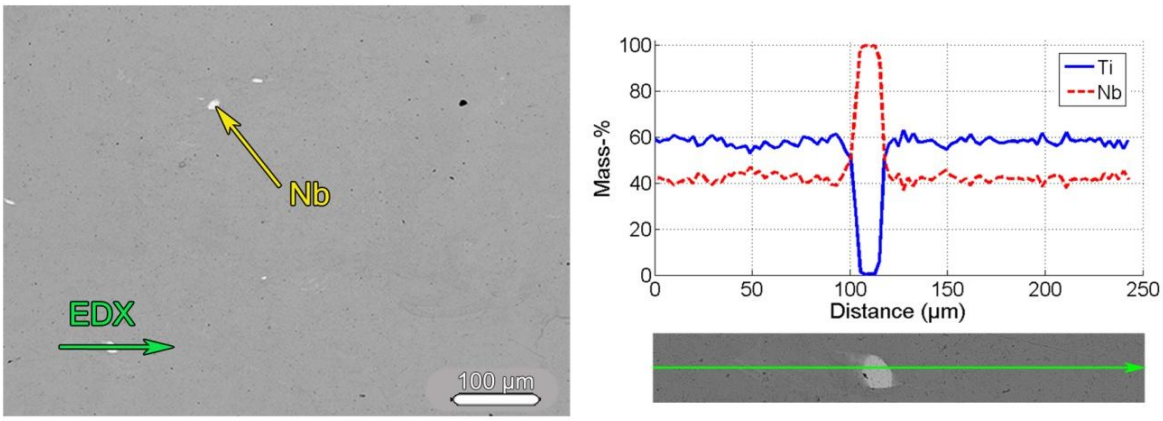


Figure 60 : Analyse EDX de l'échantillon n°4

Cette analyse montre que l'échantillon présente très peu de nodules de niobium infondus avec une taille relativement insignifiante. La quantification a aussi permis d'évaluer le phénomène de diffusion : la diffusion du Nb autour de la particule est réduite approximativement à 5 µm. Dans la matrice, l'alliage a la composition attendue de 40,5 %m de niobium.

L'échantillon n°4 fait l'objet d'une étude plus approfondie de la microstructure.

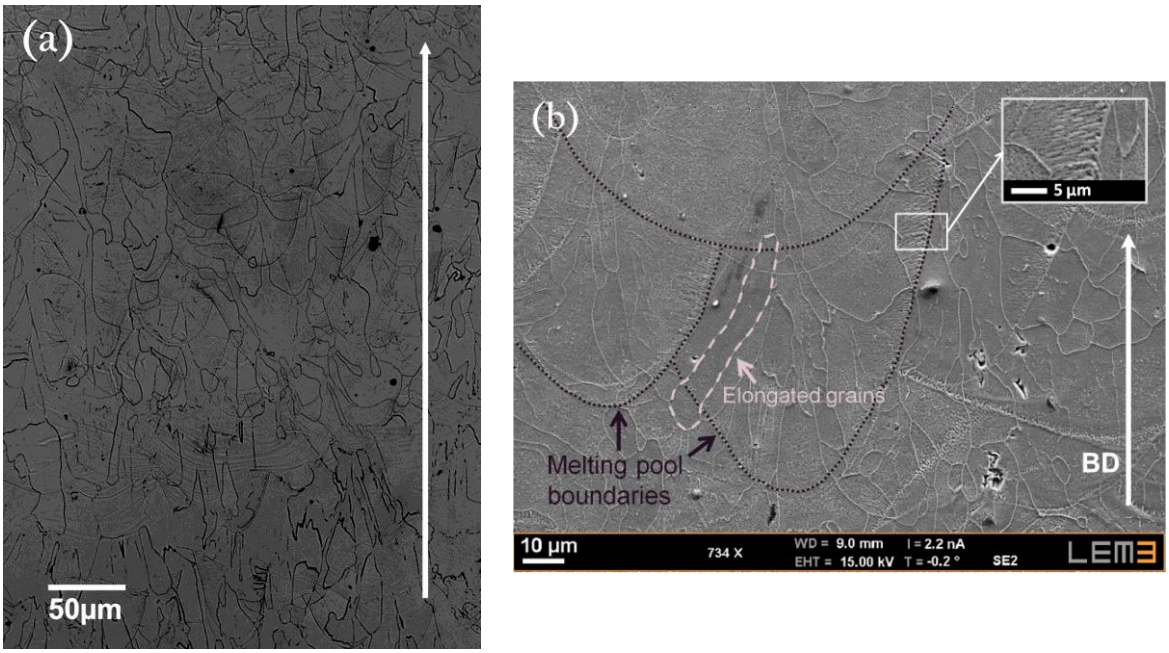


Figure 61 : Microstructures observées dans le plan latéral (coupe xz), en microscopie optique (a) et en microscopie électronique à balayage (b), BD étant la direction de construction

La microstructure est constituée de grains β allongés mais non-colonnaires. Cette microstructure est très différente de celle observée en Ti-6Al-4V fondu par SLM [95]. La longueur des grains, proche de 100 µm est plus importante que l'épaisseur des couches déposées. Ceci est le résultat d'une refusion de la couche précédente. Dans les images MEB, les limites des bains de fusion sont visibles. La plupart des grains ont crû de manière épitaxique, perpendiculairement et à travers les limites des bains de fusion. Les grains sont dirigés en direction du centre du dessus du bain de fusion. Ce schéma de croissance est similaire à celui qu'ont obtenu Vrancken et al. [106] pour leur élaboration *in situ* d'un alliage β à partir d'un mélange de poudre de Ti-6Al-4V ELI avec 10 %m. de poudre de Mo.

De plus, le long des limites des bains de fusion, des hachures espacées de moins d'un micromètre, perpendiculaires aux limites des lignes de scan sont visibles. Elles peuvent être identifiées comme étant des sous-structures liées à la solidification ou des micro-ségrégations. La résolution de l'EDX ne permet pas de confirmer ces hypothèses. Le même type de phénomène est observé par Vrancken et al. [106] ; il est probablement lié au processus de fusion - solidification qui est influencé par la couche précédente qui refond et se re-solidifie en même temps.

La texture a été analysée en EBSD sur 2 plans de coupe (figure 62 et figure 63) afin de mettre en évidence une orientation cristallographique privilégiée. La croissance cristalline s'effectue généralement suivant le gradient de température maximal dans la direction <100>, qui est la direction de croissance favorable pour les cristaux cubiques centrés. Pour les procédés de fabrication additive laser, cette direction de croissance est généralement la direction de construction [93].

Les analyses EBSD révèlent une figure de pôle (figure 64) identique à la projection stéréographique du cristal cubique centré de type « cube sur face ». Cela correspond à une orientation {001}<100>. Dans ce cas, la direction [001] est parallèle à la direction de construction et une direction de la famille <100> parallèle à x et à y. Le système d'axes de l'échantillon est donc identique à celui du cristal cubique centré.

En outre, les images EBSD permettent de confirmer la morphologie des grains déjà analysée en vue latérale (identique à une vue de face). Dans le plan *xy*, on observe un schéma de damier, caractéristique de la stratégie de balayage en *cross-hatching* avec rotation de 90° entre les couches.

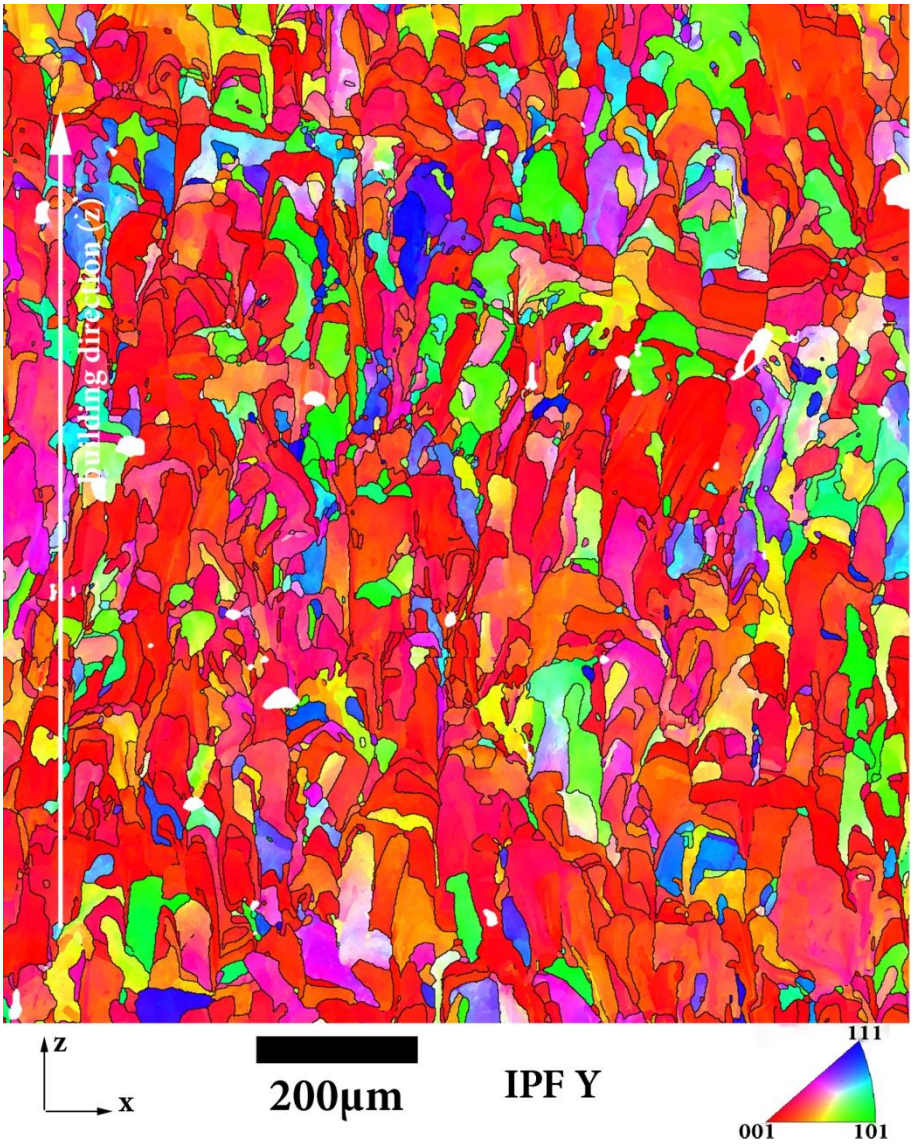


Figure 62 : Carte EBSD en IPF Y, vue de côté de l'échantillon : plan xz

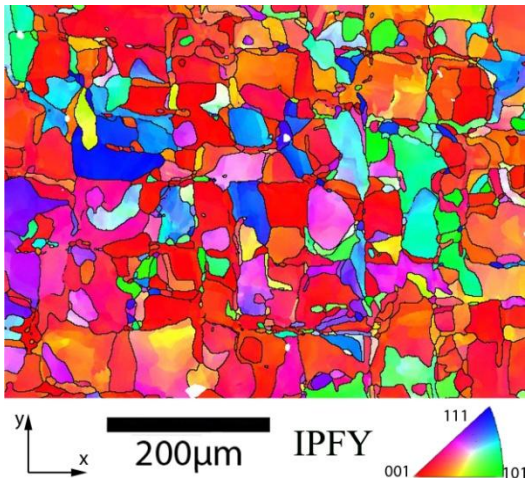


Figure 63 : Carte EBSD en IPF Y, vue du dessus de l'échantillon : plan xy

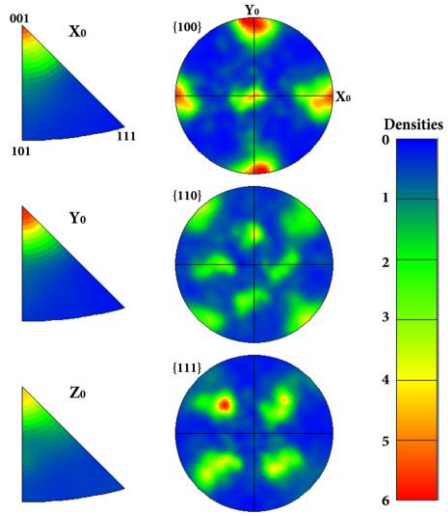


Figure 64 : Figures de pôle et figures de pôle inverse

3.2.4 Propriétés mécaniques

3.2.4.1 Essais de compression

Des essais de compression sont réalisés sur des échantillons de Ti-26Nb fabriqués par SLM et sont comparés à des échantillons de référence obtenus par fusion en creuset froid et ayant subi un traitement thermique de mise en solution sous argon suivi d'une trempe à l'eau (ST). Chaque essai est répété 3 fois.

Des cycles de compression charge-décharge à déformation imposée croissante sont réalisés. Les courbes contrainte - déformation obtenues sont représentées en figure 65. Le tableau 5 récapitule les modules de Young relevés.

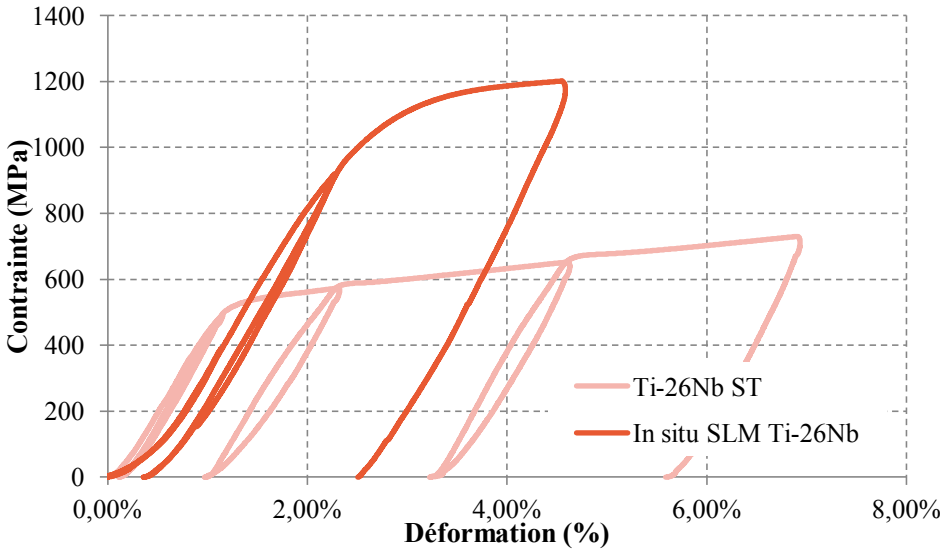


Figure 65 : Courbes contrainte - déformation sur le Ti-26Nb obtenu in situ à partir de poudres non sphériques et sur des matériaux de référence

Tableau 5 : Valeurs relevées sur les courbes de contrainte - déformation de compression

Matériau	Module d'élasticité E (GPa)	Résistance maximale σ_m (MPa)	Limite d'élasticité $\sigma_{0,2}$ (MPa)	$\frac{\sigma_{0,2}}{E}$
Ti-26Nb ST	55,3 ± 1,0	700 ± 30	510 ± 20	9×10^{-3}
Ti-26Nb SLM	57,6 ± 2,3	1200 ± 60	1000 ± 50	17×10^{-3}

Les modules de Young sont mesurés en prenant la pente de la tangente pendant les cycles de déchargement. Ils montrent que les propriétés élastiques après la mise en œuvre des deux procédés sont très proches. Toutefois, la résistance mécanique est considérablement plus élevée pour les échantillons obtenus en SLM avec une différence de 500 MPa. Cet écart peut être causé par une présence d'oxygène dans la matière : provenant de la poudre initiale qui, issue de broyage, contenait

déjà 4600 ppm d'oxygène (tableau 3) et captée par la matière en fusion au cours du procédé. En effet, l'oxygène a un effet durcissant sur les alliages de titane : il modifie l'apparence des courbes contraintes - déformation en faisant augmenter de manière importante leur résistance mécanique et parfois leur module d'élasticité [81], [154]–[156]. Ici, la présence d'oxygène est presque 4 fois plus importante dans l'échantillon élaboré par SLM que dans l'échantillon ST (tableau 6) et permet d'expliquer la différence de résistance. Le module d'élasticité n'est en revanche pas affecté par la variation d'oxygène. Il en résulte une augmentation du ratio $\frac{\sigma}{E}$ i.e. la déformation élastique qui est recherchée pour les applications visées.

Tableau 6 : Analyse chimique de l'échantillon élaboré in situ

Elément	H	N	O
Ti-26Nb ST (ppm)	174	652	1246 ± 40
Ti-26Nb élaboré *in situ* (ppm)	156	1130	5910

3.2.4.2 Mesures de module de Young par ultrasons

Les propriétés mécaniques de ces échantillons ont été également obtenues par mesures par ultrasons. Cette technique présente l'avantage d'être une technique non destructive qui permet de répéter les mesures sur un même échantillon. Les modules de Young ont ainsi pu être mesurés dans les trois directions pour détecter une éventuelle anisotropie.

Au préalable, des mesures ont été réalisées sur des matériaux de référence, à savoir un alliage de titane Ti-6Al-4V, un alliage de titane-niobium Ti-26Nb ST. Les propriétés mécaniques en compression de ces matériaux sont connues : nous avons mesuré par essais de compression, un module de 100 GPa sur le Ti-6Al-4V et un module de 55,3 GPa sur le Ti-26Nb ST.

La densité des échantillons, supposés homogènes, est calculée par la mesure de leurs dimensions et de leur masse avec l'équation 10:

$$\rho = \frac{m}{V} \qquad \textit{Équation 10}$$

Les résultats sont consignés dans le tableau 7.

Tableau 7 : Caractéristiques mécaniques des matériaux de référence et du Ti-26Nb SLM mesurées à partir d'essais ultrasonores

		ρ (kg/m^3)	V_L (m/s)	V_T (m/s)	E (GPa)	G (GPa)	υ
Titane pur		4510	5648±9	3173±3	115,3±0,4	45,2±0,1	0,27
Ti-26Nb coulé ST		5568	4755±6	2146±3	70,4±0,3	25,6±0,1	0,37
Ti-26Nb SLM *in situ*	x	5480	4361±12	2271±7	74,3±0,8	28,3±0,3	0,31
	y	5480	4304±11	2302±7	75,5±0 ,8	29,0±0,3	0,30
	z	5480	4763±6	2262±3	75,9±0,6	28,0±0,2	0,35

Les valeurs de module obtenues sur les matériaux de référence sont globalement légèrement supérieures à celles que l'on pourrait obtenir par la mise en œuvre d'un essai mécanique mais semblent cohérentes [148]. Les résultats, sur le Ti-26Nb élaboré par SLM, montrent des valeurs de module d'élasticité très proches dans les trois directions avec un module moyen de 75,2 ± 0,8 GPa. Le module de Young des échantillons de Ti-26Nb élaborés *in situ* en SLM s'avère être similaire à celui mesuré dans l'échantillon Ti-26Nb ST. Il n'y a pas d'anisotropie des propriétés élastiques. Ce résultat est en accord avec les observations issues des analyses EBSD. En effet, l'échantillon présentant une texture {001}<100>, que la mesure soit réalisée en x, y ou z, la direction analysée demeure perpendiculaire à la même famille de plans {100}. Les trois directions sont équivalentes.

Tane et al [72] ont étudié les propriétés élastiques de monocristaux d'alliages β de TNTZ dans le but d'améliorer le design et la conception de dispositifs médicaux implantables. Ils sont partis du principe que le module de Young dans une direction spécifique de l'implant peut être réduit par l'orientation dans cette même direction, d'une direction cristallographique spécifique pour laquelle le module est bas. Ils ont montré que pour différents alliages de titane β, même si la valeur du module d'élasticité dépend de la composition de l'alliage, son évolution en fonction de la direction présente le même comportement. Le module le plus bas est dans la direction <100> et le plus haut dans la direction <111>. Ainsi, un bas module pourra être obtenu dans les implants par la texture en orientant la direction de chargement avec la direction cristallographique <100> et limitera le phénomène de *stress-shielding*.

3.2.5 Conclusion de l'étude sur poudres non sphériques

Dans cette première partie de l'étude, il a été montré qu'il était possible de réaliser des alliages de Ti-Nb à partir de poudres élémentaires non-sphériques et possédant des températures de fusion éloignées sous réserve d'avoir des distributions granulométriques distinctes qui tiennent compte des différences de températures de fusion. L'étude de la microstructure a mis en avant une forte texture « cube » ou

les directions cristallographiques <100> sont alignées avec le repère de l'échantillon x, y et z c'est-à-dire les deux directions des passes laser et la direction de construction. Les essais mécaniques ont montré la conservation des propriétés élastiques de l'alliage Ti-26Nb dans son état de référence (ST) mais avec une résistance mécanique supérieure. De plus, la texture particulière des échantillons élaborés les rend propice à la fabrication de dispositifs médicaux implantables à bas module.

La suite de cette étude porte sur l'analyse et l'optimisation des paramètres du procédé avec l'utilisation de poudres élémentaires sphériques, plus classiquement utilisées en SLM.

3.3 Poudres sphériques

3.3.1 Préparation de la poudre

Pour cette seconde partie de l'étude, des poudres sphériques ont été achetées chez TLS Technik pour le titane et chez Tekna pour le niobium. Le titane pur est issu d'une atomisation classique. Le niobium a, quant à lui, subi un traitement de sphéroïdisation afin d'obtenir une poudre sphérique à partir de particules broyées.

Les distributions granulométriques des poudres sont analysées au LERMPS (2.2.1) et présentées en figure 66. La taille des particules de titane est de D_{10} = 56,1 µm, D_{50} = 40,5 µm et D_{90} = 60,1 µm. Les particules de niobium, plus petites ont un diamètre moyen de D_{50} = 33,7 µm avec des bornes à D_{10} = 25,9 µm et D_{90} = 46,4 µm.

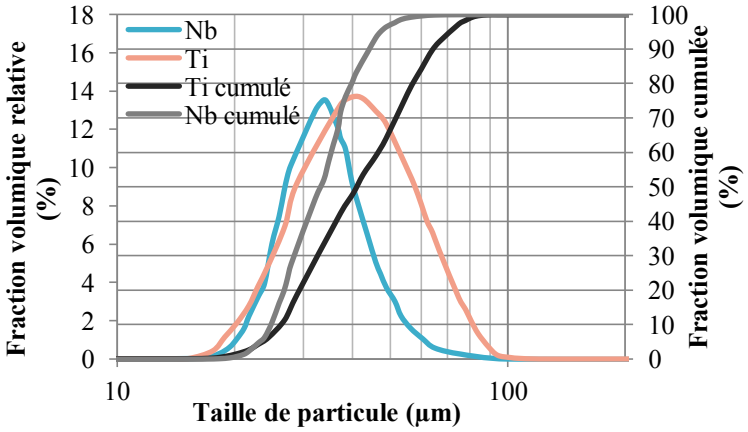


Figure 66 : Granulométrie des deux poudres Ti et Nb

La réalisation des mélanges de poudres s'effectue en plusieurs étapes : tamisage, pesées, mélange.

Figure 67 : Etapes pour le mélange des poudres (a) tamisage, (b) pesée, (c) mélange

Les deux premières étapes s'effectuent en boîte à gants sous atmosphère protectrice d'argon. La boîte à gants est destinée à la manipulation de produits sensibles à l'oxygène O_2 et à l'humidité H_2O. Elle permet de manipuler les poudres de titane et de niobium, particulièrement réactives, dans une atmosphère gazeuse neutre pour éviter le risque d'inflammation.

Les pots de poudres élémentaires sont introduits dans la boîte à gants par le sas. Les deux poudres sont tamisées pour enlever d'éventuelles impuretés ou agrégats. Celle de niobium dont la granulométrie théorique est inférieure à 45 µm est tamisée à 50 µm, et celle de titane dont la granulométrie théorique est comprise entre 10 et 65 µm est tamisée à 100 µm.

Les mélanges sont réalisés dans des récipients d'un litre remplis de 500cc de poudre non tassée (elle occuperait un volume de 50% du pot si la compacité de la poudre était de 100%). En réalité, elle occupe un volume supérieur à 500 mL : le volume de poudre « apparent » rempli 70 % du pot. Les matériaux purs sont pesés successivement de manière à obtenir la composition 59,5Ti-40,5Nb(%m.) (Nb = 1137 g, Ti = 1667 g) puis déversés dans le pot pour mélange. Les pots sont fermés dans la boîte à gants pour être mélangés ultérieurement.

Le mélange s'effectue dans un mélangeur tridimensionnel Turbula T2F à vitesse de 34tr/min. Des échantillons sont prélevés à 15 min, 30 min, 60 min et 180 min pour analyse de l'homogénéité du mélange. Les échantillons sont analysés en micro-tomographie RX et les pourcentages volumiques de chaque matériau sont mesurés et rapportés à un pourcentage massique (figure 68). Dès 15 min de mélange, la composition désirée est atteinte, le mélange est homogène (figure 69).

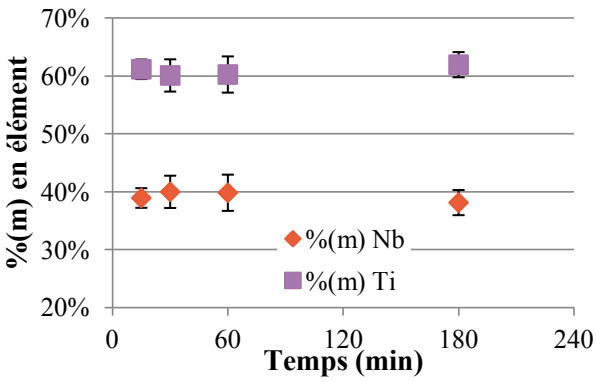


Figure 68 : Pourcentages massiques de particules de Ti et de Nb en fonction du temps de mélange

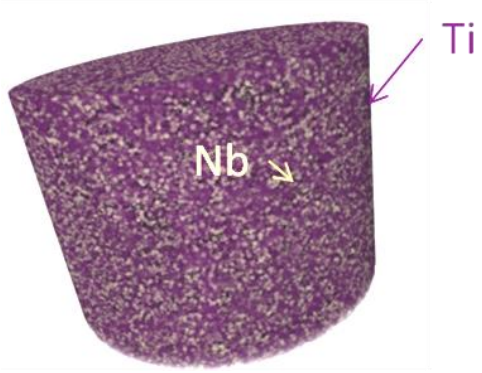


Figure 69 : Reconstruction tomographique d'un échantillon de mélange de poudres (Nb en blanc, Ti en violet)

La forme des poudres dans le mélange est vérifiée par des observations au microscope électronique à balayage (figure 70). Les poudres sont bien sphériques, elles ne présentent pas de satellites et la distribution des tailles de particules est large, avec des grains de niobium globalement plus petits que ceux de titane. La forme sphérique des poudres présume d'une bonne coulabilité et, associée à sa distribution en taille, avec des particules moyennes mais aussi quelques plus petites qui viendront combler les espaces, une compacité du lit de poudre satisfaisante est attendue. De bonnes conditions semblant réunies pour la fusion et le niobium étant déjà plus petit que le titane, il a été décidé de ne pas tamiser la poudre de niobium avec un tamis plus fin.

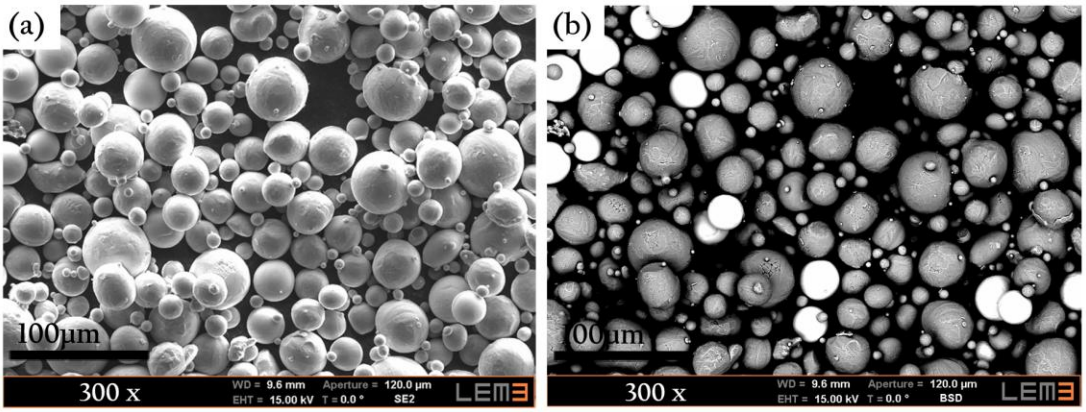


Figure 70 : Images MEB de la poudre (a.) contraste topologique, (b.) contraste de composition

Tableau 8 : Dosage des poudres en hydrogène, azote et oxygène

Elément	H	N	O
Nb (ppm)	20 ± 4	80 ± 20	1050 ± 36
Ti (ppm)	20 ± 4	100 ± 20	1700 ± 45

3.3.2 Optimisation des paramètres de fabrication : les campagnes d'essais

Pour cette seconde partie de l'étude, nous utilisons la machine SLM Solutions SLM280HL et des poudres sphériques. Il est nécessaire de redéfinir les jeux de paramètres de fusion adaptés. La méthodologie expérimentale s'appuie sur des plans d'expériences de Box Benhken à 3 paramètres à 3 niveaux qui permettent d'évaluer l'effet des paramètres sur l'homogénéité de l'alliage. La méthode d'élaboration des plans est expliquée en 2.1.4. Les paramètres balayés sont la puissance du laser P (W), la vitesse de balayage v (mm/s), la distance entre les passes h (mm). L'épaisseur de couche et les stratégies de scan sont fixées.

Trois campagnes d'essais successives ont été réalisées.

3.3.2.1 Premier plan d'expériences

Pour la première campagne, les niveaux des variables étaient les suivants : P = 100 - 175 - 250 W, v = 400 – 775 – 1150 mm/s, h = 0,08 – 0,12 – 0,16 mm. L'épaisseur de couche a été fixée à 30xµm et une stratégie en hachures croisées avec rotation de 67° entre chaque couche a été utilisée. Les densités d'énergie ainsi balayées s'étalent entre 20 J/mm^3 et 180 J/mm^3. La part de niobium infondu ainsi que le taux de porosité ont été analysés dans chacun des échantillons par micro-tomographie aux rayons X. Le graphe en figure 71 présente la part de niobium infondu en fonction de la densité d'énergie. Ces résultats montrent que les niveaux d'énergie employés sont largement insuffisants pour fondre le niobium. Ils ne seront donc pas présentés en détails.

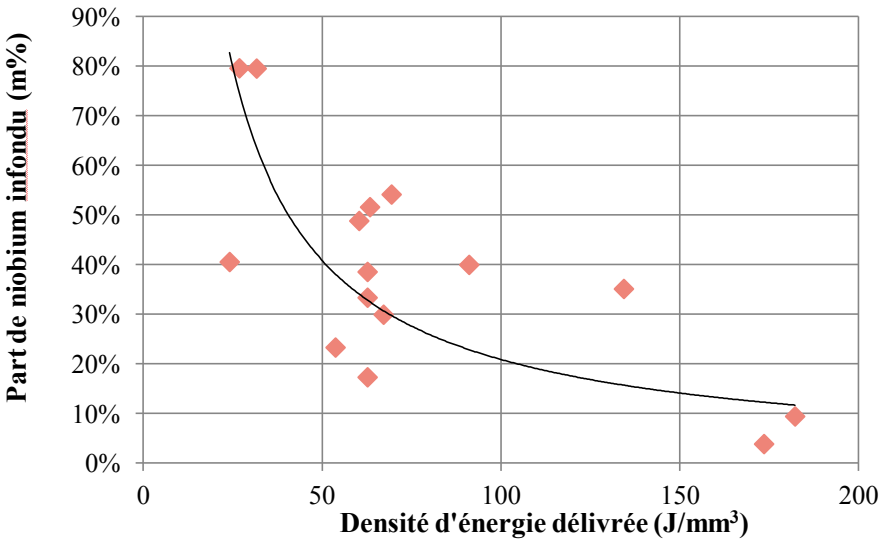


Figure 71 : Part de niobium infondu en fonction de la densité d'énergie apportée - Première campagne d'essais

3.3.2.2 Second plan d'expériences

Le second plan d'expériences a permis de balayer des niveaux d'énergies plus élevés, de 150 J/mm^3 à 2500 J/mm^3 avec P = 200 – 300 – 400 W, v = 100 – 450 – 800 mm/s, h = 0,04 – 0,06 – 0,08 mm. L'épaisseur de couche était à nouveau de 30 µm avec une stratégie en hachures croisées avec une rotation de 67° entre les couches. Certains sets de paramètres générés par le plan d'expériences ont été éliminés car ils menaient à des niveaux d'énergie trop élevés qui auraient pu provoquer une oxydation excessive, des déformations dans les pièces, des contraintes importantes ou de la porosité et des états de surface dégradés. Une pièce déformée ou qui se détache du plateau provoque un risque pour tout le *job* : elle peut abimer le joint du racleur et compromettre l'étalement de l'ensemble des couches de poudre.

Des échantillons de forme cylindriques sont élaborés pour les analyses tomographiques et des cubes pour des analyses de microstructure (MEB, DRX, EBSD) (figure 72).

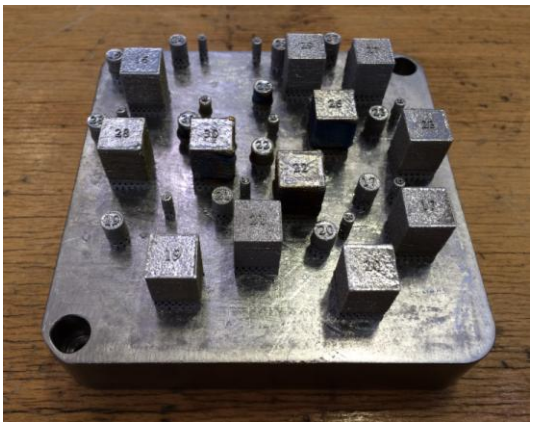


Figure 72 : Pièces élaborées pour le second plan d'expériences

Les taux de niobium infondu et de porosité sont à nouveau analysés par tomographie. La part de niobium infondu en fonction de l'énergie est présentée en figure 73.

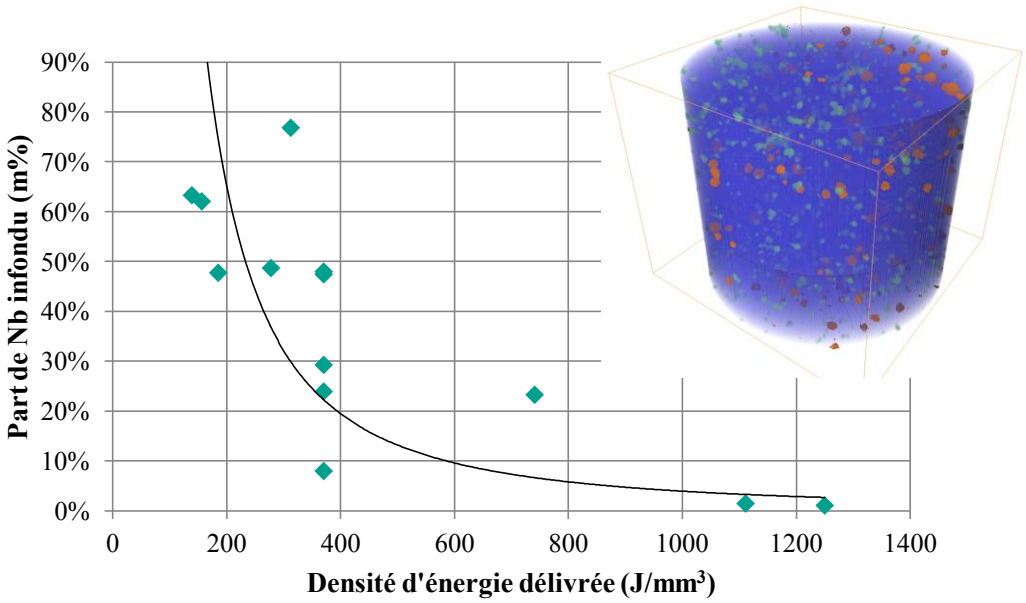


Figure 73 : Part de niobium infondu en fonction de la densité d'énergie apportée - Seconde campagne d'essais

On observe une décroissance globale de la portion non-fondue avec l'augmentation de la densité d'énergie. On peut par ailleurs remarquer que ces points ne s'inscrivent pas dans une continuité avec ceux du premier plan d'expériences. Il est vrai que l'on peut observer une certaine dispersion dans les résultats qui est liée en partie au procédé et à sa répétabilité mais elle ne suffit pas à elle seule à expliquer un tel écart. Une hypothèse pour l'expliquer ce résultat mettrait en cause l'acquisition et le traitement des données de tomographie. En effet, les conditions d'acquisition en tomographies ont une influence importante sur la résolution et le contraste des images obtenues et donc sur leur post-traitement. Pour les acquisitions sur les échantillons du premier plan d'expériences, une cible en béryllium et un filament LAB6 étaient en place dans le tomographe et le filament était en fin de vie. Le contraste et la résolution des images obtenues n'étaient donc pas idéaux. Pour cela, un certain nombre de particules ont pu être non détectées ou leur taille être sous-estimée. Pour les acquisitions des échantillons du second plan d'expériences, un filament neuf de tungstène ainsi qu'une cible diamant permettant une tension d'accélération et un flux d'énergie plus importants, ont été mis en place. La qualité des images en termes de résolution et de contraste était bien meilleure et a permis de détecter l'ensemble des hétérogénéités. Au final, la quantité de niobium non fondu a probablement été sous-estimée dans le cas de la première campagne d'essais.

Néanmoins, une dispersion importante est observée. Le paramètre seul de l'énergie ne suffit pas a discriminer les paramètres. L'analyse des graphes des effets, issus de la méthode des plans d'expériences (figure 74) suggère que le paramètre le plus important pour la fusion du niobium est la vitesse de balayage du lit de poudre. La puissance a une influence a priori moins grande mais son augmentation fait continuellement décroître la portion de particules infondues. La distance entre

hachures, tant qu'à elle, améliore l'homogénéité lorsqu'elle est réduite. Elle semble néanmoins se stabiliser à partir de 0,06 mm et la réduire plus n'est pas nécessaire.

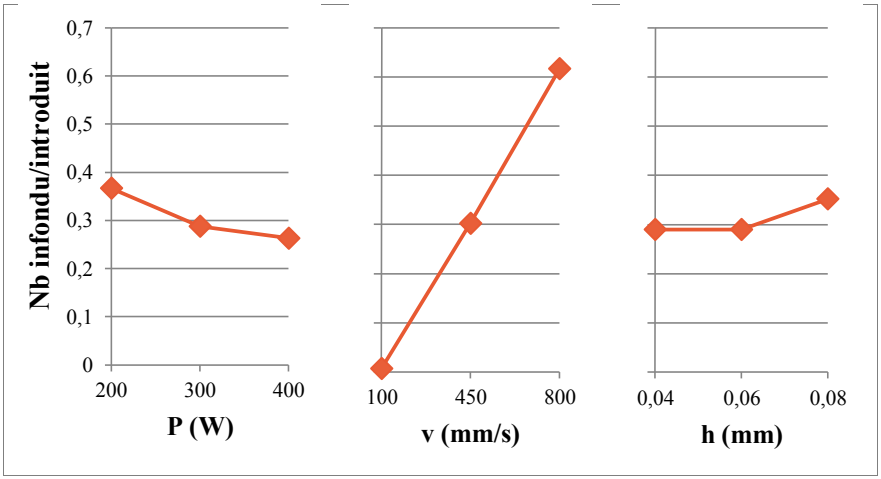


Figure 74 : Graphe des effets pour le second plan d'expériences

Il est essentiel de trouver le bon compromis, entre une énergie suffisante pour entraîner la fusion du niobium et une énergie suffisamment faible pour ne pas entraîner de déformation ou d'oxydation excessive des pièces. La figure 73 montre qu'il faudra se situer au-dessus de 400 J/mm^3 pour espérer obtenir des pièces homogènes et en-dessous de 1000 J/mm^3 pour éviter l'oxydation. Nous choisissons d'utiliser une puissance autour de 300 W, d'une vitesse inférieure à 450 mm/s et d'une distance entre hachures de 0,06 mm. La troisième campagne se situera donc dans cette plage.

D'autre part, si l'on s'intéresse à la compacité des échantillons issus des deux plans d'expériences, on observe une décroissance exponentielle du taux de porosité en fonction de l'énergie délivrée (figure 75). Sous 200 J/mm^3 les résultats présentent une dispersion importante avec 4 échantillons de porosité importante. Sachant qu'il peut y avoir de nombreuses causes à la formation de porosités au cours du procédé, on en déduit que les porosités observées ne sont pas toutes du même type. A des niveaux d'énergie proche, les paramètres de puissance, de vitesse et d'écartement des hachures peuvent être bien différents et donc avoir des effets différents sur le comportement en fusion de la matière. L'étude de la morphologie des porosités, à laquelle on accède par la tomographie et la reconstruction 3D, permet d'analyser leur cause. Sur la figure 75, des reconstructions tomographiques sont représentées pour 2 échantillons avec en orange les porosités et en vert le niobium infondu. Les échantillons à forte porosité proviennent du premier plan d'expériences pour lequel la distance entre les hachures était importante et n'engendrait pas de recouvrement des passes du laser. Le bain de fusion n'était visiblement pas assez étendu pour avoir une jonction avec la passe voisine ce qui a entraîné la formation de porosités allongées. En effet, l'observation d'une « tranche » de l'échantillon d'une centaine de microns permet d'isoler 2 couches successives. On y observe des lignes de porosités et

l'angle de rotation des hachures entre les couches peut même y être retrouvé. Elles correspondent bien à un manque de fusion. A une énergie légèrement plus élevée, et avec des lignes de fusion plus rapprochées, on observe déjà une différence notable dans la forme des porosités. Elles sont sphériques et réparties aléatoirement. Elles sont la conséquence d'autres phénomènes.

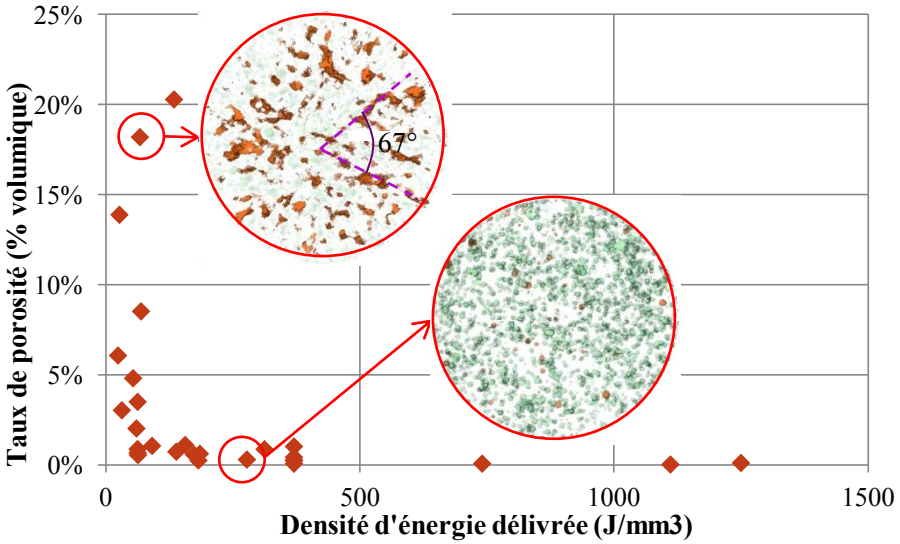


Figure 75 : Taux de porosité en fonction de la densité d'énergie apportée - Première et seconde campagnes d'essais

3.3.2.3 Troisième campagne d'essais

Une troisième campagne d'essais a été réalisée afin de mieux encadrer la zone d'interêt. Celle-ci se base sur les résultats des plans d'expériences précédents. L'épaisseur de couche est à nouveau de 30 µm et la stratégie de balayage en hachures croisées à 67°. La distance entre ces hachures a cette fois été fixée à 0,06 mm afin d'obtenir un recouvrement des passes de 30 %, le diamètre du spot laser étant de 0,08 mm. Pour cette campagne, l'intervalle de recherche étant réduit, la méthode des plans d'expériences n'a pas été employée. Les paramètres de puissance et vitesse ont été variés un par un : P = 250 - 300 - 350 W, v = 200 – 300 – 400 mm/s. A nouveau, la portion de niobium infondu par rapport au niobium introduit a été évaluée par micro-tomographie aux rayons X (figure 77).

Tableau 9 : Paramètres de la troisième campagne d'essais

n°	*P* (W)	*v* (mm/s)	*h* (mm)	*t* (mm)	*E* (J/mm^3)
31	300	300	0,06	0,03	556
32	300	300	0,06	0,03	556
33	300	300	0,06	0,03	556
34	300	**200**	0,06	0,03	833
35	300	**400**	0,06	0,03	417
36	**250**	300	0,06	0,03	463
37	**350**	300	0,06	0,03	648

Figure 76 : Plateau issu de la troisième campagne d'essais

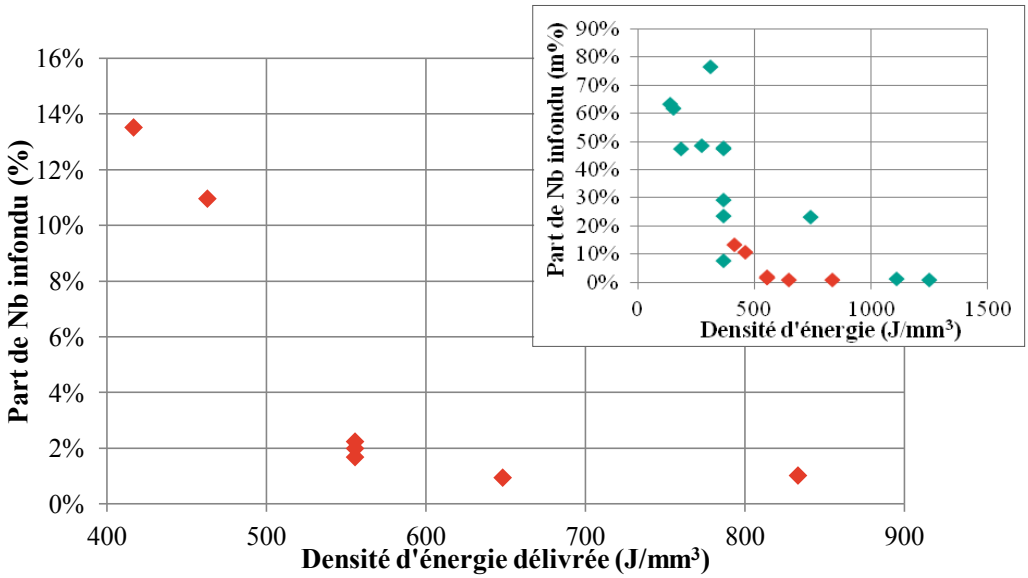


Figure 77 : Part de niobium infondu en fonction de la densité d'énergie apportée - Troisième campagne d'essais

On observe une décroissance de la portion infondue en fonction de la densité d'énergie apportée. Ces nouveaux points s'intègrent bien à ceux du plan d'expériences précédent comme le montre le graphe au coin de la figure 77. Ils complètent les essais précédents. A partir d'un apport de 500 J/mm^3 la part de niobium infondu descend sous les 2 %. Après 600 J/mm^3, elle reste stable avec 1 % d'infondus. Une complète homogénéité n'est pas atteinte. De plus, nous observons que les énergies supérieures à 600 J/mm^3 engendrent une déformation des pièces, une dégradation de l'état de surface et une oxydation. Un très bon compromis est obtenu avec les valeurs de paramètres suivantes : P = 300 W, v = 300 mm/s d'où E = 556 J/mm^3. Il a été reproduit 3 fois et la mesure montre ici une bonne répétabilité. Les 2 % de niobium non-fondus ne modifient que légèrement la composition de l'alliage. En effet, il s'agit de 2 % du niobium initialement introduit, ce qui suggère une matrice avec 39,7 % massique de niobium et 60,3 % massique de titane. On a donc un alliage Ti-25,5Nb(%at.). On s'intéressera plus en détail à l'étude de pièces fabriquées avec ces paramètres.

3.3.3 Propriétés microstructurales

3.3.3.1 Analyses EDX

Des analyses au microscope électronique à balayage et en EDX viennent compléter l'observation des nodules de niobium non fondus (figure 78).

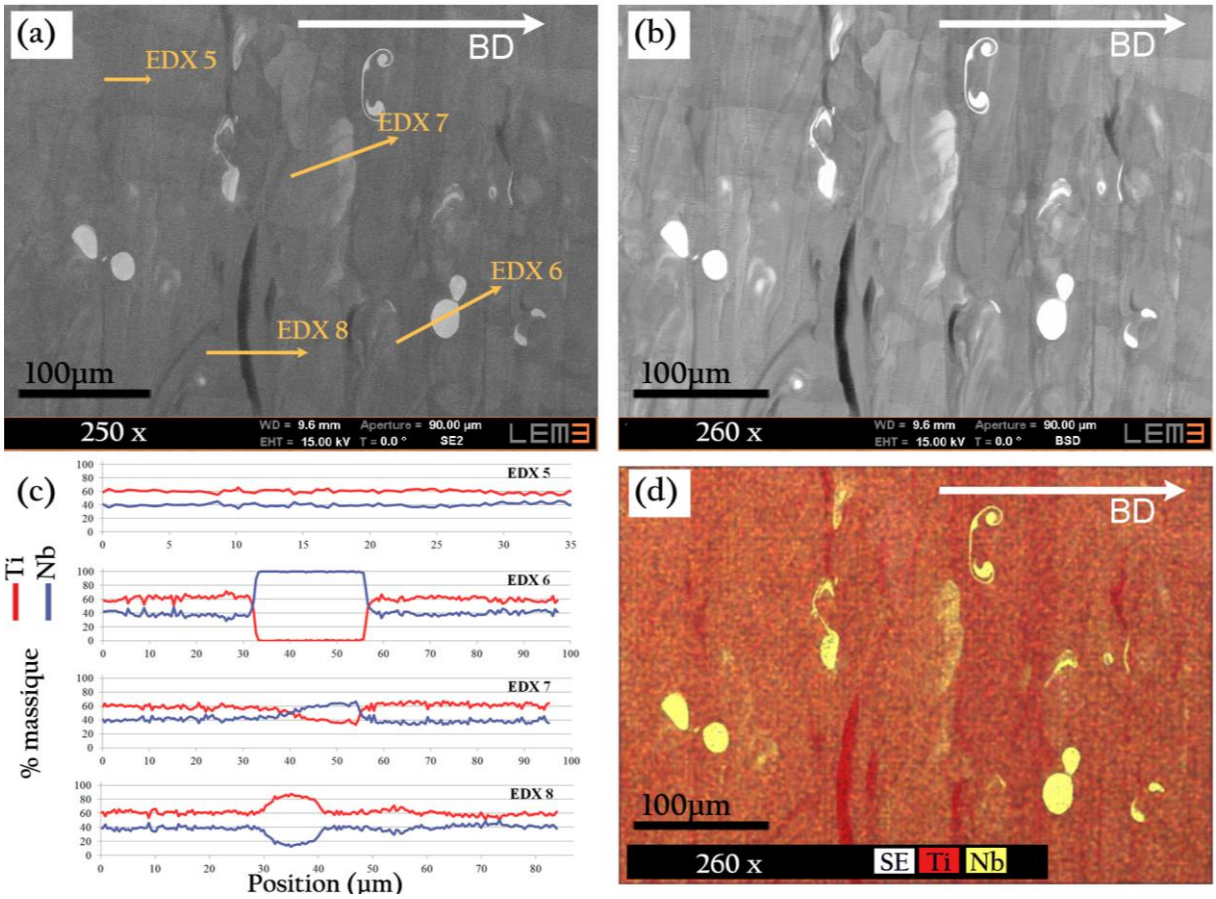


Figure 78 : Analyses de l'échantillon en microscopie éléctronique à balayage image en électrons secondaires (a.), image en électrons rétrodiffusés (b.), profils EDX (c.), cartographie EDX des éléments en présence (d.)

Dans l'alliage élaboré, plusieurs régions sont visibles :

- Régions homogènes : les deux poudres élémentaires ont fondu, les mouvements du bain de fusion ont mené à l'homogénéisation du mélange et à la formation de l'alliage. Le profil EDX mesuré à l'endroit noté EDX 5, montre une composition moyenne de 60 % massique de titane et 40 % massique de niobium.
- Particules de niobium non-fondu : des particules de poudre n'ont pas fondu ou seulement très partiellement. Elles ont conservé leur forme sphérique avec un diamètre de 20 à 30 µm pour la plupart alors que sur d'autre l'impact du laser est visible. Elles semblent être distribuées aléatoirement dans la matrice. Le profil EDX 6 permet l'analyse de l'une de ces particules : 100 % de niobium est mesuré avec une zone de diffusion inexistante.

- Zone riches en niobium : elles apparaissent sous la forme de trainées où le niobium a fondu et s'est seulement partiellement mélangé au titane. Leur répartition dans la matrice et leur position dans le bain de fusion sont également aléatoires. Le profil EDX 7 est relevé dans une telle région, il montre un changement de la composition sur une 20^{ène} de micromètres. Il y a une inversion d'élément majoritaire où le niobium atteint 60 % massique et le titane 40 % massique.
- Zones riches en titane. Sur les images en électrons rétrodiffusés, des zones sombres sont détectées. D'après leur forme en arc, elles semblent être principalement localisées dans le bas des bains de fusion. Le tracé d'une ligne de profil, EDX 8, montre qu'il s'agit de zones plus riches en titane, jusqu'à 80 % massique. Une partie du titane a fondu sans pour autant se mélanger de manière homogène à l'alliage de Ti-Nb.

Les observations précédentes, issues de la tomographie, montraient un taux de niobium infondu de 2 %, ce qui crée une matrice Ti-39,7Nb(%m) ou Ti-25,5Nb(%at). Les analyses EDX renforcent cette estimation. Néanmoins elles montrent la présence de différentes régions d'hétérogénéité et donnent des indices sur le comportement de la matière pendant le processus de fusion sur lit de poudres. Les nodules de niobium qui ont conservé un diamètre du même ordre de grandeur que la granulométrie de la poudre laissent à penser que leur taille était trop importante pour qu'ils puissent fondre. Il aurait été intéressant de comparer les résultats avec l'emploi de mêmes paramètres de SLM mais des particules de niobium plus petites, en tamisant la poudre sous les 30 µm par exemple. Les zones plus riches en niobium ou en titane suggèrent que la matière n'a pas eu le temps de diffuser avant solidification. Une réduction de la vitesse de scan du laser, bien que déjà faible, pourrait potentiellement améliorer l'homogénéité à condition de diminuer par la même sa puissance sous peine d'obtenir des pièces non conformes : trop oxydées ou déformées.

3.3.3.2 Identification des phases

Les phases en présence dans le matériau ainsi élaboré ont été analysées par diffraction des rayons X. Les diffractogrammes obtenus pour la poudre et pour l'échantillon optimisé sont présentés en figure 79. On retrouve dans l'échantillon élaboré de la phase β_{bcc} correspondant à l'alliage de Ti-*x*Nb. La phase hexagonale du titane présente dans la poudre a totalement disparu.

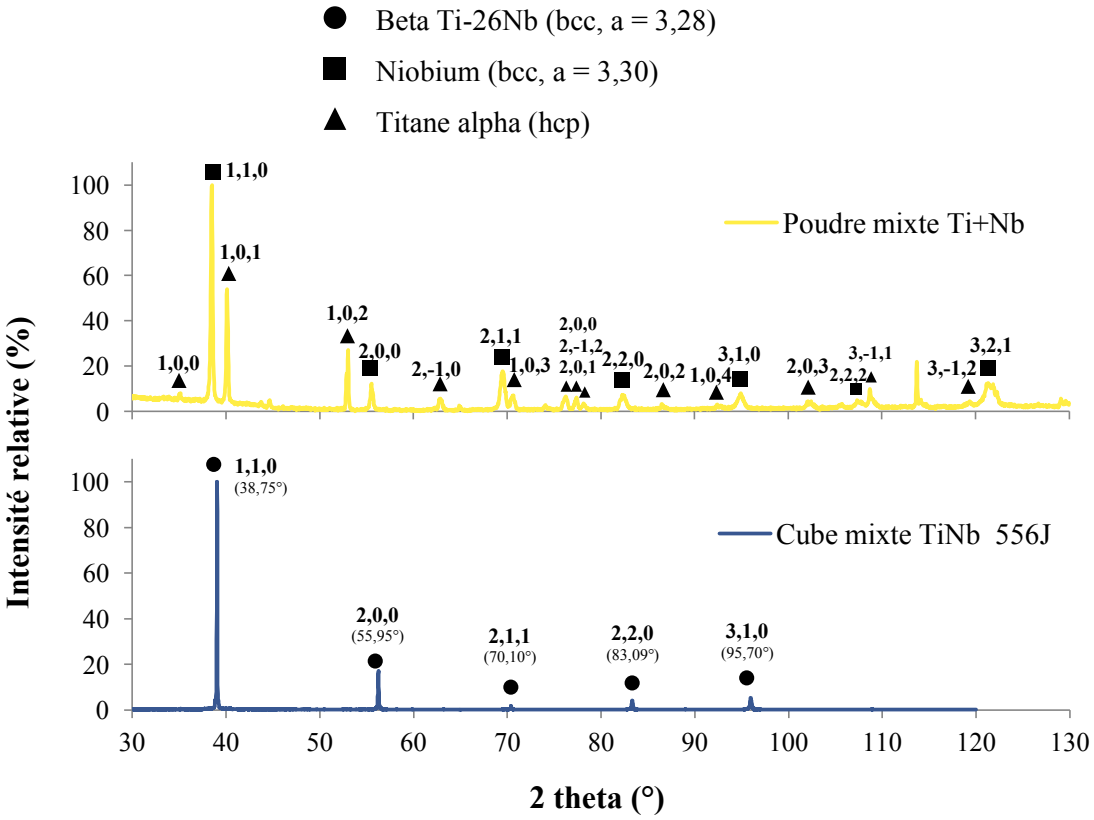


Figure 79 : Diffractogrammes obtenus pour la poudre et l'échantillon élaboré

3.3.3.3 Analyse de la microstructure

Sur les images réalisées au microscope électronique à balayage (figure 80), la morphologie des grains ainsi que la forme des bains de fusion peuvent être analysées.

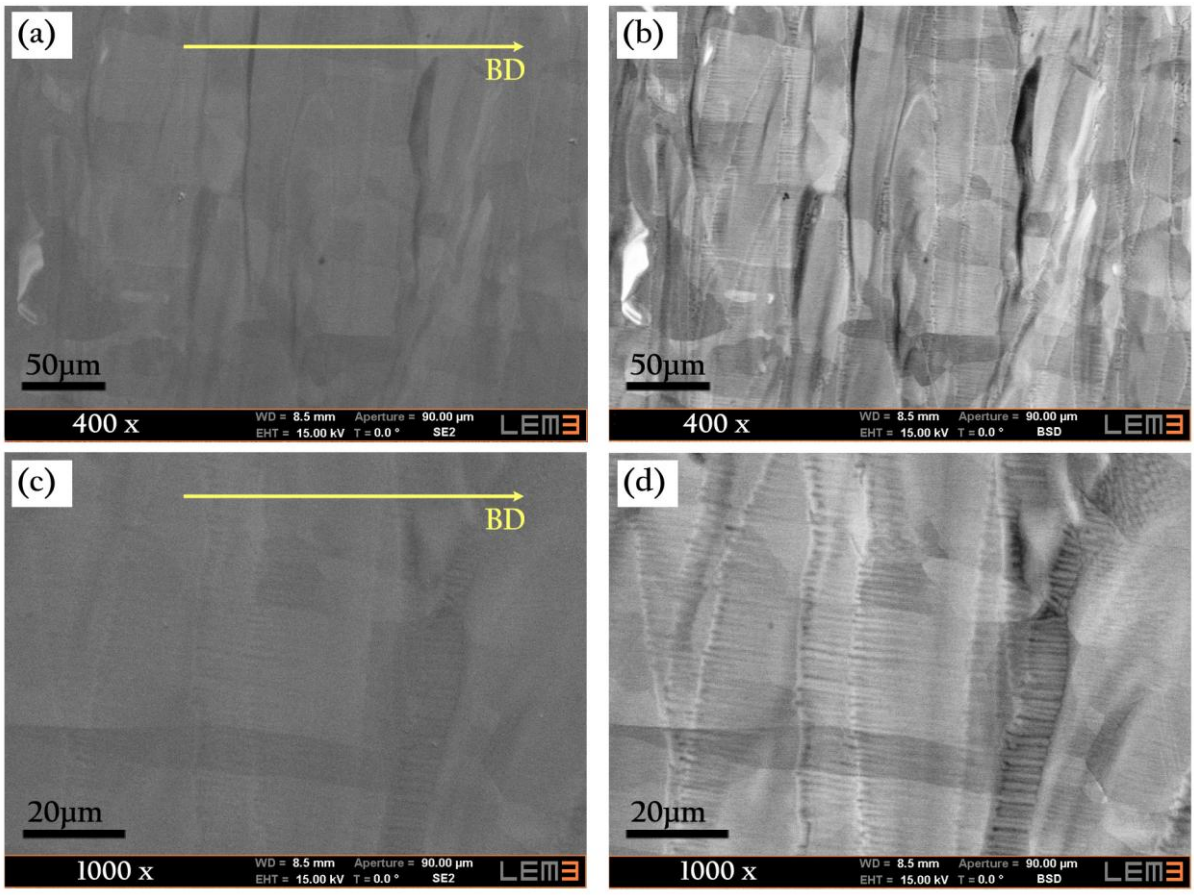


Figure 80 : Microstructure observée sur un échantillon de Ti-26Nb élaboré in situ en SLM (BD : direction de construction)

Le contraste cristallographique fait ressortir des grains de taille importante et de forme légèrement allongée, presque rectangulaire, dans le sens de la direction de construction. Ils sont larges de 50 à 100 µm et longs de plus de 100 µm pour la majorité. Ils traversent les limites des bains de fusion sur plusieurs couches ce qui suggère une croissance épitaxique telle qu'observée précédemment dans l'étude préliminaire. Les limites de bain de fusion présentent des formes un peu différentes. Elles semblent plus « aplaties ». Ceci est lié à la stratégie de fabrication : quand dans l'étude préliminaire, les hachures de la stratégie de fabrication se croisaient à 90° et étaient parallèles aux bords de l'échantillon, le plan d'observation se trouvait parfaitement perpendiculaire à une couche de lignes de fusion sur deux et parallèle à l'autre. Ici, les hachures de la stratégie de fabrication ne se « superposent » pas, la rotation entre chaque couche étant de 67°. La préparation de l'échantillon pour les observations ne garantit donc pas d'être perpendiculaire à une série de lignes de fusion, c'est pourquoi leurs limites ne peuvent pas apparaître avec la même forme. De plus, une refusion partielle des lignes de scan adjacentes et sous-jacentes a eu lieu du fait de la profondeur de pénétration du laser supérieure à l'épaisseur de couche de 30 µm. Les grains sont perpendiculaires aux limites des bains de fusion et ont crû depuis différents endroits de ces limites.

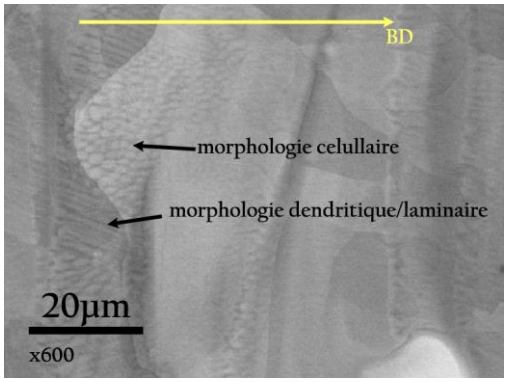


Figure 81 : Sous-structures de solidification

D'autre part, à fort grandissement, des stries parallèles entre elles et perpendiculaires aux limites de bain peuvent être aperçues (figure 81). Bien qu'à la limite de la résolution de l'EDX, elles ne semblent pas correspondre à des hétérogénéités chimiques mais plutôt à des sous-structures laminaires et cellulaires dans les gros grains β. Les mêmes types de phénomènes ont été observés par Wang et al. [108] dans du Ti-25(%at.)Nb, par Vrancken et al. [106] dans du Ti-6Al-4V+Mo, par Schwab et al [157] dans du Ti-5553 et par Sing et al [107] pour du Ti-50(%m.)Ta. Ils les ont attribués à des phénomènes de solidification. En SLM, on observe typiquement une croissance épitaxique des grains. En outre, au cours d'un processus de solidification, le gradient de température et la vitesse de solidification sont les deux éléments principaux qui affecteront la morphologie des grains.

Dans le cas des procédés de fusion sur lit de poudre, le passage de la source laser, ayant une distribution en énergie gaussienne, génère de multiples gradients de température dans le bain de fusion, tous dirigés vers le point d'énergie le plus important (figure 82). De plus, il existe potentiellement de multiples sites de nucléation émanant des grains adjacents et sous-jacents déjà solidifiés mais aussi du fait des hétérogénéités chimiques résultant directement de l'utilisation d'un mélange de poudre au lieu d'une poudre pré-alliée.

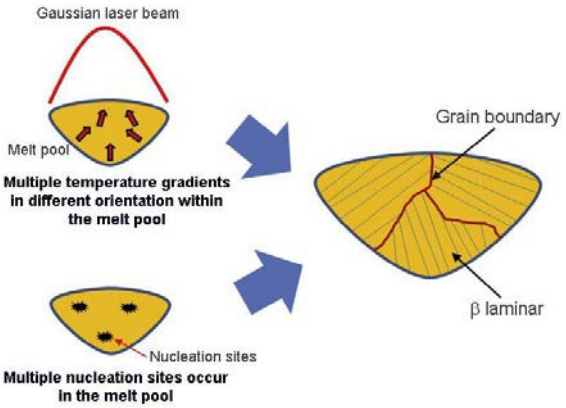


Figure 82 : Formation des sous-structures laminaires beta dans les grains (d'après [107]*)*

Ces éléments influent sur les gradients thermiques et les vitesses de solidification, entraînant au cours du refroidissement une déstabilisation du front de solidification. Ces morphologies particulières de sous-structures dans les grains en sont le résultat.

Des analyses EBSD ont également été réalisées (figure 83, figure 84). Elles permettent d'approfondir la mise en évidence des propriétés microstructurales du matériau : morphologie des grains et texture cristallographique.

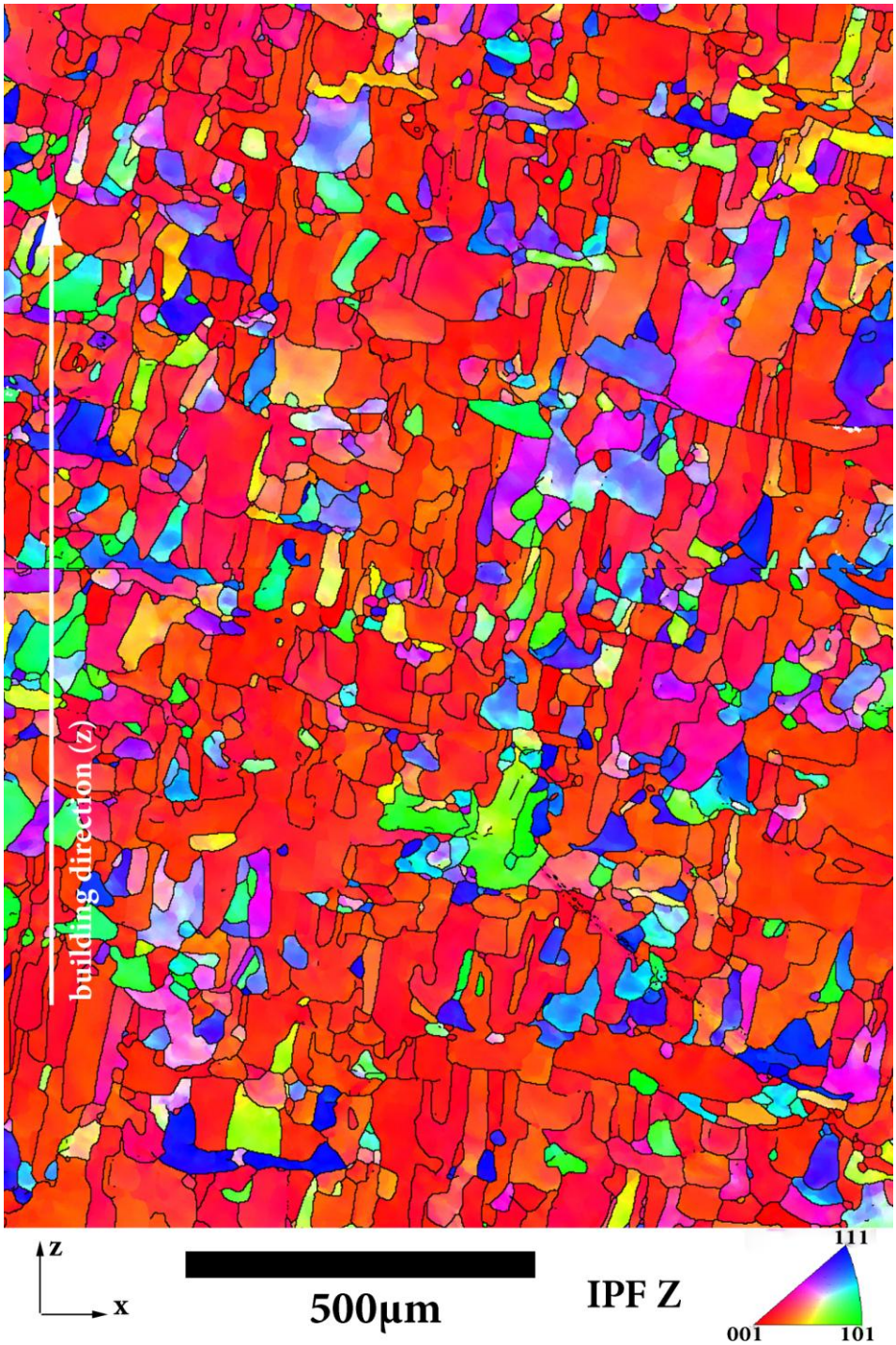


Figure 83 : Carte EBSD IPFZ, plan de face de l'échantillon

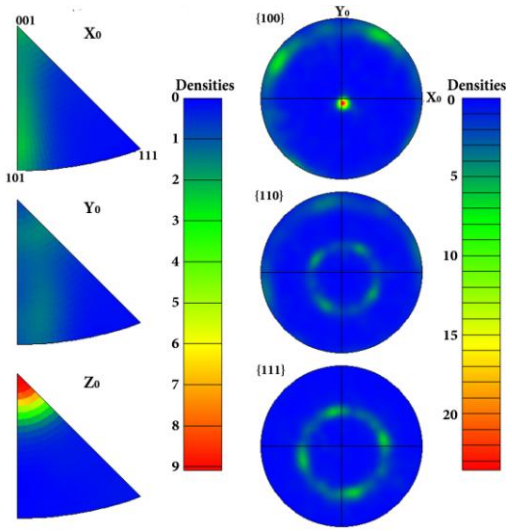


Figure 84 : Figure de pôle et figure de pôle inverse

Une forte texture est mise en évidence. La famille de plans {100} diffracte fortement dans la direction Z_0, qui correspond à la direction de construction. Toutefois, alors que l'on observait une structure « cube sur face » avec la diffraction de cette même famille de plan {100} en X_0,Y_0 et Z_0 dans la première partie de l'étude (3.2), ici, elle semble diffracter à 45° de X_0 et Y_0. La structure cubique est toujours « posée » sur la même face mais est tournée de 45° autour de Z. La figure 85 illustre cette orientation cristallographique. Elle est confirmée par l'observation de la figure de pôle des plans {110}, où une intensité d'orientation, bien que moins importante que celle en Z_0, est relevée en X_0 et Y_0. On notera qu'un léger décalage supplémentaire est observé sur les figures de pôle, dû au positionnement de l'échantillon dans le microscope.

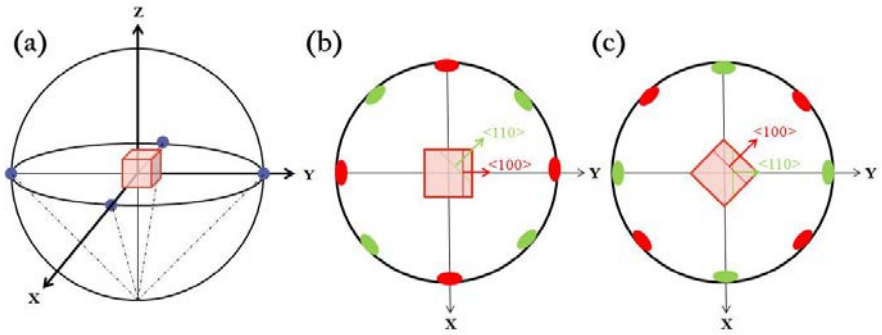


Figure 85 : Orientation cube (a), en vue dans le plan xy (b), tournée de 45°(c) : points d'impact des plans {100} avec la sphère en rouge et des plans {110} en vert

Cette orientation à 45° s'explique par la stratégie de fabrication. Les hachures sont, d'une couche à la suivante, tournées de 67°. Le gradient de température sera donc différent à chaque couche : il reste globalement orienté dans la direction de construction d'où la texture majoritaire en Z_0 mais plus localement, les lignes de scan ne sont plus orientées parallèlement à X_0 et Y_0. Cette diversification

aura tendance à désorienter les grains et « gommer » la texture <100> précédemment parallèle à X_0 et Y_0. Elle explique également que la texture soit moins marquée dans ce plan.

Il sera intéressant de savoir si cette différence de texture aura un impact sur les propriétés mécaniques de l'alliage élaboré. En effet, Tane et al. [72] et Nejezchlebová et al. [158] on montré une dépendance du module d'élasticité en fonction de l'orientation d'un monocristal pour des alliages de titane β. Les valeurs de module quantifiées dépendent de l'alliage mais les tendances sont indépendantes de sa composition. Le module le plus faible se trouve dans les directions <100> alors que celui dans les directions <111> est 2 fois plus élevé. Le module en <110> est intermédiaire.

3.3.4 Propriétés mécaniques

3.3.4.1 Essais de compression

Des essais de compression sont réalisés sur des échantillons de Ti-26Nb fabriqués *in situ* par SLM à partir de poudres élémentaires sphériques. Un échantillon de Ti-26Nb obtenu par fusion en creuset froid et ayant subi un traitement thermique de mise en solution sert de référence (ST). On compare le résultat obtenu avec celui de l'alliage élaboré précédemment, à partir des poudres non sphériques. Tous les échantillons sont comprimés dans la direction de construction, selon leur axe Z.

Des cycles de compression successifs composent les essais. Les courbes contrainte - déformation obtenues sont représentées en figure 86 et le tableau 10 récapitule les modules de Young relevés pour chaque matériau.

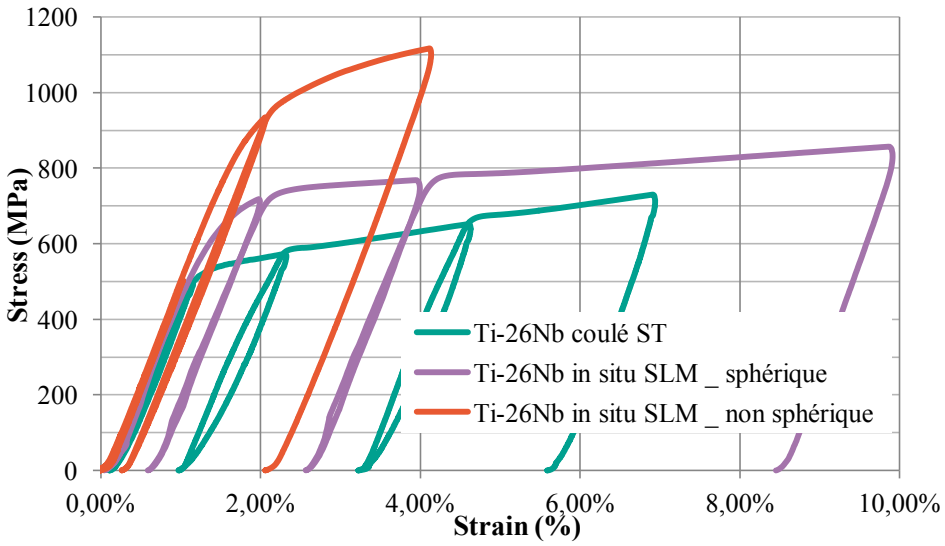


Figure 86 : Courbes contrainte - déformation en compression pour trois échantillons de Ti-26Nb à modes d'obtention différents

Tableau 10 : Modules d'élasticité relevés pour tois types d'échantillons de Ti-26Nb

Matériau	Module d'élasticité (GPa)	Résistance maximale (MPa)	Limite d'élasticité $\sigma_{0,2}$ (MPa)	$\frac{\sigma_{0,2}}{E}$
Ti-26Nb ST	55,3 ± 1,0	700 ± 30	510 ± 20	9 x 10^{-3}
Ti-26Nb SLM non sphérique	57,6 ± 2,3	1200 ± 60	1000 ± 50	17 x 10^{-3}
Ti-26Nb SLM sphérique	55,5 ± 2,1	850 ± 50	650 ± 30	12 x 10^{-3}

Dans les trois cas, les modules d'élasticité sont similaires avec des valeurs basses, autour de 55 GPa. En revanche, les valeurs de contrainte maximale diffèrent fortement entre les trois échantillons. Pour le Ti-26Nb *in situ* élaboré à partir de poudres non sphérique, on avait observé une contrainte largement supérieure à celle observée pour l'échantillon coulé. Pour les échantillons élaborés à partir des poudres élémentaires sphériques, la contrainte maximale atteint 850 MPa, soit 150 MPa de plus que celle de l'échantillon ST et 350 MPa de moins que l'échantillon SLM élaboré à partir de poudres non sphériques. Cette différence peut être attribuée à la présence d'oxygène dans les échantillons élaborés en SLM (tableau 11). Les échantillons fabriqués à partir des poudres sphériques comportent 2 fois plus d'oxygène que ceux obtenus par coulée et les échantillons fabriqués à partir des poudres non sphériques contiennent 2 fois plus d'oxygène que ceux élaborés à partir des poudres sphériques. Cet écart justifie l'écart de comportement mécanique entre les différents états.

Tableau 11 : Analyse chimique des échantillons élaborés

Elément	**H**	**N**	**O**
Ti-26Nb ST (ppm)	174	652	1246 ± 40
Ti-26Nb SLM *in situ* non sphérique (ppm)	156	1130	5910
Ti-26Nb SLM *in situ* sphérique (ppm)	144	522	2329

Si l'augmentation de la résistance peut s'avérer avantageuse pour les applications biomédicales envisagées, la présence de 5900 ppm d'oxygène dans les premiers échantillons ne l'est pas. En effet, si on prend l'exemple de l'alliage Ti-6Al-4V classique, la norme NF en ISO 5832-3 décrivant les caractéristiques du matériau pour des applications médicales, préconise moins de 2000 ppm d'oxygène [159]. Une partie de l'oxygène dans les pièces est liée au procédé, le titane et le niobium en fusion sont particulièrement enclins à capter l'oxygène de la chambre de fabrication or, sa présence est limitée et contrôlée (< 0,1 %), on peut donc supposer qu'une grande partie de cet oxygène provient de la poudre précurseur. Nonobstant, une grande chambre contenant 1000 ppm d'oxygène peut contaminer de façon importante un faible volume de matière en fusion. C'est comme si la zone fondue jouait un rôle de *getter*, tel un matériau présentant une affinité plus grande avec l'oxygène et qui le

recueille pendant un traitement thermique pour éviter de contaminer le matériau à traiter [160]. En SLM, l'ensemble de la matière composant l'échantillon est en fusion à un moment donné et peut donc adopter ce rôle contaminant à la fin l'ensemble de la pièce. Il est alors important de privilégier la poudre la plus « propre » possible et de faire diminuer au mieux la présence d'oxygène dans la chambre.

3.3.4.2 Essais de traction

Des essais de traction sont réalisés sur des échantillons de Ti-26Nb fabriqués *in situ* par SLM à partir de poudres élémentaires sphériques. Trois éprouvettes sont découpées au jet d'eau longitudinalement dans trois murs distincts et un surfaçage est réalisé pour diminuer la rugosité des faces des éprouvettes. Des essais sont également réalisés sur des éprouvettes élaborées au LERMPS à partir de la poudre pré-alliée de Ti-26Nb obtenue par atomisation arc-fil. Ces éprouvettes ont été fabriquées sur la machine SLM Realizer 250 avec les paramètres suivants : P = 190 W, h = 0,06 mm, p_{dist} = 0,065 mm, t_{expo} = 40 µs. Dans les deux cas, la direction de traction est perpendiculaire à la direction de construction. Un échantillon de fil de Ti-26Nb obtenu par fusion en creuset froid, laminé, ayant subi un traitement thermique de mise en solution, puis tréfilé sert de référence. Cet état légèrement écrouit permet d'obtenir un ratio $\frac{\sigma}{E}$ élevé sans traitement thermique de précipitation [161], [162].

Des cycles de traction successifs à 1 %, 2 %, 4 % de déformation imposée, puis jusqu'à rupture, sont programmés. La vitesse de déplacement de la traverse est de 0,5 mm/min. Les courbes contrainte - déformation obtenues sont représentées en figure 87 et le tableau 12 récapitule les modules de Young relevés pour chaque matériau.

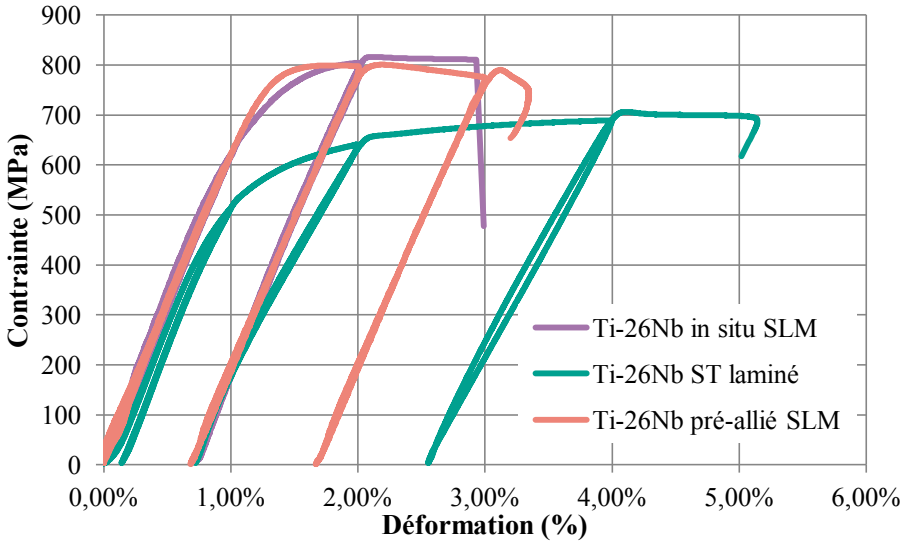


Figure 87 : Courbes contrainte - déformation obtenues à partir d'essais de traction

Tableau 12 : Propriétés mécaniques relevées sur les courbes contraintes-déformations de traction

Matériau	Module d'élasticité (GPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture (%)
Ti-26Nb ST laminé	55 ± 2	700 ± 50	5,1 ± 0,3
Ti-26Nb *in situ* SLM sphérique	58 ± 3	820 ± 50	2,9 ± 0,2
Ti-26Nb pré-allié SLM	60 ± 3	810 ± 50	3,2 ± 0,2

Les comportements mécaniques observés dans les échantillons issus d'une fabrication SLM, à partir de poudres élémentaires mélangées ou de poudre pré-alliée, sont presque identiques. Par ailleurs, les modules d'élasticités relevés pour l'échantillon *in situ* SLM et l'échantillon ST sont respectivement de 58 GPa et 55 GPa. Ces valeurs sont proches et confirment les résultats des essais de compression. De plus, la résistance maximale est encore une fois plus élevée pour les matériaux élaborés par SLM que pour l'alliage ST écroui. On peut attribuer cette résistance élevée à l'effet durcissant de l'oxygène présent dans les échantillons SLM, avec 2329 ppm dans le cas de l'élaboration *in situ* et 2153 ppm dans le cas de l'alliage pré-allié, contre 1246 ppm dans l'échantillon ST. Pour certaines applications il peut s'avérer handicapant, or, ici, le module de Young reste faible et la résistance mécanique augmente ce qui sera un avantage pour les applications biomédicales visées. Toutefois, il est à noter que l'allongement à la rupture est plus faible pour l'échantillon élaboré en SLM.

3.3.4.3 Mesures par ultrasons

Les propriétés élastiques des échantillons élaborés ont été mesurées dans 3 directions par une méthode ultrasonore et les valeurs présentées sont les moyennes sur 3 échantillons. On conserve pour référence les mesures réalisées précédemment sur un alliage de titane-niobium Ti-26Nb ST et sur le Ti-26Nb élaboré *in situ* en SLM à partir des poudres non sphériques. Les résultats sont consignés dans le tableau 13.

Tableau 13 : Caractéristiques mécaniques des matériaux mesurés par méthode ultrasonore

		ρ (kg/m^3)	V_L (m/s)	V_T (m/s)	E (GPa)	G (GPa)	υ
Titane pur		4510	5648 ± 9	3173 ± 3	115,3 ± 0,4	45,2 ± 0,1	0,27
Ti-26Nb coulé ST		5568	4755 ± 6	2146 ± 3	70,4 ± 0,3	25,6 ± 0,1	0,37
Ti-26Nb SLM *in situ* non sphérique	x	5480	4361 ± 12	2271 ± 7	74,3 ± 0,8	28,3 ± 0,3	0,31
	y	5480	4304 ± 11	2302 ± 7	75,5 ± 0 ,8	29,0 ± 0,3	0,30
	z	5480	4763 ± 6	2262 ± 3	75,9 ± 0,6	28,0 ± 0,2	0,35
Ti-26Nb SLM *in situ* sphérique	x	5770	4304 ± 6	2151 ± 3	71,2 ± 0,5	26,7 ± 0,2	0,33
	y	5770	4161 ± 6	2143 ± 3	69,9 ± 0,6	26,5 ± 0,2	0,32
	z	5770	4496 ± 4	2290 ± 2	80,2 ± 0,5	30,1 ± 0,2	0,32

Les valeurs de module de Young mesurées pour les échantillons élaborés à partir des poudres sphériques sont proches selon x et y, avec une valeur moyenne de 70,6 GPa ± 0,9 GPa. Ce résultat est en accord avec la texture : identique en x et en y. En z, on observe un module de 80,2 GPa ± 0,5 GPa, soit plus élevé qu'en x et en y. Ce résultat est en désaccord avec la texture. En effet, d'après la littérature, l'orientation <100> est celle qui présente le module le plus faible alors que celle en <110> présente un module un peu plus élevé. Ici, les normales aux plans {100} sont parallèles à z et celles aux plans {110} sont parallèles à x et y, le module de Young devrait donc être plus faible en z qu'en x et y. Or, l'observation inverse est faite. La texture n'est peut-être pas suffisamment importante pour obtenir les mêmes propriétés que celles d'un monocristal. En effet, intensités de texture en x et y sont moins importantes que celle en z et aussi que celles observée dans le cas des poudres sphériques où la stratégie de fabrication était différente.

3.3.1 Conclusion de l'étude sur poudres sphériques

Dans cette seconde partie de l'étude, l'élaboration de Ti-26Nb à partir de poudres sphériques a été tentée. L'homogénéité quasi totale est atteinte. L'optimisation des paramètres permet de réduire à 2 % la part du niobium introduit qui n'a pas fondu. La matrice est donc un alliage Ti-25,5Nb. L'étude de la microstructure a mis en avant la présence de gros grains β légèrement allongés dans la direction de fabrication. Une texture pour laquelle la direction cristallographique [001] est alignée avec la direction z de l'échantillon c'est-à-dire la direction de construction, est relevée. Une seconde orientation privilégiée est celle des directions [110] et [$\bar{1}$10] qui sont alignées avec x et y. Les essais mécaniques ont montré la conservation des propriétés élastiques de l'alliage Ti-26Nb dans son état de référence (coulé et ST) avec une résistance mécanique supérieure. Il n'y a pas de différence significative avec un échantillon fabriqué à partir d'une poudre pré-alliée, obtenue par atomisation arc-fil.

3.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié la possibilité d'élaborer des alliages *in situ* en fusion laser sur lit de poudre. Nous avons également vérifié la concordance des propriétés des matériaux ainsi fabriqués avec celles d'un alliage obtenu par coulée classique. Nous tentons ainsi de rendre possible des ajustements de composition aisés tout en palliant au manque de disponibilité des alliages sous forme de poudre.

Deux possibilités ont été explorées avec l'utilisation de poudres broyées non sphériques puis de poudres sphériques. Dans le premier cas, avec les poudres broyées, les distributions granulométriques des particules étaient telles que le D_{50} du titane était 2,5 fois plus important que celui du niobium ; et dans le cas des poudres sphériques, le D_{50} du titane était 1,2 fois plus important que celui du niobium. Dès la première partie de l'étude, les résultats se sont montrés concluants : les échantillons obtenus après optimisation des paramètres de fusion étaient homogènes et sans porosités. Le procédé SLM semble donc robuste par rapport aux variations de morphologies des poudres. Bien que non sphériques, celles-ci peuvent conserver une coulabilité correcte, une bonne aptitude à s'étaler sur le plateau et mener à une compacité du lit de poudre satisfaisante. On pourrait envisager une étude qui analyserait ces éléments et qui permettrait de déterminer des seuils critiques par rapport aux propriétés de la poudre pour son utilisation en SLM. Avec l'utilisation des poudres sphériques, on rencontre plus de difficultés à atteindre une homogénéité totale qu'avec les poudres non sphériques. Toutefois, les campagnes d'essai ont permis d'évaluer les effets des paramètres et de cibler la zone d'intérêt permettant d'obtenir un alliage homogène. L'utilisation de hautes énergies est nécessaire. Cette difficulté n'est pas liée à la forme des poudres mais à leurs diamètres. En effet, dans le mélange de poudres non sphériques, le niobium qui présente un point de fusion plus haut que le titane était plus petit que ce dernier ce qui a favorisé sa fusion. On en déduit qu'il faut privilégier des plus petites particules de niobium, idéalement au moins deux fois plus petites que celles de titane. Toutefois, tamiser la poudre de niobium sphérique plus finement entraînerait une perte importante en termes de quantité de poudre. Etant donné le coût du niobium sphérique (> 2000 €/kg), cette solution n'est pas forcément avantageuse et surtout, elle ne sera pas intéressante pour une application industrielle car elle mènerait à des coûts trop importants. Par ailleurs, l'utilisation exclusive de poudres broyées semble délicate car celles-ci sont bien plus contaminées en oxygène que des poudres atomisées. Une solution qui peut être envisagée serait de mélanger du titane sphérique, aisément acquérable, à du niobium non sphérique et plus petit. Ainsi, on limiterait l'apport en oxygène par la poudre et on conserverait une bonne coulabilité car le titane sphérique participera à pousser le niobium sur le plateau lors de l'étalement des couches. Cette solution a été envisagée dans une étude de Swee Leong Sing et al. avec l'élaboration d'un alliage de titane avec 50% de tantale et a montré de bons résultats [107].

En termes de propriétés mécanique et microstructurale, on a vu que la stratégie de fabrication avait un impact prédominant. C'est elle qui génère les différentes textures et morphologies de grains. Les propriétés mécaniques sont proches de celles de l'alliage ST de référence mais avec une résistance augmentée par la présence d'oxygène. C'est la « propreté » des poudres et le contrôle du procédé qui joue ici un rôle. Par ailleurs, les propriétés obtenues avec l'utilisation du mélange de poudres sont très similaires à celles observées avec l'utilisation de la poudre pré-alliée.

Finalement, si l'optimisation de cette solution matériau peut encore être améliorée, nous avons démontré ici la faisabilité de l'élaboration d'alliages *in situ* en SLM. Cette technique a le potentiel d'ouvrir un large champ de possibilités en termes d'ajustements de composition.

Chapitre 4 : Structures architecturées : maîtrise des propriétés

4.1 Introduction

Dans le chapitre 3, nous avons travaillé sur un matériau à bas module d'élasticité et sur sa mise en œuvre par fabrication additive à partir de poudres mélangées. Nous avons vu que la méthode d'élaboration *in situ* avait le potentiel d'ouvrir les procédés de fabrication additive à une large gamme de composition aisément adaptable. Les propriétés de la pièce à fabriquer peuvent alors être maîtrisées en choisissant la juste composition. Dans ce chapitre, nous agissons sur un second levier pour optimiser les propriétés effectives du matériau : sa structure.

Les performances d'un composant mécanique sont limitées par les propriétés du matériau qui le compose ou par la configuration dans laquelle il est mis en forme [163]. En effet, la stratégie « classique » pour obtenir une pièce avec des propriétés voulues est le choix du matériau et le contrôle de sa microstructure. Le dimensionnement mécanique concerne alors une structure à l'échelle macroscopique avec choix d'un matériau homogène en tenant compte de sa microstructure. Une seconde stratégie consiste à modifier la géométrie de la pièce sans modifier le matériau. On peut alors parler d'optimisation topologique où le matériau homogène est remplacé par une distribution hétérogène de la matière [164]. On joue alors sur la structure du matériau à l'échelle mésoscopique. Les matériaux hybrides combinent deux ou plusieurs matériaux, alors que les matériaux architecturés combinent matière et vide [165].

Les structures architecturées ou structures treillis ou *lattice* sont la répétition dans les trois directions de l'espace d'une maille élémentaire. La maille élémentaire est elle-même composée de poutres voire d'éléments plus complexes comme dans le cas de structures gyroïdes [166]–[170]. On s'intéressera ici aux structures composées de poutres qui sont les plus répendues. La disposition des poutres, leur

longueur et leur diamètre forment la géométrie de la maille et en déterminent les propriétés. A l'heure actuelle, un certain nombre de mailles sont disponibles dans les logiciels de conception destinés à la fabrication additive (figure 88). Il est ainsi possible de remplir une pièce par la répétition de ces structures. Toutefois, certains éléments ne sont pas maîtrisés par l'opérateur et les outils disponibles ne permettent ni de prédire, ni de contrôler le comportement de la structure. Le développement d'un tel outil est l'objet de ce chapitre.

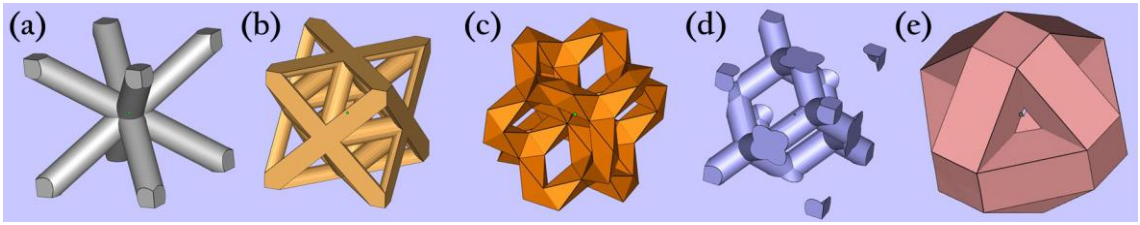


Figure 88 : Exemples de mailles élémentaires, « diag » (a), octet-truss (b), cellules proposées par le logiciel Magics (c,d,e)

En contrôlant la géométrie de la cellule élémentaire, il est possible de contrôler la densité et les propriétés d'une structure globale. Les propriétés mécaniques du matériau peuvent ainsi être définies sur mesure, pour la pièce et l'application visée, en utilisant des structures *lattice*. Les performances visées peuvent être liées à des problématiques de conduction thermique, conduction électrique, phonique... mais ici on se focalise sur l'allégement de structure et l'élasticité des structures. On pourra envisager par exemple de concevoir une structure imitant les propriétés mécaniques de l'os.

Ce chapitre est constitué de deux parties. Dans un premier temps, un modèle par éléments finis est construit dans le but de déterminer les relations entre la densité d'une structure architecturée et ses propriétés élastiques. Des abaques sont construits à l'aide de ces résultats pour former un outil d'aide à la conception. Les résultats seront présentés dans le cas particulier d'une structure « octet-truss ». Dans une seconde partie, un algorithme d'optimisation des paramètres géométriques de la structure est développé. Il permet, pour un type de structure défini, de trouver les paramètres géométriques permettant d'atteindre des modules d'élasticité voulus dans les trois directions de l'espace.

4.2 Outil de prédiction des propriétés des structures architecturées

4.2.1 Composant principal des structures : les poutres

Une structure architecturée est définie par la répétition dans les trois directions de l'espace d'une cellule élémentaire. Cette cellule est elle-même composée d'éléments de base : les poutres. Ces dernières sont définies par leur longueur et leur rayon. Par exemple, la structure cubique *octet-truss* est composée de 36 poutres de même longueur l et de rayon r, chacune connectée à au moins 2 autres

poutres (figure 89 (a)). Elle est inscrite dans un cube ; 24 de ces poutres sont les demi-diagonales des faces et 12 relient les centres des faces à ceux des faces adjacentes. Le placement des nœuds de cette structure peut être assimilé au placement des atomes dans une structure cubique faces centrées. Une autre structure, que l'on appellera *diag* est constituée de 8 poutres (figure 89 (b)). Elle est inscrite dans un cube et les 8 poutres sont les 8 demi-diagonales du cube. Le placement des nœuds de cette structure peut être assimilé au positionnement des atomes dans une structure cubique centrée.

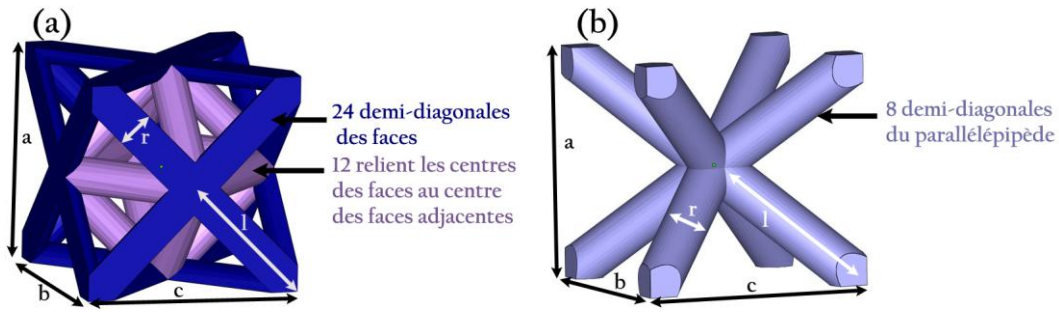


Figure 89 : Représentation des structures octet-truss (a) et diag (b) avec leurs paramètres géométriques

4.2.2 Modèle par éléments finis

L'objectif de cette partie est de créer un outil de prédiction du comportement de structures architecturées en construisant des abaques du type $\rho^* = f\left(\frac{r}{l}\right)$ et $E^* = f\left(\frac{r}{l}\right)$ où ρ^* et E^* sont respectivement la densité relative et le module d'élasticité relatif de la structure. Les propriétés mécaniques et géométriques relatives sont calculées par rapport à un cube massif de mêmes dimensions que la structure et constitué du même matériau.

4.2.2.1 Propriétés géométriques

Dans le cas présent, on se concentre sur une structure de type octet-truss (figure 88 (b)). Dans le cas général, elle est définie par 7 paramètres géométriques, résumés en tableau 14.

Tableau 14 : Paramètres géométriques

Paramètre géométrique	Symbole
Longueur du côté du volume parallélépipédique (direction X)	*a*
Longueur du côté du volume parallélépipédique (direction Y)	*b*
Longueur du côté du volume parallélépipédique (direction Z)	*c*
Rayon de poutre	*r*
Nombre de répétitions dans la direction X	*repeX*
Nombre de répétitions dans la direction Y	*repeY*
Nombre de répétitions dans la direction Z	*repeZ*

On définit aussi *l* la longueur d'une poutre, directement liée aux paramètres géométriques *a*, *b* et *c*, côtés du volume parallélépipédique. Dans le cas particulier où la structure s'inscrit dans un volume cubique, les paramètres *a*, *b* et *c* sont égaux et *l* peut être calculé par la relation $l = \frac{c}{\sqrt{2}}$. C'est ce cas qui est analysé ici.

4.2.2.2 Calcul de la densité relative

Le volume de l'octet-truss peut être calculé en effectuant la somme des volumes des poutres qui le composent, soit 12 fois les volumes d'un cylindre de longueur *l* et de rayon *r* plus 24 fois les volumes du demi-cylindre (cylindre partagé entre deux mailles) de longueur *l* et de rayon *r* (figure 89 (a)). Dans le cas d'un octet-truss inscrit dans un cube, on a :

$$v_{cyl} = \pi * r^2 * l \qquad \textit{Équation 11}$$

Et $$v_{cyl(\text{bords})} = \frac{\pi * r^2 * l}{2} \qquad \textit{Équation 12}$$

Donc $$v_{cellule} = 12 * v_{cyl} + 24 * v_{cyl(\text{bords})} = 24 * \pi * r^2 * l \qquad \textit{Équation 13}$$

Et $$v_{cube} = a^3 = (l\sqrt{2})^3 = 2 * l^3 * \sqrt{2} \qquad \textit{Équation 14}$$

D'où $$\rho^* = \frac{v_{cellule}}{v_{cube}} = 6\sqrt{2} * \pi * \left(\frac{r}{l}\right)^2 \qquad \textit{Équation 15}$$

Néanmoins, ce calcul est incomplet. En effet, les volumes qui se trouvent aux nœuds, là où plusieurs poutres s'intersectent sont « comptés » plusieurs fois. Du fait de leur géométrie particulière, ces volumes sont très difficiles à calculer analytiquement. L'équation 15 surestime alors la valeur de la densité relative. Deshpande et al. [171] proposent de définir la densité relative avec la formule de l'équation 16.

$$\bar{\rho} = 6\sqrt{2}\pi\left(\frac{r}{l}\right)^2 - C\left(\frac{r}{l}\right)^3 \qquad \textit{Équation 16}$$

Le premier terme correspond à la somme des 36 cylindres en prenant en compte les cylindres partagés par deux cellules et le second terme prend en compte le comptage multiple des volumes aux nœuds. Dans cette formule, *C* est une constante dont la valeur dépend de la géométrie exacte de l'intersection. Toutefois, d'après les auteurs ce terme peut être négligé lorsque le ratio $\frac{r}{l}$ est petit mais aucune limite n'est précisée. Le premier terme de la formule fait office de référence et est régulièrement utilisé dans la littérature pour estimer la densité relative de structures octet-truss [172]–[175]. Une autre possibilité pour connaître la densité exacte de la structure est de la modéliser sur les logiciels CAO ou éléments

finis. Ces derniers disposent d'outils qui calculent le volume et la masse exactes de la structure permettant d'en calculer la densité relative.

4.2.2.3 Modélisation et module d'élasticité

Pour déterminer les modules d'élasticité d'une structure, il est nécessaire de la modéliser en éléments finis. Pour ce faire, deux possibilités s'offrent à nous : la modélisation en 1D et la modélisation en 3D. Dans les deux cas, chaque nœud présente 6 degrés de liberté. La différence est la suivante : un modèle 1D est constitué d'éléments poutres « filaires » comprenant peu de nœuds alors qu'un modèle 3D est constitué d'un maillage volumique avec une densité de nœuds importante. Les temps de calculs sont donc moindres en modélisation 1D. Il est nécessaire de vérifier si les résultats obtenus par les deux méthodes correspondent.

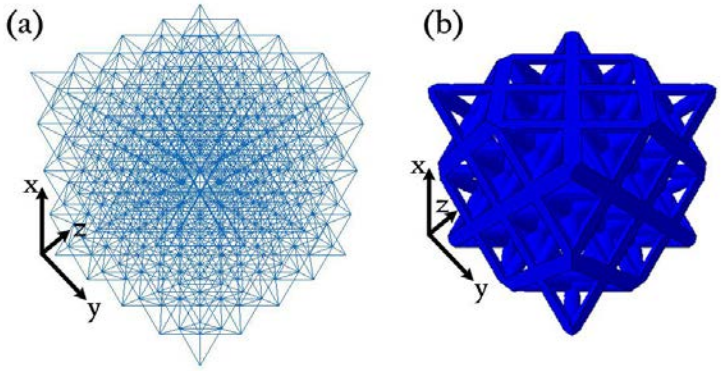


Figure 90 : Modèle 1D (a) et modèle 3D (b)

Un code « *python* » a été développé pour générer automatiquement les modèles en fonction des paramètres géométriques du tableau 14. Dans le cas de la structure 1D, la cellule unitaire est construite puis directement répétée dans les trois directions. Les éléments utilisés pour le maillage 1D sont des éléments poutre B31 à interpolation linéaire. En revanche, pour la structure 3D, la cellule unitaire est construite, puis les volumes extérieurs au cube dans lequel la structure s'inscrit sont rognés grâce à une opération booléenne entre un cube et la cellule. Le volume obtenu est répété dans les trois directions de l'espace et maillé avec des éléments solides tétraédriques à interpolation quadratique C3D10. Un essai de compression uni-axiale est simulé : un déplacement est imposé dans la direction x de manière à obtenir une déformation de 10 %.

Différentes conditions limites sont envisagées (tableau 15) :

- libre : surface opposée à la sollicitation bloquée en x ;
- glissière : surface opposée à la sollicitation bloquée en x, surfaces latérales bloquées respectivement en y et z ;

- encastré : surface opposée à la sollicitation bloquée en x, y et z, surface sollicitée bloquée en y et z.
- symétrie : surface opposée à la sollicitation bloquée en x, surfaces latérales bloquées sur une seule des faces opposées en y et en z respectivement

Tableau 15 : Conditions aux limites imposées à la structure

	Surface sollicitée	Surface opposée	Autres surfaces
Libre	*Déplacement imposé en x*	*Bloquée en x*	
Glissière	*Déplacement imposé en x*	*Bloquée en x*	*Bloquées dans la direction de la normale (y ou z)*
Encastré	*Déplacement imposé en x* *Bloquée en y et z*	*Bloquée en x, y et z*	
Symétrie	*Déplacement imposé en x*	*Bloquée en x*	*Une des surfaces de normale $\vec{y}$ bloquée en y* *Une des surfaces de normale $\vec{z}$ bloquée en z*

Les quatre jeux de conditions aux limites sont envisagés car leur application aura une influence sur les résultats. D'une part, dans la validation des simulations numériques, les résultats seront comparés à des essais de compression expérimentaux. Pour que cette comparaison soit pertinente, les conditions de la simulation doivent se placer au plus près des conditions expérimentales. D'autre part, l'utilisation future des résultats de cette étude dans des cas d'applications concrètes doit permettre leur emploi avec des conditions au plus proche de celles de l'application.

Les essais sont réalisés dans un premier temps sur du Ti-6Al-4V avec une loi élasto-plastique : un module de Young de 110 GPa et une loi plastique issue d'un essai de compression sur un plot de Ti-6Al-4V élaboré en SLM. Des simulations supplémentaires sont réalisées pour un alliage de Ti-26Nb avec une loi similaire où E = 58 GPa.

Le module d'élasticité effectif de la structure est lié aux forces de réaction *RF* dans la direction de sollicitation par la formule ci-dessous (équation 17) :

$$E_x^{eff} = \frac{\sigma^{eff}}{\varepsilon^{eff}} = \frac{\sum RF_x/(b*c)}{U_x/a} \qquad \text{Équation 17}$$

4.2.3 Validation du modèle

4.2.3.1 Vérification de la densité relative

Comme mentionné en début de chapitre, un des objectifs de cette étude est la prédiction de la densité relative d'une structure en fonction du rapport $\frac{r}{l}$. Une première formule (équation 16) a été développée en 4.2.2.2 pour le calcul de densité. Or, cette formule implique un comptage multiple de volumes aux nœuds. La formule proposée par Desphande et al [171] y ajoute un terme pour supprimer ces volumes. D'autre part, le logiciel de simulation Abaqus donne la masse de la structure créée et permet d'en calculer la densité relative. Ici, nous comparons la densité relative des structures octet-truss obtenue par trois méthodes différentes : formule analytique (Desphande et al. sans second terme), modèle 1D et modèle 3D. Ces comparaisons sont effectuées sur une structure inscrite dans un cube de côté 5mm, avec un rayon compris entre 0,1 mm et 0,5 mm, dans un cas avec une cellule élémentaire et dans un cas avec 4 répétitions dans chaque direction. La figure 91 présente les densités relatives obtenues avec les différentes méthodes en fonction du rapport $\frac{r}{l}$.

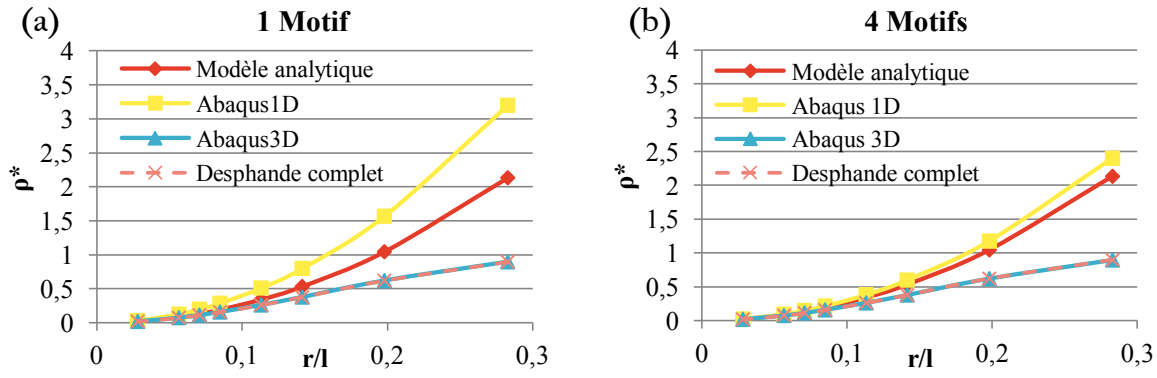


Figure 91 : Evolution de la densité relative de la structure en fonction du rayon de poutre pour 1motif (a) et 4 motifs (b)

Le modèle 3D donne les mêmes résultats quel que soit le nombre de répétitions. C'est le cas aussi du modèle analytique. Au contraire, la structure 1D filaire fait apparaître un écart important dû au double comptage des volumes des poutres des faces du cube qui augmente proportionnellement au nombre de mailles. De plus, un écart est visible entre les différents modèles. En ce qui concerne la structure 1D, il décroit et se rapproche du modèle analytique avec l'augmentation du nombre de répétitions car le volume devient plus grand, rendant l'erreur plus faible. L'écart entre le modèle analytique et le modèle 3D est lié aux volumes aux nœuds. Il grandit avec le rapport $\frac{r}{l}$ c'est pourquoi la formule n'est valable que pour des rapports $\frac{r}{l}$ petits. Au-delà d'une certaine valeur, que l'on estime à $\frac{r}{l} = 0{,}11$ il convient d'ajouter le second terme de l'équation. La différence entre le modèle 3D et analytique est calculée afin d'identifier le paramètre *C*. Dans la plage considérée, *C* est égal à 54,63. Cette valeur est spécifique à la structure octet-truss inscrite dans un cube. Elle est confirmée par l'étude de Tancogne-

Dejean et al. [176]. Sur la figure 91, le tracé en pointillé correspond au modèle analytique prenant en compte le terme C identifié. Ces résultats sont identiques à ceux obtenus par le modèle 3D, considérés comme les plus précis.

4.2.3.2 Taille du volume élémentaire représentatif pour le calcul de E

Les simulations sont conduites dans le cas de la modélisation 1D et 3D avec plusieurs répétitions de la cellule afin de déterminer la taille du volume élémentaire représentatif. Etant donné que l'intérêt est porté sur l'analyse du module de Young, une loi élastique est adoptée. On utilise une cellule élémentaire inscrite dans un volume cubique de 5 mm de côté et avec des poutres de rayon 0,3 mm. Il est essentiel de vérifier si le nombre de répétitions a une influence sur le calcul du module d'élasticité relatif E^*, avec $E^* = \frac{E_{eff}}{E_{mat}}$.

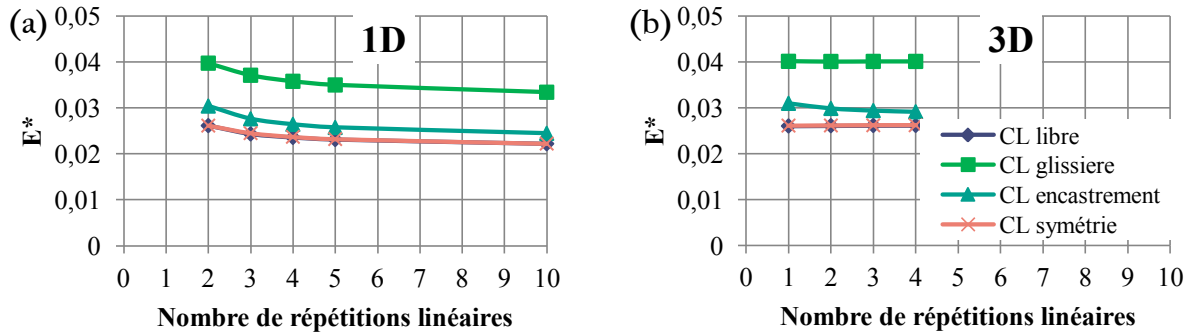


Figure 92 : Module de Young relatif en fonction de nombre de répétitions dans les structures 1D (a) et 3D (b)

On observe sur le graphe (figure 92 (a)) que dans le cas du modèle 1D, le module d'élasticité n'est pas constant en fonction du nombre de répétitions de la cellule. Ceci s'explique par le fait que la théorie des poutres utilisée avec les éléments 1D est basée sur des hypothèses cinématiques, négligeant toute les déformations des sections droites. Elle suppose que chaque section droite suit un mouvement de solide rigide. Les sections ne peuvent donc pas se déformer, elles peuvent uniquement translater et tourner dans l'espace. Au voisinage des conditions aux limites, la théorie 1D n'est ainsi pas capable de représenter les effets de bord contrairement à la théorie 3D. Ceci explique que pour un grand nombre de cellules, les résultats tendent vers une valeur. Le volume élémentaire représentatif (VER) est obtenu avec un minimum de 5 répétitions.

Pour le modèle 3D (figure 92 (b)), le modèle d'élasticité est stable dès 2 répétitions sauf dans le cas de l'encastrement. On y observe un effet de taille lié à l'effet tonneau qui apparaît pendant la compression du fait que les faces sollicitées soient bloquées. L'ajout de cellules assouplit l'ensemble de la structure. La dépendance au nombre de cellules reste moins significative qu'avec les structures

1D. Le comportement global d'une structure composée d'une répétition d'octet-truss peut être prédit à partir de simulations rapides sur une structure à 2 répétitions.

D'autre part, le module relatif obtenu avec le modèle 3D est légèrement supérieur que celui obtenu en 1D. Cette différence s'explique également par l'hypothèse cinématique des éléments poutres, les jonctions sont considérées sur un seul nœud sans prise en compte de la section, ce qui entraîne un comportement global légèrement moins rigide.

Dans les deux cas, on note une différence entre les quatre conditions aux limites. Seules les conditions aux limites « libre » et « symétrie », très proches, engendrent des résultats identiques. Les abaques seront dédiés à une condition aux limites en particulier car le module d'élasticité en dépend. Dans le cas d'essais de compressions expérimentaux, on se situe entre les conditions aux limites « libre » et « encastré ».

On conclut de cette analyse que les simulations doivent être lancées sur le modèle 3D avec une répétition de 2 cellules par direction pour l'obtention du module d'élasticité. Le calcul de la densité relative peut être effectué grâce à la formule analytique avec la constante C identifiée, propre au type de structure où avec l'utilisation d'Abaqus et du modèle 3D.

4.2.3.3 Confrontation à l'expérience

Afin de valider le modèle, les résultats obtenus par simulation sont comparés à l'expérience. Des échantillons sont produits par SLM en Ti-6Al-4V. Les paramètres géométriques de la structure fabriquée sont les suivants : $a = b = c = 4$ mm, $r = 0{,}4$ mm, $repeX = repeY = repeZ = 5$. Des essais de compression sont réalisés sur ces structures (figure 93). On relève un module d'élasticité de 8,1 ± 0,6 GPa. Une courbe moyenne est représentée sur la figure 94.

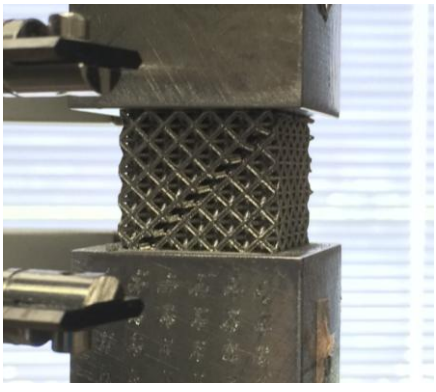


Figure 93 : Compression d'une structure octet-truss

Dans la simulation, les mêmes paramètres géométriques sont appliqués à la structure. Les conditions aux limites « libre » et « encastré » sont utilisées. Elles représentent respectivement un essai de compression où le contact structure/plateaux est lubrifié et où les surfaces peuvent se déplacer dans le plan, et un essai où le contact n'est pas lubrifié et les surfaces de contact sont bloquées. Ces deux conditions représentent des bornes entre lesquelles se situent les essais expérimentaux.

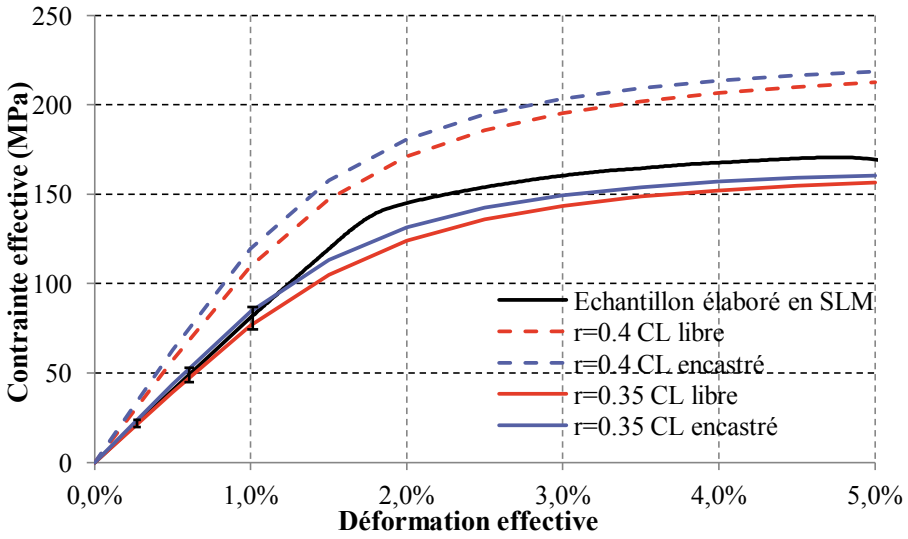


Figure 94 : Comparaison du modèle à l'expérience

Un écart est présent entre les courbes expérimentales et simulées. C'est le cas pour les deux types de conditions aux limites, il n'y a qu'un faible écart entre les comportements « libre » et « encastré ». D'après des travaux de M. Suard [177], dans le cas de structures architecturées la géométrie de poutres fabriquées par procédé additif, notamment leur diamètre, ne correspond pas parfaitement à la géométrie d'entrée. En effet, le collage de particules, l'inclinaison des poutres et l'effet « escalier » engendré, les effets thermiques... sont autant de phénomènes qui peuvent altérer une géométrie d'autant plus si elle est petite.

Les diamètres des poutres des structures octet-truss sont donc vérifiés par des mesures en microscopie optique et en micro-tomographie. Sur les reconstructions tomographiques (figure 95), pour mesurer au milieu des cylindres, il est possible de « se déplacer » dans les coupes jusqu'à atteindre celle où la largeur est la plus importante. Sur les coupes longitudinales destinées à la microscopie optique (figure 96), il est plus délicat d'être sûr que la longueur mesurée est bien celle du diamètre, c'est pourquoi des coupes transversales sont réalisées. La moyenne des mesures est de 0,35 ± 0,02 mm.

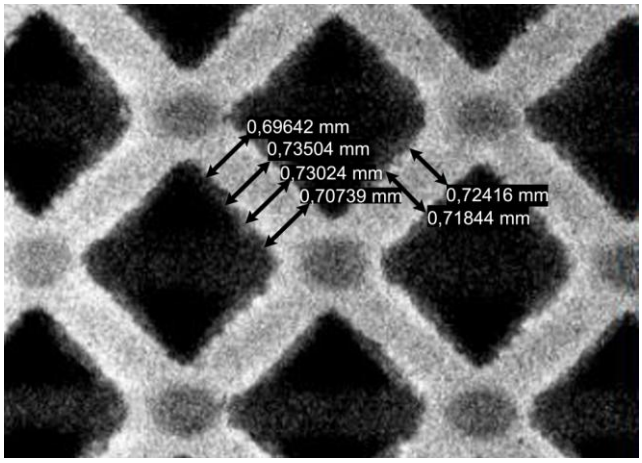


Figure 95 : Mesure du diamètre sur les images de tomographie

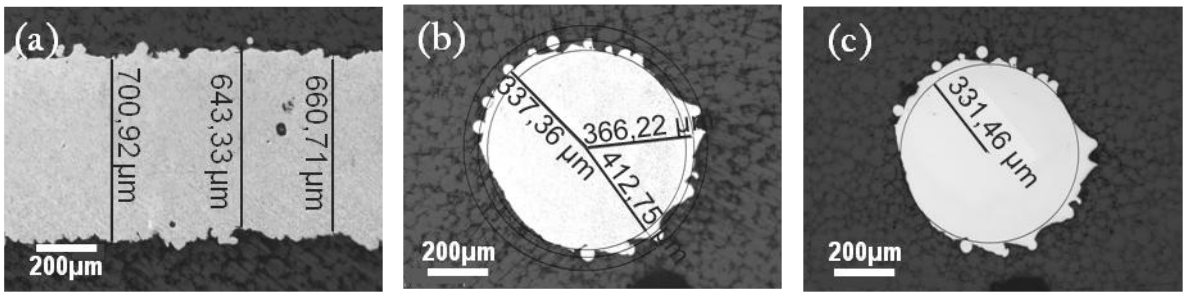


Figure 96 : Mesure du diamètre des poutres en microscopie optique dans le sens longitudinal (a) et transversal (b) et (c)

Le modèle est corrigé au niveau du rayon des poutres pour correspondre à la géométrie réelle.

L'observation des courbes contrainte - déformation révèle que le module de Young expérimental est situé entre ceux des deux modèles numériques. La condition aux limites « libre » est légèrement plus souple alors que la condition « encastré » est légèrement plus rigide. De plus, si l'on prend en compte l'écart type sur le module d'élasticité expérimental (en gris sur la figure), les bornes formées sont presque identiques à celles formées par les deux courbes issues des essais numériques. La partie élastique du modèle est donc validée. La partie plastique présente une assez bonne correspondance malgré un léger écart entre le modèle et l'expérience.

4.2.4 Exploitation du modèle

4.2.4.1 ρ*=f(r/l) et E*=f(r/l)

Dans la partie précédente, le modèle a été validé. On a montré que la densité relative pouvait être obtenue à partir du modèle 3D ou de la formule de Deshpande complète. Elle ne dépend pas du matériau ni du nombre de répétitions de la cellule, seulement de ses paramètres géométriques. La figure 97 représente l'évolution de la densité relative d'une structure octet-truss cubique en fonction du rapport $\frac{r}{l}$. Elle permet, dans un contexte de conception par exemple, de connaître rapidement la

densité de la structure en fonction des paramètres géométriques choisis ou de déterminer le rapport $\frac{r}{l}$ à choisir en fonction de la densité relative souhaitée.

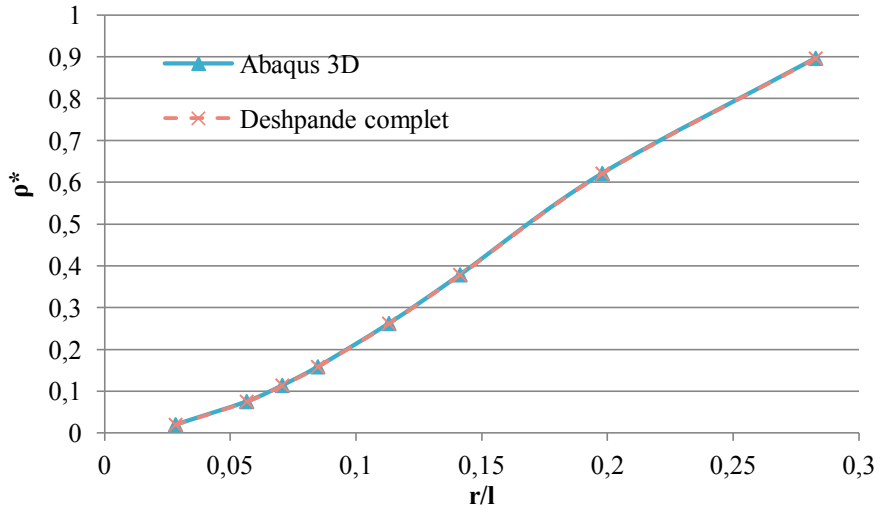


Figure 97 : Abaque présentant l'évolution de la densité relative d'une structure octet-truss en fonction du rapport r/l

Le module de Young effectif est calculé à partir des forces de réaction des essais de compression simulés. Il ne dépend pas non plus du nombre de répétitions. Afin de vérifier sa dépendance par rapport au matériau les simulations sont effectuées pour du Ti-6Al-4V avec un module de 110 GPa et pour du Ti-26Nb avec un module de 58 GPa. Les résultats sont présentés en figure 98 (a) et (b) où le rapport $E^* = \frac{E_{eff}}{E_{mat}}$ est représenté en fonction de $\frac{r}{l}$.

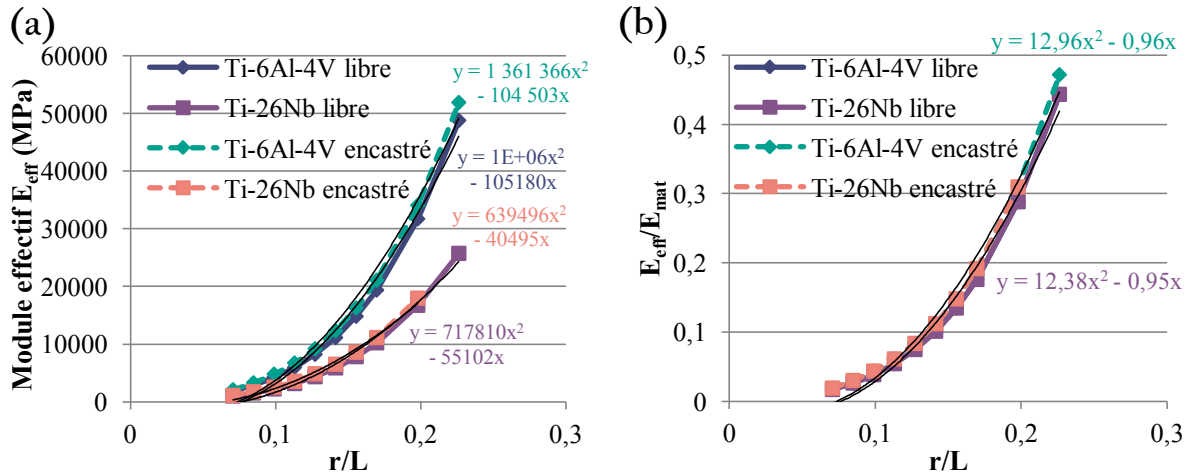


Figure 98 : Evolution du module effectif E^{eff} de la stucture octet-truss en fonction du rapport r/l

Les deux courbes représentant les modules relatifs du Ti-6Al-4V et Ti-26Nb pour de mêmes conditions aux limites, sont parfaitement superposées. Le comportement des structures octet-truss avec les conditions aux limites « libre » peut ainsi être évalué par la relation de l'équation 18 :

$$\frac{E_{eff}}{E_{mat}} = 12{,}38 * \left(\frac{r}{l}\right)^2 - 0.95 * \left(\frac{r}{l}\right) \qquad \textit{Équation 18}$$

Dans le cas de la condition aux limites « encastré », une même tendance est observée mais avec un module de Young environ 10% supérieur. Le comportement des structures octet-truss avec cette condition aux limites peut être évalué par la relation suivante (équation 19):

$$\frac{E_{eff}}{E_{mat}} = 12{,}96 * \left(\frac{r}{l}\right)^2 - 0.96 * \left(\frac{r}{l}\right) \qquad \textit{Équation 19}$$

4.2.4.2 Indices de performance

Il existe de nombreuses manières de représenter et d'utiliser les résultats de ces simulations. On peut représenter l'évolution du rapport des modules en fonction de la densité relative à la manière d'un diagramme d'Ashby pour faciliter la lecture des abaques (figure 99). L'équation 20 traduit la tendance pour les conditions aux limites « libre ». Elle pourra être adaptée en fonction du matériau utilisé et de ses propriétés élastiques.

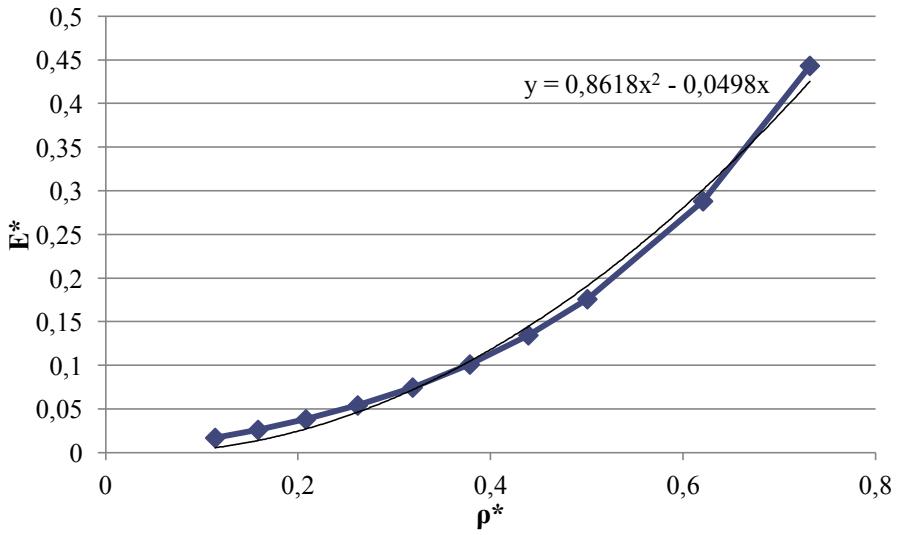


Figure 99 : Evolution de E^*/E_{mat} en fonction de ρ^*

$$E^* = \frac{E_{eff}}{E_{mat}} = 0{,}86 * \rho^{*2} + 0{,}050 * \rho^* \qquad \textit{Équation 20}$$

En fonction de l'application visée, on pourra procéder avec la méthode suivante : définition de l'objectif, identification des contraintes, relations physiques liées, calcul de la fonction objectif, identification de l'indice de performance, et enfin choix du bon matériau sur l'abaque.

Cette méthode constitue un outil de prédiction simple pour la conception. Toutefois, dans son utilisation il faut garder à l'esprit les contraintes de fabrication notamment en termes de dimensions (rayon des poutres). De plus, il est préférable d'éviter le flambement dans les structures. Il existe un critère d'élancement permettant de détecter le seuil à partir duquel il peut y avoir du flambement. L'élancement de la structure dépend du ratio l/r, avec $\lambda = \sqrt{2}\frac{l}{r}$. L'élancement critique dépend lui du matériau utilisé : $\lambda_{crit} = \sqrt{\frac{E\,\pi^2}{Re}}$, avec E le module de Young et Re la limite élastique du matériau. L'élancement de la structure ne doit pas dépasser ce seuil. Par ailleurs, cette étude se place dans le cas particulier de la structure octet-truss inscrite dans un cube. Si elle peut être étendue à d'autres types de structures, elle se limite aux cas isotropes, une seule direction de E est contrôlée.

4.3 Programme d'optimisation

Dans cette partie, on se propose de développer un algorithme d'optimisation des propriétés géométriques de structures architecturées en fonction des propriétés élastiques désirées. Cet algorithme pourra être utilisé pour compenser une anisotropie d'un matériau ou pour créer un matériau avec des modules d'élasticité différents dans les trois directions principales à partir d'un matériau isotrope.

4.3.1 Principe général

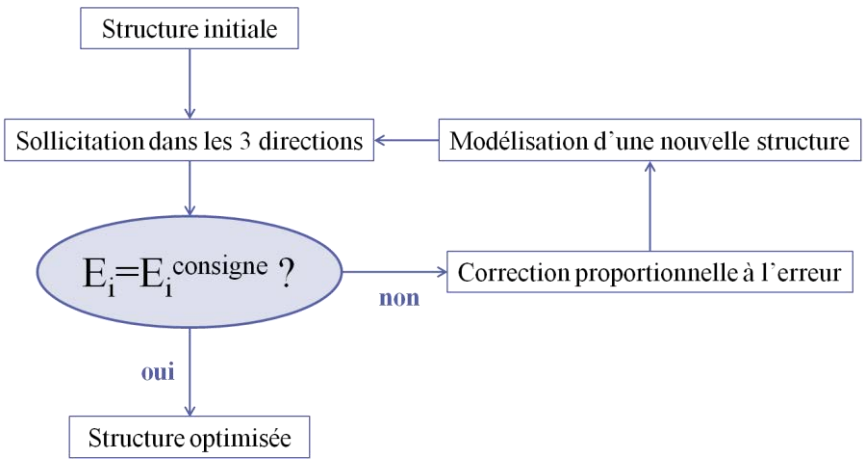


Figure 100 : Principe de l'algorithme d'optimisation

Le principe général de l'algorithme développé est présenté dans la figure ci-dessus. A partir d'une géométrie initiale et de valeurs consignes de modules d'élasticité dans les 3 directions, une structure est sollicitée dans les 3 directions de l'espace. Ses modules de Young dans les trois directions sont récupérés et comparés à la consigne. Une correction proportionnelle à l'erreur est appliquée et une nouvelle structure est modélisée afin d'être sollicitée à son tour. La boucle se poursuit jusqu'à ce que les modules de Young atteignent les valeurs consignes.

4.3.2 Fonctionnement

Le fonctionnement de l'algorithme peut être décrit par quatre « blocs » gérés par un programme Python (figure 101). Les données d'entrée de ce programme sont la géométrie initiale de la cellule (*a, b, c, r, repeX, repeY, repeZ*), une valeur de déformation pour la sollicitation et les trois modules d'élasticité consigne à atteindre. Le programme est écrit pour un type de cellule élémentaire, un matériau et un set de conditions aux limites donnés mais qui peuvent être modifiés au besoin. Les paramètres recherchés sont les longueurs des côtés *a* et *b* ainsi que le rayon. La longueur *c* reste fixe afin d'éviter des divergences liées à l'infinité de solutions induite par des structures homothétiques. Le nombre de répétitions est également fixé à deux dans chaque direction, en accord avec les calculs de convergence sur le VER dans le cas tridimensionnel présenté précédemment (4.2.3.2).

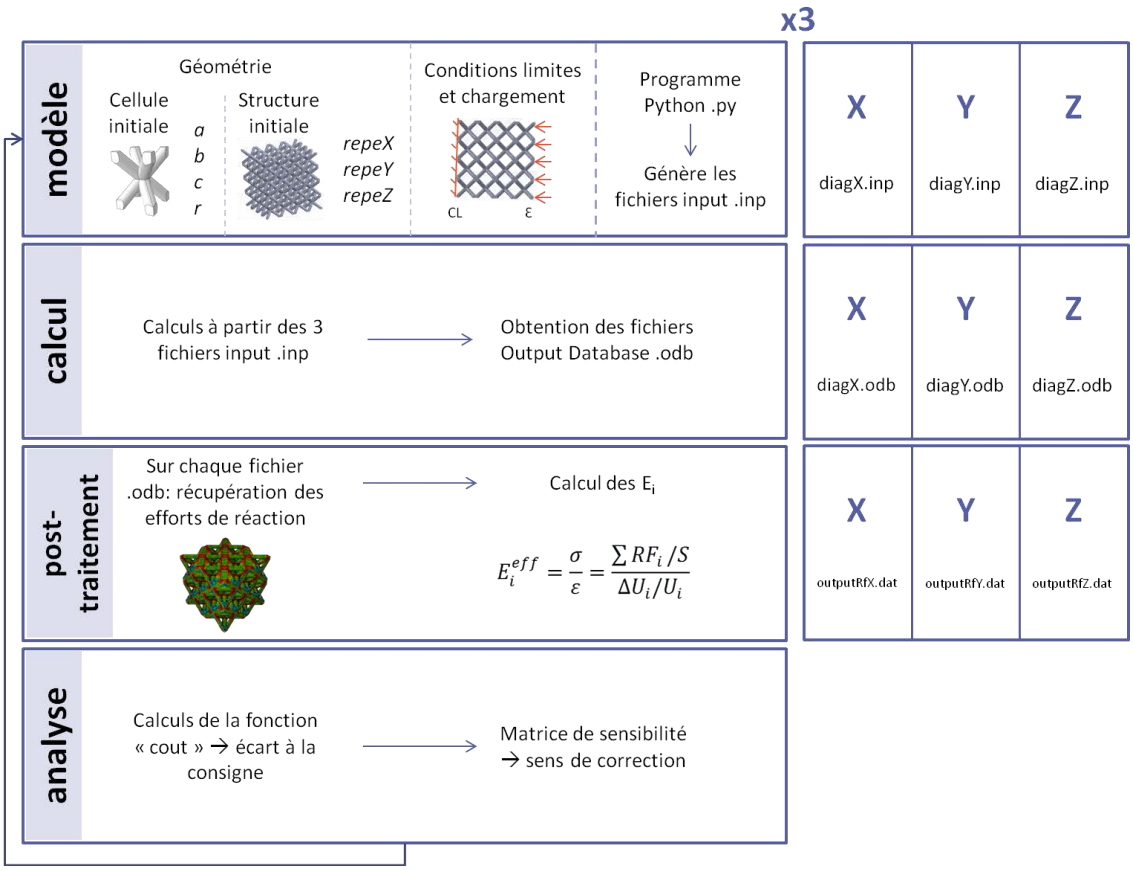


Figure 101 : Fonctionnement de l'algorithme d'optimisation des structures lattice

Le premier « bloc » correspond à la création du modèle éléments finis. A partir des paramètres initiaux de géométrie (contenus dans un fichier *geom.txt*), la cellule élémentaire est construite en 3D et répétée dans les trois directions de l'espace. Les conditions aux limites définies dans le programme sont ensuite appliquées à la structure puis une sollicitation est imposée : elle correspond à un essai de compression à déplacement imposé. La valeur du déplacement est calculée à chaque incrément en fonction de la valeur de déformation choisie. Le programme d'optimisation génère alors les 3 fichiers *input*, un par direction de sollicitation, et lance les calculs.

La seconde étape du programme correspond à la partie calcul. C'est dans cette partie que les essais de compression simulés sont réalisés. Il en résulte des fichiers *output*, résultats des calculs.

La troisième étape du programme est le post-traitement des résultats. Pour chacun des trois fichiers, les forces de réaction sont récupérées sur la face opposée à la sollicitation et les modules effectifs sont calculés.

La quatrième étape correspond à l'analyse des résultats extraits. L'écart à la consigne est déterminé par une fonction coût (équation 21) :

$$C = \frac{1}{2}\left(\frac{(E_x - E_x^{cons})^2}{E_x^2} + \frac{\left(E_y - E_y^{cons}\right)^2}{E_y^2} + \frac{(E_z - E_z^{cons})^2}{E_z^2}\right) \qquad \textit{Équation 21}$$

Tant que C est supérieur à 0,001 la consigne n'est pas atteinte. Afin de connaître le « sens » de correction, on détermine la matrice de sensibilité S (équation 22) :

$$S = \begin{pmatrix} \frac{\partial E_x}{\partial a} & \frac{\partial E_x}{\partial b} & \frac{\partial E_x}{\partial r} \\ \frac{\partial E_y}{\partial a} & \frac{\partial E_y}{\partial b} & \frac{\partial E_y}{\partial r} \\ \frac{\partial E_z}{\partial a} & \frac{\partial E_z}{\partial b} & \frac{\partial E_z}{\partial r} \end{pmatrix} \qquad \textit{Équation 22}$$

Pour ce faire, une perturbation p est appliquée aux trois paramètres a, b et r. Le fichier contenant les paramètres géométriques précédents (initiaux pour le premier incrément) sont copiés et modifiés comme il suit :

i) geom.txt → geoma.txt avec $a_{i+1} = a_i * (1 + p)$; $b_{i+1} = b_i$ et $r_{i+1} = r_i$

ii) geom.txt → geomb.txt avec $b_{i+1} = b_i * (1 + p)$; $a_{i+1} = a_i$ et $r_{i+1} = r_i$

iii) geom.txt → geomr.txt avec $r_{i+1} = r_i * (1 + p)$; $a_{i+1} = a_i$ et $b_{i+1} = b_i$

Pour chacun, trois modèles sont créés donnant lieu à 9 calculs au total. On en extrait les valeurs des modules dans les trois directions après perturbation des trois paramètres :

i) E_{xa}, E_{ya}, E_{za}

ii) E_{xb}, E_{yb}, E_{zb}

iii) E_{xr}, E_{yr}, E_{zr}

On peut alors calculer les éléments de la matrice tel qu'il suit, avec l'approximation :

$$\frac{\partial E_x}{\partial a} \approx \frac{\Delta E_x}{\Delta a} = \frac{E_{xa} - E_x}{a^{i+1} - a} \qquad \textit{Équation 23}$$

On sait à présent de combien va être déplacée la valeur de E si chaque paramètre géométrique est modifié individuellement par une perturbation p. On a

$$\Delta E = \frac{\partial \Delta E}{\partial \Delta p} \Delta p \qquad \textit{Équation 24}$$

Qui donne, pour x :

$$\Delta E_x = \frac{\partial E_x}{\partial \Delta a} \Delta a + \frac{\partial E_x}{\partial \Delta b} \Delta b + \frac{\partial E_x}{\partial \Delta r} \Delta r \qquad \textit{Équation 25}$$

Et de même pour y et z.

En inversant la matrice, on aura :

$$\Delta p = \left(\frac{\partial \Delta E}{\partial \Delta p}\right)^{-1} \Delta E \qquad \textit{Équation 26}$$

Et avec $\Delta E = E^{cons} - E$, on en déduit $\Delta a, \Delta b$ et Δr. Le fichier contenant les paramètres géométriques *geom.txt* peut alors être modifié avec la correction des trois paramètres tels que $a^{i+1} = a^i + \beta \Delta a$ où βest un coefficient d'atténuation qui induit une correction moins forte particulièrement utile si le modèle est non linéaire.

De nouveaux fichiers inputs sont créés par le programme python et le calcul est relancé. Le programme tourne ainsi en boucle tant que les valeurs consignes de E_x, E_y et E_z ne sont pas atteintes. A chaque incrément, les modules d'élasticité courants sont relevés ainsi que la valeur de *C*. Ils sont enregistrés dans un fichier et la convergence du programme peut être surveillée.

La figure 102 montre un exemple d'évolution de l'écart à la consigne *C* et des modules de Young dans les trois directions de l'espace, dans le cas d'un matériau isotrope pour lequel on souhaite obtenir un module de 100 GPa dans les trois directions. L'erreur décroit à chaque itération et les modules se rapprochent de leur valeur consigne. Au bout de 8 itérations, l'objectif est atteint.

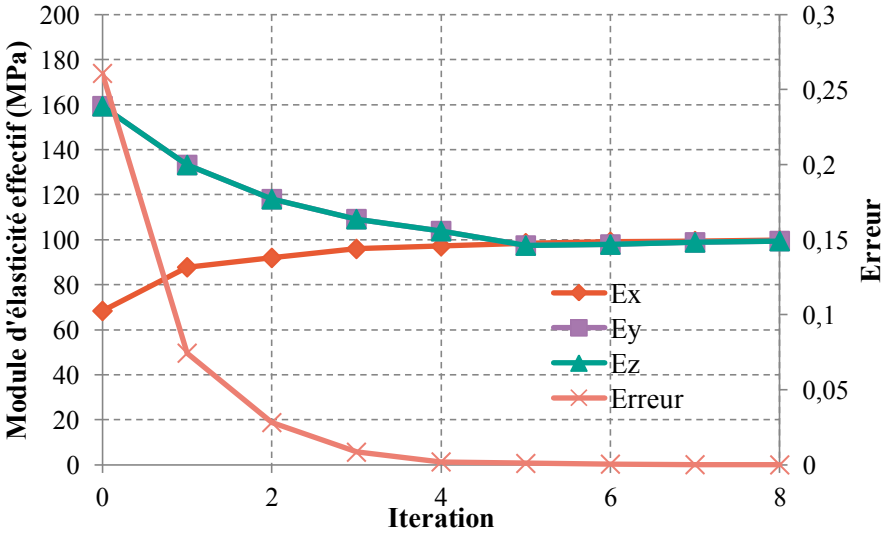


Figure 102 : Exemple de convergence du programme en fonction du nombre d'itérations

L'algorithme peut être adapté à n'importe quelle cellule élémentaire et matériau. Les résultats devront toujours être contrôlés pour éliminer la possibilité de flambement et vérifier la fabricabilité.

4.4 Développement d'une structure biomimétique

4.4.1 Propriétés de l'os

L'algorithme développé dans la partie précédente peut être appliqué à la recherche de solutions dans le domaine du biomédical ou de l'implantologie. En effet, le *stress-shielding*, problème qui suit généralement toute pose de prothèse ou d'implant chargé, est lié aux écarts des propriétés mécaniques entre l'os et l'implant. Idéalement, pour favoriser une condition aussi proche de la condition préopératoire, l'implant devrait avoir les mêmes propriétés que l'os péri-implanté. Dans la bibliographie, en 1.2, il a été mentionné que ce n'était pas le cas avec les implants actuels. On se focalisera ici en particulier sur le cas d'une prothèse totale de hanche, implantée dans le fémur. On se propose de développer une structure architecturée dont les propriétés élastiques seraient au plus proche de celles de l'os. Ce dernier présente des propriétés anisotropes. Du fait que l'os s'adapte aux sollicitations subies, dans le cas des os longs et en particulier du fémur, le module est plus important

dans le sens de chargement principal, c'est-à-dire selon l'axe proximo-distal, et il est plus faible selon les deux autres axes (tableau 16).

Tableau 16 : Propriétés mécaniques de l'os cortical dans le cas du fémur [58], [59]

E (GPa)		
Medio-latéral	*Antéropostérieur*	*Proximo-distal*
12,0	13,4	20,0

4.4.2 Propriétés visées et recherche des paramètres géométriques

On recherche une structure ayant des propriétés identiques à celles du fémur soit $E_x = 20$ GPa et $E_y = E_z = 13$ GPa pour une application de type prothèse de hanche. On peut ajouter que des études ont montré que certaines architectures et tailles de pores favorisent grandement l'osteointégration [112]. Malgré cela, il faut être vigilant quant à leur utilisation : une porosité importante pourrait causer des problèmes de résistance mécanique ou de tenue en fatigue ; une osteointégration trop importante pourrait s'avérer problématique dans le cas où le besoin surviendrait de retirer la prothèse pour une opération de révision. En cas de nécessité de retirer ou changer l'implant, le chirurgien serait en difficulté. La conception de telles structures pour les prothèses doit donc prendre en compte l'ensemble de ces éléments. Ainsi, il n'est pas recommandé que la structure architecturée soit en contact direct avec l'os. De plus, en cas de casse, même partielle dans la structure, des débris seraient libérés dans le corps. On prévoit donc de rajouter une enveloppe de 1 à 2 mm d'épaisseur autour de la structure. Quelles propriétés faut-il alors viser ?

On souhaite connaître l'influence de l'enveloppe sur la structure. Pour cela, on simule des essais de compression sur une même structure : sans enveloppe, avec enveloppe de 1mm et avec enveloppe de 2 mm (figure 103) dans deux directions de sollicitation (figure 104). On choisit de travailler avec la cellule *diag* qui s'assimile à la structure cristalline cubique centrée (voir 4.2.1) avec les paramètres géométriques suivants : $a = b = c = 4$ mm, $repeX = repeY = repeZ = 5$.

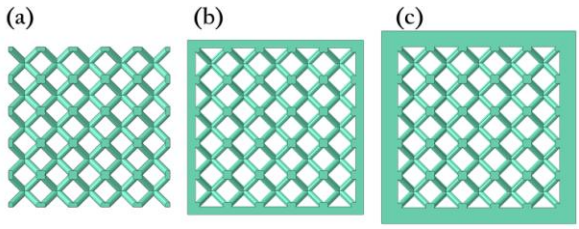


Figure 103 : Les trois sructures analysées : sans enveloppe (a), avec enveloppe de 1 mm (b) et de 2 mm (c)

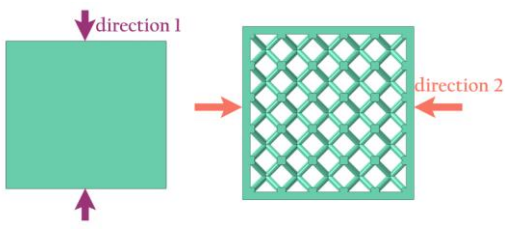


Figure 104 : Les deux directions de sollicitation (vue de face et vue de dessus)

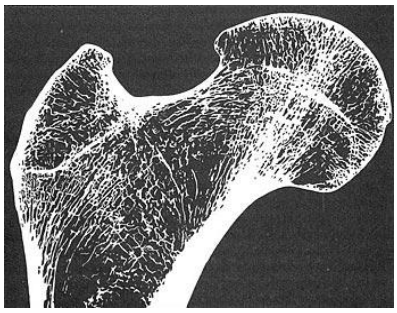


Figure 105 : Structure interne d'un fémur

Dans cette cellule, toutes les poutres sont inclinées d'un même angle par rapport à l'horizontale. C'est pour cette raison que l'on s'intéresse ici à cette structure plutôt qu'à l'octet-truss. En effet, l'observation des travées d'un os comme le fémur (figure 105), dont les orientations sont adaptées aux sollicitations, suggère l'absence de « lignes » parfaitement verticales ou horizontales. Toutes les lignes semblent être plus ou moins inclinées. Dans cette mesure, la structure *diag* est plus ressemblante à la structure de l'os et sa flexibilité sera plus adaptée aux sollicitations.

Le nombre de répétitions est choisi par rapport à la section finale. En effet, une enveloppe d'une épaisseur donnée n'aura pas la même influence sur les propriétés mécaniques selon que la section effective de la structure complète soit petite ou grande. Le choix est fait en fonction de l'application. Dans le cas présent on cherche à imiter l'os cortical du fémur, une section de 20 mm par 20 mm convient car elle est du même ordre de grandeur que celle de l'os.

Les conditions aux limites sont choisies de manière à être au plus proche de la situation d'un implant dans un os. Celui-ci y est bloqué et ne peut se déplacer latéralement. La face opposée à la sollicitation est encastrée et le déplacement des faces « latérales » est bloqué dans une direction. Il s'agit des conditions aux limites « glissière » présentées en 4.2.2.3. On travaille sur un alliage de Ti-26Nb de module d'élasticité 58 GPa déterminé dans le chapitre 3.

Les modules de Young effectifs sont calculés à partir des forces de réaction. Ils sont présentés sur la figure 106 : l'abscisse représente l'épaisseur de l'enveloppe et l'ordonnée le module de Young obtenu ; chaque courbe représente l'une des deux directions de sollicitation. Des courbes de tendance polynomiales d'ordre 2 sont tracées pour chacune d'elles. Elles donnent une première idée de l'influence de l'enveloppe, à structure interne identique, sur les propriétés mécaniques effectives de l'ensemble.

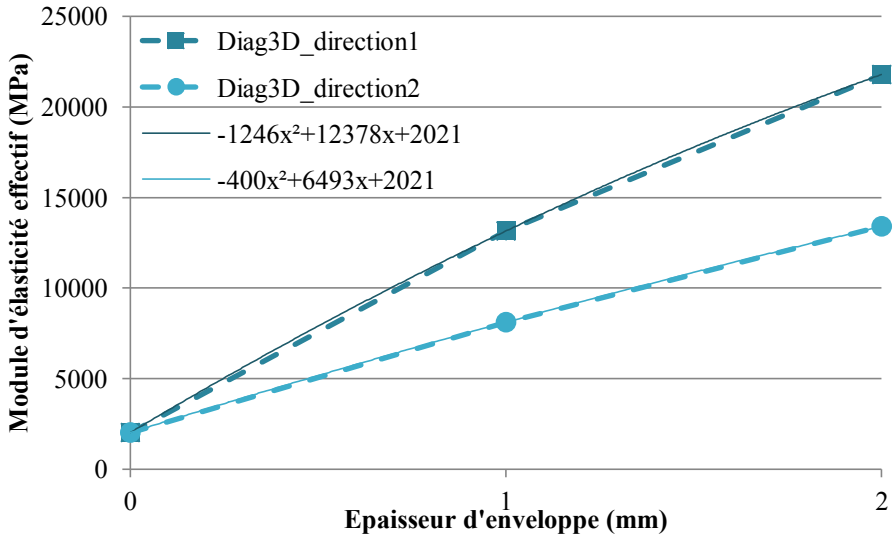


Figure 106 : Influence de l'épaisseur de l'enveloppe sur le module d'élasticité des structures cubiques centrées

On s'en sert pour déterminer quelles sont les propriétés à avoir dans une structure sans enveloppe, et à choisir comme valeur consigne de l'algorithme, pour obtenir les modules d'élasticités souhaités dans une structure avec enveloppe (e) de 1 mm. Dans ce premier cas par exemple, l'équation dans la direction 1 est (équation 27) :

$$E_{eff} = -1246 * x^2 + 12378 * x + 2021$$ *Équation 27*

Et dans la direction 2 (équation 28) :

$$E_{eff} = -400 * x^2 + 6493 * x + 2021$$ *Équation 28*

Ce qui signifie que l'ordonnée à l'origine i.e. le module d'élasticité sans enveloppe $E_{e=0mm}$ est 2021. Cette valeur est identique dans les deux directions car pour la structure analysée $a = b = c$.

On a donc (équation 29) :

$$E_{eff} = -1246 * e^2 + 12378 * e + E_{e=0mm}$$ *Équation 29*

Et (équation 30) :

$$E_{eff} = -400 * e^2 + 6493 * e + E_{e=0mm}$$ *Équation 30*

Alors, pour rechercher le module d'élasticité à avoir dans une structure sans enveloppe pour obtenir les modules d'élasticités souhaités avec ajout d'une enveloppe, on inverse les équation (équation 31 et équation 33) et on remplace e par l'épaisseur d'enveloppe souhaitée et E_{eff} par la valeur de module recherchée.

Pour l'obtention des propriétés du fémur (E_{eff} = 20000 MPa) avec une enveloppe de 1 mm d'épaisseur, on a dans la direction proximo-distale (équation 32):

$$E_{e=0mm} = E_{eff} + 1246 * e^2 - 12378 * e \qquad \textit{Équation 31}$$

$$E_{e=0mm} = 20000 + 1246 - 12378 = 8868 \qquad \textit{Équation 32}$$

Et de même dans les directions antero-posterieure et medio-latérale (E_{eff} = 13000 MPa) (équation 34) :

$$E_{e=0mm} = E_{eff} + 400 * e^2 - 6493 * e \qquad \textit{Équation 33}$$

$$E_{e=0mm} = 13000 + 400 - 6493 = 6907 \qquad \textit{Équation 34}$$

Les valeurs consignes pour l'algorithme sont donc E_x = 8868 MPa et E_y = E_z = 6907 MPa. Il est probable que les paramètres géométriques de la structure avec $a \neq b \neq c$ conduisent à des tendances un peu différentes. Des simulations de compression sur la structure obtenue par l'algorithme seront conduites après ajout d'enveloppes pour vérifier que les propriétés sont bien celles attendues.

L'algorithme d'optimisation des structures propose deux solutions possibles à partir des valeurs de modules d'élasticité demandées :

- a = 1,06 mm, b = 4 mm, c = 4 mm, r = 0,35 mm que l'on nommera structure A
- a = 4,43 mm, b = 4 mm, c = 4 mm, r = 0,66 mm que l'on nommera structure B

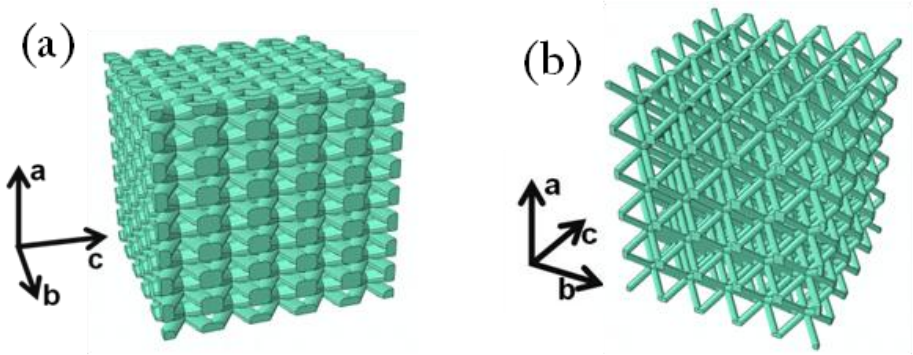


Figure 107 : Structures proposées : A, de base 4 x 4 mm avec a = 1,06 mm (a) ou B, de base 4 x 4 mm avec a = 4,43 mm (b)

Les simulations sont réalisées sur les deux structures. Les résultats sont représentés en figure 108.

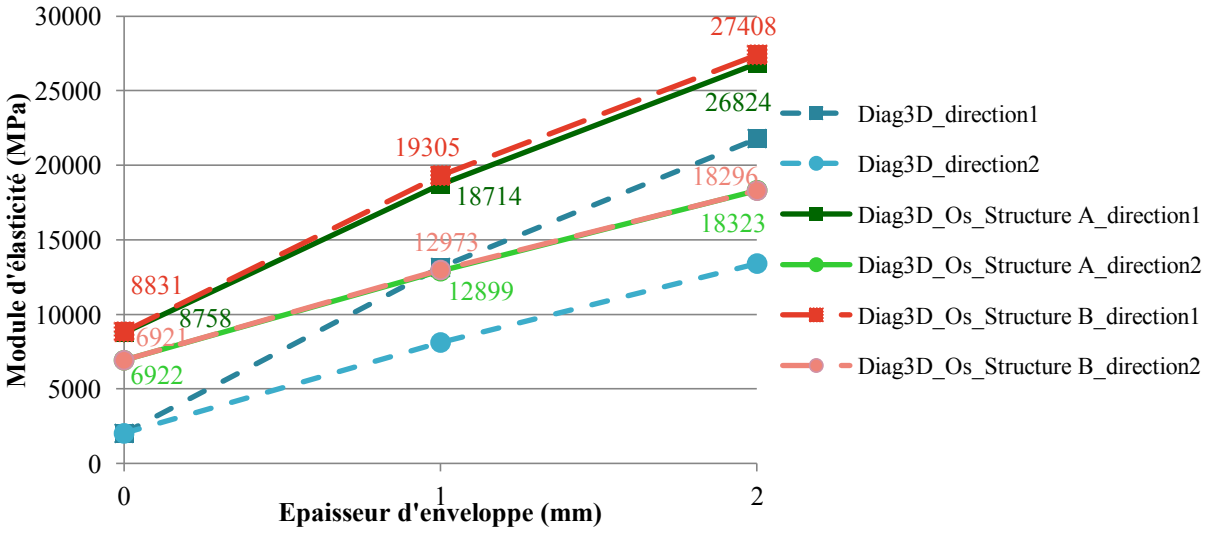


Figure 108 : Détermination des propriétés des structures avec enveloppe

Les tendances observées pour les structures A et B sont similaires. Les courbes tracées sont presque parallèles à celles obtenues pour la structure isotrope de départ. C'est l'ordonnée à l'origine, le module de la structure sans enveloppe qui fait « déplacer » la courbe. Les valeurs de module à $e = 0$ se différencient d'une direction à l'autre car $a \neq b, c$. Les valeurs de module obtenues avec l'enveloppe de 1 mm sont relativement proches des valeurs recherchées. L'approximation consistant à considérer le comportement de la structure *diag* (4 x 4 x 4 mm^3) pour estimer les valeurs consignes de module à rechercher dans l'algorithme, est donc valable dans la gamme de valeurs analysée. Toutefois, on peut pressentir que si la géométrie vers laquelle l'algorithme va converger est très éloignée de celle utilisée pour tracer la première courbe et estimer les valeurs cibles alors, le résultat sera probablement moins précis. Pour optimiser la résolution il vaut mieux réaliser cette procédure d'estimation des valeurs cibles à partir d'une structure aux paramètres géométriques proches, voire identiques aux paramètres géométriques d'entrée de l'algorithme, utilisés dans la première itération.

On conservera donc les paramètres géométriques issus des résultats de l'algorithme.

4.4.3 Vérification expérimentale

Les structures sont fabriquées par SLM afin de réaliser des essais de compression dans les deux directions et ainsi vérifier que les propriétés prédites par le calcul sont atteintes. La fabrication des structures permet aussi d'évaluer leur fabricabilité et la précision d'élaboration des structures. Les éléments pouvant potentiellement poser problème sont les rayons de poutre et les angles d'inclinaison de poutre par rapport au plateau faibles. En effet la structure A résultant de l'algorithme a les paramètres géométriques suivant : a = 1,06 mm, b = 4 mm, c = 4 mm et r = 0,35 mm. Aux vues de la faible valeur de a, certains espaces pourraient se retrouver fermés et la géométrie demandée altérée ;

par conséquent ses propriétés ne seraient pas respectées. L'élaboration des structures est nécessaire à la validation.

La fabrication est préparée sous le logiciel *Magics*. Les structures sont positionnées de manière à optimiser la fabrication et limiter la quantité de supports. Pour la structure A (tons roses sur la figure 109), l'axe a de la cellule correspond à l'axe Y de la machine (Z vertical) pour éviter que l'angle le plus faible (< 45°) ne soit dans la direction de fabrication. Une partie de l'enveloppe se retrouve toutefois parallèle au plateau. Pour la structure B plus élancée (tons bleus sur la figure 109), l'axe *a* de la cellule correspond à l'axe Z de la machine et les enveloppes sont perpendiculaires au plateau.

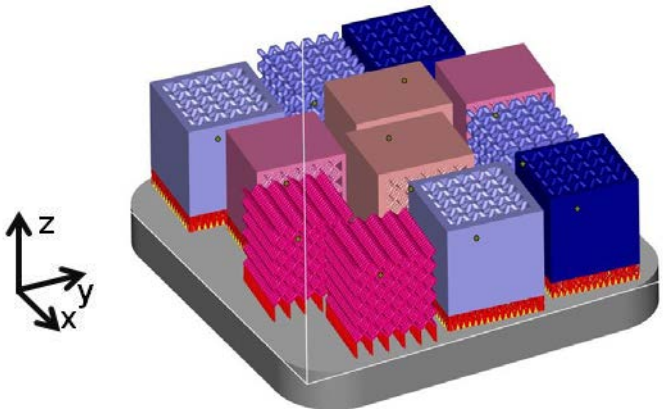


Figure 109 : Positionnement des structures sur le plateau de fabrication, A en rose, B en bleu

Les paramètres de fabrication employés sont ceux développés dans le chapitre 3 de la thèse et sont recensés dans le tableau 17.

Tableau 17 : Paramètres utilisés pour la fabrication des structures lattices biomimétiques

P (W)	v (mm/s)	h (mm)	t (mm)	E (J/mm^3)
300	300	0,06	0,03	556

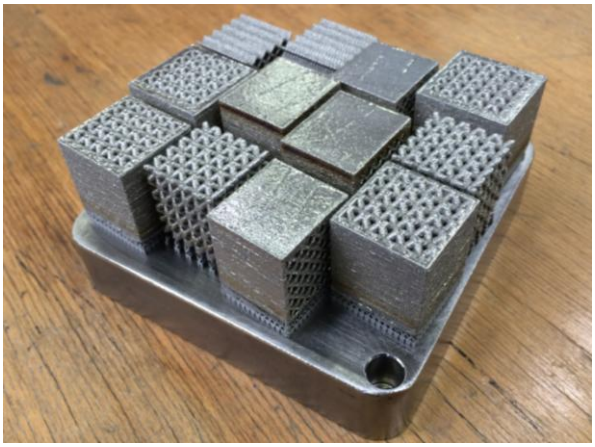


Figure 110 : Structures biomimétiques fabriquées en Ti-26Nb par SLM

On procède en premier lieu à une analyse visuelle des échantillons. La plupart présentent de légères traces d'oxydations sur quelques mm de hauteur. On note des défauts de scan sur les structures A sans enveloppe (A0) visibles en figure 111(a).

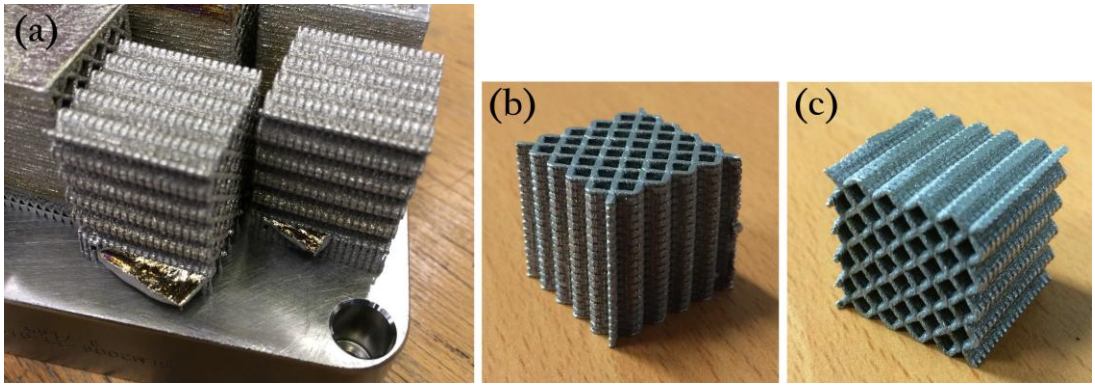


Figure 111 : Défauts de scan sur la structure A0 (a), « collage » des poutres (b) et (c)

Ils peuvent résulter d'une mauvaise gestion des trajectoires par le logiciel de *pre-processing* non détectée avant le *job*. De tels défauts n'ont pas été repérés sur d'autres pièces mais peuvent être cachés s'ils se trouvent à « l'intérieur » de la structure. Ils sont retirés avant les essais mécaniques mais risquent d'avoir une influence sur les résultats s'ils s'étendent à l'intérieur des pièces.

Sur les structures B, il n'y a pas de gros défaut apparent.
Des essais de compression à cycles de déplacement imposé 1 %, 2 %, 4 %... (figure 112) sont réalisés dans les deux directions de sollicitation (figure 104) sur chaque type de structure. Leurs notations sont explicitées dans le tableau 18.

Tableau 18 : Notation des structures pour les essais de compression

Notation	Solution	Epaisseur d'enveloppe (mm)
A0	A	0 mm
A1	A	1 mm
A2	A	2 mm
B0	B	0 mm
B1	B	1 mm
B2	B	2 mm

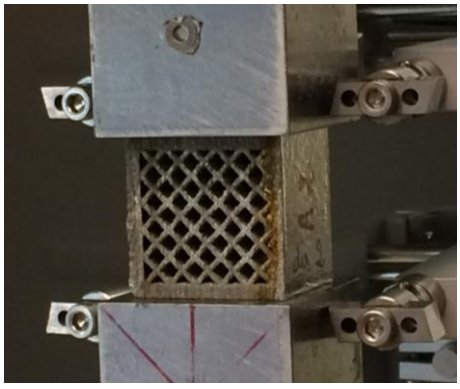


Figure 112 : Essai de compression dans la direction 2

Les courbes contrainte - déformation sont présentées sur les figure 113 pour la direction 1 et figure 114 pour la direction 2 et les modules relevés à la décharge sont présentés dans le tableau 19.

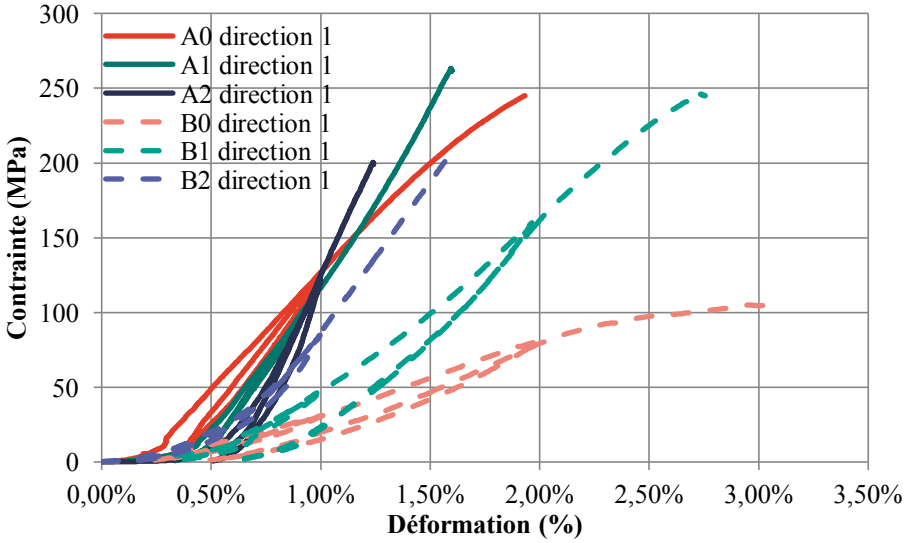


Figure 113 : Courbes contrainte - déformation des structures A et B dans la direction 1

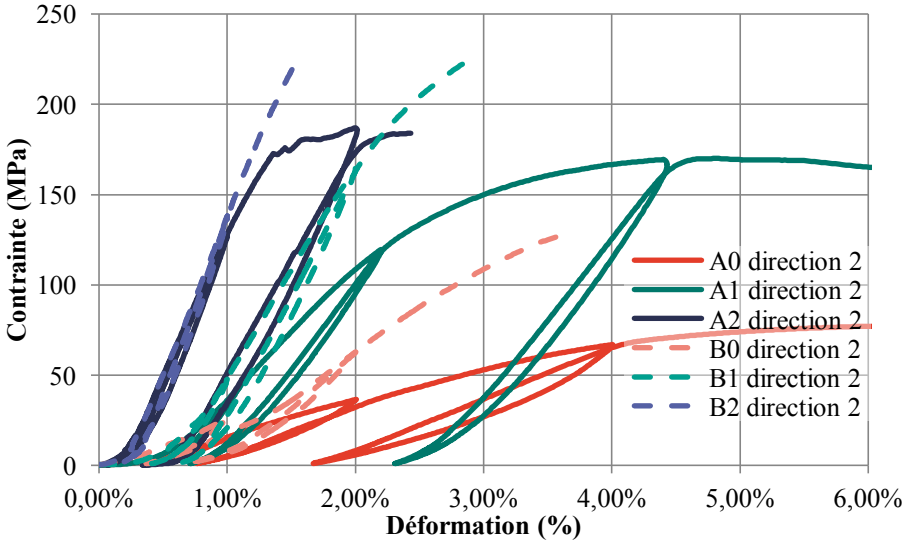


Figure 114 : Courbes contrainte - déformation des structures A et B dans la direction 2

Tableau 19 : Relevé des modules d'élasticité des structures A et B

	Direction 1 (MPa)			Direction 2 (MPa)		
	Expérimental	Simulation	Ecart	Expérimental	Simulation	Ecart
A0	18000	8758	106%	4500	6922	35%
A1	22000	18714	18%	10200	12899	21%
A2	33500	26824	25%	19000	18323	4%
B0	8000	8831	9%	7000	6921	1%
B1	18000	19305	7%	14000	12973	8%
B2	25000	27408	9%	20000	18296	9%

Pour une grande partie des échantillons, les essais n'ont pu être conduits au-delà de 1 % ou 2 % de déformation car la limite en force de la machine était atteinte. On note des écarts relativement importants pour l'échantillon A, en particulier dans la direction 1. Les échantillons A0, pour lesquels des défauts avaient été détectés, sont les plus éloignés de la consigne et ce dans les deux directions. Du « collage » est apparu à cause de l'angle faible des poutres par rapport à l'horizontale (figure 111 (b) et (c)); une partie des porosités du design de départ a disparu à la fabrication, rigidifiant ainsi la structure dans la direction 1. Avec l'enveloppe, l'écart diminue car une rigidité plus importante est amenée par l'épaisseur de l'enveloppe. Les problèmes liés aux contraintes et aux difficultés de fabrication de cette structure la rendent péniblement utilisable dans le cas d'une application concrète de dispositif médical. La structure B, présente moins de contraintes de fabrication et ainsi, pas de défauts importants après construction. La géométrie de la structure a été respectée et cela est visible sur les résultats des essais de compression. Les écarts de module par rapport à la simulation sont compris entre 1% et 10 %. Les essais n'ont pu être répétés sur ces structures, néanmoins des essais similaires sur des structures architecturées en Ti-6Al-4V ont permis de déterminer que l'écart type sur la mesure de module d'élasticité sur ce type de pièces est d'environ 5 % de la valeur relevée. Alors, si l'on tient compte des erreurs, l'écart entre expérience et simulation est négligeable.

Aux vues de ces résultats, on déduit qu'il faudra privilégier la structure B pour la mise en œuvre d'une application. Elle présente moins de complexité dans la fabrication (angles supérieurs à 45° dans plusieurs positions, orientation plus libre sur le plateau, possibilité de construire l'enveloppe verticalement, diamètre de poutre plus important...) et optimise la réponse par rapport à la simulation.

4.5 Conclusion

Nous avons ici développé deux outils d'aide à la conception de structures architecturées. Le premier se présente sous la forme d'abaques construits à partir de simulations sur une série de structures. La longueur et le rayon des poutres qui composent la structure ont été variés et leur densité ainsi que leurs propriétés mécaniques ont été extraites des résultats. Ceux-ci peuvent alors être représentés de nombreuses manières différentes en fonction de critères liés à l'application envisagée. Les abaques peuvent ainsi être utilisés pour le choix et le design de structures. La limite de ce premier outil est qu'il se restreint à une seule direction de sollicitation.

Le second outil développé est un algorithme d'optimisation des propriétés géométriques de structures architecturées en fonction des propriétés élastiques choisies. Il recherche par itérations, à partir de paramètres géométriques de départ, la solution qui s'approche au plus près des valeurs de consigne. En

fonction des paramètres de départ, on a pu remarquer que deux solutions différentes étaient proposées par le programme. Il convient alors de choisir la structure qui sera la plus adaptée à la fabrication SLM (angle des poutres, diamètres...). Cet algorithme pourra être utilisé pour créer un matériau avec des modules d'élasticité effectifs distincts dans les trois directions principales.

L'algorithme d'optimisation a ensuite été utilisé pour concevoir une structure biomimétique qui pourra être intégrée dans un dispositif médical implantable. Les propriétés des deux structures émanant du programme ont été vérifiées par fabrication et essais de compression. Si l'une des deux solutions a présenté des défauts de fabrication et s'éloignait des propriétés attendues, la seconde présentait une bonne correspondance. Cette solution architecturée a le potentiel de favoriser la biocompatibilité mécanique des implants et prothèses.

Chapitre 5 : Evaluation numérique de la réduction du s*tress-shielding* : solutions matériau et structure appliquées à une arthroplastie totale de hanche

5.1 Introduction

Le *stress-shielding* fait partie des principaux facteurs d'échec des implants et prothèses. Il est lié à un manque de biocompatibilité mécanique entre les matériaux généralement utilisés pour les dispositifs implantables et les tissus osseux. Il serait donc bénéfique de réduire le module d'élasticité des matériaux pour le rapprocher de celui de l'os. L'utilisation du Ti-26Nb, développé pour la fabrication additive en chapitre 3 et dont on a montré que le module d'élasticité était plus faible que celui du titane ou du Ti-6Al-4V, permet potentiellement de réduire ce phénomène. Par ailleurs, l'utilisation de structures poreuses, aux propriétés similaires à celle de l'os (4.4), peut être un second levier sur lequel agir pour réduire encore le module de Young du dispositif médical. Afin d'étudier l'application du Ti-26Nb et des structures architecturées dans les dispositifs médicaux implantables, il a été décidé de s'intéresser à la prothèse totale de hanche (PTH) qui est un dispositif soumis à des sollicitations importantes. La prothèse totale de hanche a pour but de remplacer l'articulation coxo-fémorale lorsqu'elle est endommagée. Aujourd'hui, l'articulation coxo-fémorale est l'articulation la plus remplacée, la prothèse totale de hanche est donc la prothèse la plus posée. On compte environ 130000 poses par an en France et 20000 révisions. De plus, une étude américaine a montré que le nombre de pose de prothèses totales de hanche a continuellement augmenté entre 2000 et 2010 [178] et que l'âge des patient décroît, avec de plus en plus de pose dans la tranche d'âge 45-64 ans.

Par ailleurs, nous avons vu dans le chapitre 1 (1.2.2.1) que la biocompatibilité chimique ou biologique des matériaux est aussi un élément essentiel au succès d'une pose de prothèse. L'alliage le plus commun en arthroplastie, le Ti-6Al-4V est actuellement le sujet de controverses à cause des problèmes

de santé à long terme associés aux effets cytotoxiques des oxydes de vanadium et aux troubles neurologiques potentiels causés par un relarguage d'aluminium [56], [63], [179], [180]. Il a déjà été montré dans quelques publications que les alliages de type TNTZ présentaient une biocompatibilité au moins aussi bonne que celle du Ti-6Al-4V et du titane pur [38], [39], [64].

Dans ce chapitre, nous étudions la biocompatibilité mécanique d'un alliage de Ti-26Nb. Nous réalisons une étude par éléments finis d'une prothèse totale de hanche non cimentée implantée dans un fémur. Nous comparons 3 cas correspondant aux prothèses actuelles, à une amélioration par le matériau et à une amélioration par la structure. Nous nous attachons à réduire les écarts de contrainte à l'interface os-implant et à rapprocher les contraintes dans l'os péri-implanté des contraintes physiologiques.

5.2 Conception d'un DMI

5.2.1 Contexte

Une prothèse de hanche remplace l'articulation coxo-fémorale lorsqu'elle n'est plus fonctionnelle. Cette articulation est constituée de l'os iliaque (os du bassin) et du fémur. Le fémur est un os long, il est constitué d'une partie cylindrique centrale appelée diaphyse. Les deux extrémités, proximale (proche du tronc) et distale (éloignée du tronc), de l'os sont plus larges et arrondies. Elles sont appelées épiphyses et assurent la liaison avec les os adjacents dans les articulations. Les régions connectant la diaphyse à chaque épiphyse sont appelées métaphyses. Ces zones sont représentées sur la figure 115 aux côtés de quelques éléments d'anatomie dont le vocabulaire est utilisé par la suite.

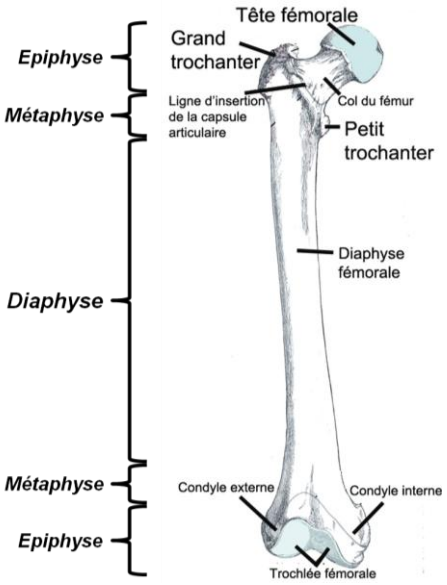


Figure 115 : Anatomie du fémur

Figure 116 : Prothèse totale de hanche

Une prothèse totale de hanche est constituée de trois parties (figure 116) : la tige fémorale (implantée dans le fémur), le cotyle (implanté dans l'os du bassin) et la tête fémorale qui fait le contact entre les deux. Pour cette étude par éléments finis, on s'intéresse au fémur et à la tige fémorale ainsi qu'à l'interface entre les deux. Une tige fémorale est donc dessinée en conception assistée par ordinateur. Elle a une géométrie classique qui sera la même pour les différents cas analysés. Ceux-ci se différencient par le matériau utilisé.

5.2.2 Types de prothèse

- Prothèses massives :

L'intensité du phénomène de *stress-shielding* étant liée à la différence de module entre l'os et la prothèse, on souhaite vérifier l'effet d'un matériau à bas module sur celui-ci. Deux prothèses massives sont donc analysées : une première en Ti-6Al-4V classique avec un module d'élasticité de 110 GPa, une seconde en Ti-26Nb avec un module d'élasticité de 58 GPa. La modélisation de ces deux prothèses « pleines » permet d'analyser l'effet du matériau sur le *stress-shielding*.

- Prothèse biomimétique architecturée :

Afin de réduire encore plus le module d'élasticité de la prothèse et de se rapprocher de celui de l'os, on peut agir sur un second levier : l'effet de la structure. Pour cela, on s'appuie sur les résultats du chapitre précédent avec notamment l'utilisation de l'algorithme d'optimisation des structures. En effet, en 4.4, une structure architecturée biomimétique en Ti-26Nb imitant les propriétés de l'os, a été développée. Elle vise des propriétés semblables à celles du fémur avec E_z = 20 GPa et $E_x = E_y$ = 13 GPa. Elle est ainsi constituée d'une enveloppe en Ti-26Nb (E = 58 GPa) et d'une structure interne dont les propriétés équivalentes sont E_z = 8868 MPa et $E_x = E_y$ = 6907 MPa. En implémentant cette structure dans une prothèse, on obtient un dispositif médical implantable aux propriétés très proches de celles de l'os.

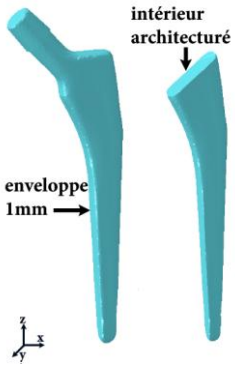


Figure 117 : Conception de la prothèse biomimétique

Pour mettre en œuvre les simulations numériques, la prothèse est modélisée avec la partie « haute » de la tige fémorale pleine (58 GPa) et sa partie basse, encastrée dans l'os est constituée de l'enveloppe de 1mm d'épaisseur et remplie avec la structure architecturée développée. Pour simplifier la conception et limiter les temps de calcul, les propriétés équivalentes de la structure sont appliquées à un objet plein représentant l'intérieur de la structure.

- Cas de référence :
  - Cas idéal

Un cas de référence est utilisé pour comparer les différentes solutions à un cas idéal. Etant donné que l'appui de la PTH dans le fémur se fait au niveau de l'os cortical, la prothèse idéale imite ses propriétés. On lui attribue ainsi des propriétés élastiques proches de celles de l'os cortical avec E = 20 GPa. Elle représente la perturbation minimale apportée au fémur.

  - Os sain :

Le cas d'un os sain, n'ayant pas subi d'arthroplastie, est également considéré comme référence. L'obtention de ce modèle et l'attribution des propriétés matériaux sont expliqués en 5.2.3.

On s'attachera à comparer entre eux l'ensemble des dispositifs ainsi créés. Le tableau 20 ci-après synthétise les différents modèles.

Tableau 20 : Résumé des propriétés des prothèses totales de hanche étudiées

Prothèse		E_x (GPa)	E_y (GPa)	E_z (GPa)
Massive classique Ti-6Al-4V		110		
Massive Ti-26Nb		58		
Biomimétique	Corps et enveloppe	58		
	Intérieur	6,9	6,9	8,9
Référence « os cortical »		20		

5.2.3 Construction du modèle éléments finis : du scanner à la 3D

Le modèle par éléments finis est constitué de l'os du fémur et de la prothèse. La prothèse est construite grâce à des logiciels CAO comme expliqué en 5.2.2. L'os est lui modélisé à partir de données de tomodensitométrie d'un patient.

En collaboration avec le Dr. Philippe Clavert, chirurgien orthopédique au CHRU de Strasbourg, des fichiers issus de scanner (format DICOM), sont obtenus pour 3 patients anonymes. On choisit de travailler avec les données du patient le plus âgé des 3 : un homme de 56 ans présentant une situation ostéoporotique qui est la plus pertinente pour mettre en évidence l'intérêt du bas module. Le logiciel Mimics permet alors d'observer et d'analyser les trois coupes anatomiques : sagittale, transversale et frontale. Les différents éléments du corps tels que les os et les muscles peuvent y être distingués grâce aux différences de niveaux de gris, synonymes de différences de densité. Les niveaux de gris sont exprimés en unité de Hounsfield (HU). La valeur exprimée en HU dépend alors du coefficient d'absorption et de la densité de la matière. Les scanner sont calibrés de sorte que l'eau distillée corresponde à 0 HU et l'air à -1000 HU. Plus le niveau de gris s'approche du blanc, plus l'absorption et la densité sont importantes. Les valeurs communément admises pour l'os cortical sont supérieures à 700 HU. Pour l'os spongieux, cette valeur peut démarrer autour de 100 – 150 HU en fonction de la « qualité osseuse » du patient en question. Une échelle de ces niveaux de gris généralement admis est représentée en figure 118.

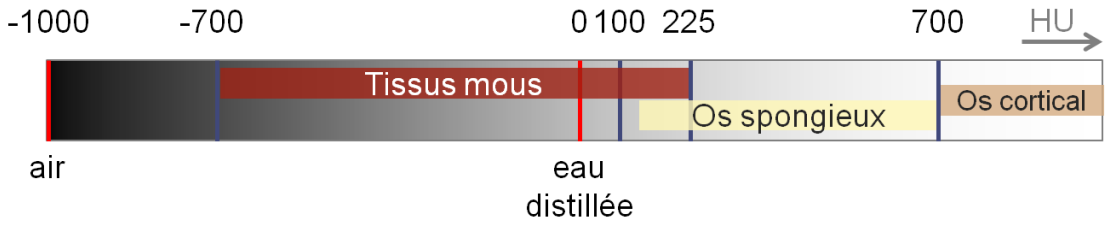


Figure 118 : Echelle généralement admise des niveaux de gris, en unité de Hounsfield

Des opérations de seuillage en niveaux de gris sont réalisées sur les coupes du scanner afin de « séparer » la géométrie du fémur. Pour cela, on s'attache en premier lieu à segmenter l'os cortical car la segmentation de l'os spongieux à partir des seuls niveaux de gris est plus délicate étant donné qu'ils peuvent se confondre avec ceux d'autres éléments tels que les tissus mous (-700 à 225 HU). Le produit de la segmentation apparaît alors sous forme de masque superposé aux images en niveaux de gris. Il est ensuite nécessaire de vérifier, coupe après coupe que l'ensemble du volume de l'os cortical a bien été sélectionné et, le cas échéant sélectionner manuellement des portions manquantes ou gommer des portions superflues. Il est important que le volume reconstruit à partir du masque de l'os cortical soit fermé. En effet, la reconstruction de l'os spongieux se fait en sélectionnant tout le volume

interne à l'os cortical. Les deux masques peuvent alors être fusionnés. Ainsi, le fémur complet est extrait et reconstruit en 3D (figure 119).

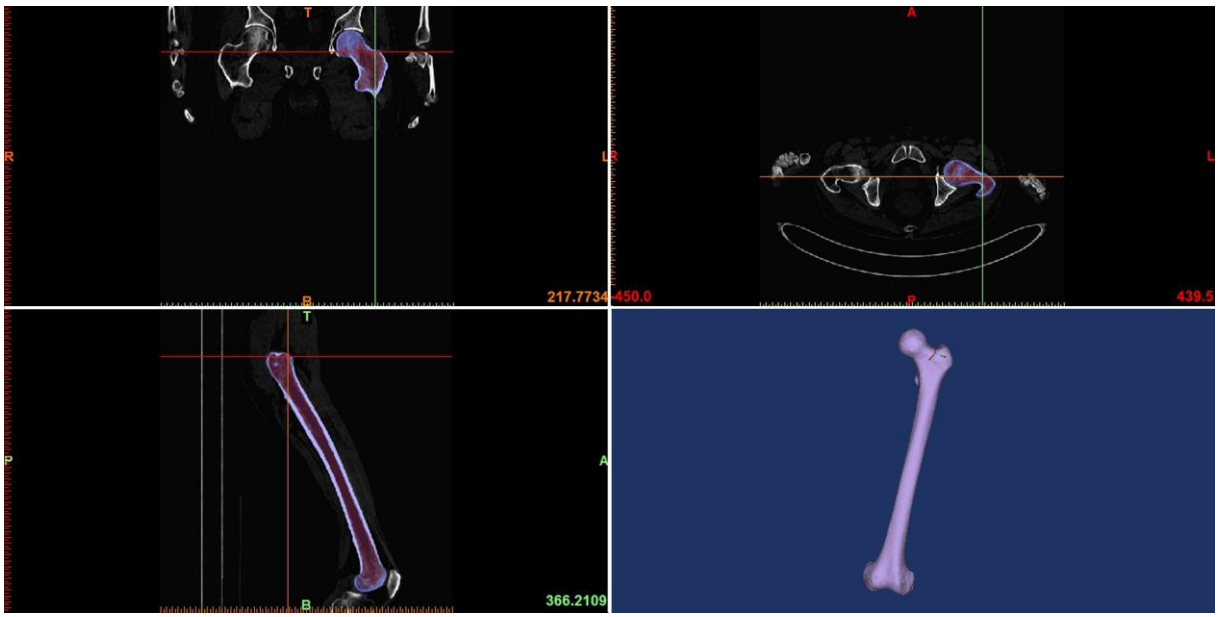


Figure 119 : Seuillage en niveaux de gris du fémur

Il est ensuite nécessaire de procéder à une simulation de l'opération chirurgicale. Elle consiste à réaliser une découpe de la tête fémorale puis à procéder au placement et au positionnement de l'implant dans le canal médullaire. En pratique, en chirurgie, la planification des prothèses totales de hanche est faite sur des clichés radiographiés. L'analyse du centre de rotation, du diamètre du condyle, de l'axe fémoral, de l'axe du col... permet aux chirurgiens de déterminer le type de prothèse et son angulation ainsi que la hauteur de la coupe fémorale. Cette dernière passe généralement par les sommets du petit trochanter et du grand trochanter. La taille de la prothèse est ensuite choisie de manière à avoir le meilleur enclavement possible dans l'os cortical. Pour la simulation de cette opération, on s'attache à respecter au mieux ces règles.

Les modèles 3D du fémur et de la prothèse sont exportés vers le logiciel 3-matic. On y réalise des opérations de lissage afin d'améliorer la géométrie extérieure de l'os.

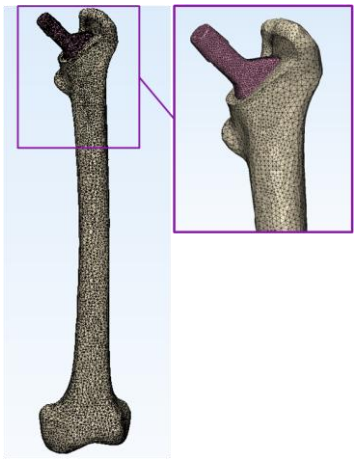


Figure 120 : Maillage du fémur et sa prothèse totale de hanche

Une opération booléenne est effectuée entre l'os, encore plein, et l'implant pour finaliser l'opération chirurgicale. Un maillage surfacique du modèle est ensuite défini : une taille d'éléments triangles minimale de 1mm de côté et maximale de 2,2 mm de côté est appliquée à l'os. La taille des éléments de la prothèse dépend du type de prothèse : taille similaire à celle employée pour l'os pour les implants massifs et taille d'éléments inférieure : entre 0,4 mm et 0,8 mm dans le cas d'implant avec enveloppe. La taille de chacun des éléments s'adapte en fonction de la géométrie. Ce maillage est réalisé de manière à ce que les nœuds de l'implant et de l'os concordent. Un maillage volumique de l'ensemble en éléments tétraédriques Tet4 ou C3D4 est construit à partir des éléments surfaciques (figure 120).

Le modèle est ensuite réimporté dans Mimics pour l'assignement des propriétés matériau. Dans la littérature, plusieurs études tentent de relier les niveaux de gris de tomodensitométrie, en unité de Hounsfield HU, à la densité puis aux propriétés mécaniques de l'os [181]–[183]. C'est ainsi que Rho et al. [182] proposent une relation reliant les propriétés de l'os spongieux à sa masse volumique ρ (équation 35) et la masse volumique au module de Young (en MPa) (équation 36) :

$$\rho = 131 + 1{,}067 * HU \qquad \textit{Équation 35}$$

$$E = 0{,}58 * \rho^{1{,}30} \qquad \textit{Équation 36}$$

On utilise ces relations pour attribuer les propriétés matériau aux éléments de l'os spongieux. En ce qui concerne les propriétés de l'os cortical, il n'y a pas de relation dans la littérature qui donne une bonne corrélation [182]. On considèrera un module de Young entre 14000 et 20000 MPa pour l'os cortical. On choisit alors de lier le module de Young aux niveaux de gris par une loi linéaire de sorte à obtenir E_{min} = 14000 MPa et E_{max} = 20000 MPa.

La figure 121 présente l'attribution des propriétés élastiques aux différentes zones du fémur.

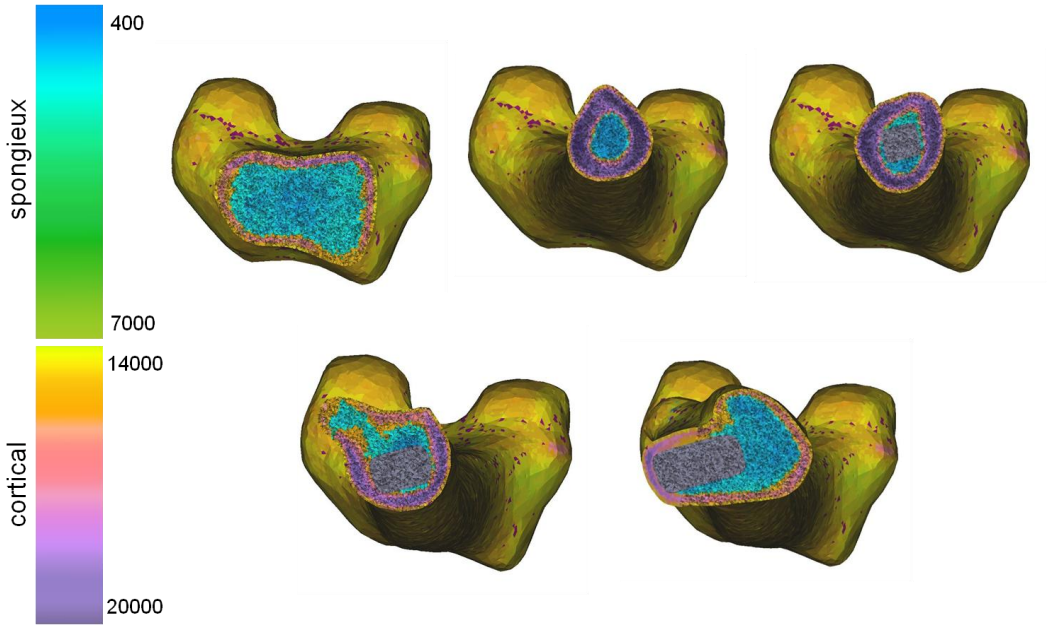


Figure 121 : Assignation des propriétés matériau (l'échelle représente les modules de Young en MPa)

5.2.4 Choix des conditions aux limites

Le choix des conditions aux limites, notamment en termes de chargement sur l'implant, s'est basé sur l'étude de la base de données *Orthoload* et sur le travail des chercheurs de l'institut Julius Wolff pour la biomécanique et la régénération musculo-squelettique avec l'article « Standardized loads acting in hip implants » [184] et « Musculo-skeletal loading conditions at the hip during walking and stair climbing" [185]. Une étude approfondie a été réalisée sur 10 sujets enregistrant *in vivo* les efforts intervenant au niveau de l'articulation coxo-fémorale au cours d'activités de la vie quotidienne. L'objectif était de définir des conditions de chargement de référence sur l'articulation de la hanche en étudiant l'évolution en fonction du temps et les valeurs de pic de cycles d'intensité de force moyenne et élevée [184].

Les 10 sujets étudiés souffraient d'arthrose au niveau de l'articulation de la hanche avant d'être opérés. Ce sont à la fois des hommes et des femmes âgés de 52 à 68 ans, de masse corporelle de 73 à 118 kg et de taille de 168 à 181 cm. Un implant en titane instrumenté leur a été posé et les mesures ont été réalisées entre 10 et 13 mois postopératoire. Les activités analysées sont des activités de la vie quotidienne telle que la marche, la course, la montée d'escaliers... Les efforts agissant au niveau de l'articulation de la hanche sont enregistrés. Les trois composantes de la force F_x, F_y et F_z (N) dont la résultante est notée F_{res} et les trois composantes du moment M_x, M_y et M_z dont la résultante est notée M_{res} sont mesurées. Les composantes de la force s'expriment dans le repère x,y,z défini dans un fémur

droit avec z parallèle à l'axe du fémur, x dans la direction medio-latérale parallèle au contour des condyles et y dans la direction antéropostérieure (figure 122). Le même repère sera utilisé dans les simulations numériques.

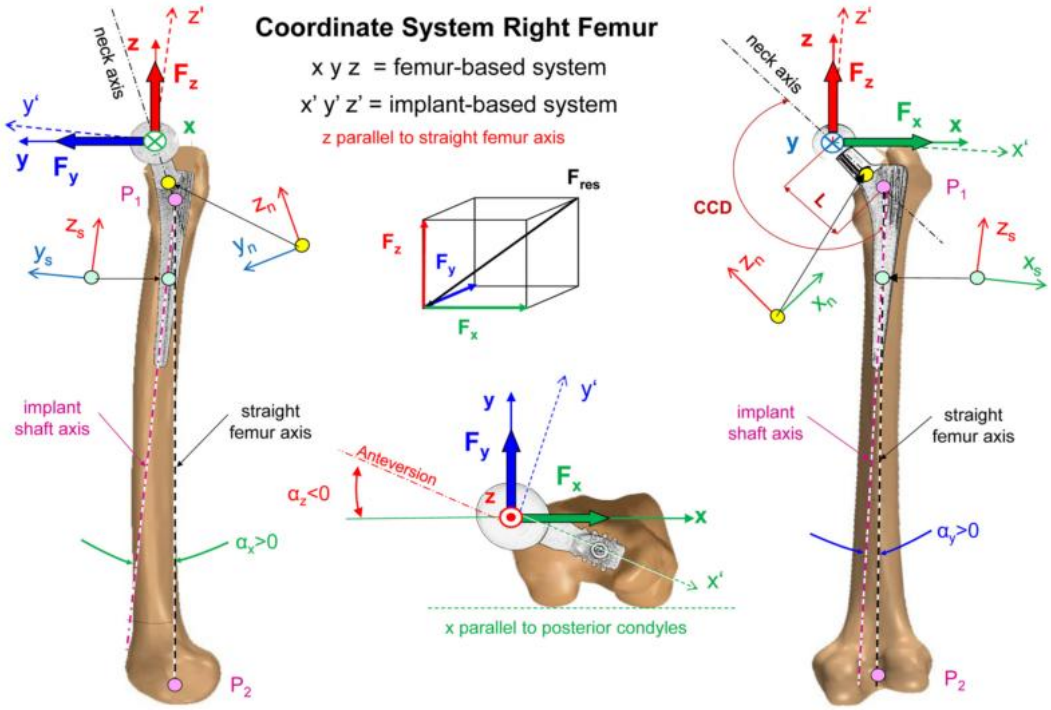


Figure 122 : Système de coordonnées du fémur [184]

Pour chaque personne et chaque activité le cycle de chargement est enregistré en fonction du temps. Les chargements mesurés sont ajustés au poids du patient pour correspondre au chargement équivalent pour une masse corporelle de 75 kg qui est le poids moyen de la population de plus de 60 ans en Europe. Pour chacun des sujets et pour chaque activité, l'enregistrement est réalisé plusieurs fois et les résultats sont moyennés : une courbe moyenne individuelle de la force en fonction du temps est obtenue. A partir des courbes moyennes individuelles de chaque patient pour chaque activité est calculée une courbe moyenne de la population [186].

A partir des données disponibles dans la base de données *Ortholoads*, une courbe des forces moyennes pour un individu moyen de 75 kg est obtenue. On s'intéresse en particulier à l'effort sur l'articulation au cours de la marche, les courbes sont retranscrites en figure 123.

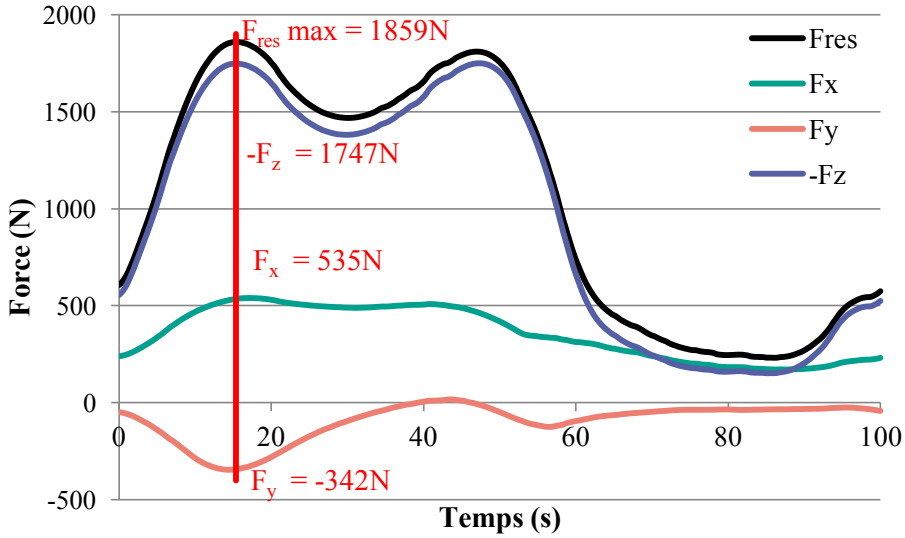


Figure 123 : Cycle de chargement moyen pour un individu moyen de 75kg pour la marche [184]

La force maximale intervient à environ 15% du cycle. Cette valeur est utilisée dans les simulations numériques : on appliquera F_x = 535 N, F_y = -342 N, F_z = -1747 N au niveau de la tête fémorale.

Pour équilibrer le système, il est nécessaire d'appliquer des conditions aux limites supplémentaires : blocage d'éléments en translation et rotation ou forces musculaires. Il faut alors connaître les conditions de chargement musculaires autour du fémur au cours de la marche. Des chercheurs de la même équipe ont réalisé des analyses des conditions de chargement musculo-squelettiques à l'articulation de la hanche au cours de la marche et de la montée d'escaliers [185]. Leurs sujets étaient quatre patients d'âge moyen 61 ans, à 17 mois postopératoire en moyenne après pose d'une prothèse de hanche instrumentée.

Figure 124 : Représentation du modèle musculo-squelettique

Des données anthropométriques, telles que les dimensions des os, leur centre de gravité..., ont été relevées sur les patients. Un modèle musculo-squelettique a été construit à partir des données de scanner disponibles sur la base de données du projet Visible Human (NLM, Bethesda, USA). Ces données font partie des données officielles les plus complètes sur l'anatomie humaine. Par segmentation, les os ont pu être extraits sous formes de modèles 3D de même que les points d'implantation des muscles. Ils sont représentés sous formes de lignes de leur point d'origine à leur implantation (figure 124). Le modèle a été mis à l'échelle pour chacun des patients à partir des données anthropométriques mesurées.

Une analyse de la force a été combinée à une analyse du mouvement. Six caméras infrarouges associées à vingt-quatre marqueurs réfléchissants collés sur la peau des patients ont enregistré les positions et donc le mouvement des membres inférieurs des patients. La prothèse instrumentée a mesuré *in vivo* les forces sur l'articulation et deux plateformes de force ont mesuré les forces de réaction au sol. En réinjectant les données mesurées dans le modèle, grâce à une approche dynamique inverse, l'étude a permis de remonter aux forces exercées par les muscles au cours du cycle de la marche. Les données pour chacun des patients ainsi que les données moyennées sont disponibles dans la base de données Hip98 d'Orthoload et sont également rapportées par Heller et al. [185]. Ces données sont utilisées dans de nombreuses études qui s'intéressent aux simulations numériques de prothèses de hanche [59], [128], [130], [187]–[189].

On choisit d'utiliser les forces musculaires correspondant à la force de contact maximale à l'articulation. De plus, la force des muscles abducteurs est répartie en deux points : au niveau du grand trochanter (P1) et de la métaphyse proximale (P2). En effet, d'après Stolk et al. [189] et Duda et al. [190], les muscles abducteurs agissent en ces deux endroits et une analyse préliminaire réalisée suggère que cette répartition limite la déflexion de l'os dans les simulations. Les efforts musculaires utilisés sont consignés dans le tableau 21. Une condition aux limites d'encastrement est également appliquée au niveau de l'épiphyse distale.

Tableau 21 : Efforts musculaires au cours de la marche, en % de la masse corporelle %BW et en N pour un individu de 75 kg

	À F_{res} (max)		
Muscle / Force	Fx	Fy	Fz
abductor (%BW)	58,0	-4,3	-86,5
N	435,0	-32,3	-648,8
65%	282,8	-21,0	-421,7
35%	152,3	-11,3	-227,1
tensor fascia lata, proximal part (%BW)	7,2	-11,6	-13,2
N	54,0	-87,0	-99,0
tensor fascia lata, distal part (%BW)	-0,5	0,7	19,0
N	-3,8	5,3	142,5
vastus lateralis (%BW)	0,9	-18,5	92,9
N	6,8	-138,8	696,8

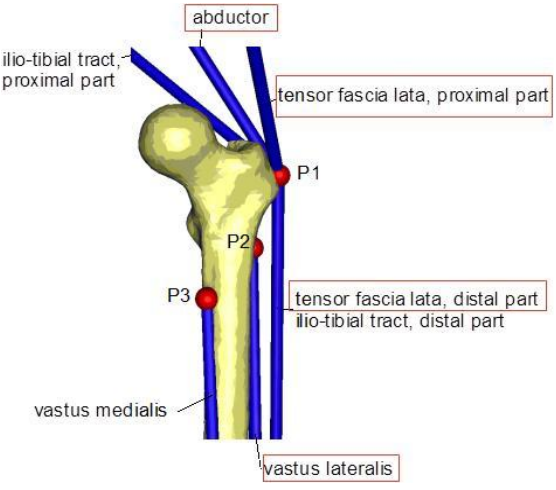


Figure 125 : Forces exercées et leurs points d'application

5.2.5 Modèle Abaqus

Le modèle créé grâce à la CAO et aux logiciels Mimics et 3-matic est importé dans le logiciel Abaqus pour procéder aux simulations par éléments finis. Cinq modèles seront ainsi analysés : 1 fémur sain, 4 fémurs implantés avec 4 types d'implants : implant classique en Ti-6Al-4V, implant bas module en Ti-26Nb, implant architecturé en Ti-26Nb et implant « idéal » aux propriétés proches de celles d'un os cortical. Les 5 modèles ainsi que les conditions aux limites précédemment présentées sont résumés dans la figure 126. Les propriétés des matériaux ont été définies dans le logiciel Mimics et sont conservées lors de l'exportation et l'importation des données dans Abaqus. Les contacts appliqués entre les différentes pièces du modèle éléments finis (os-prothèse et enveloppe-cœur de prothèse) sont des contacts cohésifs aussi nommés *tie* ce qui signifie qu'aucun glissement n'est possible.

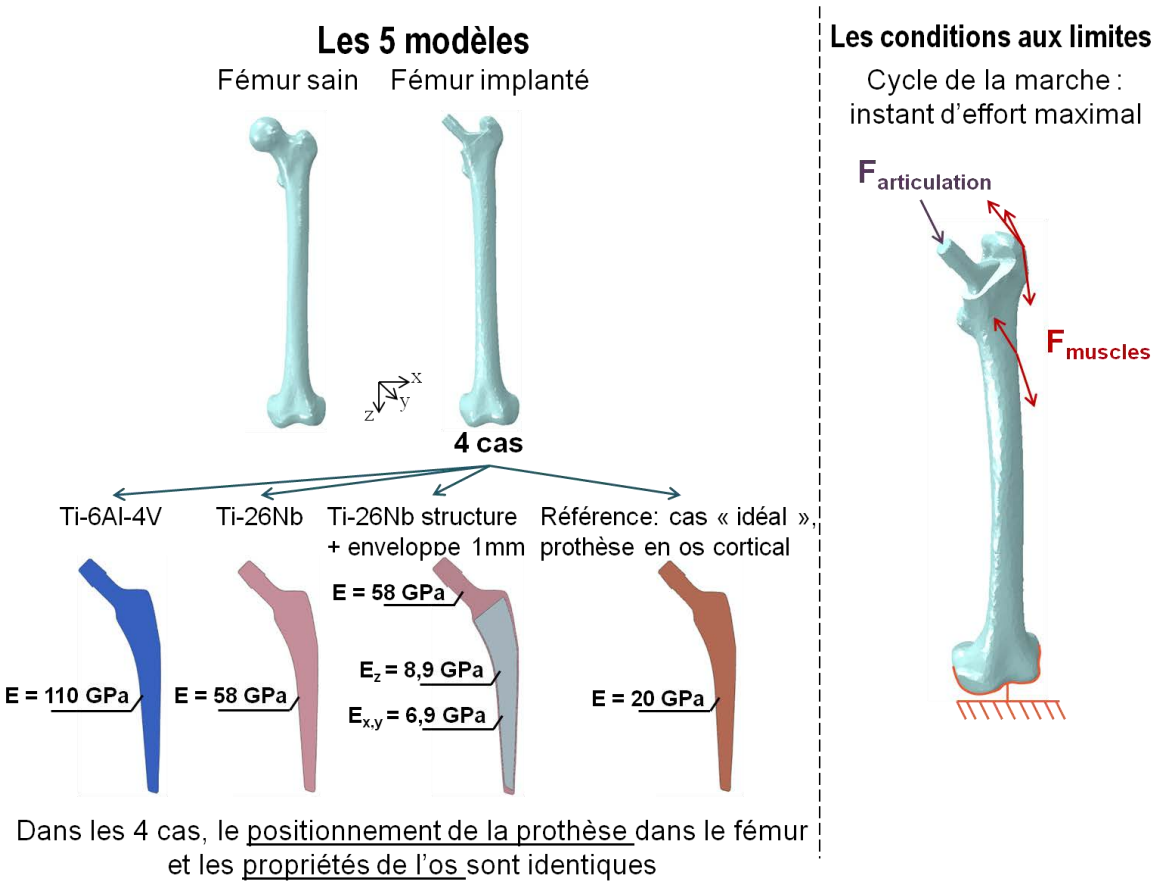


Figure 126 : Récapitulatif de la démarche de simulation

Les points d'applications des chargements sont également définis. Ces derniers sont appliqués à une zone plutôt qu'à un point précis pour être au plus proche de la réalité. Pour ce faire, une interaction de couplage est créée entre un nœud, où est appliquée la force, et un set de nœuds (figure 127). La force est ainsi répartie uniformément sur toute la zone.

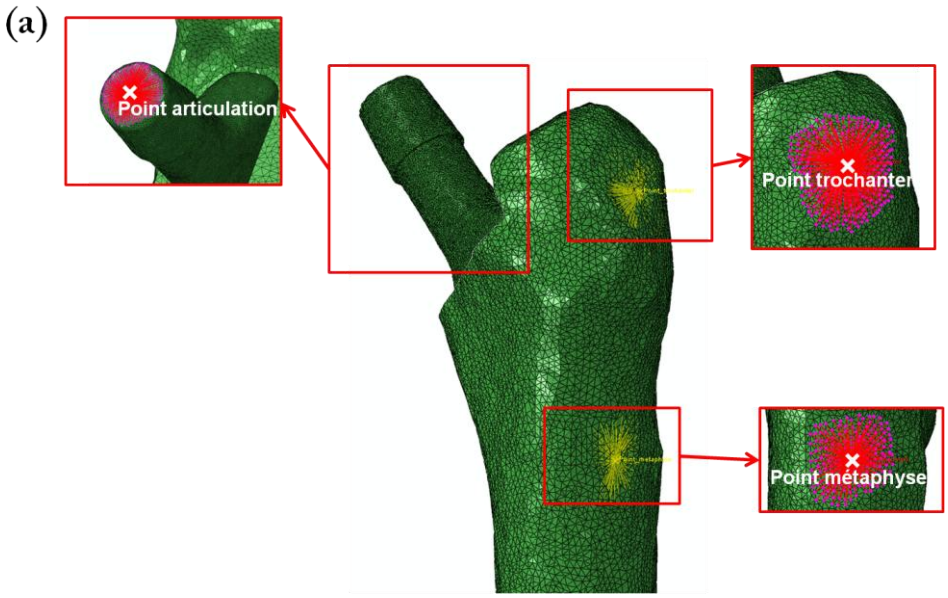


Figure 127 : Interactions de couplage aux lieux d'application des forces (P1=Point trochanter, P2=Point métaphyse)

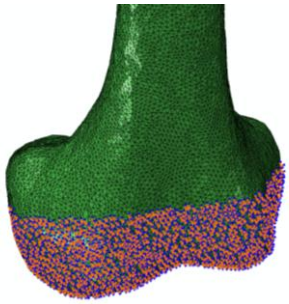


Figure 128 : Conditions aux limites : blocage de l'épiphyse

Les chargements sont appliqués avec les valeurs indiquées dans la figure 123 et dans le tableau 21 où P1 correspond au point dur le grand trochanter et P2 au point sur la métaphyse (figure 125). Le chargement principal est appliqué sur la tête de la tige fémorale au point nommé « point articulation ». Dans le cas de l'os sain le chargement est appliqué de manière similaire sur la tête fémorale de l'os. Les conditions aux limites appliquées pour bloquer le système correspondent au blocage dans les trois directions de translation et de rotation de l'épiphyse distale (figure 128).

5.3 Simulation et analyse du transfert de charge dans l'os peri-implanté

5.3.1 Démarche d'analyse

Les simulations sont lancées avec les mêmes conditions pour les différents cas. Pour l'analyse des résultats, il est important de revenir sur la définition du *stress-shielding*. Littéralement, le *stress-shielding* est la déviation des contraintes, cela signifie qu'en condition postopératoire il y aura une différence avec la condition physiologique dans la répartition des contraintes dans le fémur. Cette différence de distribution de contraintes s'accompagne de la création d'un saut de contrainte au niveau de l'interface os-implant. Il y a une discontinuité dans la distribution des contraintes.

La démarche suivie pour l'analyse des résultats de simulation est constituée de trois étapes :

- une première analyse qualitative où l'on observera globalement la distribution des contraintes dans le système os-prothèse,
- une analyse de l'interface os-implant en termes de saut de contraintes et d'intensité de contraintes dans l'os en comparaison au cas de référence de l'implant idéal,
- une analyse des contraintes dans l'os cortical en comparaison avec la condition physiologique.

Différentes coupes sont utilisées pour l'analyse des résultats. Une coupe frontale unique coupe le fémur et la prothèse en leur milieu. Cinq coupes transverses coupent le fémur et la prothèse du haut au bas de la tige fémorale. Elles sont nommées par leur coordonnée en z dans le modèle : 480, 510, 540, 570, 600. L'analyse qualitative est réalisée sur des coupes frontales et transverses et les analyses quantitatives sont effectuées sur les coupes transverses (figure 129).

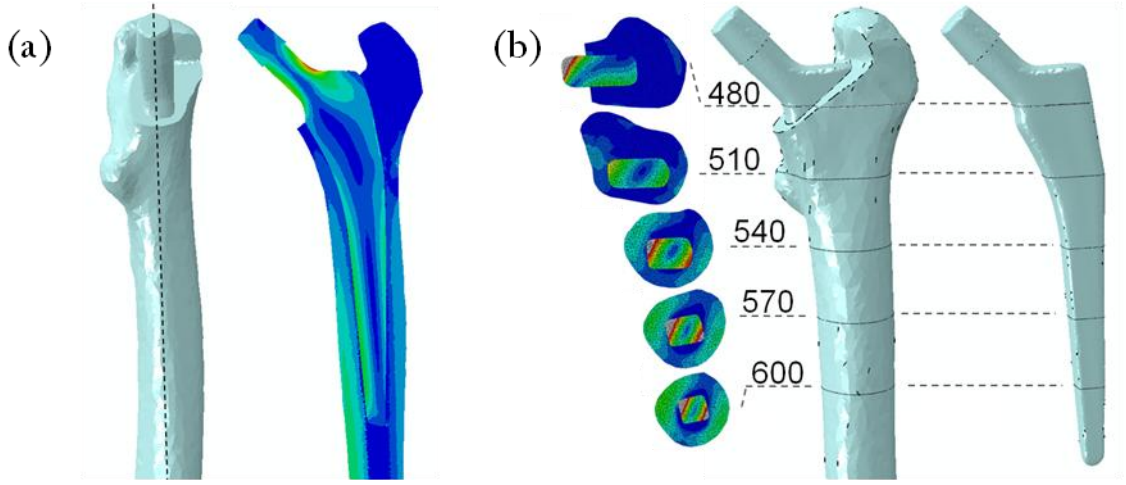


Figure 129 : Coupe frontale du fémur (a) et les 5 coupes transverses du fémur (b)

5.3.2 Résultats de l'étude

5.3.2.1 Analyse qualitative

Dans un premier temps, une analyse qualitative de la distribution des contraintes est réalisée à partir de l'observation de coupes du fémur. La figure 130 représente les coupes frontales dans chacun des cas analysés et la figure 131 représente les coupes transverses avec en ligne les différents modèles et en colonne les hauteurs de coupes successives.

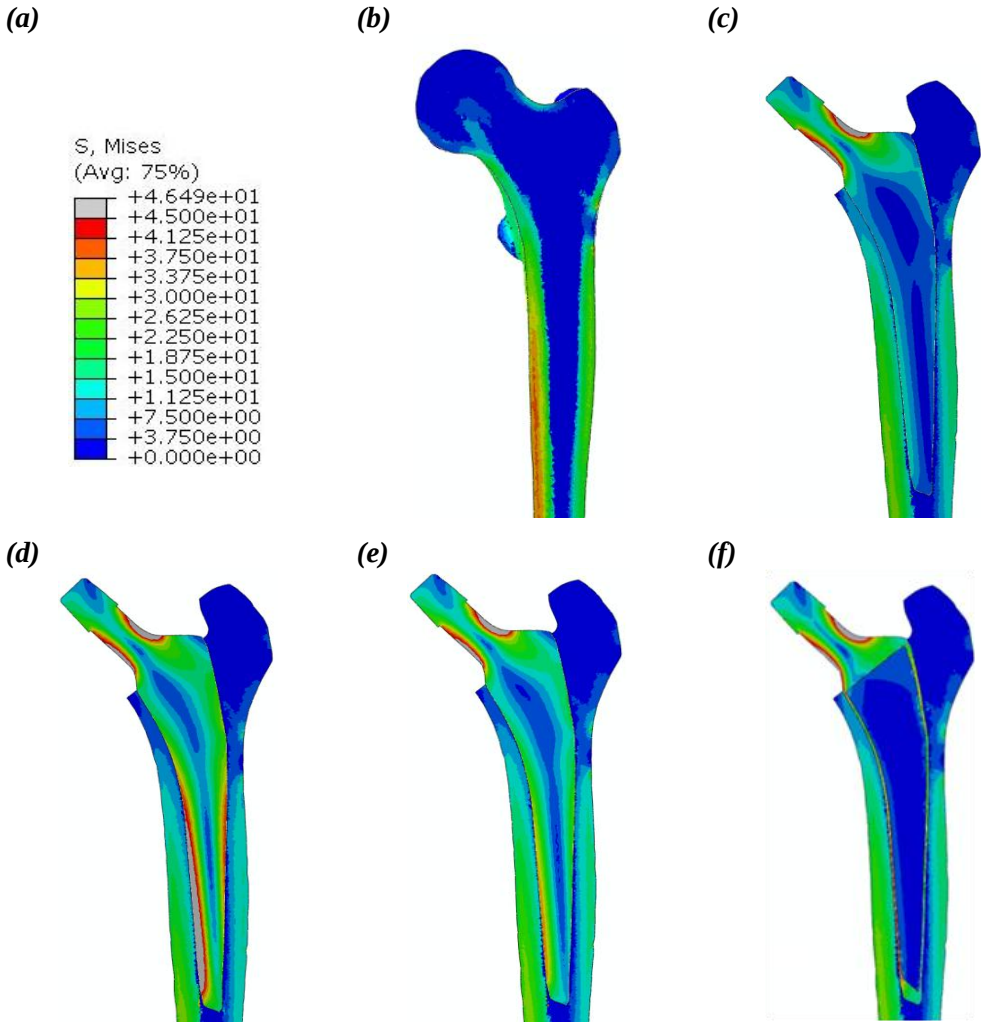


Figure 130 : Répartition des contraintes dans l'os et la prothèse dans une coupe frontale pour les cas du fémur sain (b), de l'implant idéal aux propriétés de l'os cortical (c), de l'implant en Ti-6Al-4V (d), de l'implant en Ti-26Nb (e), de l'implant en Ti-26Nb architecturé (f). Les isocouleurs représentent les contraintes de Von Mises de 0 à 45MPa (a).

Dans le fémur sain (b), les contraintes sont principalement réparties dans l'ensemble de l'os cortical. Leur intensité est relativement homogène dans la partie cylindrique de l'os avec des valeurs de 20 à 30 MPa. Elles sont un peu plus élevées du côté médian où la légère flexion de l'os crée de la compression. Dans cette zone elles atteignent 40 MPa. La partie spongieuse de l'os n'est pas sollicitée. Dans tous les cas implantés, l'os se retrouve globalement déchargé par rapport à la condition

physiologique et on observe un différentiel plus où moins important avec les contraintes dans la prothèse de hanche. Dans le cas de référence où l'on produirait une prothèse aux propriétés similaires à celles de l'os cortical (c), l'os présente des contraintes dont la répartition est similaire à celle observée dans un fémur sain mais dont les intensités sont légèrement amoindries. La contrainte maximale dans l'os cortical est proche de 30 MPa. D'autre part, on observe peu de discontinuités au niveau de l'interface, l'implant est peu contraint et les isocouleurs sur la figure présentent une bonne continuité entre prothèse et fémur. Même si ce cas ne mène pas à une situation identique à la condition physiologique, il reste une référence de cas « idéal » pour cette étude dans le sens où le *stress-shielding* induit par ce cas est le plus petit possible à partir du moment où un dispositif a été implanté. En effet, il est impossible de retrouver la condition physiologique après une pose de prothèse totale de hanche car elle se place en position de l'os spongieux de rigidité très faible. Il s'agit donc de la perturbation minimale qui devient un objectif à atteindre.

Dans le cas classique, où une prothèse en Ti-6Al-4V est utilisée (d), l'os est le plus déchargé. La contrainte maximale dans la partie cylindrique de l'os est réduite à environ 25 MPa et certaines zones proximales sont complètement déchargées. Dans la prothèse, des contraintes importantes sont observées, notamment dans la tête et dans la partie basse de la tige où elles dépassent les 45 MPa. Une discontinuité importante entre la prothèse contrainte et l'os sous-contraint en découle. Dans le cas d'une prothèse à bas module d'élasticité en Ti-26Nb (e), l'os est également très déchargé par rapport à la condition physiologique mais moins que dans le cas du Ti-6Al-4V. On se rapproche du cas de référence. La contrainte maximale y atteint environ 30 MPa et les zones complètement déchargées sont moins nombreuses. D'autre part, visuellement, la discontinuité os-implant est ici moins importante. En effet, l'os est plus contraint et la prothèse l'est moins. Dans cette dernière, la distribution des contraintes est semblable à celle du cas Ti-6Al-4V mais avec une intensité amoindrie. Dans le cas de l'implant avec un cœur en Ti-26Nb architecturé et une enveloppe de 1 mm d'épaisseur (f), la distribution des contraintes semble améliorée par rapport à celle liée aux deux prothèses pleines. En effet, la quantité de zones totalement déchargées est encore réduite et l'intensité des contraintes légèrement plus élevée. Cette distribution semble identique à celle observée dans le cas « idéal » (c). Par ailleurs, la distribution des contraintes dans la prothèse est ici plus complexe à cause du cœur architecturé et de l'enveloppe pleine. Le cœur est peu contraint et seul, il présenterait une bonne continuité des isocouleurs avec l'os. Toutefois, il est entouré par une enveloppe nécessaire qui encaisse la majorité des contraintes. Elles atteignent 45 MPa dans la partie droite de la tige : dans la partie cylindrique de l'os. C'est ici l'enveloppe qui crée une discontinuité entre le cœur de l'implant et l'os. Une analyse quantitative plus détaillée permettra de déterminer si cette discontinuité est défavorable au choix de cette solution par rapport aux autres.

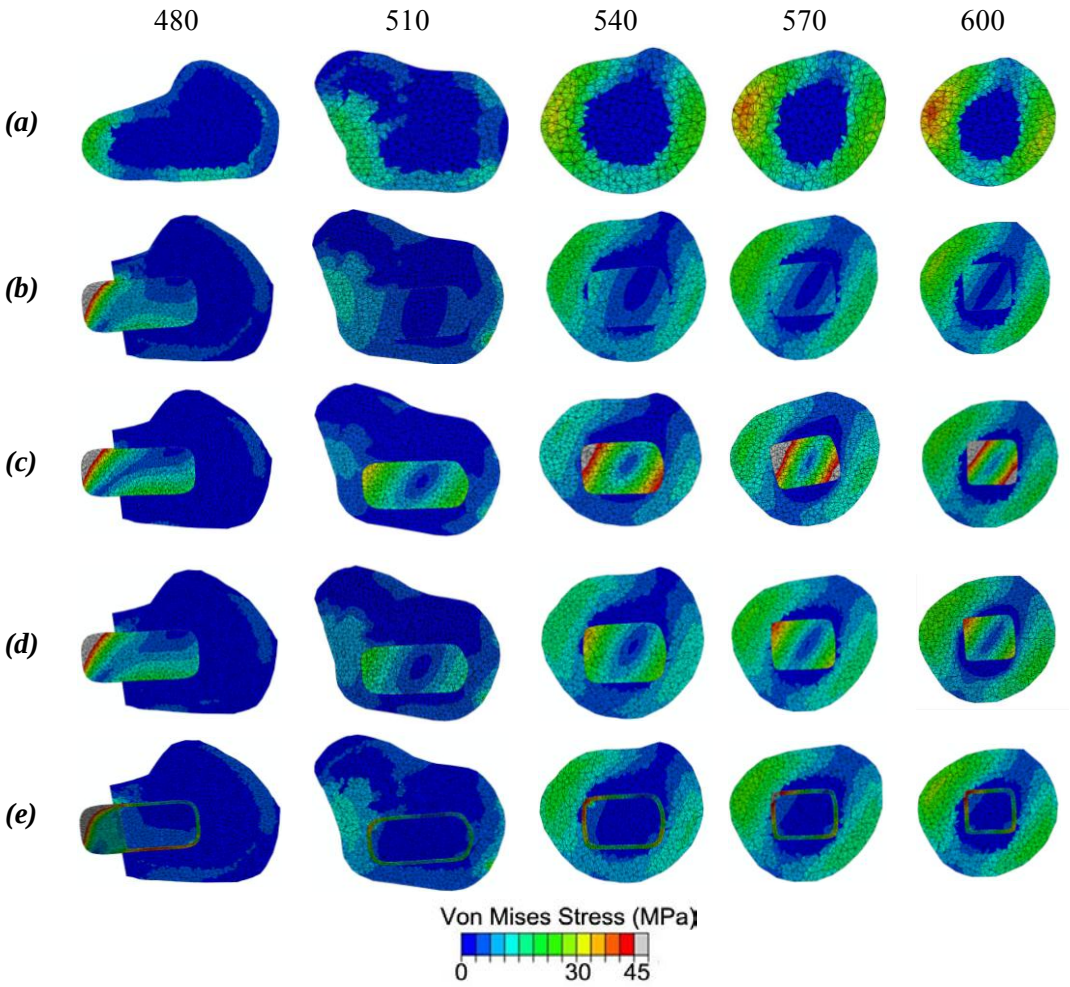


Figure 131 : Coupes transverses du fémur sain (a), du fémur avec implant idéal (b), avec implant Ti-6Al-4V (c), avec implant Ti-26Nb (d) et avec implant architecturé (e)

5.3.2.2 Analyse de l'interface os-implant

L'analyse qualitative des coupes frontales de fémur implanté laisse apparaître deux phénomènes postopératoires : la réduction des contraintes osseuses et la discontinuité des contraintes à l'interface entre l'os et la prothèse. La discontinuité peut alors créer des micromouvements à l'interface [133] et les faibles contraintes osseuses peuvent mener à la déminéralisation du fémur à l'interface. Ces deux phénomènes pourront à terme avoir pour conséquence le descellement de l'implant.

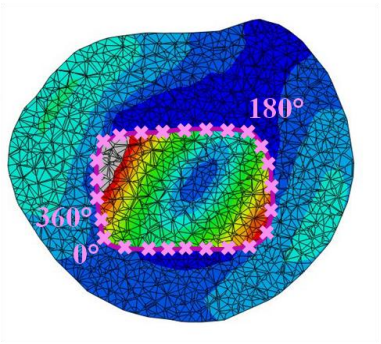


Figure 132 : Relevé des contraintes le long d'un « chemin » (en rose)

Afin de les analyser, on effectue un relevé des contraintes à la fois dans l'os et dans l'implant à l'interface entre ces deux milieux et ceci dans des coupes transverses du fémur. On procède à l'extraction des valeurs le long d'un « chemin » aux nœuds en vis-à-vis dans l'os et dans la prothèse (figure 132). On en déduit :

- l'écart de contraintes à l'interface,
- la contrainte dans l'os à l'interface.

Sur une partie du « chemin », les points du chemin se trouvent dans l'os cortical et sur certaines parties, dans l'os spongieux.

5.3.2.2.1 Contraintes dans l'os à l'interface

Les contraintes sont relevées dans l'os au niveau de l'interface et une moyenne sur l'ensemble des points est calculée. Les résultats sont présentés en figure 133.

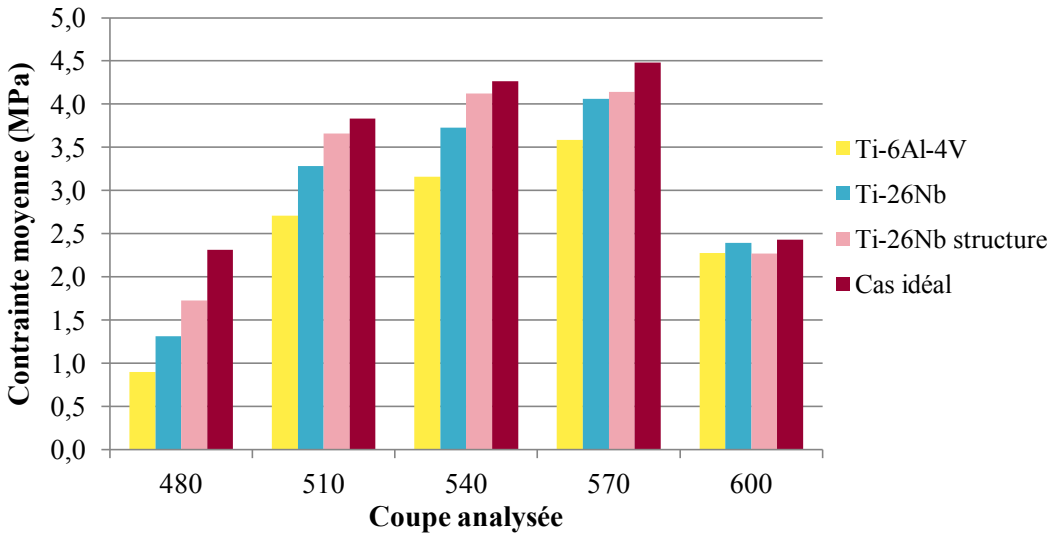


Figure 133 : Moyenne des contraintes dans l'os à l'interface os-prothèse pour les 5 coupes transverses

Dans tous les cas, les valeurs de contrainte sont relativement faibles. Elles restent néanmoins cohérentes pour des contraintes sur le vivant et sont en accord avec la littérature [134]. Par ailleurs, la moyenne est réalisée sur tout le pourtour de l'implant où l'on rencontre une alternance de zones corticales et spongieuses dans lesquelles la contrainte est toujours plus faible. Néanmoins, une même tendance est observée dans la majorité des plans.

Dans le premier plan (480), les contraintes sont les plus faibles. On y note le plus grand écart entre les différents cas. Avec la prothèse en Ti-6Al-4V, la contrainte est très faible. Elle augmente d'environ 50% de sa valeur avec le remplacement du Ti-6Al-4V par un matériau à bas module. L'utilisation de la structure architecturée permet d'augmenter encore un peu plus l'intensité des contraintes et donc la

sollicitation osseuse. On notera que pour le cas « idéal » la contrainte est la plus élevée. Dans ce plan, la structure en Ti-26Nb en est la plus proche mais un écart important demeure. Dans le second plan, au niveau du petit trochanter, la même tendance est observée, avec un écart notable entre les comportements prothèse en Ti-6Al-4V / prothèse en Ti-26Nb / prothèse architecturée. Cette dernière mène à une sollicitation de l'os à l'interface proche de celle obtenue avec l'implant idéal. Les mêmes observations s'appliquent au plan 540, au début de la partie verticale droite de la prothèse. Dans le plan 570, l'écart entre prothèse pleine et prothèse architecturée en Ti-26Nb est fortement réduit. Le comportement de cette dernière s'éloigne légèrement de l'implant de référence. Dans le plan 600, en bas de tige, les différences entre les différents implants sont minimes. A cet endroit, le contact entre la tige fémorale et l'os cortical est moins bon. Il se peut que l'implant soit directement en contact avec l'os spongieux, bien plus souple. Dans ce cas, moins de contraintes seront transmises et cela « gomme » les écarts entre les différents modèles.

Cette première analyse permet d'observer que l'intensité des contraintes à proximité de l'interface os-implant est améliorée par l'utilisation d'un matériau à bas module et qu'elle s'approche d'un cas considéré idéal avec l'utilisation d'une prothèse architecturée.

5.3.2.2.2 Discontinuité des contraintes à l'interface

La différence entre les contraintes dans la prothèse et dans l'os est calculée le long du chemin représenté en figure 132, sur l'ensemble du pourtour de la prothèse et dans les différents plans de coupe transverse. Les résultats sont similaires dans l'ensemble des plans. La figure 134 rassemble les résultats relevés dans les plans 510, 570 et 600.

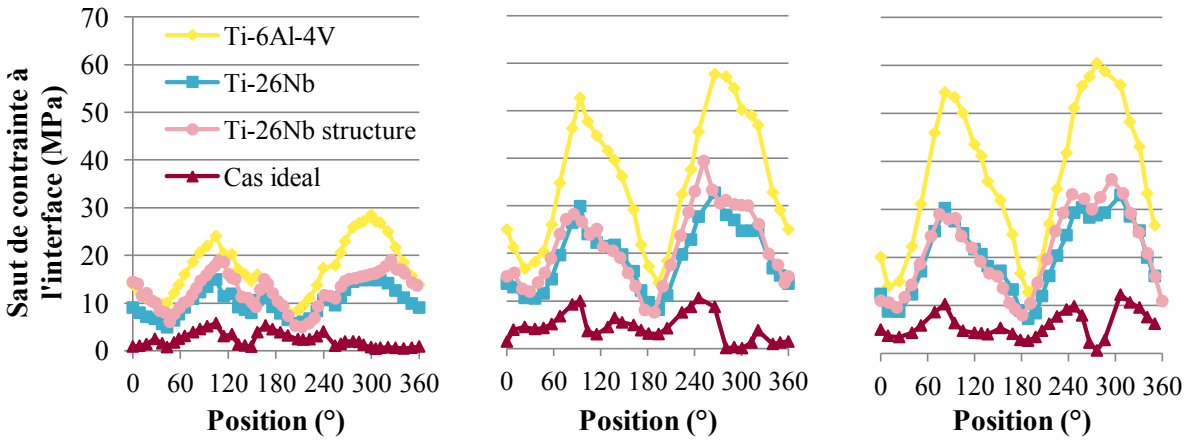


Figure 134 : Saut de contrainte os-implant le long du chemin (figure 132) dans les coupes 510, 570 et 600.

Globalement, on note une alternance entre des zones d'écarts importants et des zones d'écarts plus faibles. Les points d'écart important semblent se trouver dans les zones antérieures et postérieures

alors que les points d'écart faible se trouvent dans les zones médiales et latérales du fémur. C'est dans ces dernières que l'enclavement de la prothèse dans l'os cortical est le meilleur. On en déduit l'importance du choix de la prothèse et de son placement au cours de l'opération chirurgicale, éléments qui ne sont toutefois pas analysés ici.

On remarque qu'en diminuant le module de Young d'une prothèse pleine, le saut de contrainte diminue fortement. Au contraire, pour un même matériau (Ti-26Nb), l'ajout de structure ne semble pas améliorer la situation. Ceci est dû à l'enveloppe qui entoure la structure. En fait, la structure interne, au module d'élasticité faible, n'encaisse que très peu de contrainte, c'est l'enveloppe qui en encaisse plus. Cette prothèse est donc principalement sollicitée sur le bord alors que dans l'implant massif, la sollicitation est mieux répartie. On crée ainsi, avec la structure et son enveloppe, une contrainte plus grande au bord, à proximité de l'interface qui accentue la différence avec les contraintes dans l'os. Néanmoins, étant donné que les intensités de contraintes dans l'os avec l'implant architecturé sont plus importantes que celles avec l'implant Ti-26Nb massif, les sauts de contraintes os-implants deviennent identiques pour les deux modèles.

Aucun des 3 modèles ne se rapproche du cas idéal pour lequel les écarts de contraintes à l'interface sont minimes. Si l'on observait un écart entre les moyennes des contraintes dans l'ensemble de l'implant et de l'os et non pas seulement à l'interface, il se peut que le modèle architecturé, peu sollicité à cœur s'en rapproche.

On déduit de cette analyse que l'utilisation d'un matériau à bas module améliore considérablement l'écart de contrainte os-implant à l'interface. Cependant, il n'y a pas d'effet avec l'utilisation d'un matériau architecturé entouré d'une enveloppe car si les contraintes dans l'os augmentent par rapport à la prothèse pleine, celles dans la prothèse aussi. Les écarts de contraintes sont donc identiques.

5.3.2.3 Analyse des contraintes dans l'os cortical

On a vu précédemment que l'os était plus sollicité au niveau de l'interface et que l'état de contrainte se rapprochait du cas idéal avec l'utilisation de la prothèse architecturée. On s'attache ici à analyser ce qu'il en est dans des zones de l'os cortical plus éloignées de l'interface.

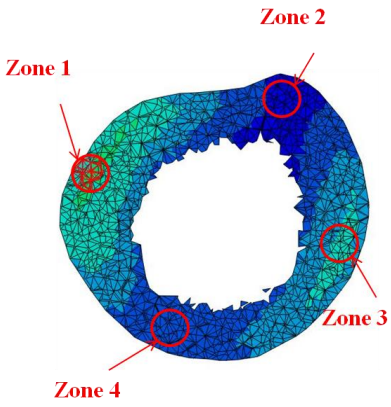


Figure 135 : Relevé des contraintes dans l'os cortical

Pour ce faire, les éléments du modèle correspondant à l'os cortical sont isolés. Quatre zones de contraintes maximales et minimales y sont définies (figure 135) pour chaque coupe d'analyse (figure 129):

- Zone 1 : côté médian du fémur,
- Zone 2 : côté postérieur du fémur,
- Zone 3 : côté latéral du fémur,
- Zone 4 : côté antérieur du fémur.

Dans chacune de ces zones, quelques éléments sont séléctionnés et une moyenne des contraintes est calculée. On compare les différents modèles entre eux et avec les deux références.

Les rapports des contraintes du modèle analysé sur celles du modèle du fémur sain sont représentés en figure 136. Le pourcentage obtenu représente la portion de contrainte conservée par rapport à la condition physiologique. La valeur est donc de 100% pour le fémur sain.

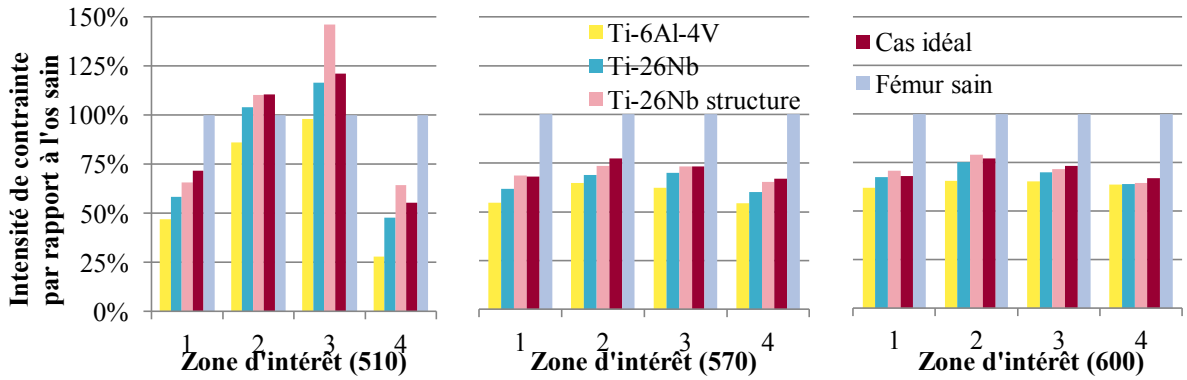


Figure 136 : Rapport des contraintes os implanté / os sain dans 4 zones de l'os cortical pour les coupes transverses 510, 570, 600

Dans le premier plan analysé (510) au niveau du petit trochanter, on observe un comportement qui varie entre les différentes zones. Dans la première zone, la pose d'un implant en Ti-6Al-4V diminue de plus de moitié les contraintes dans l'os cortical : elles sont de 47%. Le remplacement par un implant en Ti-26Nb permet de gagner un peu en contraintes et d'atteindre 58% de la valeur

physiologique. L'implant architecturé apporte un gain similaire et 66% de contraintes dans l'os en se rapprochant du cas idéal. Ce dernier conserve 72% des contraintes physiologiques. Dans la zone 2, une tendance similaire est observée si l'on compare les trois cas d'implants proposés. Ici par contre, l'intensité des contraintes avec la structure est équivalente à celle du cas idéal. Néanmoins, les valeurs de contrainte dépassent la valeur physiologique. Ceci peut causer un épaississement de l'os cortical dans cette zone. On retrouve ce comportement en zone 3 avec des intensités accentuées. Cette observation est cohérente avec la littérature. En effet, on peut par exemple citer l'étude de Yamako et al. [127] qui montre une augmentation de la densité osseuse dans cette zone avec différents matériaux d'implants. Certaines études de suivi montrent aussi ce phénomène sur des radiographies comme sur la figure 137. C'est un changement classique qui apparaît après la pose de l'implant.

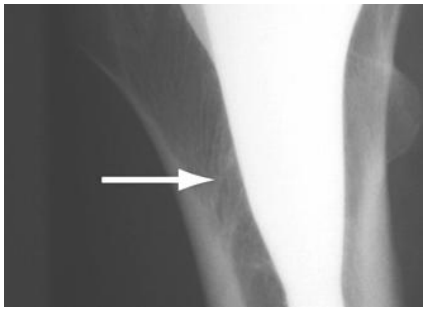


Figure 137 : Formation osseuse localisée après pose d'une prothèse (13-15 ans postopératoire) [191]

Cette contrainte plus importante peut s'avérer bénéfique sur du court terme dans la mesure où elle favorise la stabilité de l'implant. Elle peut aussi devenir néfaste si la formation osseuse est trop rapide et trop importante (loi de Wolff). On peut imaginer adapter encore la géométrie de l'implant afin de le rendre un peu plus rigide à cet endroit pour rapprocher les contraintes dans l'os des contraintes physiologiques.

Pour les autres plans de coupe, dans la partie droite de la tige fémorale, on observe des tendances similaires dans l'ensemble des zones. Le Ti-6Al-4V mène à la réduction des sollicitations la plus importante. Son remplacement par du Ti-26Nb permet de relever les niveaux de contraintes d'environ 10%. Enfin, l'utilisation de la structure architecturée en Ti-26Nb permet d'atteindre des niveaux de sollicitation très proches voire identiques à celles du cas idéal. On atteint au maximum 75% environ de la valeur physiologique.

On déduit de cette analyse que les zones de l'os cortical « éloignées » de l'interface sont autant impactées par le *stress-shielding* que celles qui en sont proches. On note aussi un réel intérêt dans l'utilisation d'un matériau à bas module et à fortiori de structures architecturées.

5.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons analysé et comparé 3 modèles de prothèses totales de hanche : classique en Ti-6Al-4V, à bas module en Ti-26Nb, architecturé en Ti-26Nb, et 2 modèles de référence : cas idéal aux propriétés proches de celles de l'os cortical (E = 20 GPa), fémur sain i.e. cas physiologique. Le but était de réduire le phénomène de *stress-shielding* qui apparaît consécutivement à la pose d'une prothèse où d'un implant. Nous avons donc analysé la distribution des contraintes dans le système os et tige ainsi que les différences de contraintes avec la condition physiologique.

Au niveau de l'interface, on note dans un premier temps l'intérêt du matériau à bas module d'élasticité qui améliore l'intensité des contraintes dans l'os à l'interface et y réduit considérablement le saut de contraintes par rapport à un implant en Ti-6Al-4V plus classique. Dans un second temps, l'intérêt de la structure architecturée est analysé. Elle permet une augmentation relativement importante de la contrainte dans l'os à l'interface qui la place proche du modèle de référence. Néanmoins, en ce qui concerne l'écart de contrainte os-implant, il n'y a pas d'effet majeur avec l'utilisation d'un matériau architecturé entouré d'une enveloppe. En effet, les contraintes dans l'os augmentent par rapport à celles obtenues avec la prothèse pleine mais celles dans l'enveloppe de la prothèse aussi donc les écarts de contraintes sont identiques.

Dans les zones de l'os cortical plus éloignées de l'interface, on a observé dans tous les cas, cas idéal compris, une réduction importante de la sollicitation par rapport aux sollicitations physiologiques. Les remplacements du Ti-6Al-4V par du Ti-26Nb, et du Ti-26Nb plein par du Ti-26Nb architecturé conduisent à une augmentation de la contrainte dans l'os jusqu'à l'obtention d'une sollicitation proche, voire identique à celle du cas idéal. Au mieux, on atteint avec la structure une sollicitation qui représente 75% des valeurs physiologiques.

Au final, on note un réel intérêt dans l'utilisation d'un matériau à bas module et a fortiori de structures architecturées. Toutefois, on peut imaginer des solutions encore plus efficaces. Une possibilité pour cela serait de trouver un moyen pour éliminer l'enveloppe autour de la structure architecturée. Une structure avec porosités fermées n'est pas possible car la poudre y resterait enfermée. On peut envisager une structure plus dense sur les surfaces extérieures de la prothèse. On peut aussi penser à une structure infiltrée par un autre matériau de module d'élasticité encore plus bas.

Conclusion générale

Ce travail de thèse porte sur la mise en œuvre de la fabrication additive pour l'élaboration d'alliages de titane à bas module d'élasticité *in situ* à partir de poudres élémentaires, et sur le développement de structures architecturées biomimétiques en vue d'améliorer la biocompatibilité mécanique des dispositifs médicaux implantables.

La problématique initiale part du constat que les échecs d'implants sont bien souvent causés par l'incompatibilité entre les propriétés élastiques de l'os et celles de l'implant. A ce jour, le problème de biocompatibilité mécanique commence seulement à être pris en compte dans les études de conception d'implants. Cette biocompatibilité mécanique est liée aux phénomènes de déviation des contraintes qui apparaît consécutivement à la pose d'une prothèse ou d'un implant à cause de la différence de module d'élasticité entre l'os et le dispositif implanté. Il en résulte des zones sur ou sous-sollicitées et donc une modification des densités osseuses qui peut mener à terme au descellement de l'implant. Il devient primordial, pour réduire ce phénomène et assurer une durée de vie maximale du dispositif implanté, d'utiliser des matériaux et alliages à bas module d'élasticité intrinsèque. Une seconde stratégie permettant de réduire le module d'élasticité consiste à créer une structure poreuse architecturée. Dans cette thèse, nous avons travaillé sur l'alliage de titane β-métastable Ti-26Nb, constitué d'éléments bio-inertes et possédant un bas module d'élasticité. A partir de là, nous avons proposé une solution « matériau » et une solution « structure » avec une mise en œuvre par fusion laser sur lit de poudre.

La méthode de fabrication *in situ* de l'alliage à partir de poudres élémentaires a été employée pour pallier au manque de disponibilité des alliages de titane sous forme de poudres. Cette stratégie offre par ailleurs une grande latitude sur le choix de la composition. Le premier objectif a consisté à rechercher les paramètres opératoires du procédé SLM permettant d'obtenir un alliage homogène, c'est-à-dire exempt de porosité et de niobium. La procédure a été réalisée dans un premier temps avec des poudres broyées irrégulières puis avec des poudres sphériques. Dans l'étude préliminaire, les deux poudres élémentaires broyées présentaient des distributions granulométriques distinctes où le D_{50} du

titane était 2,5 fois plus important que celui du niobium et dans le cas des poudres sphériques, les distributions granulométriques étaient plus proches avec le D_{50} du titane 1,2 fois plus important que celui du niobium. La première partie de l'étude a déjà montré des résultats convaincants quant à l'homogénéité de l'alliage élaboré *in situ*. De plus, ce premier résultat semble montrer que la morphologie de la poudre n'est pas un critère déterminant pour cette technologie sur lit de poudre. Les exigences des constructeurs vis-à-vis de cet aspect pourraient être assouplies ou énoncées en termes de coulabilité ou encore d'aptitude à l'étalement. Pour la seconde partie de l'étude, il a été nécessaire d'utiliser des niveaux d'énergie 2 fois supérieurs et malgré tout, quelques particules de niobium sont demeurées présentes dans la matrice. Toutefois, cette différence n'est pas liée à la morphologie des poudres mais plutôt à leur taille. En effet le niobium présentant un point de fusion relativement haut, des grosses particules ont du mal à fondre contrairement aux petites particules qui vont se dissoudre en contact avec le titane en fusion. Il est donc préférable de privilégier des particules de niobium de diamètre au moins 2 fois inférieur à celles de titane. Cette restriction supplémentaire de la plage granulométrique, qui augmente le refus de tamisage, renchérit le coût déjà très élevé de la poudre de niobium sphérique. On suggère plutôt l'utilisation de particules de titane sphériques associées à une poudre plus fine de niobium irrégulière, moins onéreuse.

Les deux alliages produits après fusion laser présentent une phase β avec des microstructures légèrement différentes. Ces dernières sont liées à la stratégie de balayage employée : en hachures croisées avec rotation de 90° entre les couches ou rotation de 67°. Avec la première stratégie, la texture est marquée en <100> parallèle aux axes de l'échantillon alors qu'avec la seconde, les directions <100> sont alignées avec la direction de fabrication. Cette texture est classique des alliages β élaborés en SLM car c'est la direction de croissance préférentielle du cristal cubique centré et elle se dirige dans la direction du plus grand gradient thermique. Avec les rotations de 90°, les directions de balayage x et y sont alternées et on crée un second et troisième gradient thermique dans ces directions qui provoquent la texture en x et y. Avec les rotations de 67°, les lignes balayées ne se superposent pas et ne créent donc pas de gradient thermique dans une direction particulière. En ce qui concerne les propriétés mécaniques obtenues, elles sont, dans les deux cas, intéressantes pour les applications visées, avec un module d'élasticité faible, proche de celui de l'état de référence ST, mais avec une résistance mécanique plus élevée. Elle est liée à la présence d'oxygène interstitiel dans l'alliage qui est maîtrisé mais dans une certaine mesure seulement. L'oxygène initialement présent dans la poudre impacte directement la pièce finale. Nous avons aussi constaté qu'une densité d'énergie trop élevée entraînait une absorption plus importante d'oxygène ; conséquemment, l'utilisation d'énergies plus importantes pour améliorer encore l'homogénéité de l'alliage élaboré *in situ* n'est pas souhaitable. Par ailleurs, le comportement mécanique observé pour les échantillons élaborés à partir du mélange de poudres sphériques est très semblable à celui des échantillons fabriqués à partir de la poudre pré-alliée.

Les taux d'oxygènes, à l'origine d'une grande partie des différences observées précédemment, sont proches dans ces deux types d'échantillons. Ce résultat est encourageant car il montre que des propriétés similaires peuvent être obtenues, que le matériau précurseur soit un mélange de poudres élémentaires ou une poudre pré-alliée.

Cette première partie du travail a permis de valider la possibilité d'élaborer des alliages *in situ* en SLM à partir de poudres élémentaires. Elle nous a également montré qu'il fallait être attentif au choix des poudres, en termes de distributions granulométriques et de composition en éléments interstitiels, tout particulièrement en oxygène. Il existe par ailleurs une fenêtre de paramètres de fabrication qui conduisent à l'obtention d'échantillons homogènes.

Dans une deuxième partie du travail, nous avons agi sur un second « levier » pour réduire encore le module d'élasticité d'une pièce : la porosité. Grâce à la fusion laser sur lit de poudres, il est possible de maîtriser précisément l'architecture des porosités fabriquées. Nous avons vu au chapitre 1 qu'il existait plusieurs méthodes pour concevoir des structures poreuses ; nous nous sommes concentrés sur des structures en treillis constituées de poutres dont on gère les paramètres géométriques : le rayon et la longueur. Nous avons développé deux outils d'aide à la conception de structures architecturées.

Dans un premier temps, des abaques ont été construits à partir d'une série de simulations sur une structure octet-truss avec des paramètres géométriques variables. En faisant varier la longueur ou le rayon des poutres, la densité de la structure varie de même que ses propriétés mécaniques. Ces résultats, extraits des simulations, peuvent alors être représentés dans différentes cartes de propriétés en fonction des critères de performance liés à l'application envisagée. Ces abaques sont réalisés pour un type de cellule et pour une condition aux limites particulière. On peut envisager en perspective d'étendre la démarche à d'autres mailles et conditions aux limites. Une autre restriction de ce premier outil est qu'il ne prend en compte qu'une seule direction de sollicitation. Dans un second temps, nous avons développé un algorithme d'optimisation des propriétés géométriques des structures qui prend en compte les trois directions principales de sollicitation. Des valeurs consignes de propriétés élastiques sont choisies par l'utilisateur. A partir de paramètres géométriques de départ, l'algorithme cherche par itérations les nouveaux paramètres géométriques qui permettent d'atteindre les propriétés élastiques consignes. Il est alors possible de fabriquer par SLM une pièce contenant la structure ainsi définie, présentant les propriétés élastiques souhaitées. Il est néanmoins nécessaire de rester vigilant quant aux paramètres géométriques obtenus en s'assurant que la structure soit réalisable par la technologie SLM.

Enfin, nous avons utilisé cet outil pour développer une structure biomimétique qui pourra être intégrée dans une prothèse de hanche. Le choix du dispositif a été fait de manière à considérer un système

sollicité mécaniquement pour lequel la réduction du module d'élasticité est particulièrement importante pour limiter le *stress-shielding*. Néanmoins, nous avons considéré que dans ce cas, une prothèse de hanche entièrement faite en treillis n'était pas forcément souhaitable. En effet, à l'heure actuelle, le taux de révision des prothèses totales de hanche reste important et ce d'autant plus que les patients opérés sont de plus en plus jeunes ; chaque patient jeune nécessitera certainement au moins un remplacement. Or, avec les structures architecturées, l'osteointégration peut se faire si efficacement que l'os colonisera une grande partie de la structure et en cas de besoin de révision, la difficulté du retrait de l'implant se présenterait. Nous choisissons subséquemment d'entourer la structure par une enveloppe. Il faut donc déterminer le module que doit avoir la structure pour que le système complet {enveloppe + structure} ait le même module qu'un os avant de démarrer l'algorithme. Nous obtenons finalement deux solutions, c'est-à-dire deux jeux de paramètres géométriques (rayon et longueur), qui permettent d'obtenir les mêmes propriétés élastiques, que nous élaborons en SLM et dont nous vérifions les propriétés par des essais mécaniques. La structure répondant le mieux aux contraintes de fabrication par SLM, qui respecte de ce fait la géométrie imposée, présente un comportement mécanique proche de celui obtenu en simulation. Cette solution architecturée possède les propriétés biomimétiques requises pour favoriser la biocompatibilité mécanique des implants et prothèses.

Dans la dernière partie de ce travail, on met en œuvre les deux solutions explorées pendant la thèse pour la réduction du module de Young : la solution matériau et la solution architecture, appliquées à une prothèse totale de hanche. On simule alors une arthroplastie totale de hanche. A partir de données d'imageries numériques, le modèle du fémur est entièrement construit et on y introduit 3 modèles différents de prothèses pour comparaison : massive en Ti-6Al-4V, massive en alliage Ti-26Nb à bas module d'élasticité et architecturé en Ti-26Nb. Deux cas de référence servent également à la comparaison : celui d'une prothèse aux propriétés proches de celles de l'os cortical qui représente la moindre perturbation et le cas physiologique du fémur sain. Le but était d'améliorer la biocompatibilité mécanique en réduisant le phénomène de *stress-shielding* qui apparaît consécutivement à la pose d'une prothèse où d'un implant. La distribution des contraintes dans le système {os + tige} ainsi que les écarts à la condition physiologique ont été analysés.

L'ensemble des cas implantés créent une modification, généralement une diminution, des contraintes par rapport aux sollicitations physiologiques, qui n'est pas souhaitable. Les remplacements du Ti-6Al-4V par du Ti-26Nb, et du Ti-26Nb massif par du Ti-26Nb architecturé mènent à une élévation de la contrainte dans l'os jusqu'à l'obtention d'une sollicitation proche du cas implanté de référence. Dans ce cas, on atteint, avec l'implant architecturé, une sollicitation proche de la valeur physiologique (75%). On démontre ainsi l'intérêt de l'association d'un matériau à bas module et d'une structure architecturée pour améliorer la biocompatibilité mécanique.

Finalement, l'ensemble de ces travaux de thèse ont permis de :

- Valider le concept d'élaboration d'alliages *in situ* en SLM. Cette méthode ouvre un large éventail de possibilités en termes de choix et d'ajustements de composition.
- Construire des outils fonctionnels d'aide à la conception de structures architecturées.
- Confirmer la meilleure biocompatibilité mécanique d'une prothèse à bas module ou architecturée par rapport aux prothèses classiques.

Pour chacun de ces points, des perspectives et voies d'améliorations peuvent encore être envisagées.

En ce qui concerne la fabrication d'alliages *in situ*, l'utilisation d'un mélange de poudres élémentaires de Ti sphérique et de Nb irrégulière (moins cher) mais présentant une granulométrie au minimum deux fois inférieure à celle du Ti doit être explorée. Elle pourrait permettre d'obtenir une homogénéité quasi parfaite avec l'utilisation de niveaux de densité d'énergie raisonnables, limitant ainsi l'absorption d'oxygène.

Néanmoins, avec les plans d'expériences réalisés, on pourrait approfondir l'étude en réalisant une analyse de l'ensemble des échantillons, inhomogènes compris, pour quantifier l'influence des paramètres sur les tailles et formes des nodules de niobium et des porosités, sur leur répartition, sur la microstructure... Une superposition des distributions granulométriques de la poudre de niobium à celle de la taille des particules infondues, en fonction des paramètres de balayage, permettrait d'alimenter une discussion sur la diffusion du niobium dans le titane. Par ailleurs, il serait intéressant d'analyser les effets des particules de niobium non fondues sur les propriétés mécaniques des échantillons.

L'algorithme d'optimisation de structure peut également être complété. L'intégration d'autres conditions aux limites et de structures supplémentaires peut être envisagée. La possibilité d'imposer une enveloppe extérieure à la structure est une voie de développement qui faciliterait ensuite la conception des dispositifs médicaux implantables biomimétiques intégrant des treillis internes.

Pour développer les simulations par éléments finis, on peut penser à améliorer le modèle en proposant une prothèse mieux adaptée à l'anatomie du patient avec par exemple la conception d'une prothèse sur mesure. On peut également envisager l'utilisation d'une loi de remodelage osseux pour simuler l'évolution de l'os dans ses nouvelles conditions de sollicitation. De plus, de nouvelles solutions peuvent être imaginées pour utiliser davantage le potentiel de la fabrication additive dans le développement des dispositifs médicaux et répondre à la question suivante : est-il possible de s'affranchir de l'enveloppe autour de la structure dans le but d'accroître l'iso-élasticité os-implant ?

Nous avons vu que l'enveloppe réduit l'impact de la structure architecturée sur la réduction du *stress-shielding*. Elle est présente pour limiter une ostéointégration trop importante, car actuellement, les opérations de révisions sont quasiment systématiques après 10 – 15 ans. Un implant architecturé sans enveloppe et comportant un gradient de porosité, avec à cœur un pilier plus rigide et en peau une porosité créant un bas module et favorisant l'ostéointégration, permettrait de se rapprocher de la situation physiologique. Cet implant iso-élastique, par rapport à l'os environnant, permettrait peut-être d'éviter une révision de la prothèse et ainsi d'éliminer le besoin d'enveloppe. Il faudrait bien sûr vérifier la validité biologique et mécanique de ce concept en collaboration avec professionnels du domaine de la santé et des chirurgiens.

Références bibliographiques

[1] "Fabrication additive — Principes généraux — Terminologie," NF EN ISO 17296-1, 2011.
[2] "Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies," F2792–12a, 2013.
[3] A. Obaton, A. Bernard, G. Taillandier, and J. Moschetta, "Fabrication additive : état de l'art et besoins métrologiques engendrés," *Rev. française métrologie*, vol. 2015–1, no. 37, pp. 21–36, 2015.
[4] J.-C. André, A. Le Mehauté, and O. De Witte, "Dispositif pour réaliser un modèle de pièce industrielle," Brevet FR 2 567 668 – A1, Date de dépôt : 16-07-1984, date de publication : 17-01-1986.
[5] C. W. Hull, "Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography," US4575330 A, 1986.
[6] "Fabrication additive — Principes généraux — Partie 2 : Vue d'ensemble des catégories de procédés et des matières premières," NF EN ISO 17296-2, 2014.
[7] "www.3dhubs.com." .
[8] I. Wohlers Associates, *Wohlers report 2017 : 3D printing and additive manufacturing state of the industry : annual worldwide progress report.* .
[9] J. Coykendall, M. Cotteleer, L. Holdowsky, and M. Mahto, "3D opportunity in Aerospace and Defense," *Deloitte Univ. Press*, pp. 1–28, 2014.
[10] M. Hedges and N. Calder, "Near Net Shape Rapid Manufacture & Repair by LENS," *Cost Eff. Manuf. via Net Shape Process. Meet. Proc.*, pp. 1–14, 2006.
[11] R. Dehoff, C. Duty, W. Peter, Y. Yamamoto, W. Chen, C. Blue, O. Ridge National Laboratory, C. Tallman, and L. Martin Aeronautics Co, "Case Study: Additive Manufacturing of Aerospace Brackets," 2013.
[12] "Arconic and Airbus Achieve 3D Printing First | Additive Manufacturing (AM)." [Online]. Available: http://additivemanufacturing.com/2017/09/19/arconic-and-airbus-achieve-3d-printing-first/. [Accessed: 09-Oct-2017].
[13] "First titanium 3D-printed part installed into serial production aircraft." [Online]. Available: http://www.airbus.com/newsroom/press-releases/en/2017/09/first-titanium-3d-printed-part-installed-into-serial-production-.html. [Accessed: 09-Oct-2017].
[14] N. Hopkinson and P. Dickens, "Rapid prototyping for direct manufacture," *Rapid Prototyp. J.*, vol. 7, no. 4, pp. 197–202.
[15] N. Hopkinson and P. Dickens, "Analysis of rapid manufacturingusing layer manufacturing processes for production Analysis of rapid manufacturing—using layer manufacturing processes for production."
[16] M. Ruffo, C. Tuck, and R. Hague, "Cost estimation for rapid manufacturing -laser sintering production for low to medium volumes Cost estimation for rapid manufacturing – laser sintering production for low to medium volumes," *Part B*, vol. 220, no. 9, pp. 1417–1427.
[17] P. Reeves, C. Tuck, and R. Hague, "Additive Manufacturing for Mass Customization," Springer, London, 2011, pp. 275–289.
[18] "www.phonak.com." .
[19] "www.invisalign.fr." .
[20] A. L. Jardini, M. A. Larosa, R. Maciel Filho, C. A. de C. Zavaglia, L. F. Bernardes, C. S.

Lambert, D. R. Calderoni, and P. Kharmandayan, “Cranial reconstruction: 3D biomodel and custom-built implant created using additive manufacturing.,” *J. Craniomaxillofac. Surg.*, vol. 42, no. 8, pp. 1877–84, Dec. 2014.
[21] P. Stoor, A. Suomalainen, C. Lindqvist, K. Mesim, € Aki, D. Danielsson, A. Westermark, and R. K. Kontio, “Rapid prototyped patient specific implants for reconstruction of orbital wall defects,” *J. Cranio-Maxillofacial Surg.*, vol. 42, pp. 1644–1649, 2014.
[22] “www.xilloc.com.” .
[23] “anatomics.com.” .
[24] “resources.renishaw.com.” .
[25] “www.materialise.com.” .
[26] “Technology Research | Gartner Inc.” [Online]. Available: www.gartner.com. [Accessed: 10-Oct-2017].
[27] S. K. Everton, M. Hirsch, P. Stravroulakis, R. K. Leach, and A. T. Clare, “Review of in-situ process monitoring and in-situ metrology for metal additive manufacturing,” 2016.
[28] W. E. King, H. D. Barth, V. M. Castillo, G. F. Gallegos, J. W. Gibbs, D. E. Hahn, C. Kamath, and A. M. Rubenchik, “Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 214, no. 12, pp. 2915–2925, Dec. 2014.
[29] H. Gong, K. Rafi, H. Gu, T. Starr, and B. Stucker, “Analysis of defect generation in Ti–6Al–4V parts made using powder bed fusion additive manufacturing processes,” *Addit. Manuf.*, vol. 1, pp. 87–98, Aug. 2014.
[30] H. Gong, H. Gu, K. Zeng, J. J. S. Dilip, D. Pal, B. Stucker, D. Christiansen, J. Beuth, and J. J. Lewandowski, “Melt Pool Characterization for Selective Laser Melting of Ti-6Al-4V Pre-alloyed Powder.”
[31] S. A. Khairallah, A. T. Anderson, A. Rubenchik, and W. E. King, “Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones,” *Acta Mater.*, vol. 108, pp. 36–45, 2016.
[32] D. Gu, Y.-C. Hagedorn, W. Meiners, G. Meng, R. J. S. Batista, K. Wissenbach, and R. Poprawe, “Densification behavior, microstructure evolution, and wear performance of selective laser melting processed commercially pure titanium,” *Acta Mater.*, vol. 60, no. 9, pp. 3849–3860, May 2012.
[33] J. P. J.-P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, and B. Lauwers, “Selective laser melting of iron-based powder,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 149, no. 1–3, pp. 616–622, Jun. 2004.
[34] F. Cristofari, B. Piotrowski, and R. Pesci, “Mechanical properties of a nanoporous membrane used in implantable medical devices. Correlation between experimental characterization and 2D numerical simulation,” *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 74, pp. 43–53, Oct. 2017.
[35] M. Abdel-Hady Gepreel and M. Niinomi, “Biocompatibility of Ti-alloys for long-term implantation.,” *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 20, pp. 407–15, Apr. 2013.
[36] D. F. Williams, *The Williams Dictionary of Biomaterials*. Liverpool University Press, 1999.
[37] D. F. Williams, “On the mechanisms of biocompatibility,” *Biomaterials*, vol. 29, no. 20, pp. 2941–2953, Jul. 2008.
[38] R. E. McMahon, J. Ma, S. V Verkhoturov, D. Munoz-Pinto, I. Karaman, F. Rubitschek, H. J. Maier, and M. S. Hahn, “A comparative study of the cytotoxicity and corrosion resistance of nickel-titanium and titanium-niobium shape memory alloys.,” *Acta Biomater.*, vol. 8, no. 7, pp. 2863–70, Jul. 2012.
[39] A. Cremasco, A. D. Messias, A. R. Esposito, E. A. de R. Duek, and R. Caram, “Effects of alloying elements on the cytotoxic response of titanium alloys,” *Mater. Sci. Eng.*, vol. C 31, no. 5, pp. 833–839, Jul. 2011.
[40] “ISO 10993-5:2009 - Biological evaluation of medical devices -- Part 5: Tests for in vitro cytotoxicity.” .
[41] S. G. Steinemann, “Metal implants and surface reactions,” *Injury*, vol. 27, p. S/C16-S/C22, Jan. 1996.
[42] S. G. Steinemann, “Corrosion of surgical implants - in vivo and in vitro tests,” in *Evaluation of*

biomaterials (Adances in biomaterials), & K. G. G. Winter, J. Lerary, Ed. New York: John Wiley & Sons, 1980, pp. 1–34.
[43] N. S. Manam, W. S. W. Harun, D. N. A. Shri, S. A. C. Ghani, T. Kurniawan, M. H. Ismail, and M. H. I. Ibrahim, "Study of corrosion in biocompatible metals for implants: A review," *J. Alloys Compd.*, vol. 701, pp. 698–715, Apr. 2017.
[44] Y. Gao, B. Gao, R. Wang, J. Wu, L. J. Zhang, Y. L. Hao, and X. J. Tao, "Improved biological performance of low modulus Ti–24Nb–4Zr–7.9Sn implants due to surface modification by anodic oxidation," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 255, no. 9, pp. 5009–5015, Feb. 2009.
[45] S. Yu, Z. Yu, G. Wang, J. Han, X. Ma, and M. S. Dargusch, "Biocompatibility and osteoconduction of active porous calcium-phosphate films on a novel Ti-3Zr-2Sn-3Mo-25Nb biomedical alloy.," *Colloids Surf. B. Biointerfaces*, vol. 85, no. 2, pp. 103–15, Jul. 2011.
[46] T. Iwamoto, Y. Hieda, and Y. Kogai, "Effect of hydroxyapatite surface morphology on cell adhesion," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 69, pp. 1263–1267, Dec. 2016.
[47] D. J. HADJIDAKIS and I. I. ANDROULAKIS, "Bone Remodeling," *Ann. N. Y. Acad. Sci.*, vol. 1092, no. 1, pp. 385–396, Dec. 2006.
[48] N. Rucci, "Molecular biology of bone remodelling.," *Clin. Cases Miner. Bone Metab.*, vol. 5, no. 1, pp. 49–56, Jan. 2008.
[49] L. J. Raggatt and N. C. Partridge, "Cellular and molecular mechanisms of bone remodeling.," *J. Biol. Chem.*, vol. 285, no. 33, pp. 25103–8, Aug. 2010.
[50] J. C. Crockett, M. J. Rogers, F. P. Coxon, L. J. Hocking, and M. H. Helfrich, "Bone remodelling at a glance," *J. Cell Sci.*, vol. 124, no. 7, 2011.
[51] D. Ledoux, "Quand un ingénieur serre la main d'un chirurgien... ...Optimisation d'une prothèse trapézo-métacarpienne," pp. 1–6.
[52] J. Wolff, *The Law of Bone Remodelling*, vol. 155. 1987.
[53] T. Nishino, H. Mishima, H. Kawamura, Y. Shimizu, S. Miyakawa, and N. Ochiai, "Follow-Up Results of 10–12 Years After Total Hip Arthroplasty Using Cementless Tapered Stem — Frequency of Severe Stress Shielding With Synergy Stem in Japanese Patients," *J. Arthroplasty*, vol. 28, pp. 1736–1740, 2013.
[54] R. Huiskes, H. Weinans, B. van Rietbergen, and B. Van Rietbergen, "The relationship between stress shielding and bone resorption around total hip stems and the effects of flexible materials.," *Clin. Orthop. Relat. Res.*, vol. NA;, no. 274, pp. 124–134, 1992.
[55] P. Didier, B. Piotrowski, M. Fischer, and P. Laheurte, "Mechanical stability of custom-made implants: Numerical study of anatomical device and low elastic Young's modulus alloy," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 74, pp. 399–409, 2017.
[56] M. Geetha, A. K. K. Singh, R. Asokamani, and A. K. K. Gogia, "Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 54, no. 3, pp. 397–425, May 2009.
[57] H. Beaupied, E. Lespessailles, and C.-L. Benhamou, "Analyse des propriétés biomécaniques de l'os à l'échelle macroscopique," *Rev. Rhum.*, vol. 74, no. 5, pp. 447–454, May 2007.
[58] R. B. Ashman, S. C. Cowin, W. C. Van Buskirk, and J. C. Rice+, "A CONTINUOUS WAVE TECHNIQUE FOR THE MEASUREMENT OF THE ELASTIC PROPERTIES OF CORTICAL BONE."
[59] A. Í. S. Antonialli and C. Bolfarini, "Numerical evaluation of reduction of stress shielding in laser coated hip prostheses," *Mater. Res.*, vol. 14, no. 3, pp. 331–334, 2011.
[60] S. Rao, T. Ushida, T. Tateishi, Y. Okazaki, and S. Asao, "Effect of Ti, Al, and V ions on the relative growth rate of fibroblasts (L929) and osteoblasts (MC3T3-E1) cells.," *Biomed. Mater. Eng.*, vol. 6, no. 2, pp. 79–86, 1996.
[61] a. Schuh, J. Bigoney, W. Hönle, G. Zeiler, U. Holzwarth, and R. Forst, "Second generation (low modulus) titanium alloys in total hip arthroplasty," *Materwiss. Werksttech.*, vol. 38, no. 12, pp. 1003–1007, Dec. 2007.
[62] Y.-J. Park, Y.-H. Song, J.-H. An, H.-J. Song, and K. J. Anusavice, "Cytocompatibility of pure metals and experimental binary titanium alloys for implant materials," *J. Dent.*, vol. 41, no. 12, pp. 1251–8, Dec. 2013.
[63] A. Cimpean, V. Mitran, C. M. Ciofrangeanu, B. Galateanu, E. Bertrand, D.-M. Gordin, D.

Iordachescu, and T. Gloriant, “Osteoblast cell behavior on the new beta-type Ti–25Ta–25Nb alloy,” *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 32, pp. 1554–1563, 2012.

[64] R. Ion, D.-M. Gordin, V. Mitran, P. Osiceanu, S. Dinescu, T. Gloriant, and A. Cimpean, “In vitro bio-functional performances of the novel superelastic beta-type Ti–23Nb–0.7Ta–2Zr–0.5N alloy,” *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 35, pp. 411–419, 2014.

[65] M. Fischer, P. Laheurte, P. Acquier, D. Joguet, L. Peltier, T. Petithory, K. Anselme, and P. Mille, “Synthesis and characterization of Ti-27.5Nb alloy made by CLAD® additive manufacturing process for biomedical applications,” *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 75, pp. 341–348, 2017.

[66] D. Kuroda, M. Niinomi, M. Morinaga, Y. Kato, and T. Yashiro, “Design and mechanical properties of new β type titanium alloys for implant materials,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 243, no. 1–2, pp. 244–249, Mar. 1998.

[67] X. Tang, T. Ahmed, and H. J. Rack, “Phase transformations in Ti-Nb-Ta and Ti-Nb-Ta-Zr alloys,” *J. Mater. Sci.*, vol. 35, no. 7, pp. 1805–1811, 2000.

[68] Y. L. Hao, R. Yang, M. Niinomi, D. Kuroda, Y. L. Zhou, K. Fukunaga, and A. Suzuki, “Young’s modulus and mechanical properties of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr in relation to α″ martensite,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 33, no. 10, pp. 3137–3144, Oct. 2002.

[69] Y. L. Hao, R. Yang, M. Niinomi, D. Kuroda, Y. L. Zhou, K. Fukunaga, and A. Suzuki, “Aging response of the young’s modulus and mechanical properties of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr for biomedical applications,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 34, no. 4, pp. 1007–1012, Apr. 2003.

[70] N. Sakaguchi, M. Niinomi, T. Akahori, J. Takeda, and H. Toda, “Relationships between tensile deformation behavior and microstructure in Ti–Nb–Ta–Zr system alloys,” *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 25, no. 3, pp. 363–369, 2005.

[71] M. Niinomi, T. Akahori, S. Katsura, K. Yamauchi, and M. Ogawa, “Mechanical characteristics and microstructure of drawn wire of Ti–29Nb–13Ta–4.6Zr for biomedical applications,” *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 27, no. 1, pp. 154–161, Jan. 2007.

[72] M. Tane, S. Akita, T. Nakano, K. Hagihara, Y. Umakoshi, M. Niinomi, and H. Nakajima, “Peculiar elastic behavior of Ti–Nb–Ta–Zr single crystals,” *Acta Mater.*, vol. 56, no. 12, pp. 2856–2863, Jul. 2008.

[73] S. Ozan, J. Lin, Y. Li, and C. Wen, “New Ti-Ta-Zr-Nb alloys with ultrahigh strength for potential orthopedic implant applications,” *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 75, pp. 119–127, 2017.

[74] P. Stenlund, O. Omar, U. Brohede, S. Norgren, B. Norlindh, A. Johansson, J. Lausmaa, P. Thomsen, and A. Palmquist, “Bone response to a novel Ti-Ta-Nb-Zr alloy,” 2015.

[75] D. P. De Andrade, L. M. R. De Vasconcellos, I. C. S. Carvalho, L. F. de B. P. Forte, E. L. De Souza Santos, R. F. do Prado, D. R. dos Santos, C. A. A. Cairo, and Y. R. Carvalho, “Titanium-35Niobium alloy as a potential material for biomedical implants: In vitro study,” *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 56, pp. 538–544, 2015.

[76] W. Elmay, P. Laheurte, A. Eberhardt, B. Bolle, T. Gloriant, E. Patoor, F. Prima, D. Laille, P. Castany, and M. Wary, “Stability and elastic properties of Ti-alloys for biomedical application designed with electronic parameters,” *EPJ Web of Conference*, 2010. .

[77] H. Y. Kim, S. Hashimoto, J. Il Kim, H. Hosoda, and S. Miyazaki, “Mechanical Properties and Shape Memory Behavior of Ti-Nb Alloys,” *Mater. Trans.*, vol. 45, no. 7, pp. 2443–2448, 2004.

[78] H. Y. Kim, Y. Ikehara, J. I. Kim, H. Hosoda, and S. Miyazaki, “Martensitic transformation, shape memory effect and superelasticity of Ti–Nb binary alloys,” *Acta Mater.*, vol. 54, no. 9, pp. 2419–2429, May 2006.

[79] M. Tane, K. Hagihara, M. Ueda, T. Nakano, and Y. Okuda, “Elastic-modulus enhancement during room-temperature aging and its suppression in metastable Ti–Nb-Based alloys with low body-centered cubic phase stability,” *Acta Mater.*, vol. 102, pp. 373–384, Jan. 2016.

[80] S. Guo, J. Zhang, X. Cheng, and X. Zhao, “A metastable β-type Ti–Nb binary alloy with low modulus and high strength,” *J. Alloys Compd.*, vol. 644, pp. 411–415, Sep. 2015.

[81] S. Miyazaki, H. Y. Kim, and H. Hosoda, “Development and characterization of Ni-free Ti-base shape memory and superelastic alloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 438–440, pp. 18–24, Nov. 2006.

[82] Y. B. Wang and Y. F. Zheng, “The microstructure and shape memory effect of Ti–16 at.%Nb alloy,” *Mater. Lett.*, vol. 62, no. 2, pp. 269–272, Jan. 2008.
[83] W. Elmay, F. Prima, T. Gloriant, B. Bolle, Y. Zhong, E. Patoor, and P. Laheurte, “Effects of thermomechanical process on the microstructure and mechanical properties of a fully martensitic titanium-based biomedical alloy.,” *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 18, pp. 47–56, Feb. 2013.
[84] R. Arockiakumar and J. K. Park, “Effect of α-precipitation on the superelastic behavior of Ti–40wt.%Nb–0.3wt.%O alloy processed by equal channel angular extrusion,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 10–11, pp. 2709–2713, Apr. 2010.
[85] S. M. Kim, R. Arockiakumar, and J. K. Park, “Effect of ECAE-processing on the thermo-mechanical behavior of Ti34 wt .% Nb0 . 14 wt .% O shape memory alloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 546, pp. 53–58, 2012.
[86] D. Kent, G. Wang, Z. Yu, X. Ma, and M. Dargusch, “Strength enhancement of a biomedical titanium alloy through a modified accumulative roll bonding technique.,” *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 4, no. 3, pp. 405–16, Apr. 2011.
[87] H. Y. Y. Kim, J. I. I. Kim, T. Inamura, H. Hosoda, and S. Miyazaki, “Effect of thermo-mechanical treatment on mechanical properties and shape memory behavior of Ti-(26-28) at.% Nb alloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 438–440, no. SPEC. ISS., pp. 839–843, Nov. 2006.
[88] W. Elmay, E. Patoor, T. Gloriant, F. Prima, and P. Laheurte, “Improvement of Superelastic Performance of Ti-Nb Binary Alloys for Biomedical Applications,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 23, no. 7, pp. 2471–2476, 2014.
[89] F. Sun, S. Nowak, T. Gloriant, P. Laheurte, A. Eberhardt, and F. Prima, “Influence of a short thermal treatment on the superelastic properties of a titanium-based alloy,” *Scr. Mater.*, vol. 63, no. 11, pp. 1053–1056, Nov. 2010.
[90] E. S. N. Lopes, A. Cremasco, C. R. M. Afonso, and R. Caram, “Effects of double aging heat treatment on the microstructure, Vickers hardness and elastic modulus of Ti–Nb alloys,” *Mater. Charact.*, vol. 62, no. 7, pp. 673–680, Jul. 2011.
[91] J. Il Kim, H. Y. Kim, H. Hosoda, and S. Miyazaki, “Shape Memory Behavior of Ti–22Nb–(0.5–2.0)O(at%) Biomedical Alloys,” *Mater. Trans.*, vol. 46, no. 4, pp. 852–857, 2005.
[92] A. Ramarolahy, P. Castany, F. Prima, P. Laheurte, I. Péron, and T. Gloriant, “Microstructure and mechanical behavior of superelastic Ti-24Nb-0.5O and Ti-24Nb-0.5N biomedical alloys.,” *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 9, pp. 83–90, May 2012.
[93] M. Simonelli, Y. Y. Tse, and C. Tuck, “On the Texture Formation of Selective Laser Melted Ti-6Al-4V,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 45, no. 6, pp. 2863–2872, Feb. 2014.
[94] B. Vrancken, L. Thijs, J.-P. Kruth, and J. Van Humbeeck, “Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties,” *J. Alloys Compd.*, vol. 541, pp. 177–185, Nov. 2012.
[95] L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J. Van Humbeeck, and J.-P. Kruth, “A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti–6Al–4V,” *Acta Mater.*, vol. 58, no. 9, pp. 3303–3312, May 2010.
[96] S. Bontha, N. W. Klingbeil, P. A. Kobryn, and H. L. Fraser, “Effects of process variables and size-scale on solidification microstructure in beam-based fabrication of bulky 3D structures,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 513514, pp. 311–318, 2009.
[97] J. Gockel and J. Beuth, “Understanding Ti-6Al-4V Microstructure Control in Additive Manufacturing via Process Maps,” *Solid Free. Fabr. Proc.*, pp. 666–674, 2013.
[98] W. Xu, M. Brandt, S. Sun, J. Elambasseril, Q. Liu, K. Latham, K. Xia, and M. Qian, “Additive manufacturing of strong and ductile Ti–6Al–4V by selective laser melting via in situ martensite decomposition,” *Acta Mater.*, vol. 85, pp. 74–84, Feb. 2015.
[99] M. Simonelli, Y. . Tse, and C. Tuck, “Effect of the build orientation on the mechanical properties and fracture modes of SLM Ti–6Al–4V,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 616, pp. 1–11, Oct. 2014.
[100] L. Facchini, E. Magalini, P. Robotti, A. Molinari, S. Höges, and K. Wissenbach, “Ductility of a Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting of prealloyed powders,” *Rapid Prototyp. J.*, vol. 16, no. 6, pp. 450–459, Oct. 2010.

[101] L. C. Zhang, D. Klemm, J. Eckert, Y. L. Hao, and T. B. Sercombe, "Manufacture by selective laser melting and mechanical behavior of a biomedical Ti–24Nb–4Zr–8Sn alloy," *Scr. Mater.*, vol. 65, no. 1, pp. 21–24, Jun. 2011.
[102] H. Schwab, K. Prashanth, L. Löber, U. Kühn, and J. Eckert, "Selective Laser Melting of Ti-45Nb Alloy," *Metals (Basel).*, vol. 5, no. 2, pp. 686–694, 2015.
[103] S. Dadbakhsh, M. Speirs, G. Yablokova, J.-P. Kruth, J. Schrooten, J. Luyten, and J. Van Humbeeck, "Microstructural analysis and mechanical evaluation of Ti-45Nb produced by selective laser melting towards biomedical applications.pdf," *TMS2015 Annu. Meet. Suppl. Proc.*, 2015.
[104] B. Zhang, J. Chen, and C. Coddet, "Microstructure and Transformation Behavior of in-situ Shape Memory Alloys by Selective Laser Melting Ti–Ni Mixed Powder," *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 29, no. 9, pp. 863–867, Sep. 2013.
[105] E. Chlebus, B. Kuźnicka, R. Dziedzic, and T. Kurzynowski, "Titanium alloyed with rhenium by selective laser melting," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 620, pp. 155–163, Dec. 2014.
[106] B. Vrancken, L. Thijs, J.-P. Kruth, and J. Van Humbeeck, "Microstructure and mechanical properties of a novel β titanium metallic composite by selective laser melting," *Acta Mater.*, vol. 68, pp. 150–158, Apr. 2014.
[107] S. L. Sing, W. Y. Yeong, and F. E. Wiria, "Selective laser melting of titanium alloy with 50 wt% tantalum: Microstructure and mechanical properties," *J. Alloys Compd.*, vol. 660, pp. 461–470, 2016.
[108] Q. Wang, C. Han, T. Choma, Q. Wei, C. Yan, B. Song, and Y. Shi, "Effect of Nb content on microstructure, property and in vitro apatite-forming capability of Ti-Nb alloys fabricated via selective laser melting," *Mater. Des.*, vol. 126, pp. 268–277, 2017.
[109] L. J. Gibson and M. F. Ashby, *Cellular solids : structure and properties*. Cambridge University Press, 1999.
[110] X. Wang, S. Xu, S. Zhou, W. Xu, M. Leary, P. Choong, M. Qian, M. Brandt, and Y. M. Xie, "Topological Design and Additive Manufacturing of Porous Metals for Bone Scaffolds and Orthopaedic Implants: A Review," *Biomaterials*, vol. 83, pp. 127–141, Jan. 2016.
[111] V. Karageorgiou and D. Kaplan, "Porosity of 3D biomaterial scaffolds and osteogenesis.," *Biomaterials*, vol. 26, no. 27, pp. 5474–91, Sep. 2005.
[112] N. Taniguchi, S. Fujibayashi, M. Takemoto, K. Sasaki, B. Otsuki, T. Nakamura, T. Matsushita, T. Kokubo, and S. Matsuda, "Effect of pore size on bone ingrowth into porous titanium implants fabricated by additive manufacturing: An in vivo experiment.," *Mater. Sci. Eng. C. Mater. Biol. Appl.*, vol. 59, pp. 690–701, Feb. 2016.
[113] L. E. Murr, "Open-cellular metal implant design and fabrication for biomechanical compatibility with bone using electron beam melting," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, 2017.
[114] R. Wauthle, S. M. Ahmadi, S. Amin Yavari, M. Mulier, A. A. Zadpoor, H. Weinans, J. Van Humbeeck, J.-P. Kruth, and J. Schrooten, "Revival of pure titanium for dynamically loaded porous implants using additive manufacturing.," *Mater. Sci. Eng. C. Mater. Biol. Appl.*, vol. 54, pp. 94–100, Sep. 2015.
[115] S. A. Yavari, R. Wauthle, J. van der Stok, A. C. Riemslag, M. Janssen, M. Mulier, J.-P. Kruth, J. Schrooten, H. Weinans, and A. A. Zadpoor, "Fatigue behavior of porous biomaterials manufactured using selective laser melting," *Mater. Sci. Eng. C. Mater. Biol. Appl.*, vol. 33, no. 8, pp. 4849–58, Dec. 2013.
[116] R. Wauthle, J. Van der Stok, A. S. Yavari, J. Van Humbeeck, J.-P. Kruth, A. A. Zadpoor, H. Weinans, M. Mulier, and J. Schrooten, "Additively manufactured porous tantalum implants.," *Acta Biomater.*, vol. 14, pp. 217–225, Dec. 2014.
[117] S. M. Ahmadi, S. A. Yavari, R. Wauthle, B. Pouran, J. Schrooten, H. Weinans, and A. A. Zadpoor, "Additively Manufactured Open-Cell Porous Biomaterials Made from Six Different Space-Filling Unit Cells: The Mechanical and Morphological Properties," *Materials (Basel).*, vol. 8, pp. 1871–1896, 2015.
[118] S. Arabnejad, R. Burnett Johnston, J. A. Pura, B. Singh, M. Tanzer, and D. Pasini, "High-strength porous biomaterials for bone replacement: A strategy to assess the interplay between cell morphology, mechanical properties, bone ingrowth and manufacturing constraints.," *Acta*

Biomater., vol. 30, pp. 345–56, Jan. 2016.
[119] N. Chantarapanich, P. Puttawibul, S. Sucharitpwatskul, P. Jeamwatthanachai, S. Inglam, and K. Sitthiseripratip, "Scaffold Library for Tissue Engineering: A Geometric Evaluation," *Comput. Math. Methods Med.*, vol. 2012, pp. 1–14, 2012.
[120] L. E. Murr, S. M. Gaytan, F. Medina, H. Lopez, E. Martinez, B. I. Machado, D. H. Hernandez, L. Martinez, M. I. Lopez, R. B. Wicker, and J. Bracke, "Next-generation biomedical implants using additive manufacturing of complex, cellular and functional mesh arrays," *Phil. Trans. R. Soc. A*, vol. 368, 2010.
[121] B. S. Bucklen, W. A. Wettergreen, E. Yuksel, and M. A. K. Liebschner, "Bone-derived CAD library for assembly of scaffolds in computer-aided tissue engineering," *irtual Phys. Prototyping,* vol. 3, no. 1, pp. 13–23, 2008.
[122] S. M. Giannitelli, D. Accoto, M. Trombetta, and A. Rainer, "Current trends in the design of scaffolds for computer-aided tissue engineering," 2014.
[123] A. Radman, X. Huang, and Y. M. Xie, "Engineering Optimization Topological optimization for the design of microstructures of isotropic cellular materials Topological optimization for the design of microstructures of isotropic cellular materials," *Eng. Optim.*, vol. 45, no. 11, pp. 1331–1348, 2013.
[124] M. Fousová, D. Vojtěch, J. Kubásek, E. Jablonská, and J. Fojt, "Promising characteristics of gradient porosity Ti-6Al-4V alloy prepared by SLM process," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 69, pp. 368–376, 2017.
[125] X. Li, C. Wang, W. Zhang, and Y. Li, "Fabrication and compressive properties of Ti6Al4V implant with honeycomb-like structure for biomedical applications," *Rapid Prototyp. J.*, vol. 16, no. 1, pp. 44–49, 2010.
[126] A. J. Morris, "The qualification of safety critical structures by finite element analytical methods."
[127] G. Yamako, D. Janssen, S. Hanada, T. Anijs, K. Ochiai, K. Totoribe, E. Chosa, and N. Verdonschot, "Improving stress shielding following total hip arthroplasty by using a femoral stem made of β type Ti-33.6Nb-4Sn with a Young's modulus gradation," *J. Biomech.*, Aug. 2017.
[128] H. Sofuoglu and M. E. Cetin, "An investigation on mechanical failure of hip joint using finite element method," *Biomed. Tech.*, vol. 60, no. 6, pp. 1–14, 2015.
[129] G. Yamako, E. Chosa, X. Zhao, K. Totoribe, S. Watanabe, T. Sakamoto, and N. Nakane, "Load-transfer analysis after insertion of cementless anatomical femoral stem using pre- and post-operative CT images based patient-specific finite element analysis," *Med. Eng. Phys.*, vol. 36, no. 6, pp. 694–700, Jun. 2014.
[130] A. L. Sabatini and T. Goswami, "Hip implants VII: Finite element analysis and optimization of cross-sections," *Mater. Des.*, vol. 29, no. 7, pp. 1438–1446, 2008.
[131] A. Z. Senalp, O. Kayabasi, and H. Kurtaran, "Static, dynamic and fatigue behavior of newly designed stem shapes for hip prosthesis using finite element analysis," *Mater. Des.*, vol. 28, no. 5, pp. 1577–1583, Jan. 2007.
[132] H. F. El-Sheikh, B. J. MacDonald, and M. S. J. Hashmi, "Material selection in the design of the femoral component of cemented total hip replacements," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 122, pp. 309–317, 2002.
[133] B. Piotrowski, A. A. Baptista, E. Patoor, P. Bravetti, A. Eberhardt, and P. Laheurte, "Interaction of bone-dental implant with new ultra low modulus alloy using a numerical approach.," *Mater. Sci. Eng. C. Mater. Biol. Appl.*, vol. 38, pp. 151–60, May 2014.
[134] G. Zhang, H. Yuan, X. Chen, W. Wang, J. Chen, J. Liang, and P. Zhang, "A three-dimensional finite element study on the biomechanical simulation of various structured dental implants and their surrounding bone tissues," *Int. J. Dent.*, vol. 2016, 2016.
[135] A. Guan, V. Staden, H. Guan, R. van Staden, Y.-C. Loo, N. Johnson, S. Ivanovski, and N. Meredith, "Influence of bone and dental implant parameters on stress distribution in the mandible: a finite element study," *J. Title Int. J. Oral Maxillofac. Implant.*, vol. 24, no. 5, 2009.
[136] S. Arabnejad Khanoki and D. Pasini, "Fatigue design of a mechanically biocompatible lattice for a proof-of-concept femoral stem," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 22, pp. 65–83,

2013.
[137] K. B. Hazlehurst, C. J. Wang, and M. Stanford, “A numerical investigation into the influence of the properties of cobalt chrome cellular structures on the load transfer to the periprosthetic femur following total hip arthroplasty,” *Med. Eng. Phys.*, vol. 36, pp. 458–466, 2014.
[138] Z. Yosibash, N. Trabelsi, and C. Milgrom, “Reliable simulations of the human proximal femur by high-order finite element analysis validated by experimental observations,” *J. Biomech.*, vol. 40, no. 16, pp. 3688–3699, 2007.
[139] A. S. Bonnet, M. Postaire, and P. Lipinski, “Biomechanical study of mandible bone supporting a four-implant retained bridge Finite element analysis of the influence of bone anisotropy and foodstuff position,” *Med. Eng. Phys.*, vol. 31, 2009.
[140] G. Dubois, M. Daas, A. S. Bonnet, and P. Lipinski, “Biomechanical study of a prosthetic solution based on an angled abutment: Case of upper lateral incisor,” *Med. Eng. Phys.*, vol. 29, pp. 989–998, 2007.
[141] M. Tarala, D. Janssen, and N. Verdonschot, “Balancing incompatible endoprosthetic design goals: A combined ingrowth and bone remodeling simulation,” *Med. Eng. Phys.*, vol. 33, no. 3, pp. 374–380, 2011.
[142] L. Wang, J. Kang, C. Sun, D. Li, Y. Cao, and Z. Jin, “Mapping porous microstructures to yield desired mechanical properties for application in 3D printed bone scaffolds and orthopaedic implants,” 2017.
[143] C. Mayer-Laigle, C. Gatumel, and H. Berthiaux, “Mixing dynamics for easy flowing powders in a lab scale Turbula® mixer,” *Chem. Eng. Res. Des.*, vol. 95, pp. 248–261, 2015.
[144] D. Wang, S. Mai, D. Xiao, and Y. Yang, “Surface quality of the curved overhanging structure manufactured from 316-L stainless steel by SLM,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, Dec. 2015.
[145] B. Vandenbroucke and J.-P. Kruth, “Selective laser melting of biocompatible metals for rapid manufacturing of medical parts,” *Rapid Prototyp. J.*, vol. 13, no. 4, pp. 196–203, Aug. 2007.
[146] F. Calignano, “Design optimization of supports for overhanging structures in aluminum and titanium alloys by selective laser melting,” *Mater. Des.*, vol. 64, pp. 203–213, Dec. 2014.
[147] “www.techniques-ingenieur.fr.” [Online]. Available: https://www.techniques-ingenieur.fr/. [Accessed: 24-Oct-2017].
[148] P. Majumdar, S. B. B. Singh, and M. Chakraborty, “Elastic modulus of biomedical titanium alloys by nano-indentation and ultrasonic techniques—A comparative study,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 489, no. 1–2, pp. 419–425, Aug. 2008.
[149] V. Fallah, S. F. Corbin, and A. Khajepour, “Process optimization of Ti–Nb alloy coatings on a Ti–6Al–4V plate using a fiber laser and blended elemental powders,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 210, no. 14, pp. 2081–2087, Nov. 2010.
[150] J. J.-P. Kruth, P. Mercelis, J. Van Vaerenbergh, L. Froyen, and M. Rombouts, “Binding mechanisms in selective laser sintering and selective laser melting,” *Rapid Prototyp. J.*, vol. 11, no. 1, pp. 26–36, Feb. 2005.
[151] I. Yadroitsev, P. Bertrand, and I. Smurov, “Parametric analysis of the selective laser melting process,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, no. 19, pp. 8064–8069, Jul. 2007.
[152] C. Qiu, C. Panwisawas, M. Ward, H. C. Basoalto, J. W. Brooks, and M. M. Attallah, “On the role of melt flow into the surface structure and porosity development during selective laser melting,” *Acta Mater.*, vol. 96, pp. 72–79, Sep. 2015.
[153] G. Kasperovich, J. Haubrich, J. Gussone, and G. Requena, “Correlation between porosity and processing parameters in TiAl6V4 produced by selective laser melting,” 2016.
[154] M. Tahara, Y. K. Kim, T. Inamura, H. Hosoda, and S. Miyazaki, “Role of interstitial atoms in the microstructure and non-linear elastic deformation behavior of Ti-Nb alloy,” *Journal of Alloys and Compounds*, 2013. .
[155] Q. Wei, L. Wang, Y. Fu, J. Qin, W. Lu, and D. Zhang, “Influence of oxygen content on microstructure and mechanical properties of Ti–Nb–Ta–Zr alloy,” *Mater. Des.*, vol. 32, no. 5, pp. 2934–2939, May 2011.
[156] Y. Nii, T.-H. Arima, H. Y. Kim, and S. Miyazaki, “Effect of randomness on ferroelastic transitions: Disorder induced hysteresis loop rounding in Ti-Nb-O martensitic alloy.pdf,” *Physical Review B*, 2010. .

[157] H. Schwab, F. Palm, U. Kühn, and J. Eckert, "Microstructure and mechanical properties of the near-beta titanium alloy Ti-5553 processed by selective laser melting," *Mater. Des.*, vol. 105, pp. 75–80, Sep. 2016.
[158] J. Nejezchlebová, M. Janovská, H. Seiner, P. Sedlák, M. Landa, J. Šmilauerová, J. Stráský, P. Harcuba, and M. Janeček, "The effect of athermal and isothermal ω phase particles on elasticity of β-Ti single crystals," *Acta Mater.*, vol. 110, pp. 185–191, May 2016.
[159] "NF EN ISO 5832-3:2016 - Implants chirurgicaux - Produits à base de métaux - Partie 3 : Alliage corroyé à base de titane, d'aluminium-6 et de vanadium-4." .
[160] J. A. Fife and R. A. Hard, "Contrôle de la teneur en oxygène dans un matériau de tantale," Fr 2 652 288, 1990.
[161] W. Elmay, "Développement de nouveaux alliages de titane biocompatibles instables mécaniquement à bas module d'Young," 2013.
[162] G. Mussot-Hoinard, W. Elmay, L. Peltier, and P. Laheurte, "Fatigue performance evaluation of a Nickel-free titanium-based alloy for biomedical application - Effect of thermomechanical treatments," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 71, pp. 32–42, Jul. 2017.
[163] M. F. Ashby, *Materials selection in mechanical design*. Butterworth-Heinemann, 2011.
[164] Y. Brechet and J. D. Embury, "Architectured materials: Expanding materials space," *Scr. Mater.*, vol. 68, no. 1, pp. 1–3, Jan. 2013.
[165] M. Ashby, "Designing architectured materials," *Scr. Mater.*, vol. 68, no. 1, pp. 4–7, Jan. 2013.
[166] V. Crupi, E. Kara, G. Epasto, E. Guglielmino, and H. Aykul, "Static behavior of lattice structures produced via direct metal laser sintering technology Static behaviour of lattice structures produced via direct metal laser sintering technology," no. 17, 2017.
[167] S. Y. Choy, C.-N. Sun, K. F. Leong, and J. Wei, "Compressive properties of Ti-6Al-4V lattice structures fabricated by selective laser melting: Design, orientation and density," *Addit. Manuf.*, vol. 16, pp. 213–224, 2017.
[168] W. P. Syam, W. Jianwei, B. Zhao, I. Maskery, W. Elmadih, and R. Leach, "Design and analysis of strut-based lattice structures for vibration isolation," 2017.
[169] A. Yánez, A. Herrera, O. Martel, D. Monopoli, and H. Afonso, "Compressive behaviour of gyroid lattice structures for human cancellous bone implant applications," 2016.
[170] I. Maskery, N. T. Aboulkhair, A. O. Aremu, C. J. Tuck, and I. A. Ashcroft, "Compressive failure modes and energy absorption in additively manufactured double gyroid lattices," *Addit. Manuf.*, vol. 16, pp. 24–29, 2017.
[171] V. S. Deshpande, N. A. Fleck, and M. F. Ashby, "Effective properties of the octet-truss lattice material," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 49, no. 8, pp. 1747–1769, 2001.
[172] L. Dong, V. Deshpande, and H. Wadley, "Mechanical response of Ti–6Al–4V octet-truss lattice structures," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 60–61, pp. 107–124, May 2015.
[173] M. R. O'Masta, L. Dong, L. St-Pierre, H. N. G. Wadley, and V. S. Deshpande, "The fracture toughness of octet-truss lattices," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 98, pp. 271–289, Jan. 2017.
[174] Z. He, F. Wang, Y. Zhu, H. Wu, and H. S. Park, "Mechanical properties of copper octet-truss nanolattices," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 101, pp. 133–149, 2017.
[175] S. R. Johnston, M. Reed, H. V Wang, and D. W. Rosen, "Analysis of Mesostructure Unit Cells Comprised of Octet-truss Structures."
[176] T. Tancogne-Dejean, A. B. Spierings, and D. Mohr, "Additively-manufactured metallic micro-lattice materials for high specific energy absorption under static and dynamic loading," *Acta Mater.*, vol. 116, pp. 14–28, Sep. 2016.
[177] M. Suard, "Caractérisation et Optimisation de structures treillis fabriquées par EBM," 2015.
[178] M. L. Wolford, K. Palso, and A. Bercovitz, "Hospitalization for Total Hip Replacement Among Inpatients Aged 45 and Over: United States, 2000–2010 Key findings," 2000.
[179] C. M. Linter, "Neuropsychiatric aspects of trace elements.," *Br. J. Hosp. Med.*, vol. 34, no. 6, pp. 361–5, Dec. 1985.
[180] D. Zaffe, C. Bertoldi, and U. Consolo, "Accumulation of aluminium in lamellar bone after implantation of titanium plates, Ti–6Al–4V screws, hydroxyapatite granules," *Biomaterials*, vol. 25, pp. 3837–3844, 2004.
[181] M. J. Ciarelli, S. A. Goldstein, J. L. Kuhn, D. D. Cody, and M. B. Brown, "Evaluation of

orthogonal mechanical properties and density of human trabecular bone from the major metaphyseal regions with materials testing and computed tomography," *J. Orthop. Res.*, vol. 9, no. 5, pp. 674–682, 1991.
[182] J. Y. Rho, M. C. Hobatho ', and R. B. A&ma&, "Relations of mechanical properties to density and CT numbers in human bone," *Med. Eng. Whys*, vol. 175, no. 17, pp. 347–355, 1995.
[183] J. C. Lotz, T. N. Gerhart, and W. C. Hayes, "MECHANICAL PROPERTIES OF METAPHYSEAL BONE IN THE PROXIMAL FEMUR," *J. Lliomechanics*, vol. 24, no. 5, pp. 317–329, 1991.
[184] G. Bergmann, A. Bender, J. Dymke, G. Duda, and P. Damm, "Standardized Loads Acting in Hip Implants," *PLoS One*, vol. 11, no. 5, p. e0155612, May 2016.
[185] M. O. Heller, G. Bergmann, G. Deuretzbacher, L. D. Urselen, M. Pohl, L. Claes, N. P. Haas, and G. N. Duda, "Musculo-skeletal loading conditions at the hip during walking and stair climbing," *J. Biomech.*, vol. 34, pp. 883–893, 2001.
[186] A. Bender and G. Bergmann, "Determination of typical patterns from strongly varying signals," *Comput. Methods Biomech. Biomed. Engin.*, vol. 15, no. 7, pp. 761–769, Jul. 2012.
[187] A. D. Speirs, M. O. Heller, G. N. Duda, and W. R. Taylor, "Physiologically based boundary conditions in finite element modelling," *J. Biomech.*, pp. 2318–2323, 2007.
[188] M. Heyland, A. Trepczynski, G. N. Duda, M. Zehn, K.-D. Schaser, and S. Märdian, "Selecting boundary conditions in physiological strain analysis of the femur: Balanced loads, inertia relief method and follower load," *Med. Eng. Phys.*, vol. 37, no. 12, pp. 1180–1185, Dec. 2015.
[189] J. Stolk, N. Verdonschot, and R. Huiskes, "Hip-joint and abductor-muscle forces adequately represent in vivo loading of a cemented total hip reconstruction," *J. Biomech.*, vol. 34, no. 7, pp. 917–926, Jul. 2001.
[190] G. N. Duda, E. Schneider, and E. Y. S. Chao, "Internal forces and moments in the femur during walking," *J. Biomech.*, vol. 30, no. 9, pp. 933–941, 1997.
[191] A. A. Shetty, R. Slack, A. Tindall, K. D. James, and C. Rand, "Results of a hydroxyapatite-coated (Furlong) total hip replacement," *J Bone Jt. Surg [Br]*, vol. 87, pp. 1050–4, 2005.

Table des figures

Figure 1 : Procédés de fabrication additive métal à base de poudre (d'après 3DHubs [7])....6
Figure 2 : Domaines d'application de la fabrication additive [8]....6
Figure 3 : Prothèses auditives en impression 3D en résine (a) et en titane (b) commercialisées par Phonak [18] ; gouttière d'alignement orthodontique (Invisalign) [19](c) 8
Figure 4 : Exemples d'utilisations de la fabrication additive métal pour la construction d'une mandibulle (Xilloc) [22] (a), implant cervical (Anatomics)[23] (b), reconstruction de cage thoracique (Anatomics) [23] (c), reconstruction de plancher orbital (Renishaw) [24] (d), plaque crânienne (Materialise) [25] (e), implants sur mesure pour fixation de prothèse de jambe (Xilloc) [22] (f) 8
Figure 5 : « Hype cycle » de Gartner pour la fabrication additive (Juillet 2017) [26] 9
Figure 6 : Représentation schématique du procédé de fusion laser sur lit de poudre en vue de face (a) et en vue de dessus (b)....11
Figure 7 : Fenêtre de process pour du Ti-6Al-4V : I : énergie optimale, pièces denses ; II : fusion excessive, régime keyhole ;III : manque de fusion, effet balling ; OH : surchauffe, pièces déformées ; d'après Gong et al [29]....12
Figure 8 : Effets de keyhole (a) et de balling (b), d'après Gong et al. [30]....13
Figure 9 : Principales causes de défaillance d'implants [35]....14
Figure 10 : Evaluation de la biocompatibilité des métaux par mesure de leur résistance à la corrosion [42]....15
Figure 11 : Représentation schématique du remodelage osseux 17
Figure 12 : Travées osseuses construites pour résister aux contraintes physiologiques 18
Figure 13 : Les trois états de remodelage osseux....19
Figure 14 : Les effets du stress-shielding sur la résorption osseuse après pose d'une prothèse totale de hanche après 1 mois, 3 ans, 5 ans et 11 ans [53]. Une densification peut être observée au niveau du bas de la tige fémorale (zone entourée en bleu), une résorption a lieu au niveau de la métaphyse fémorale (en rouge) et un affinement global de l'os cortical est visible. 19
Figure 15 : Influence de la proportion de niobium sur la température Ms [78] 22

Figure 16 : Observation (en vue de face) de la microstructure d'un échantillon de Ti-6Al-4V obtenu en SLM 23
Figure 17 : Influence des stratégies de balayage sur les microstructures du Ti-6Al-4V SLM [95] : les lignes (du haut vers le bas) représentent : les stratégies de fabrication, une vue du dessus, une vue de face....24
Figure 18 : Microstructure de l'alliage Ti-6Al-4V + 10% Mo élaboré in situ par Vrancken et al. [106]. (a) illustre la morphologie des grains β et (b) met en avant les structures de solidification....26
Figure 19 : Cellule élémentaire dodécaèdre [116]....28
Figure 20 : Evolution en fonction de la porosité des contraintes de compression(σ_y : limite élastique et σ_{pl} : contrainte au plateau, soit la moyenne des contraintes à 20 % et 40 % de déformation) (a) et du module de Young (b) [114]....28
Figure 21 : Propriétés mécaniques dynamiques des structures dodécaèdre : lois puissance pour les 4 structures Ti et Ti-6Al-4V ELI (Taille de poutre-taille de pore) (a), résistance en fatigue à 10^6 cycles en fonction de la porosité (b)....29
Figure 22 : Structures étudiées par Ahmadi et al. [117] (a) et l'évolution en fonction de la densité relative du module d'élasticité relatif (b), de la limite d'élasticité (c) et de la contrainte au plateau (moyenne des contraintes à 20 % et 40 % de déformation) (d)....29
Figure 23 : Design par la CAO [119], [120] (a), basé sur l'imagerie [121] (b), par surfaces mathématiques [122](c),par optimisation topologique [123](d)....30
Figure 24 : Four à semi-lévitation magnétique en creuset froid du LEM3....36
Figure 25 : Charge en fusion dans le four (a), vue de l'intérieur du creuset en début de fusion (b) et en cours de fusion (c)....36
Figure 26 : Traitement du lingot: ligot brut (a), étêté (b), écrouté (c), lingot après traitement thermique (d)....37
Figure 27 : Laminage en laminoir à rouleaux (a), à gorges (b), martelage (c) et tréfilage (d)....37
Figure 28 : La tour d'atomisation du LERMPS (a) et le pistolet arc-fil installé en haut de la tour (b)....38
Figure 29 : Principe de l'atomisation arc-fil....39
Figure 30 : Observation MEB de la poudre de Ti-26Nb obtenue par procédé arc-fil....39
Figure 31 : Distribution granulométrique de la poudre de Ti-26Nb obtenue par procédé arc-fil....39
Figure 32 : Boîte à gants, vue d'ensemble (a), sas d'insertion des produits (b)....40
Figure 33 : Représentation schématique de l'intérieur de la chambre d'une machine SLM....42
Figure 34 : Machine SLM Realizer 250....43
Figure 35 : Représentation des paramètres de la machine Realizer 250....43
Figure 36 : Machine SLM280HL (a) et intérieur de la chambre avec utilisation de la plateforme réduite (b)....44
Figure 37 : Les différents types de supports [146]....46

Figure 38 : Densification et "descente » du niveau avec le passage du laser 47
Figure 39 : Stratégies de scan 48
Figure 40: Représentation des essais du plan de Box-Behnken dans le "cube" et table des essais.....50
Figure 41 : L'acquisition tomographique, schéma de principe (a), scan tomographique (b) 52
Figure 42 : De l'objet à la reconstruction 3D en passant par la tomographie 52
Figure 43 : Tomographe EasyTom nano 53
Figure 44 : Interaction électrons-matière [147] 54
Figure 45 : Principe de l'analyse EBSD, formation des clichés de Kikuchi 55
Figure 46 : Microscopes électroniques à balayage, Zeiss Supra 40 (a) et Jeol 6490 (b) 56
Figure 47 : Illustration de la loi de Bragg 57
Figure 48 : Ondes longitudinales (a) et transversales (b) (d : direction de propagation, u : mouvement des particules) 58
Figure 49 : Dispositif expérimental pour les mesures ultrasonores et sa représentation schématique...58
Figure 50 : Signal des ondes longitudinales (a) et des ondes transversales (b) 59
Figure 51 : Essais mécaniques en traction (a) et en compression (b) 60
Figure 52 : Image MEB de la poudre de Ti-40,5(%masse)Nb 64
Figure 53 : Distribution de la granulométrie des poudres de titane et de niobium 64
Figure 54: Stratégie de balayage laser 65
Figure 55 : Image MEB des échantillons (a.) n°1 et (b.) n°4. La matrice Ti-xNb apparaît en gris, le Nb en blanc et les porosités en noir. 66
Figure 56: Représentation du taux de porosité en fonction de l'énergie délivrée 67
Figure 57 : Reconstruction en tomographie d'un volume dans l'échantillon n°1 avec 19.7% de porosités et 20.3% de particules de niobium; (a.) volume complet avec l'alliage TiNb (bleu), les particules de Nb (jaune) et les porosités (vides) et (b.) particules de Nb du volume seules 68
Figure 58 : Représentation du taux de Nb infondu en fonction de la densité d'énergie délivrée 68
Figure 59 : Diffractogrammes RX pour le mélange de poudre (a) et pour les échantillons obtenus à différents niveaux d'énergie : 39 J/mm^3 (b) et 214 J/mm^3 (c) 69
Figure 60 : Analyse EDX de l'échantillon n°4 70
Figure 61 : Microstructures observées dans le plan latéral (coupe xz), en microscopie optique (a) et en microscopie électronique à balayage (b), BD étant la direction de construction 71
Figure 62 : Carte EBSD en IPF Y, vue de côté de l'échantillon : plan xz 73
Figure 63 : Carte EBSD en IPF Y, vue du dessus de l'échantillon : plan xy 73
Figure 64 : Figures de pôle et figures de pôle inverse 73
Figure 65 : Courbes contrainte - déformation sur le Ti-26Nb obtenu in situ à partir de poudres non sphériques et sur des matériaux de référence 74
Figure 66 : Granulométrie des deux poudres Ti et Nb 77

Figure 67 : Etapes pour le mélange des poudres (a) tamisage, (b) pesée, (c) mélange 78
Figure 68 : Pourcentages massiques de particules de Ti et de Nb en fonction du temps de mélange....79
Figure 69 : Reconstruction tomographique d'un échantillon de mélange de poudres (Nb en blanc, Ti en violet).....79
Figure 70 : Images MEB de la poudre (a.) contraste topologique, (b.) contraste de composition.....79
Figure 71 : Part de niobium infondu en fonction de la densité d'énergie apportée - Première campagne d'essais 80
Figure 72 : Pièces élaborées pour le second plan d'expériences 81
Figure 73 : Part de niobium infondu en fonction de la densité d'énergie apportée - Seconde campagne d'essais 82
Figure 74 : Graphe des effets pour le second plan d'expériences.....83
Figure 75 : Taux de porosité en fonction de la densité d'énergie apportée - Première et seconde campagnes d'essais.....84
Figure 76 : Plateau issu de la troisième campagne d'essais.....85
Figure 77 : Part de niobium infondu en fonction de la densité d'énergie apportée - Troisième campagne d'essais.....85
Figure 78 : Analyses de l'échantillon en microscopie éléctronique à balayage image en électrons secondaires (a.), image en électrons rétrodiffusés (b.), profils EDX (c.), cartographie EDX des éléments en présence (d.) 86
Figure 79 : Diffractogrammes obtenus pour la poudre et l'échantillon élaboré.....88
Figure 80 : Microstructure observée sur un échantillon de Ti-26Nb élaboré in situ en SLM (BD : direction de construction).....89
Figure 81 : Sous-structures de solidification 90
Figure 82 : Formation des sous-structures laminaires beta dans les grains (d'après [107]) 90
Figure 83 : Carte EBSD IPFZ, plan de face de l'échantillon 91
Figure 84 : Figure de pôle et figure de pôle inverse 92
Figure 85 : Orientation cube (a), en vue dans le plan xy (b), tournée de 45°(c) : points d'impact des plans {100} avec la sphère en rouge et des plans {110} en vert.....92
Figure 86 : Courbes contrainte - déformation en compression pour trois échantillons de Ti-26Nb à modes d'obtention différents.....93
Figure 87 : Courbes contrainte - déformation obtenues à partir d'essais de traction 95
Figure 88 : Exemples de mailles élémentaires, « diag » (a), octet-truss (b), cellules proposées par le logiciel Magics (c,d,e).....102
Figure 89 : Représentation des structures octet-truss (a) et diag (b) avec leurs paramètres géométriques 103
Figure 90 : Modèle 1D (a) et modèle 3D (b) 105

Figure 91 : Evolution de la densité relative de la structure en fonction du rayon de poutre pour 1motif (a) et 4 motifs (b).....107
Figure 92 : Module de Young relatif en fonction de nombre de répétitions dans les structures 1D (a) et 3D (b).....108
Figure 93 : Compression d'une structure octet-truss.....109
Figure 94 : Comparaison du modèle à l'expérience.....110
Figure 95 : Mesure du diamètre sur les images de tomographie.....111
Figure 96 : Mesure du diamètre des poutres en microscopie optique dans le sens longitudinal (a) et transversal (b) et (c).....111
Figure 97 : Abaque présentant l'évolution de la densité relative d'une structure octet-truss en fonction du rapport r/l.....112
Figure 98 : Evolution du module effectif E^{eff} de la stucture octet-truss en fonction du rapport r/l.....112
Figure 99 : Evolution de E^*/E_{mat} en fonction de ρ^*.....113
Figure 100 : Principe de l'algorithme d'optimisation.....114
Figure 101 : Fonctionnement de l'algorithme d'optimisation des structures lattice.....115
Figure 102 : Exemple de convergence du programme en fonction du nombre d'itérations.....118
Figure 103 : Les trois sructures analysées : sans enveloppe (a), avec enveloppe de 1 mm (b) et de 2 mm (c).....119
Figure 104 : Les deux directions de sollicitation (vue de face et vue de dessus).....119
Figure 105 : Structure interne d'un fémur.....120
Figure 106 : Influence de l'épaisseur de l'enveloppe sur le module d'élasticité des structures cubiques centrées.....121
Figure 107 : Structures proposées : A, de base 4 x 4 mm avec a = 1,06 mm (a) ou B, de base 4 x 4 mm avec a = 4,43 mm (b).....122
Figure 108 : Détermination des propriétés des structures avec enveloppe.....123
Figure 109 : Positionnement des structures sur le plateau de fabrication, A en rose, B en bleu.....124
Figure 110 : Structures biomimétiques fabriquées en Ti-26Nb par SLM.....124
Figure 111 : Défauts de scan sur la structure A0 (a), « collage » des poutres (b) et (c).....125
Figure 112 : Essai de compression dans la direction 2.....125
Figure 113 : Courbes contrainte - déformation des structures A et B dans la direction 1.....126
Figure 114 : Courbes contrainte - déformation des structures A et B dans la direction 2.....126
Figure 115 : Anatomie du fémur.....130
Figure 116 : Prothèse totale de hanche.....131
Figure 117 : Conception de la prothèse biomimétique.....132
Figure 118 : Echelle généralement admise des niveaux de gris, en unité de Hounsfield.....133
Figure 119 : Seuillage en niveaux de gris du fémur.....134

Figure 120 : Maillage du fémur et sa prothèse totale de hanche 135
Figure 121 : Assignation des propriétés matériau (l'échelle représente les modules de Young en MPa) 136
Figure 122 : Système de coordonnées du fémur [184] 137
Figure 123 : Cycle de chargement moyen pour un individu moyen de 75kg pour la marche [184] 138
Figure 124 : Représentation du modèle musculo-squelettique 138
Figure 125 : Forces exercées et leurs points d'application 139
Figure 126 : Récapitulatif de la démarche de simulation 140
Figure 127 : Interactions de couplage aux lieux d'application des forces (P1=Point trochanter, P2=Point métaphyse) 141
Figure 128 : Conditions aux limites : blocage de l'épiphyse 141
Figure 129 : Coupe frontale du fémur (a) et les 5 coupes transverses du fémur (b) 142
Figure 130 : Répartition des contraintes dans l'os et la prothèse dans une coupe frontale pour les cas du fémur sain (b), de l'implant idéal aux propriétés de l'os cortical (c), de l'implant en Ti-6Al-4V (d), de l'implant en Ti-26Nb (e), de l'implant en Ti-26Nb architecturé (f). Les isocouleurs représentent les contraintes de Von Mises de 0 à 45MPa (a). 143
Figure 131 : Coupes transverses du fémur sain (a), du fémur avec implant idéal (b), avec implant Ti-6Al-4V (c), avec implant Ti-26Nb (d) et avec implant architecturé (e) 145
Figure 132 : Relevé des contraintes le long d'un « chemin » (en rose) 146
Figure 133 : Moyenne des contraintes dans l'os à l'interface os-prothèse pour les 5 coupes transverses 146
Figure 134 : Saut de contrainte os-implant le long du chemin (figure 132) dans les coupes 510, 570 et 600. 147
Figure 135 : Relevé des contraintes dans l'os cortical 149
Figure 136 : Rapport des contraintes os implanté / os sain dans 4 zones de l'os cortical pour les coupes transverses 510, 570, 600 149
Figure 137 : Formation osseuse localisée après pose d'une prothèse (13-15 ans postopératoire) [191] 150

Table des tableaux

Tableau 1 : Propriétés mécaniques d'alliages de la première génération (1950-1990) d'alliages de titane biomédicaux [56] 20
Tableau 2 : Propriétés mécaniques d'alliages de la seconde génération (1990-...) d'alliages de titane biomédicaux [56] 21
Tableau 3 : Composition chimique (%m) du mélange de poudres 65
Tableau 4 : Paramètres d'essais retenus 66
Tableau 5 : Valeurs relevées sur les courbes de contrainte - déformation de compression 74
Tableau 6 : Analyse chimique de l'échantillon élaboré in situ 75
Tableau 7 : Caractéristiques mécaniques des matériaux de référence et du Ti-26Nb SLM mesurées à partir d'essais ultrasonores 76
Tableau 8 : Dosage des poudres en hydrogène, azote et oxygène 79
Tableau 9 : Paramètres de la troisième campagne d'essais 85
Tableau 10 : Modules d'élasticité relevés pour tois types d'échantillons de Ti-26Nb 94
Tableau 11 : Analyse chimique des échantillons élaborés 94
Tableau 12 : Propriétés mécaniques relevées sur les courbes contraintes-déformations de traction 96
Tableau 13 : Caractéristiques mécaniques des matériaux mesurés par méthode ultrasonore 97
Tableau 14 : Paramètres géométriques 103
Tableau 15 : Conditions aux limites imposées à la structure 106
Tableau 16 : Propriétés mécaniques de l'os cortical dans le cas du fémur [58], [59] 119
Tableau 17 : Paramètres utilisés pour la fabrication des structures lattices biomimétiques 124
Tableau 18 : Notation des structures pour les essais de compression 125
Tableau 19 : Relevé des modules d'élasticité des structures A et B 126
Tableau 20 : Résumé des propriétés des prothèses totales de hanche étudiées 132
Tableau 21 : Efforts musculaires au cours de la marche, en % de la masse corporelle %BW et en N pour un individu de 75 kg 139

Production scientifique

Publications majeures dans des revues internationales (ACL) :

M. Fischer, D. Joguet, G. Robin, L. Peltier, and P. Laheurte, “In situ elaboration of a binary Ti–26Nb alloy by selective laser melting of elemental titanium and niobium mixed powders,” Mater. Sci. Eng. C, vol. 62, pp. 852–859, 2016.

M. Fischer, P. Laheurte, P. Acquier, D. Joguet, L. Peltier, T. Petithory, K. Anselme, and P. Mille, “Synthesis and characterization of Ti-27.5Nb alloy made by CLAD® additive manufacturing process for biomedical applications,” Mater. Sci. Eng. C, vol. 75, pp. 341–348, 2017.

P. Didier, B. Piotrowski, M. Fischer, and P. Laheurte, “Mechanical stability of custom-made implants: Numerical study of anatomical device and low elastic Young’s modulus alloy,” Mater. Sci. Eng. C, vol. 74, pp. 399-409, 2017.

Communications à des congrès :

- *Communications avec actes dans un congrès international (ACTI) :*

M. Fischer, D. Joguet, L. Peltier, P. Laheurte. In situ titanium alloy elaborated by selective laser melting of Ti and Nb mixed powder. Ti-2015: The 13th World Conference on Titanium. 2015. San Diego, USA.

→ Proceedings of the 13th World Conference on Titanium, Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2016, pp. 1735–1739

G. Le Coz, M. Fischer, R. Piquard, A. D'Acunto, P. Laheurte, D. Dudzinski. Micro cutting of Ti-6Al-4V parts produced by SLM process. 16th CIRP Conference on modeling of machining operations. 2017. Cluny, France.

→ Procedia CIRP, vol. 58, pp. 228–232, 2017

- *Communications orales sans actes dans un congrès national ou international (COM) :*

M. Fischer, P. Laheurte, L. Peltier, G. Robin. Investigation of the in-situ elaboration of alloys by selective laser melting of mixed elemental powders. EUROMAT European Congress and Exhibition on Advanced Materials and Processes. 2017. Thessaloniki, Grèce

M. Fischer, D. Joguet, P. Acquier, P. Laheurte. Material properties comparison of beta titanium alloy Ti-27.5Nb processed by two different (powder blown and powder bed) additive manufacturing technologies. ICWAM International conference on welding and additive manufacturing. 2017. Metz, France.

M. Fischer, B. Piotrowski, L. Peltier, P. Laheurte, F. Meraghni. Etude expérimentale et numérique du contrôle par optimisation topologique de l'anisotropie induite par la Fabrication Additive SLM. Journées annuelles SF2M 2016 : Matériaux pour le domaine aérospatial : de l'innovation dans l'air - Structure des matériaux en fabrication additive. 2016. Albi, France.

G. Le Coz, M. Fischer, R. Piquard, A. D'Acunto, P. Laheurte, D. Dudzinski. Etude de la Micro Coupe du Ti-6Al-4V élaboré par Procédé SLM. Assises européennes de la fabrication additive. 2016. Chatenay-Malabry, France.

P. Laheurte, M. Fischer, D. Joguet, L. Peltier. Réalisation in situ par SLM d'alliages de titane à partir de poudres mixtes : exemple sur un alliage TiNb pour applications biomédicales. Colloque SF2M : La métallurgie en fabrication additive. 2015. Paris, France.

M. Fischer, P. Acquier, L. Peltier, D. Boisselier, P. Mille, H. Pelletier, J. Krier, P. Laheurte. Characterization of direct laser deposited low modulus Ti-26Nb alloy on Ti-6Al-4V for biomedical applications. ICALEO International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics. 2015. Atlanta, USA.

M. Fischer, P. Mille, J. Krier, H. Pelletier, P. Laheurte. Finite Element Analysis and Characterization of a New Low Modulus Titanium Alloy Used in Two THA Designs. 21st Congress of the European Society of Biomechanics. 2015. Prague, Republique Tchèque.

M. Fischer, P. Acquier, L. Peltier, D. Boisselier, P. Mille, H. Pelletier, J. Krier, D. Joguet, Y. Danlos, P. Laheurte. Caractérisation d'un alliage de Ti-26Nb déposé par déposition laser directe sur un substrat de Ti-6Al-4V pour des applications biomédicales. Journées technologiques de l'association française du titane. 2015. Nantes, France.

- *Communications par affiche dans un congrès national ou international (AFF) :*

M. Fischer, D. Joguet, L. Peltier, et P. Laheurte. Fabrication in situ d'un alliage de Ti-Nb par procédé de fusion laser sur lit de poudre (SLM) à partir de poudres élémentaires de Ti et de Nb. Journée matériaux pour la santé. 2015. Paris, France.