

## Avis de Soutenance

Monsieur Xingchen YAN

Présentera ses travaux en soutenance

Soutenance prévue le **mardi 04 décembre 2018** à 9h30

Lieu : Université de Technologie de Belfort -Montbéliard, site de Sevenans 90400 SEVENANS  
salle T306

Titre des travaux : Etude sur la fusion sélective au laser de l'alliage Ti-6Al-4V pour des applications biomédicales

Ecole doctorale : SPIM - Sciences Physiques pour l'Ingénieur et Microtechniques

Section CNU : 60

Unité de recherche : Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne

Directeur de thèse : Rodolphe BOLOT

Codirecteur de thèse : Lucas DEMBINSKI  HDR  NON HDR

Soutenance :  Publique  A huis clos

Membres du jury :

<u>Nom</u>	<u>Qualité</u>	<u>Etablissement</u>	<u>Rôle</u>
M. Rodolphe BOLOT	Professeur des Universités	Université Bourgogne - Franche-Comté	Directeur de these
M. Moataz ATTALLAH	Professeur	University of Birmingham	Rapporteur
M. Thierry GLORiant	Professeur des Universités	INSA Rennes	Rapporteur
M. Lucas DEMBINSKI	Enseignant Chercheur	Université de Technologie de Belfort-Montbéliard	CoDirecteur de these
M. Liao HANLIN	Professeur des Universités	Université de Technologie de Belfort-Montbéliard	CoDirecteur de these
M. Thierry GROSDIDIER	Professeur des Universités	Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux	Examineur

## Résumé de la thèse (en français) :

La fusion sélective par laser (SLM), en tant que technologie de fabrication additive émergente, permet la fabrication de pièces complexes et de conception avancée. Cette technologie est particulièrement adaptée aux applications biomédicales, telles que la production d'implants personnalisés. Les alliages de titane, en particulier le Ti6Al4V, sont largement utilisés dans les industries médicales en raison de leurs excellentes propriétés mécaniques et de leur biocompatibilité. Afin de développer une substitution osseuse spécifique, l'étude présente s'est concentré sur les propriétés mécaniques, le post-traitement, la conception légère et les propriétés biologiques d'un matériau en Ti6Al4V fabriqué par SLM. Les résultats les plus importants de ce travail sont répertoriés ci-après. La microstructure des échantillons de Ti6Al4V ainsi formée s'est avérée dominée par la phase martensite  $\alpha$  aciculaire. Le traitement par compression isostatique à chaud (HIP) entraîne une réduction significative des défauts internes, tels que les pores résiduels et les fissures internes. L'échantillon fabriqué n'ayant pas subi de traitement possède une faible résistance à la fatigue et un comportement en ductilité peu satisfaisant. Au contraire, l'échantillon traité thermiquement (HT) présente une résistance à la traction réduite. Toutefois, le comportement à la traction et la résistance à la fatigue sont améliorés par rapport à l'échantillon n'ayant pas subi de traitement. Le traitement HIP a également entraîné une réduction de la résistance à la traction mais a amélioré la ductilité et le comportement à la fatigue grâce à l'élimination des défauts internes. Afin d'améliorer la résistance à la fatigue d'un matériau en Ti6Al4V fabriqué par SLM, une technologie avancée de traitement par attrition mécanique de surface (SMAT) a été appliquée au cours de ce travail. Les résultats indiquent qu'un traitement de type SMAT peut introduire une couche nanostructurée sur la surface de l'échantillon. La nanostructure peut entraîner une augmentation de la résistance mécanique et des contraintes résiduelles de compression dans la couche de surface. En conséquence, l'échantillon traité par SMAT a montré une amélioration significative de la résistance à la fatigue par rapport à celui non traité dans les régimes de fatigue à cyclage faible et élevé. De plus, une oxydation par micro-arc (MAO) a été proposée pour améliorer l'activité biologique en formant un film oxydé avec du calcium (Ca) et du phosphore (P) sur la surface du Ti6Al4V fabriqué par SLM. La microstructure, la morphologie et les compositions chimiques du film de MAO préparé pour différentes tensions ont été caractérisées. Les résultats montrent qu'un revêtement comportant une proportion de Ca et de P est formé en surface du matériau Ti6Al4V fabriqué par SLM, et que cette couche a bien adhéré au substrat après le traitement au MAO. On peut en conclure que le traitement par MAO peut améliorer l'activité biologique du Ti6Al4V fabriqué par SLM. Des unités octaédriques avec des tailles de pores de 500, 600 et 700  $\mu\text{m}$  et un taux de porosité de 60% et 70% ont été conçues, puis les structures poreuses correspondantes ont été fabriquées par SLM. Les effets du diamètre des pores et de la porosité sur les propriétés mécaniques des échafaudages poreux en Ti6Al4V fabriqués par SLM ont été systématiquement étudiés. Afin d'évaluer les performances biologiques, des tests in vitro/vivo ont été menés pour étudier la prolifération, la différenciation des cellules et la croissance osseuse sur les échafaudages poreux de Ti6Al4V fabriqués par SLM. L'étude indique que l'échafaudage poreux avec une taille de pore de 500  $\mu\text{m}$  et une porosité de 60% est relativement prometteur pour la reproduction des défauts osseux.

## Abstract (in English)

Selective laser melting (SLM), as an emerging additive manufacturing technology, enables manufacturing complex parts with advanced design. This technology is particularly suitable for biomedical applications, such as the production of personalized implants. Titanium alloys, and particularly Ti6Al4V, are widely used in medical industries because of their excellent mechanical properties and biocompatibility. In order to develop a specific bone substitution, the present research focuses on mechanical properties, post-treatment, light design and biological properties of SLM Ti6Al4V. The most important advances of this work are listed below. The microstructure of SLM Ti6Al4V samples was found to be dominated by acicular martensitic phase. Hot Isostatic Pressing (HIP) treatment resulted in a significant reduction of internal defects, such as residual pores and internal cracks. Untreated samples showed a poor fatigue resistance and low ductility. Heat treated samples (HT) exhibited a reduced tensile strength. However, the tensile behavior and fatigue resistance were improved in comparison with untreated samples. HIP treatment also reduced the tensile strength but improved ductility and fatigue behavior by eliminating internal defects. In order to improve the fatigue resistance of SLM Ti6Al4V, an advanced Surface Mechanical Attrition (SMAT) treatment technology was applied in the frame of this work. The results indicate that SMAT can introduce a nanostructured layer on the surface of samples. This nanostructure may result in an increase in mechanical strength and provide residual compressive stresses in the surface layer. As a result, SMAT samples demonstrated a significant improvement in fatigue strength in comparison with untreated samples, in both low and high cycling fatigue regimes. In addition, micro-arc oxidation (MAO) was performed to enhance the biological activity by forming an oxidized film with calcium (Ca) and phosphorus (P) on the surface of SLM Ti6Al4V. The microstructure, morphology and chemical compositions of the MAO film prepared with different voltages were characterized. The results show that a coating with Ca and P was formed on the surface of SLM Ti6Al4V, and that it bonded well to the substrate after MAO treatment. It can be concluded that MAO treatment can improve the biological activity of SLM Ti6Al4V parts. Octahedral scaffold structures with a pore size of 500, 600 and 700  $\mu\text{m}$  and porosity levels of 60% and 70% were designed, and corresponding porous structures were manufactured by SLM. The effects of pore diameter and porosity level on mechanical properties of SLM Ti6Al4V porous scaffolds, were systematically studied. In order to evaluate biological performances, in vitro / vivo tests were conducted to study proliferation, cell differentiation and bone growth on SLM Ti6Al4V porous scaffolds. The study indicates that porous scaffolds with a pore size of 500  $\mu\text{m}$  and a porosity level of 60% is promising for the reproduction of bone defects.