



HAL
open science

Modélisation des microstructures de solidification de l'acier 316L élaboré par fabrication additive

Raphaël Engel

► **To cite this version:**

Raphaël Engel. Modélisation des microstructures de solidification de l'acier 316L élaboré par fabrication additive. Génie mécanique [physics.class-ph]. Université de Montpellier, 2024. Français. NNT : 2024UMONS011 . tel-04731325

HAL Id: tel-04731325

<https://theses.hal.science/tel-04731325v1>

Submitted on 10 Oct 2024

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.

THÈSE POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER

En Spécialité Mécanique et Génie Civil

École doctorale n°166, Information Structures Systèmes (I2S)

Unité de recherche LMGC – UMR 5508

Modélisation des microstructures de solidification de l'acier 316L élaboré par fabrication additive

Présentée par Raphaël ENGEL

Le 26 février 2024

Sous la direction de Frédéric DESCHAUX-BEAUME
et Cyril BORDREUIL

Devant le jury composé de

Joël ALEXIS, Professeur, École Nationale d'Ingénieurs de Tarbes (LGP)

Morgan DAL, Maître de conférence HDR, Arts et Métiers ParisTech (PIMM)

Véronique AUBIN, Professeur, CentraleSupélec (LMPS)

Christophe COLIN, Maître de Recherche, MINES ParisTech (Centre des Matériaux)

Frédéric DESCHAUX-BEAUME, Professeur, Université de Montpellier (LMGC)

Cyril BORDREUIL, Professeur, Université de Montpellier (LMGC)

Olivier FANDEUR, Ingénieur de recherche, CEA Saclay (LM2S)

Danièle AYRAULT, Ingénieure de recherche

Rapporteur

Rapporteur

Examinatrice

Examineur

Directeur

Co-directeur

Encadrant

Invitée



UNIVERSITÉ
DE MONTPELLIER

Remerciements

Ça y est, les études sont finies, il est maintenant temps de remercier les personnes qui m'ont accompagné, notamment dans cette dernière épreuve qu'est la thèse. Je commence par remercier mon équipe encadrante, à commencer par l'équipe du CEA, Danièle Ayrault et Olivier Fandeur. Merci de m'avoir fait confiance et de m'avoir soutenu pendant les deux premières années. J'ai beaucoup apprécié les réunions animées qui nous ont permis de débattre et avancer.

Je souhaite bien évidemment remercier ma direction de thèse, Frédéric Deschaux-Beaume et Cyril Bordreuil. Avec eux nous avons mis au clair toutes les idées et les résultats lors de ma dernière année pendant la rédaction. Grâce à eux j'ai pu découvrir la délicieuse ville de Nîmes. Merci de m'avoir fait confiance, de m'avoir aiguillé sur le chemin de la rigueur scientifique, d'avoir su faire face à mon entêtement/persévérance.

Cette thèse ne serait pas allée à termes sans le temps que le jury a pris pour relire mon manuscrit et suivre ma soutenance. Merci à Joël Alexis et Morgan Dal d'avoir accepté la tâche de rapporteur, à Christophe Colin de l'intérêt qu'il a apporté à mes travaux et à Véronique Aubin qui a attendu cette soutenance avec impatience pour que je commence en post-doc dans son laboratoire une semaine après.

Je dois également remercier toute l'équipe du LTA qui m'a accompagné depuis le début. Je n'oublierai pas les moments partagés autour des cafés, des repas à 11h30 pétante, des bars et des courses autour du golf. Merci à Baptiste, Mohamed, Damiens, Ronan, Timothy et les stagiaires avec qui nous avons tant ri et partagés nos moments de galères. Merci à Serge, Hawa et Diogo pour leurs bons conseils quand il le fallait et pour nos discussions sur la vie, pas seulement sur le travail. Un grand merci aussi à l'équipe du PIMM, Frédéric Costes et Patrice Peyre de m'avoir mis à disposition la machine expérimentale fusion laser lit de poudre et de m'avoir apporté tous les conseils nécessaires.

Je souhaite remercier mes amis qui m'ont permis de me libérer l'esprit les soirs et weekend même si la tâche n'était pas difficile. Merci à Arnaud, Elise, Sara, Corty, Emma et Yohann pour les soirées bars et jeux vidéo. Merci à la team Cachan, Elimane, Thibaut, Paul D, Paul B, Antonin, Guigui, Renaud, Emma, Thécie, Tiphaine, Alien, Fabienne, Eury, Marianne, Nils, Matthieu.

Merci à ma famille d'avoir été présente pendant ces trois années, ma mère Anne et mon père Guillaume, Marie, Pauline, Lucile et Thomas de m'avoir nourri et véhiculé. A toute la famille Engel et la famille Barrot et surtout une pensée à ceux qui sont partis, Antoine et Annaïg.

Enfin, cette thèse n'aurait pas été possible sans Julia ma copine qui me supporte depuis sept ans, qui a aussi choisi de faire une thèse, dont je suis très fier et que j'espère avoir rendu fière.

Merci à tous

Table des matières

Remerciements	2
Table des matières	3
Introduction.....	6
Chapitre 1 : Revue bibliographique.....	8
I – principe du procédé de fusion laser sur lit de poudre	9
I.1. Fonctionnement d’une machine L-PBF	9
I.2. Paramètres du procédé.....	10
I.3. Physique du procédé.....	12
I.4. Bain de fusion.....	13
I.5. Dénudation.....	13
II – Transferts thermiques intervenant lors du procédé L-PBF	15
II.1. Modélisation des transferts de chaleur par conduction lors de la fabrication par L-PBF....	15
II.2. Influence des écoulements liquides et gazeux au cours du procédé.....	19
III – Influence des paramètres sur la microstructure	22
III.1. Paramètres énergétiques.....	22
III.2. Paramètres géométriques.....	23
III.3. Paramètres matériaux.....	25
IV – Modélisation de la solidification en L-PBF	26
IV.1. Physique de la solidification en L-PBF.....	26
IV.2. Modélisation de la solidification	30
IV.3. Méthodes de simulation numérique de la solidification	33
V. Géométries particulières de pièces fabriquées en L-PBF.....	35
V.1. Monocordons.....	35
V.2. Murs de cordons	36
V.3. Tapis de cordons	38
V.4. Blocs	39
VI – Conclusion	39
Chapitre 2 : Matériau et méthodologie pour le développement du modèle CA-FE	41
I – Présentation des matériaux	42
I.1. Généralités sur l’acier 316L.....	42
I.2. Caractéristiques thermiques	42
I.3. Gaz d’inertage	44
II – Essais instrumentés	44
II.1. Objectifs de la campagne d’essais	44
II.2. Description de la machine de fabrication laser.....	44
II.3 Présentation des paramètres.....	45
III – Modèle thermique Éléments Finis	46
III.1 Principe et objectifs de la simulation thermique	47
III.2 Transfert de chaleur	47
III.3. Modélisation de l’apport de chaleur.....	48
III.4. Conditions aux limites	49
III.5. Maillage éléments finis	50
III.6. Définition des états et des règles de transition	51
III.7. Étapes de simulation du procédé.....	51
IV. Automates Cellulaires	52
IV.1 États des cellules.....	53
IV.2. Règles de transitions entre états	53

IV.3. Initialisation des orientations cristallines des cellules.....	54
IV.4. Croissance des grains en AC.....	54
IV.5. Calculs des pas de temps en automates cellulaires.....	56
IV.6. Interpolation des températures	56
IV.7. Vitesse de croissance dendritique	57
IV.8. Germination	58
V – Caractérisation des murs fabriqués	59
V.1. Analyses macroscopiques	59
V.2. Analyses microscopiques	60
VI – Conclusion	67
Chapitre 3 : Simulation thermique de la fabrication de murs.....	69
I – Choix des paramètres de fabrication des murs.....	70
I.1. Influence des paramètres sur la géométrie des murs	70
I.2. Caractéristiques des murs optimaux sélectionnés	73
I.3. Conclusion	76
II – Choix des paramètres de la simulation numérique	76
II.1. Analyse d’un cas de référence	77
II.2. Étude paramétrique	79
III – simulation thermique du procédé L-PBF.....	83
III.1 Modélisation de la source de chaleur	83
III.2 Résultats des simulations numériques	84
III.3. Comparaison avec les données expérimentales.....	86
IV – Analyse des résultats issus des simulations thermiques	87
IV.1. Gradient thermique le long du front de solidification.....	87
IV.2. Évolution des vitesses de croissance et gradients thermiques	88
V – Conclusion	91
Chapitre 4 : Modélisation et simulation numérique de la formation des grains dans les murs fabriqués avec la poudre 316L SLM Solutions.....	92
I – Caractérisation géométrique et microstructurale des murs fabriqués.....	93
I.1. Géométrie et compacité des murs obtenus	93
I.2. Identification des phases en présence.....	94
I.3. Analyse des orientations cristallographiques des grains dans les murs	95
II – Simulation numérique de la formation des grains.....	104
II.1. Initialisation des AC.....	105
II.2. Optimisation des paramètres de la modélisation AC pour réduire le temps de calcul	105
II.3. Résultats des calculs de simulation AC de la fabrication des murs.....	110
III – Comparaison entre résultats expérimentaux et numériques	117
III.1. Morphologie des grains.....	117
III.2. Textures cristallographiques.....	119
IV – Conclusion	120
Chapitre 5 : Modélisation et simulation numérique de la formation des grains dans les murs fabriqués avec la poudre 316L Praxair	121
I – Caractérisation géométrique et microstructurale des murs fabriqués avec la poudre Praxair	122
I.1. Caractéristiques générales des murs obtenus avec la poudre Praxair	122
I.2. Caractéristiques morphologiques des grains	123
I.3. Caractérisation de la texture cristallographique des murs	126
I.4. Comparaison avec la poudre SLM Solutions	128
I.5. Joints de grain	132
II – Description du modèle de germination	133
II.1. Modélisation de la germination	133

II.2. Présentation du cas test.....	134
II.3. Influence de la taille des cellules.....	135
II.4. Influence de la densité de germes	136
II.5. Influence de la surfusion de germination moyenne	137
II.6. Modèle de germination surfacique.....	138
II.7. Paramètres du modèle de germination retenus.....	138
III – résultats des simulations numériques de fabrication des murs avec la poudre Praxair.....	139
III.1. Caractéristiques générales des murs	139
III.2. Caractéristiques morphologiques et texture cristallographique des grains.....	141
III.3. Influence de la germination sur les structures granulaires simulées.....	144
IV – comparaison avec les résultats expérimentaux.....	146
IV.1. Caractéristiques morphologiques des grains.....	146
IV.2. Texture cristallographique	149
VI – Conclusion	149
Conclusion Générale.....	151
I – Bilan des résultats	151
II – Discussion des résultats	152
III – Amélioration du programme CA-FE	153
Annexes	155
A – Première campagne d’essais.....	155
B – Mesures des bains de fusion à la coupure	156
C – Microstructure des tapis	158
D – Propriétés du substrat de 316L.....	159
E – Fiche matière de la poudre de 316L.....	160
F – Algorithme de calcul AC [1]	161
G – Propriétés d’un acier 316L utiles pour la simulation	162
H – Règles de capture d’AC [1].....	163
I – Loi de croissance à paramètres thermo dépendants pour un matériau ternaire.....	164
J – Simulation des murs avec le module de germination volumique.....	165
Bibliographie.....	166

Introduction

La fabrication additive permet à l'industrie d'obtenir une meilleure rentabilité en accélérant la fabrication de pièces complexes à moindre coût, et en économisant de la matière. Les principales applications possibles de ces nouveaux procédés de fabrication concernent les domaines où la demande de technologie de pointe est élevée, comme l'aéronautique, le spatial, la médecine mais aussi l'industrie de l'énergie. Ce dernier domaine utilise en grande majorité des aciers inoxydables austénitiques, comme le 316L. Parmi les nombreux procédés de fabrication additive récemment développés, le procédé de fusion laser sur lit de poudre, ou L-PBF (Laser Powder Bed Fusion), reste l'un des plus étudiés. L'objectif du CEA est de maîtriser toute la chaîne de compétences des procédés de fabrication additive, et en particulier du L-PBF, de la connaissance des matières premières à celle des procédés, en passant par la conception de matériaux innovants et ultra performants.

La technologie L-PBF est un procédé de fabrication additive au cours duquel des couches de poudre métallique sont successivement empilées et fondues à l'aide d'un laser pour former des pièces aux géométries finales, sans étapes intermédiaires comme pour les procédés classiques. Pour anticiper les propriétés mécaniques des pièces fabriquées, il faut pouvoir identifier au préalable les microstructures générées au cours de leur élaboration. Les caractéristiques des structures granulaires formées dépendent très fortement des mécanismes de solidification, qui peuvent être décrits à l'aide de modèles.

L'un des principaux enjeux de cette étude est de prédire, par le biais de la simulation numérique, la forme et les orientations cristallographiques des grains formés, en fonction des paramètres du procédé. Cependant, pour prendre en compte dans ces simulations tous les phénomènes physiques mis en jeu, il faut réaliser des calculs très coûteux en temps et en mémoire. Par conséquent, il est souvent nécessaire de poser des hypothèses simplificatrices pour alléger les calculs, tout en s'assurant que les microstructures simulées restent proches de celles observées expérimentalement.

Pour y parvenir, A. Baumard [1] a développé dans le cadre de sa thèse une modélisation de la formation des structures granulaires au cours de la solidification couplée au logiciel de calcul par éléments-finis Cast3M. Il s'agit d'un modèle de type CA-FE inspiré des travaux de Gandin *et al* [2] repris par Camus *et al*. [3]. Il permet le calcul de la croissance de grains par la méthode des automates cellulaires (CA pour *cellular automaton*) à partir de champs thermiques calculés par la méthode des éléments finis (FE pour *finite elements*). Le programme développé a ainsi permis de simuler les évolutions des champs thermiques lors du passage sur un lit de poudre en 316L d'une source laser conduisant à la formation d'un bain de fusion, ainsi que les structures granulaires formées lors de la solidification du bain de fusion. Les structures de grains obtenues se sont de plus avérées assez représentatives de celles observées dans des cordons fabriqués à l'aide de montages expérimentaux. Les simulations ont cependant été limitées à la formation de « monocordons » créés à partir d'une seule couche de poudre, étant donnée la durée excessivement longue des calculs. De plus, la modélisation développée était basée sur un modèle de croissance colonnaire des grains, et n'intégrait pas le phénomène de germination, qui peut pourtant intervenir lors de l'utilisation de certaines compositions de poudres 316. Cela conduit alors à la formation de structures granulaires bien différentes et préférable au niveau mécanique, comme l'a montré Chniouel [3].

L'objectif de cette thèse est alors de développer une modélisation basée sur la méthode CA-FE qui permettra de simuler numériquement la fabrication des montages multicordons en aciers 316L, et de prédire les structures granulaires formées en fonction des paramètres procédé utilisés. Il devra de plus être adapté à différentes compositions de poudres, qui peuvent produire des structures granulaires un peu différentes, et intégrer en particulier la modélisation du phénomène de germination. À terme, le travail permettra d'optimiser les structures de grains en fonction des paramètres du procédé.

Ce manuscrit commence par un état de l'art décrivant le principe du procédé L-PBF et les phénomènes physiques apparaissant au cours du procédé, ainsi que l'influence des paramètres procédé sur les structures granulaires formées pour des aciers 316L. Les principaux modèles permettant de décrire la formation des structures granulaires au cours de la solidification sont également présentés, ainsi que les méthodes numériques permettant leur simulation.

Le second chapitre est consacré à la présentation des matériaux et des techniques expérimentales utilisées pour fabriquer des éprouvettes en 316L et pour les analyser, afin de déterminer notamment les caractéristiques des structures granulaires formées, en termes de morphologie des grains et de texture cristallographique. Les caractéristiques de la modélisation CA-FE et du programme développé sont également présentées.

Le chapitre 3 décrit tout d'abord la campagne d'essais qui a permis d'identifier des jeux de paramètres procédé permettant la fabrication de « murs » de cordons présentant des géométries régulières. La modélisation thermique du procédé est ensuite présentée, et plusieurs hypothèses de simulation sont comparées, afin de retenir celles qui fournissent des bains de fusion de dimensions représentatives de celles observées expérimentalement. Les modèles sont alors testés pour simuler numériquement la fabrication des murs avec les jeux de paramètres sélectionnés, et les résultats sont comparés aux mesures des tailles des bains de fusion issues de la campagne d'essais. Les champs de températures obtenus par simulation numérique seront aussi analysés pour discuter du type de structure granulaire attendue pour les différentes paramétries sélectionnées.

L'objectif du chapitre 4 a été d'utiliser ces champs thermiques pour simuler, par la méthode des automates cellulaires, la croissance colonnaire des grains observée dans les murs fabriqués avec une poudre 316L « générique ». Dans un premier temps, les structures de grains formées dans les murs fabriqués avec les paramétries sélectionnées ont été caractérisées au microscope électronique équipé d'un détecteur EBSD (*Electron BackScatter Diffraction*). Les orientations cristallographiques des grains et leur morphologie ont été déterminées et cartographiées. En parallèle, les paramètres du modèle automate cellulaire du code CA-FE ont été optimisés afin de trouver le meilleur compromis temps/précision de calcul. Le modèle optimisé a alors été appliqué aux calculs 3D de la formation des structures granulaires dans les murs, et les caractéristiques des grains obtenus par simulation numérique ont été confrontées aux résultats expérimentaux.

Le dernier chapitre est consacré à la caractérisation des structures granulaires obtenues avec une poudre particulière, qui produit la germination de nouveaux grains et la formation de structures granulaires équiaxes, et à leur modélisation. Les caractéristiques morphologiques et la texture cristallographique des grains alors formés est d'abord analysée, puis le phénomène de germination est modélisé, en ajoutant au programme CA-FE un « module de germination ». Les paramètres de ce nouveau modèle ont été identifiés, puis il a ensuite été utilisé pour simuler la formation des structures granulaires. Les grains obtenus avec l'utilisation de ce module de germination ont finalement été comparés aux grains observés dans les murs fabriqués avec la poudre particulière.

A la fin du manuscrit est présenté une conclusion des travaux en reprenant les points importants de chaque chapitre. Elle est complétée par l'examen des limites d'un tel modèle. Enfin les perspectives viendront clôturer le manuscrit avant les annexes. Ces perspectives montrent les différentes pistes d'améliorations qui n'ont pas pu être exploités et suivent les directions de (1) une prise en compte plus précise ou de (2) une liaison du programme avec d'autres simulant des phénomènes physiques du procédé différents.

Chapitre 1 : Revue bibliographique

L'étude bibliographique a pour objectif de faire état des phénomènes thermiques impliqués dans le procédé de fusion laser sur lit de poudre et de montrer leurs conséquences sur les structures de grain générées en se focalisant sur le cas des aciers inoxydables austénitiques. Les différents mécanismes physiques intervenant seront revus. Il faut remarquer que les aspects mécaniques ne sont pas considérés, même s'ils peuvent être non négligeables lors de la fabrication de grandes pièces.

Dans la première partie, une description du procédé de fusion laser sur lit de poudre sera faite, avec une présentation de son fonctionnement.

Dans la deuxième partie, les transferts thermiques intervenant au cours du procédé seront décrits. Le procédé présente la particularité d'induire la fusion localisée des poudres de matériaux métalliques, en l'occurrence dans notre cas l'acier inoxydable austénitique 316L, puis leur solidification pour former un matériau dense.

La troisième partie revient sur l'influence des principaux paramètres opératoires et de la stratégie de lasage sur les caractéristiques des pièces produites, en particulier les structures granulaires obtenues dans les composants en 316L.

Dans la quatrième partie, nous expliquerons les mécanismes de solidification intervenant au cours du procédé, appliqués à l'acier 316L. Quelques éléments de modélisation permettant de décrire la croissance des grains colonnaires au cours de la solidification, mais aussi la germination de nouveaux grains, seront présentés. Nous décrirons aussi les principales méthodes numériques permettant de simuler la solidification des alliages.

Enfin, nous présenterons les différents types de géométries généralement fabriquées pour analyser le procédé.

I – PRINCIPE DU PROCÉDE DE FUSION LASER SUR LIT DE POUDRE

L'impression 3D ou fabrication additive plastique permet de créer facilement et rapidement des pièces uniques. Cette technologie de fabrication de pièce couche par couche permet aussi de concevoir des composants de géométries complexes sans passer par une phase d'assemblage en réduisant le nombre de pièces. Elle permet aussi de fabriquer des pièces optimisées en termes de quantité de matière utilisée. Il est alors intéressant de transposer ces technologies à d'autres matériaux comme les céramiques, les composites, les alliages métalliques [4] et même les aliments [5].

Dans cette thèse, seul le procédé de fusion laser sur lit de poudre métallique, ou L-PBF (*Laser Powder Bed Fusion*), sera étudié. Comme les autres procédés de fabrication additive, le L-PBF permet de créer des pièces très complexes et très précises, à l'unité ou en petites séries [6]. Ce procédé d'avenir qui se veut écologique n'est en revanche pas adapté à la production de pièces simples en grande série, pour laquelle les procédés conventionnels s'avèrent plus économiques [7]. De tels objets techniques et à forte valeur ajoutée seront donc fabriqués pour des ensembles uniques comme par exemple des véhicules spatiaux ou des centrales nucléaires. Il est alors primordial de maîtriser chaque étape du procédé afin de produire des pièces résistantes aux différentes contraintes mécaniques, thermiques, magnétiques, ... L'étude de l'influence de chacun des paramètres du procédé sur les différents défauts comme la rugosité [8], les porosités, mais aussi sur les microstructures générées est alors d'une grande importance. Les propriétés des pièces dépendent en grande partie de la microstructure qui est caractérisée notamment par la taille, la morphologie et l'orientation cristallographique des grains [9]. Cette première partie va ainsi détailler les particularités du procédé L-PBF et montrer toute l'étendue des phénomènes présents au cours du procédé. La fabrication additive implique en effet des phénomènes multi physiques très complexes menant à la transformation des poudres dans la pièce. L'étude de la bibliographie nous permettra également de justifier les hypothèses retenues au niveau de la simulation, qui seront présentées dans la suite du document.

I.1. Fonctionnement d'une machine L-PBF

L'une des particularités de ce procédé de fabrication additive est l'apport de matière qui se fait avant la phase de fabrication. La Figure 1.1a proposée par Olakanmi *et al.* [10] schématise les étapes de fabrication par le procédé L-PBF. Cette figure montre la partie chaîne numérique, c'est-à-dire la réalisation d'une forme sur un logiciel de CAO, le découpage en couches et la définition des trajectoires ou « cordons », puis l'automatisation sur la machine L-PBF.

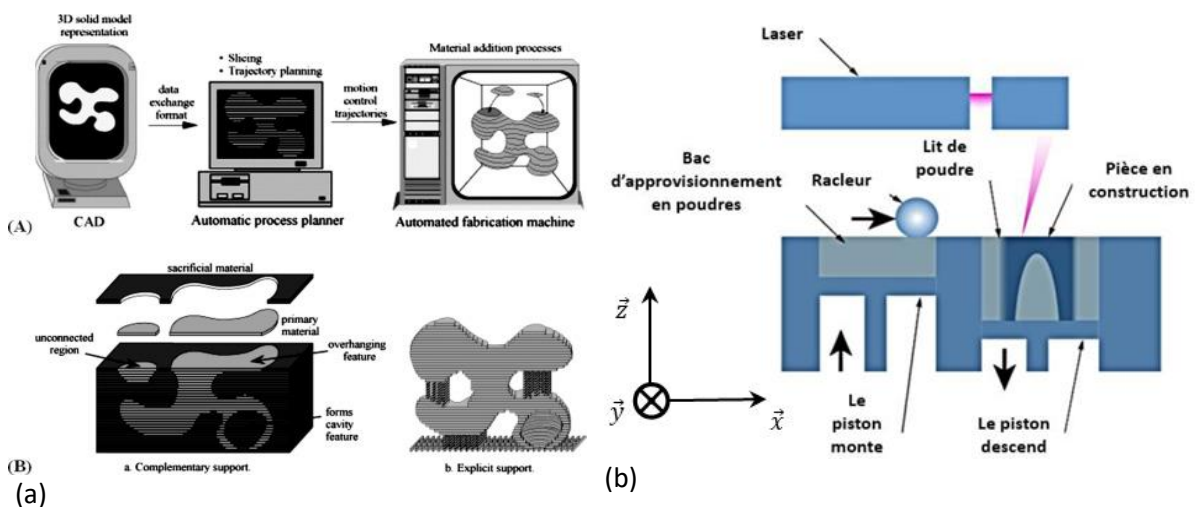


Figure 1.1 : Schémas du procédé de fabrication additive fusion laser sur lit de poudre, (a) schéma de la procédure de fabrication [10], (b) schéma d'une machine L-PBF [11].

Ce procédé présente ainsi la particularité de permettre la fabrication de pièces présentant des parties non-connectées et des cavités. De plus, il ne nécessite pas la fabrication de supports provisoires pour soutenir les parties très inclinées des pièces. L'inclinaison maximale est de 45° par rapport à la surface du substrat [13]

La machine L-PBF est constituée de trois blocs (Figure 1.1b) [11] :

- la partie construction, où nous retrouvons un piston motorisé selon l'axe \vec{z} , le substrat, la pièce en construction, la poudre utilisée et le gaz d'inertage ;
- la partie approvisionnement avec la poudre vierge, un piston motorisé selon l'axe \vec{z} et un racleur translatant la poudre vers la partie construction ;
- le bloc laser constitué d'une source et d'un goniomètre. Les trajectoires sont réalisées en pilotant les rotations de ce dernier.

I.2. Paramètres du procédé

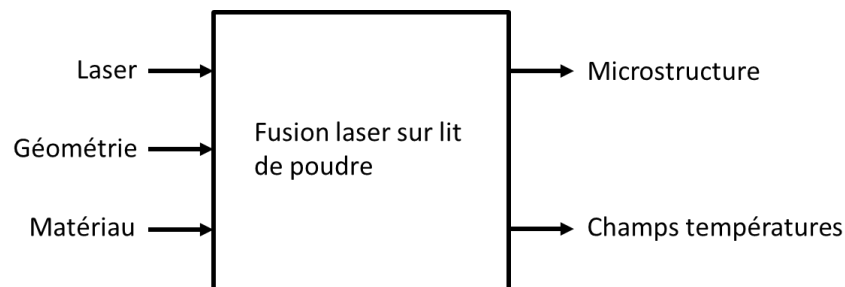


Figure 1.2 : schéma présentant les différents types de paramètres d'entrée et de sortie du procédé L-PBF

La Figure 1.2 montre les différents types de paramètres d'entrée et de sortie du procédé L-PBF. Les paramètres d'entrée sont choisis par l'utilisateur, et peuvent être regroupés en trois catégories : les paramètres liés au laser, les paramètres géométriques, et les caractéristiques du matériau. Les paramètres liés au laser sont généralement les plus faciles à modifier.

Ces paramètres vont déterminer différents paramètres de sortie, dont les caractéristiques des champs thermiques produits au cours de la fabrication, et les caractéristiques microstructurales des pièces fabriquées. Il est important de noter que ces paramètres de sortie sont ceux qui nous intéressent ici, et qu'il existe d'autres types de résultats, comme les champs de contraintes résiduelles par exemple.

I.2.1. Paramètres du laser

Les **paramètres du laser** déterminent l'**énergie** apportée au système menant à la formation puis la solidification d'un bain liquide. La source laser est caractérisée par :

- une puissance P dont l'ordre de grandeur est la centaine de watts ;
- une vitesse v dont l'ordre de grandeur est le dixième de mètre par seconde. Ce paramètre correspond à la vitesse de déplacement du spot laser au niveau du lit de poudre, et il faut, pour le contrôler, adapter la vitesse de rotation des miroirs ;
- un diamètre D dont l'ordre de grandeur est la dizaine ou la centaine de micromètres. Le laser étant piloté par deux miroirs, son diamètre, et donc la densité de puissance associée, peut varier sur la surface du plateau. Les positions extrêmes seront alors moins alimentées en énergie [12].

Il existe différentes façons d'exprimer l'énergie apportée au système. L'expression la plus simple consiste à calculer l'énergie linéique $E = P/v$ exprimée en J/m [13]. Cette expression présente cependant l'inconvénient de ne pas tenir compte du diamètre du faisceau laser, qui peut avoir une forte influence sur les phénomènes physiques impliqués lors de l'interaction laser/matière. Il est aussi possible de quantifier l'apport énergétique par une expression de la densité d'énergie volumique, dite

VED locale en J/m^3 (Équation 1.1) [14]. Celle-ci dépend de trois paramètres : P la puissance (W), v la vitesse du laser (m/s), et $S = \pi D^2/4$ (m^2) la surface du spot laser avec D son diamètre (m).

$$E = \frac{4P}{\pi v D^2} \quad \text{Équation 1.1}$$

Il existe une autre expression permettant de quantifier la densité d'énergie volumique, celle-ci dépend des paramètres géométriques du procédé [3]. Elle prend en compte e_c l'épaisseur de couche et HD la distance intercordon (Cf partie suivante). Ainsi l'Équation 1.2 est une VED dite globale et s'exprime de la sorte :

$$E = \frac{P}{e_c v H D} \quad \text{Équation 1.2}$$

1.2.2. Paramètres géométriques

Lors de la fabrication d'une pièce avec le procédé L-PBF, une stratégie de construction ou de lasage doit être définie pour que les cordons se chevauchent les uns les autres dans la largeur et la hauteur des pièces 3D. Cette stratégie est caractérisée notamment par des **paramètres géométriques** qui vont influencer sur la **porosité et l'homogénéité des pièces**. Deux premiers paramètres simples sont à prendre en compte :

- HD la distance intercordon (*hatching distance*), de l'ordre de la dizaine de microns ;
- e_c l'épaisseur de couche de poudre déposée (Figure 1.3), de l'ordre de la dizaine de microns également.

Ces deux paramètres influent sur le « rendement » de fabrication ψ défini par Su *et al.* [15] et sur la topographie des échantillons créés. Ces paramètres ont aussi un impact sur le taux de porosités : si les distances entre cordons sont trop élevées [15] [16], cela peut créer un maque de fusion, menant à un mauvais étalement du liquide.

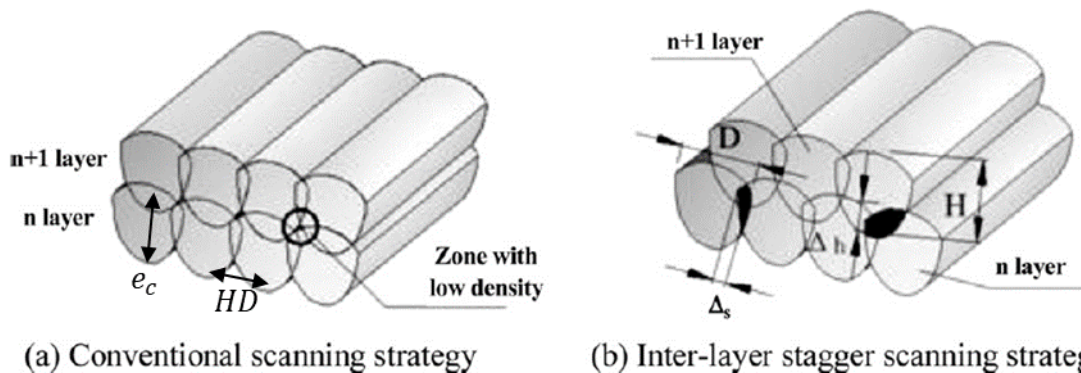


Figure 1.3: schéma montrant l'influence de la position des cordons sur la densité des pièces avec les différents paramètres géométriques représentés [15]. H la hauteur d'un cordon, Δh le chevauchement entre deux couches, D la largeur d'un cordon et Δs le chevauchement entre deux cordons d'une même couche.

La stratégie de lasage peut aussi inclure d'autres paramètres comme la direction de lasage dans les différentes couches, l'ordre de fabrication des cordons, ou l'angle entre les directions de lasage de deux couches successives, appelé *hatch-angle* $H\theta$. Ces paramètres ont aussi une influence sur les caractéristiques mécaniques de la pièce fabriquée [17]. Dans les stratégies de lasage peuvent aussi intervenir des paramètres plus complexes qui sont peu étudiés comme la courbure des cordons ou la refusion des cordons lors d'un deuxième passage du laser sans ajout de poudre.

1.2.3. Paramètres matériaux

Enfin, les **paramètres du ou des matériau(x)** concernant la poudre, mais aussi le substrat et le gaz de protection, vont influencer les champs thermiques et les microstructures générées [18] [19]. $k/\rho c_p$, le rapport de la conductivité thermique (k en W/mK) sur la capacité thermique massique (ρc_p en J/m³K) est la **diffusivité thermique** qui permet de quantifier l'aptitude du matériau à diffuser la chaleur [3] [20]. La porosité de la poudre, liée à sa granulométrie et à la forme des grains qui la composent [21], mais aussi les caractéristiques du gaz de protection [22] modifient les échanges de chaleur entre le bain liquide et son environnement au cours du procédé.

1.3. Physique du procédé

L'une des particularités du procédé L-PBF est l'apport de matière dans le système. Ainsi le système est composé de trois états de la matière qui coexistent : la poudre, le solide et le liquide. La Figure 1.4 montre les interactions entre le laser et la matière et les transferts de chaleur et de matière au cours du procédé.

À part pendant la phase d'allumage, le laser interagit principalement avec le bain liquide [23]. La poudre aspirée par le bain en amont est fondue, formant un bain de fusion, puis un cordon qui se solidifie à l'arrière du bain. L'énergie est diffusée dans le système par l'intermédiaire des phénomènes suivants :

- la conduction dans la partie solide ;
- la convection au sein du gaz d'inertage et du bain liquide ;
- le rayonnement à la surface du bain liquide et du solide ;
- le transport de masse par éjection de liquide et de poudre.

Les mécanismes au niveau du bain peuvent créer différents types de défauts :

- des porosités dans le cordon à cause de bulles de gaz piégées dans le bain liquide ;
- l'éjection de gouttelettes liquides qui se solidifient et s'agglomèrent le long de la pièce fabriquée ;
- des défauts appelés « balling », dus à un mauvais mouillage du bain de fusion sur le substrat ou le cordon inférieur, créant un enchainement de boules de métal discontinues [24].

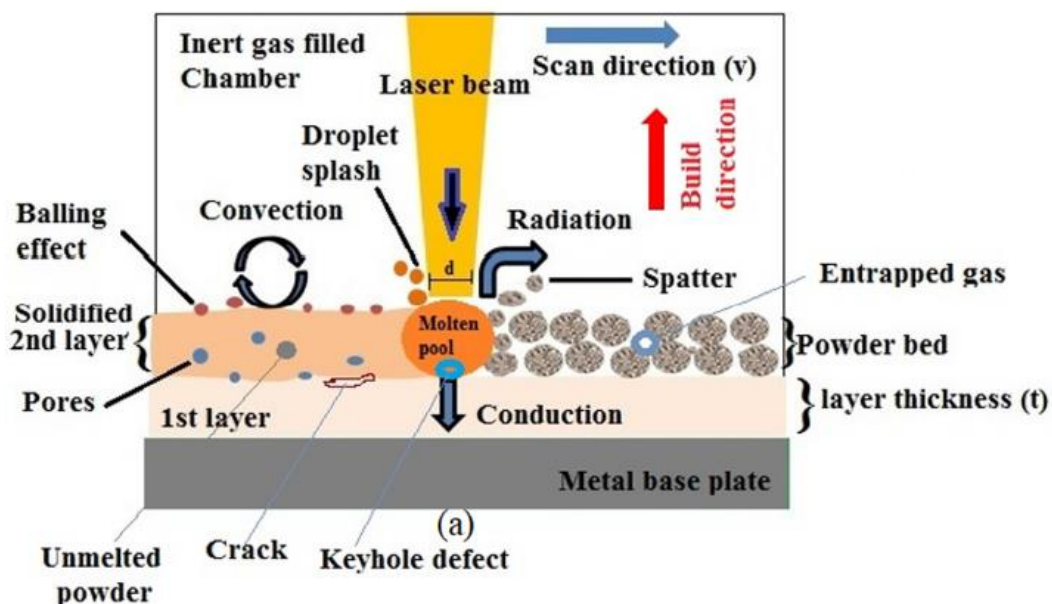


Figure 1.4 : Schéma décrivant les différents mécanismes de transfert de chaleur intervenant lors du procédé de fusion laser sur lit de poudre et les types de défauts formés [6]

I.4. Bain de fusion

La forme du bain est influencée par les écoulements de fluide, qui sont eux-mêmes influencés par les différents paramètres pouvant agir sur ces écoulements. La morphologie du bain change en fonction de la densité de puissance de la source laser. Le transfert de chaleur fournie par le laser peut ainsi se faire :

- Par conduction/convection thermique au sein du bain ;
- Par l'intermédiaire d'un *keyhole*, capillaire de vapeur métallique formé lorsque les densités de puissance sont élevées [25].

La Figure 1.5a montre deux cordons fabriqués avec un « mode conduction » pour le cordon de gauche et un « mode keyhole » pour le second à droite. Le mode « conduction » conduit à la formation de bains de fusion aussi larges que profonds [26], et le bain de fusion sera stable. Le mode « *keyhole* », qui peut apparaître lorsque la densité de puissance du laser est élevée, voit la formation d'un capillaire de vapeur et conduit à la formation de bains de fusion très profonds.

Le laser étant mobile et se déplaçant à des grandes vitesses, comme pour le soudage, le bain est allongé et prend cette forme particulière de goutte d'eau, comme le montrent les simulations sur la Figure 1.5b [27]. La longueur et la largeur du bain augmentent lorsque la puissance augmente et la vitesse diminue, et donc quand l'énergie linéique augmente. Ces caractéristiques dépendent aussi des paramètres matériaux [28].

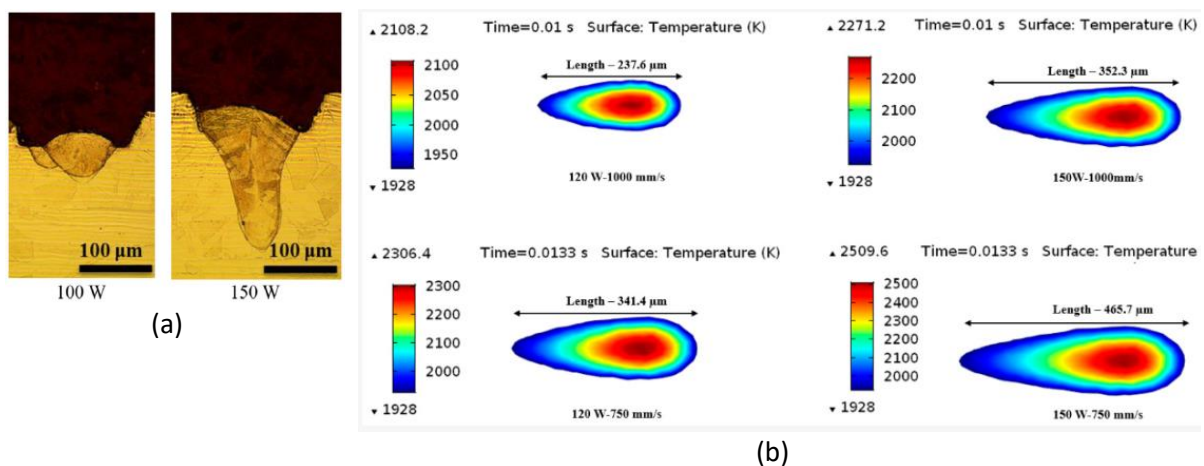


Figure 1.5 : Influence de la puissance et de la vitesse sur (a) le mode de diffusion de la chaleur et la forme de la zone fondue [29] : $P = 100 \text{ W}$: mode conduction, cordons peu pénétrants ; $P = 150 \text{ W}$: mode *keyhole*, cordon très profond, et sur (b) la longueur et la largeur du bain de fusion [27]

I.5. Dénudation

La dénudation est un phénomène caractéristique du procédé L-PBF, elle est produite par un entrainement des particules de poudre principalement par le plasma. Elle correspond à la formation d'une zone dépourvue de poudre autour d'un cordon, dont la largeur est, en général, proche de celle du cordon, comme le montre la Figure 1.6.

Le phénomène a été décrit notamment par Yadroitsev *et al.* [30] dans le cas du 316L. Ils ont observé que la largeur de la zone de dénudation n'était pas constante, et que l'épaisseur de poudre augmente en s'éloignant du cordon dans la direction transversale à celui-ci, jusqu'à atteindre une épaisseur constante correspondant à l'épaisseur de couche déposée. Ces variations de largeur de dénudation s'expliquent par différents mouvements des particules de poudres et du liquide sous l'effet de phénomènes complexes liés notamment à la formation de vapeurs métalliques générées lors de l'échauffement du métal, conduisant à des instabilités [31] [32].

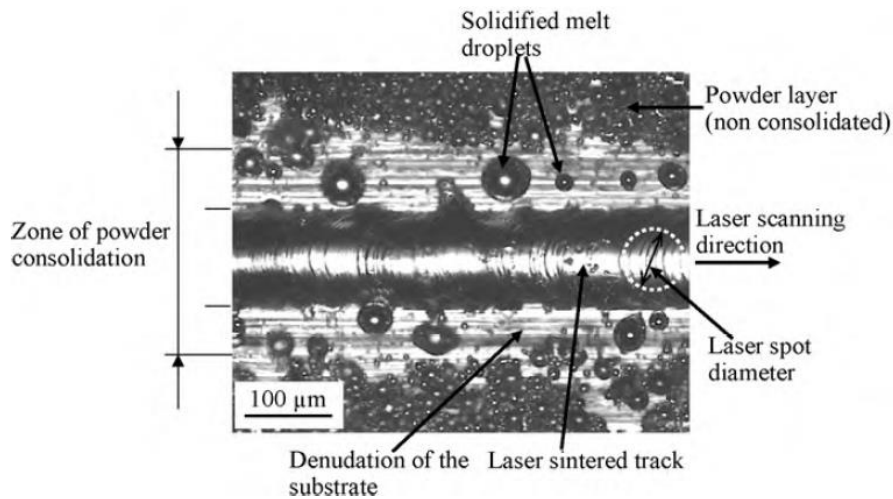


Figure 1.6 : Mise en évidence du phénomène de dénudation au cours du procédé L-PBF [30]

La direction de ces flux gazeux peut cependant varier en fonction de la pression du gaz d'inertage et de la puissance du laser, comme l'a montré Matthews [33] (Figure 1.7). Selon cet auteur, le phénomène de dénudation se fait différemment selon la valeur du nombre de Knudsen $Kn = \lambda/D$, avec λ le libre parcours moyen du gaz d'inertage et D la taille des particules de poudre. Le libre parcours moyen du gaz dépend de la pression, de la température et de la viscosité du gaz d'inertage. Ainsi, lorsque la pression du gaz d'inertage est de l'ordre de la pression atmosphérique, Kn reste inférieur à 1, le flux de vapeurs métalliques est orienté vers le haut, créant tout autour une zone de dépression, et le flux d'argon est alors orienté vers le bain de fusion, entraînant des particules de poudre dans le bain de fusion. En revanche, lorsque la pression de gaz d'inertage est dix fois plus faible, Kn devient supérieur à 1, et le flux gazeux est constitué des vapeurs métalliques et est orienté cette fois dans toutes les directions, repoussant la poudre loin du bain de fusion.

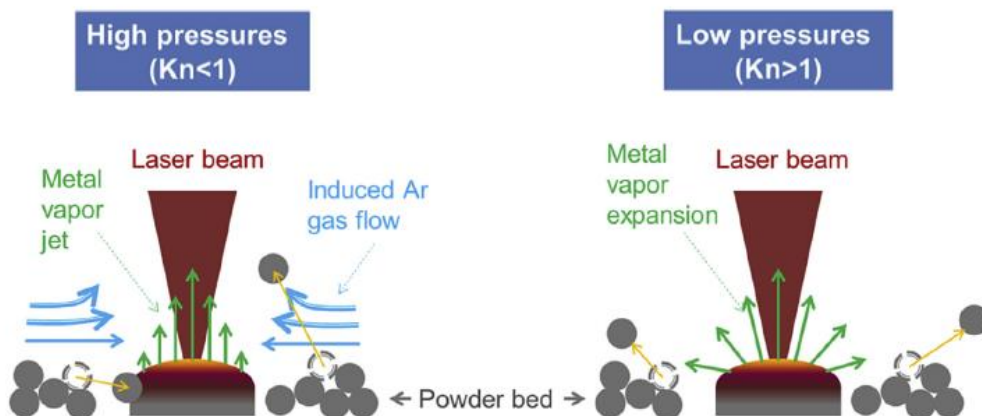


Figure 1.7 : Représentation schématique des facteurs affectant l'éjection des particules de poudre en fonction de la pression de l'atmosphère d'inertage [33].

Pour conclure, la dénudation est un phénomène propre à la fusion laser sur lit de poudre. Sa forme dépend des paramètres du laser et du gaz d'inertage. L'absence de poudre a nécessairement une influence sur la fabrication de cordons côte à côte, car elle modifie l'apport de matière dans le bain de fusion. Ce phénomène est donc à prendre en compte pour anticiper la forme de cordon.

II – TRANSFERTS THERMIQUES INTERVENANT LORS DU PROCÉDE L-PBF

Au cours du procédé de fusion laser sur lit de poudre, les échanges thermiques sont nombreux, comme le montre la Figure 1.4. Le faisceau laser constitue la source unique d'énergie. Sa puissance et sa vitesse sont choisies par l'utilisateur et déterminent en grande partie l'énergie thermique transmise à la surface de l'échantillon. En raison de la réflexion du laser sur les surfaces, seule une partie de l'énergie du laser est transmise à la pièce ou absorbée, caractérisée par un rendement. L'énergie transmise au bain de fusion ou à la poudre est emmagasinée sous forme d'énergie thermique, qui est ensuite transmise dans le reste du système par diffusion de la chaleur et parfois de matière, mais aussi par convection et rayonnement depuis les surfaces. L'objectif de cette partie est de lister et d'expliquer les phénomènes responsables de ces transferts de chaleur, et de présenter les bases des modèles mathématiques permettant de les décrire.

II.1. Modélisation des transferts de chaleur par conduction lors de la fabrication par L-PBF

Un fois l'énergie fournie par le laser au système par l'intermédiaire du bain de fusion, celle-ci est diffusée puis dissipée. La chaleur contenue dans le bain de fusion **diffuse alors dans le substrat, dans le gaz et dans la poudre**. Son évolution spatio-temporelle dans la partie solide peut être calculée par les équations de la chaleur.

II.1.1 Équation de la chaleur

Il est nécessaire de résoudre d'abord les équations spatio-temporelles [34] de la chaleur au cours du procédé afin de pouvoir connaître la température en tout point et à tout instant **dans le solide**. Une connaissance précise de celle-ci permettrait de connaître les différents états de la matière. Pour cela nous résolvons la loi de conservation de la chaleur (Équation 1.3) :

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \text{div}(q) + f \quad \text{Équation 1.3}$$

$$q = -k \text{ grad}(T) \quad \text{Équation 1.4}$$

Avec T la température (K), ρ la masse volumique (kg/m^3), c_p la capacité thermique (J/kgK), q le flux thermique (W/m^2) et f le terme de source volumique (W/m^3).

L'Équation 1.4 exprime le flux thermique en fonction de la température d'après la loi de Fourier où k est la conductivité thermique (W/mK). Le terme source f dans l'Équation 1.3 est ici l'énergie fournie au système par le laser. Ce terme peut être modélisé par une source volumique dépendant de la puissance laser et de sa distribution spatiale [35].

Afin de prendre en compte les autres mécanismes de transfert de chaleur, par convection dans l'air et rayonnement, des conditions aux limites au niveau des surfaces substrat/gaz et poudre/gaz, sous forme d'un flux thermique, doivent aussi être imposées (Équation 1.5). Le flux imposé s'exprime ainsi :

$$q_{imp} = h(T_{air} - T_{surf}) + \epsilon \sigma (T_{air}^4 - T_{surf}^4) \quad \text{Équation 1.5}$$

h est le coefficient de convection (W/m^2K), ϵ est l'émissivité (*sans unité*) et $\sigma = 5,66910^{-8} Wm^{-2} K^{-4}$ est la constante de Stefan-Boltzmann. L'Équation 1.5 est simplifiable, un coefficient de convection équivalent est introduit, qui est augmenté artificiellement pour prendre en compte les effets radiatifs. Nous obtenons alors l'Équation 1.6 :

$$q_{imp} = h_{mod}(T_{air} - T_{surf}) \quad \text{Équation 1.6}$$

II.1.2 Diffusivité thermique des matériaux

Pour pouvoir résoudre l'équation de la chaleur, les **propriétés thermiques des matériaux** doivent donc être connues de manière précise [36]. Ce sont :

- k la conductivité thermique (W/mK) ;
- ρ la masse volumique (kg/m^3) ;
- c_p la capacité calorifique (J/kgK).

La chaleur latente de transformation joue également un rôle mais peut être négligée dans le cas de procédés comme le L-PBF, où l'énergie apportée par le procédé est de plusieurs ordres de grandeur supérieure à celle produite par la chaleur latente lors de la solidification [37].

L'identification des **propriétés thermiques de la poudre** est plus délicate. Dans les simulations à l'échelle macroscopique ou mésoscopique, la poudre est considérée comme un milieu continu auquel il faut attribuer des propriétés équivalentes. Les propriétés du matériau dense sont alors pondérées par un facteur intégrant le taux de porosité φ de la poudre calculé à partir de l'Équation 1.7. La masse volumique et la capacité calorifique de la poudre peuvent alors être calculées à l'aide des Équation 1.8 et Équation 1.9 correspondant à une loi des mélanges [38]:

$$\varphi = 1 - \frac{V_{poudre}}{V_{tot}} \quad \text{Équation 1.7}$$

$$\rho_p = (1 - \varphi)\rho_s + \varphi\rho_{air} \quad \text{Équation 1.8}$$

$$c_{p,p} = \frac{(1 - \varphi)\rho_s c_{p,s} + \varphi\rho_{air} c_{p,air}}{\rho_p} \quad \text{Équation 1.9}$$

Avec V_{poudre} et V_{tot} respectivement le volume de poudre et le volume total de poudre et d'air qui sont définis au niveau d'un volume élémentaire représentatif fixé au préalable.

Pour estimer la **conductivité thermique de la poudre**, il faut tenir compte à la fois des proportions relatives d'acier 316L et d'air dans la poudre et de leurs propriétés, mais aussi de la géométrie des deux milieux [39]. De nombreuses expressions permettant de calculer la conductivité thermique équivalente d'une poudre ont ainsi été proposées, conduisant à des valeurs pouvant varier de deux ordres de grandeur pour le 316L, comme le montre la Figure 1.8. Voici les différentes formules existantes :

- $k_{poudre} = 0.01k_{solide}$: c'est une formule empirique, représentée sur les courbes jaune et rouge de la Figure 1.8. Cette formule donne une valeur de conductivité très faible, autour de $10^{-1}W/mK$ pour le matériau 316L ;
- $k_{poudre} = \varphi^{-3}k_{air}$ où φ est la porosité : c'est la formule de Bruggeman présentée en bleu sur la Figure 1.8 [40] ;
- $k_{poudre} = k_{air} \frac{(1-\varphi)N}{2} \left(0.5 \ln(1 + L) + \ln(1 + \sqrt{L}) + \frac{1}{1+\sqrt{L}} - 1 \right)$ où N est la coordinence des grains de poudres (*sans unité*) et L une constante dépendante des paramètres du gaz : c'est la formule de Rombouts, l'une des plus complexe [41] [38].
- Nous pouvons également citer le modèle d'Hadley qui est plus complexe et plus analytique [42] ;
- $k_{poudre} = 0.016T + 8.5961 \pm 1.423$: c'est la formule de Cox présentée en vert sur la Figure 1.8. Dans ce cas, la conductivité est de l'ordre de $10 W/mK$. Ce type de formule est basé sur une méthode d'identification expérimentale fiable. Une méthode de laser pulsé a été utilisée pour mesurer la conductivité d'une poudre de 316L en fonction de la température [43].

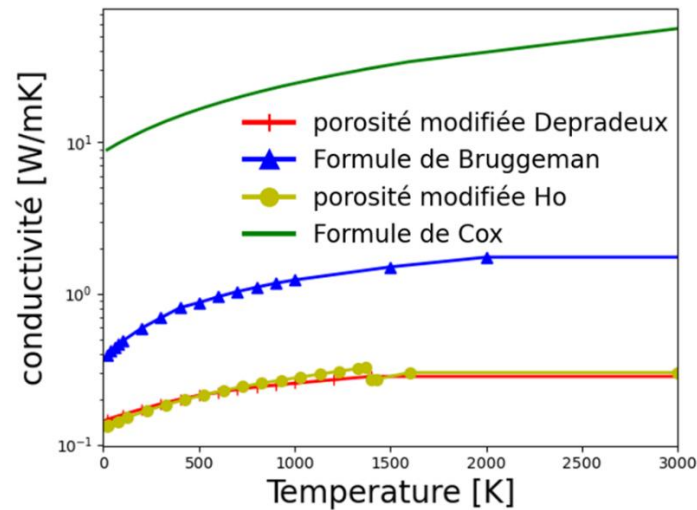


Figure 1.8 : Évolutions de la conductivité thermique d'une poudre de 316L (diamètre moyen 20 μm) en fonction de la température selon différents modèles.

II.1.3. Prise en compte de la source de chaleur

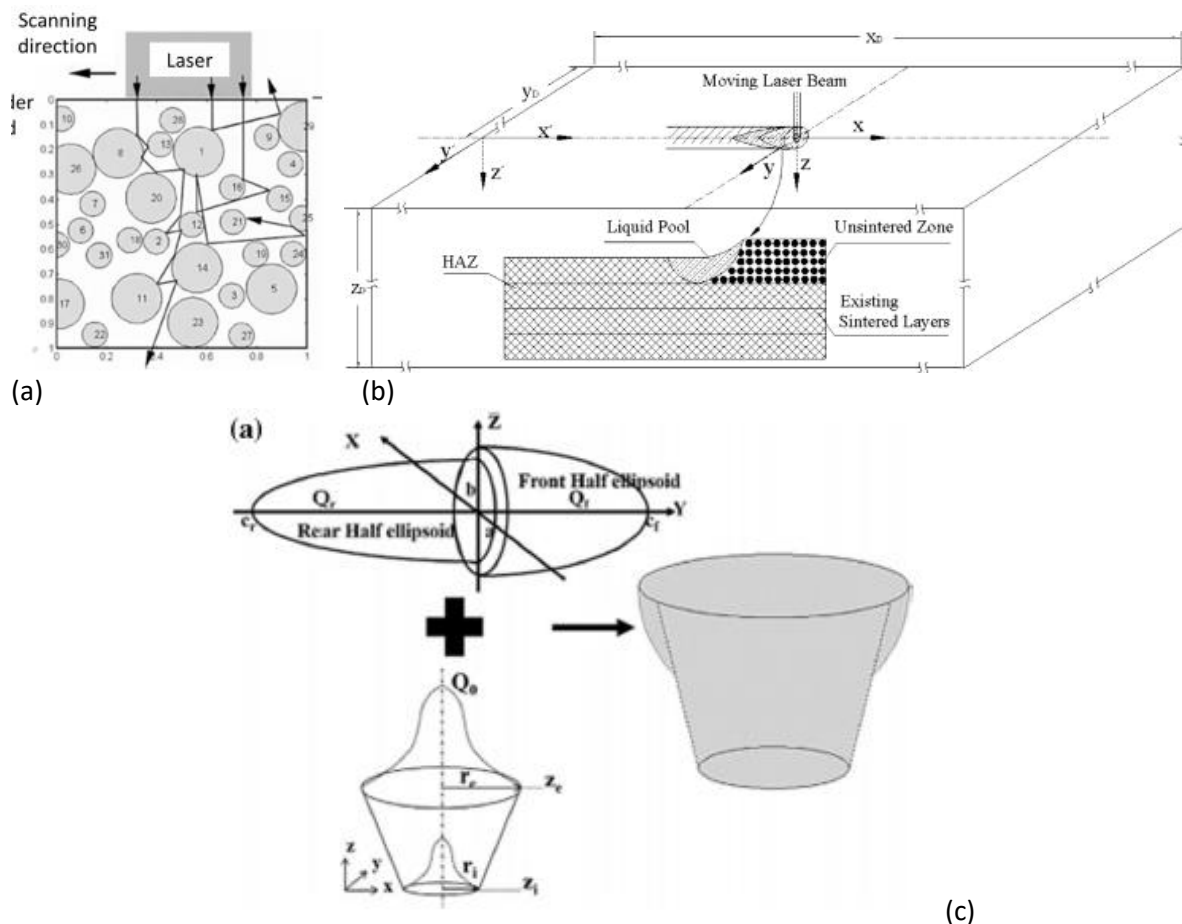


Figure 1.9 : Les différentes représentations de l'interaction laser/matière, (a) interaction du laser avec la poudre, en partie absorbé et en partie réfléchi par la surface des particules de poudre [19], (b) interaction du laser avec le bain de fusion déjà formé [23], (c) représentation schématique de modèles de source équivalente caractérisés par des distributions de puissance volumique utilisés pour modéliser l'interaction du laser avec le bain de fusion : source dite Goldak à double ellipsoïde, source conique, et source combinant les deux modèles [29].

L'interaction laser-matière évolue au cours du procédé [44]. Durant les premiers instants de la fabrication d'un cordon, le laser est en contact avec la poudre [45] [19] [46], comme le montre la Figure 1.9a. Les faisceaux laser peuvent alors être absorbés par les grains de poudre ou réfléchis par leur surface, vers l'extérieur ou vers un autre grain de poudre. Ces différents types d'interactions doivent être modélisés dans les simulations réalisées à l'échelle des grains de poudre [47]. Cette interaction dure quelques microsecondes.

Cependant, si l'énergie du laser est suffisante, le bain de fusion se développe et grossit, et **le laser est alors en contact avec le bain de fusion** [23] [48]. C'est alors le bain de fusion en translation qui absorbe et fond la poudre, comme le montre la Figure 1.9b

Une modélisation simplifiée de l'apport d'énergie, sous la forme d'une distribution volumique de puissance reliée à la puissance du laser, avec un coefficient de rendement η , caractérisant les pertes par réflexion notamment, peut aussi être employée. La Figure 1.9c montre une représentation schématique d'un exemple de source combinée [29] [49], à partir d'une source dite Goldak [50] et d'une source conique. Ces sources sont beaucoup utilisées pour la simulation numérique du soudage, mais trouvent aussi une application pour le procédé L-PBF [25].

II.1.4 Prise en compte du changement d'état

Dans le procédé, cinq états différents peuvent être pris en compte (316L solide, liquide, poudre ou pâteux, et gaz ambiant), ainsi que leurs changements de l'un à l'autre. La physique du procédé induit qu'un point spatial peut changer d'état, et généralement la transition est fonction de la température.

Les images de la Figure 1.10 montrent les champs de températures calculés à partir d'une simulation numérique réalisée à l'échelle des particules de poudre tenant compte des trois états de la matière solide, liquide et poudre. Cette figure issue d'une simulation décrit également le comportement du bain. La modélisation prend en compte les grains mais également l'hydrodynamique et l'interaction entre les particules et le liquide. Ces résultats sont instructifs mais le temps de calcul demeure important. Ils mettent en évidence les différentes phases de l'interaction laser-matière. La première ligne correspond à l'allumage du laser, la deuxième au début du déplacement de la source, la troisième au début de solidification et les suivantes à la coupure de la source. La première phase dure quelques microsecondes avant que le bain de fusion ait atteint sa forme stable (Figure 1.10, lignes 1 et 2). Ces images montrent aussi l'apparition du phénomène de dénudation qui se traduit par la formation d'une zone dépourvue de poudre de part et d'autre du cordon, les particules de poudre étant éjectées vers l'extérieur ou « aspirées » pour former le cordon.

Le choix des états à prendre en compte dépend bien sûr des résultats attendus. Certaines simulations décrivant les échanges thermiques au sein du bain liquide ne prennent en compte que la phase liquide [35]. D'autres simulations, destinées par exemple à la description de la microstructure formée [51] ou des déformations et contraintes mécaniques, font intervenir les parties solide et liquide. De nombreuses études simulant la formation des cordons avec le procédé L-PBF ne représentent que le cordon en cours de solidification, avec des modèles d'addition de matière en amont du bain, sans tenir compte de l'état initial de la matière sous forme de poudre, et son changement d'état [52]. Seules certaines simulations prennent en compte la présence de poudre et son changement d'état. Deux approches principales se retrouvent dans la littérature, la première consiste à modéliser à l'échelle microscopique chaque particule de poudre [53] [54], la seconde, utilisée pour les simulations à une échelle méso ou macroscopique, considérant la poudre comme un milieu continu équivalent [55] [56].

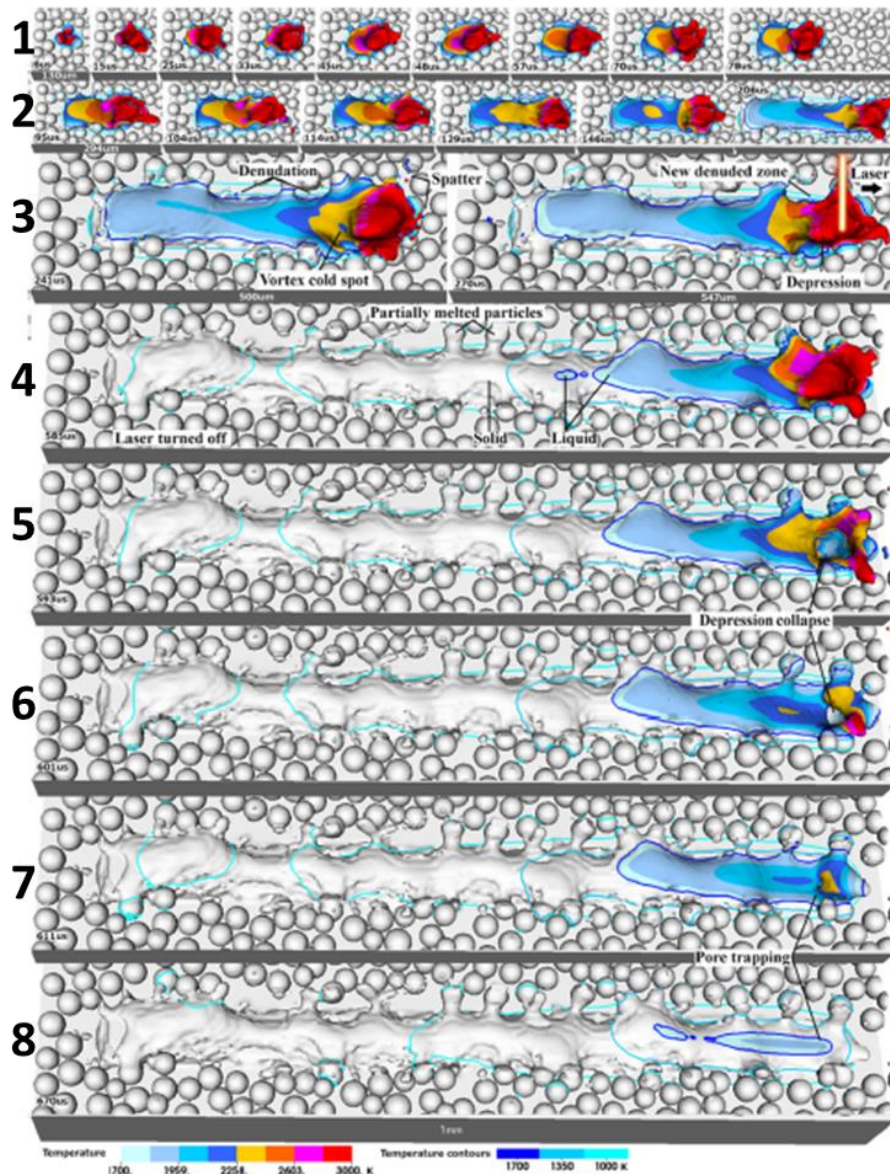


Figure 1.10 : Simulation du procédé de fabrication additive sur lit de poudre à l'échelle microscopique [48].

II.2. Influence des écoulements liquides et gazeux au cours du procédé

En plus des phénomènes de transfert par conduction décrits par l'équation de la chaleur, les écoulements de fluide peuvent aussi avoir une forte influence sur les transferts thermiques, et donc sur la taille et la forme des bains de fusion formés. Les mouvements de gaz ou de liquide peuvent être modélisés par les équations de Navier-Stokes [57] [58] correspondant à la conservation de la quantité de mouvement.

II.2.1. Mécanique du bain liquide

Au sein du bain liquide, deux forces motrices dominant en général les autres. Ces forces agissent sur la surface libre :

- La **force de Marangoni**, qui est une conséquence des forces thermocapillaires dues à la variation du coefficient de tension de surface avec la température [59]. La variation de tension de surface γ avec la température pouvant être négative ou positive selon la composition, les

écoulements au sein du bain de fusion peuvent être orientés vers l'extérieur ou vers l'intérieur selon les matériaux [60]. La Figure 1.11a montre l'influence de Ma sur la forme finale du bain en changeant les directions des mouvements de fluide. C'est le nombre de Marangoni, il est détaillé avec l'Équation 1.10 et permet d'évaluer la prédominance des effets de mouvements thermocapillaires par rapport aux effets de dissipation thermique.

$$Ma = -\frac{\partial\sigma}{\partial T} \frac{L_c \Delta T}{\eta\alpha} \quad \text{Équation 1.10}$$

- La **force de recul**, qui est une conséquence de l'évaporation du métal. Cette force comme la précédente a tendance à déformer la surface libre et ainsi abaisser l'interface liquide/gaz et donc aplatir le bain de fusion, comme le montre la Figure 1.11b [61]. Cette force dépend aussi du matériau utilisé, notamment sa masse molaire et sa température d'évaporation [62]. Ce phénomène de recul du bain peut être accentué par une *force photonique* due à l'interaction faisceau/liquide.

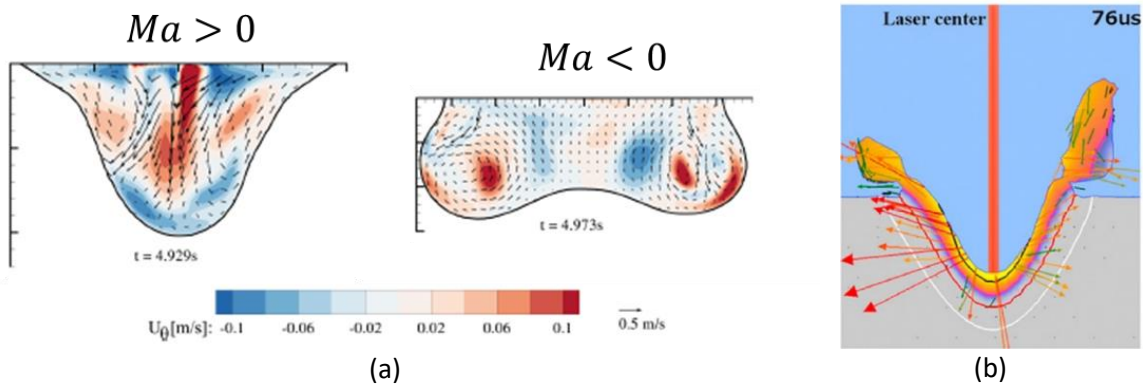


Figure 1.11 : Représentation de l'influence des forces appliquées sur le bain liquide. (a) Influence de la tension de surface par l'intermédiaire de la force de Marangoni [60]. Si le nombre de Marangoni est positif, le liquide circule depuis les bords vers le centre puis le bas du bain, si ce nombre devient négatif, le liquide changera de direction et ira vers les bords. (b) Influence de la force de recul et photonique sur le bain.

C'est la force de recul qui assure la stabilité de l'interface liquide/gaz en mode keyhole, couplée à la force photonique qui est augmentée par les multi réflexions du laser sur les parois du capillaire [63]. En effet, par méthode de tracé des rayons laser [47], il est possible de voir que si l'angle d'incidence du laser est élevé, le nombre de rebonds du laser augmente vite et l'énergie absorbée par le liquide augmente, ainsi que son taux d'évaporation. Un mode keyhole peut aussi modifier la microstructure formée lors de la solidification, car le gradient de température va être modifié. Nous remarquons aussi que le matériau a une influence sur le procédé lui-même, la réponse attendue ne sera pas la même si nous utilisons par exemple du cuivre ou du fer car la réflexion du laser est plus élevée pour le premier matériau [64].

II.2.3 Interactions gaz-matière

L'entraînement des particules de poudre joue un rôle important en L-PBF. La poudre est un milieu divisé dans lequel plusieurs forces agissent [31] [65] :

- Une force de gravité $\vec{f}_g = -g\rho_s \frac{\pi D^3}{6} \vec{z}$ qui dépend de la masse volumique de la matière et du diamètre D des particules de poudre ;
- Une force d'adhésion $\vec{f}_a = -\frac{AD}{12\epsilon} \vec{z}$ induite par interaction de type Van der Waals avec la surface du substrat ou des autres particules voisines. ϵ est la permittivité du milieu, et A est le coefficient d'Hamaker qui dépend des deux matériaux en contact [66] ;

- Une force normale qui s'oppose aux précédentes forces telle que $\vec{f}_n = -\vec{f}_g - \vec{f}_a$;
- Une force de trainée $\vec{f}_d = \tau \frac{\pi D^2}{4} \vec{r}$ appliquée sur la surface de contact entre le flux gazeux (gaz de protection ou vapeurs métalliques), et les particules de poudre avec \vec{r} le vecteur normal au cylindre correspondant au faisceau laser ;
- Une force de friction $\vec{f}_f = -\vec{f}_d$ lorsque la poudre est immobile. $f_f = f_{max} = a \cdot f_n$ quand la limite de glissement de la poudre est atteinte.

II.2.4 Apparition de la dénudation

L'ensemble des forces précédentes peuvent amener au phénomène de dénudation. La cause principale est la vaporisation du métal par le laser, observée avec le procédé L-PBF. Une « plume » de vapeurs métalliques se forme alors à l'arrière de la zone de fusion [32], associée à des flux gazeux, qui peuvent entraîner les particules de poudre voisines. Comme le montre la Figure 1.12a, il est possible de retracer le chemin de la poudre grâce aux équations de son mouvement.

Lors de ces mouvements de poudre, les particules de poudre sont soit fondues avec le bain de fusion, soit éjectées vers le haut le long de la plume de vapeur ou vers la périphérie si les pressions sont faibles. Dans le premier cas, la poudre alimente le bain de fusion, qui grossit et forme un cordon plus large et/ou plus haut. Dans le second, la poudre peut être éjectée à l'arrière du bain de fusion [67] et fondre alors totalement ou partiellement si le bain est encore liquide, mais il y aura alors un surplus de matière dans cette zone, conduisant à un défaut géométrique.

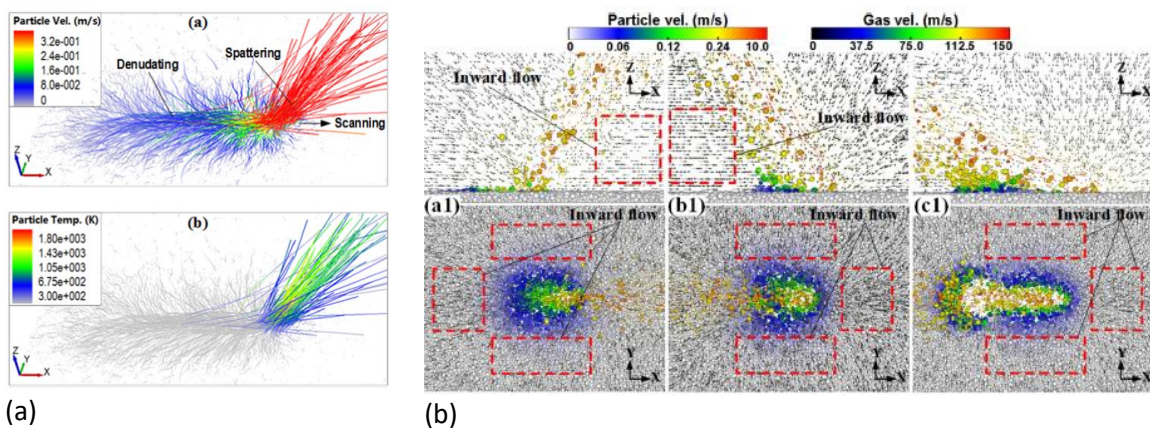


Figure 1.12 : Simulation des mouvements de particules de poudres lors du passage du laser en L-PBF [68] [65]

Si nous supposons que l'origine de la dénudation est uniquement liée aux mouvements des particules de poudre, l'équilibre entre les deux dernières forces décrites dans le paragraphe précédent détermine la limite de la zone de dénudation. En effet, la dénudation n'apparaît que lorsque la force de trainée devient supérieure à la limite de glissement. Il est ainsi possible d'évaluer la taille de la zone de dénudation par les équations suivantes [31]:

$$W = 0.44S + \Omega \sqrt{\frac{2DD_0}{D^2 + D_0^2}} \quad \text{Équation 1.11}$$

$$W_{max} = 0.44S + \Omega \quad \text{Équation 1.12}$$

avec W la largeur de dénudation (m), S le diamètre de la zone d'évaporation du métal supposée circulaire (m), Ω un paramètre (m) dépendant du lit de poudre, du gaz et du nombre de Reynold et donc du procédé, D le diamètre moyen de la poudre (m) et D_0 le diamètre de poudre pour lequel la force d'adhésion est égale à la force de gravité (m) dépendant de paramètres de la poudre.

La largeur de la zone de dénudation dépend alors du matériau utilisé, de la granulométrie de la poudre et des paramètres du laser.

III – INFLUENCE DES PARAMETRES SUR LA MICROSTRUCTURE

Maintenant que le procédé L-PBF, ainsi que les principaux phénomènes physiques intervenant ont été décrits, il est important de discuter de l'influence des paramètres du procédé sur les microstructures générées. Cette étude est importante, car elle permet d'anticiper la tenue mécanique de pièces, de par son anisotropie microstructurale et ses défauts.

Tout d'abord, l'influence des paramètres énergétiques sur les caractéristiques des bains de fusion et des structures granulaires formées dans les cordons a été observée. Puis l'influence des paramètres géométriques, et enfin des paramètres matériaux, est analysée.

III.1. Paramètres énergétiques

Les paramètres énergétiques ont une influence sur la taille et la morphologie des grains formés lors de la solidification. La vitesse de solidification est pilotée par l'avancement de l'interface solide/liquide à l'arrière du bain de fusion, et donc par les paramètres énergétiques du laser.

Ainsi différentes structures de grains ont été observées, notamment par Chniouel qui a comparé les microstructures obtenues dans des îlots en acier inoxydable 316L fabriqués avec le procédé L-PBF [3]. Il a remarqué que la *VED* globale n'avait pas d'influence sur la taille des grains. Par contre, cette dernière augmente avec la puissance du laser, et diminue avec la vitesse (Figure 1.13a). De la même façon, mais cette fois dans le cas de poudres en acier 316L mélangées à des nanoparticules de TiC (Figure 1.13b), Li et al ont observé que la taille de grain augmentait avec l'énergie linéique [69]. Ils ont également constaté la formation de grains équiaxes plus fins remplaçant les grains colonnaires grossiers pour de faibles énergies linéiques, liée à la présence des particules de TiC.

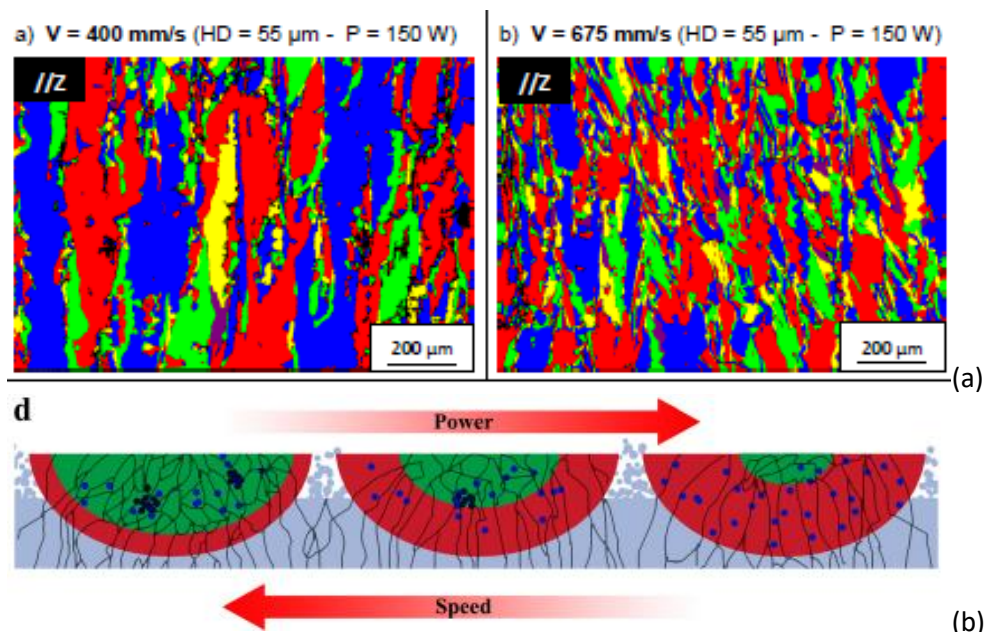


Figure 1.13 : influence des paramètres énergétiques sur la structure de grain. (a) La vitesse de laser modifie la taille des grains avec les autres paramètres identiques [65]. (b) Dans le cas d'une poudre en 316L mélangée à des nanoparticules de TiC, l'énergie linéique modifie la transition entre grains colonnaires et équiaxes, la partie rouge représentant les grains colonnaires et la verte, les grains équiaxes [69].

La Figure 1.14 montre le résultat d'une simulation numérique de la fusion en mode keyhole d'un substrat, où nous pouvons voir que les grains ont cru dans la direction horizontale, qui est alors parallèle au gradient de température.

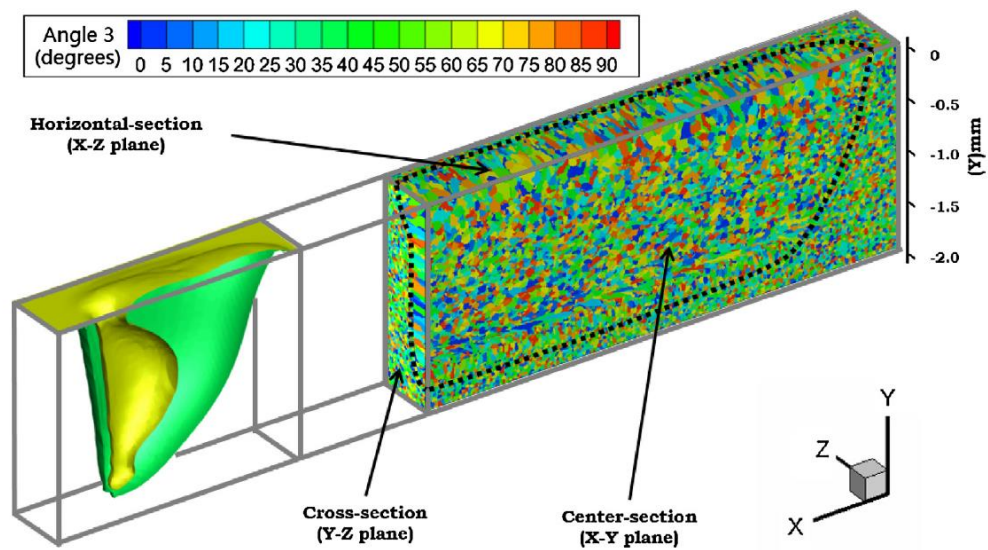
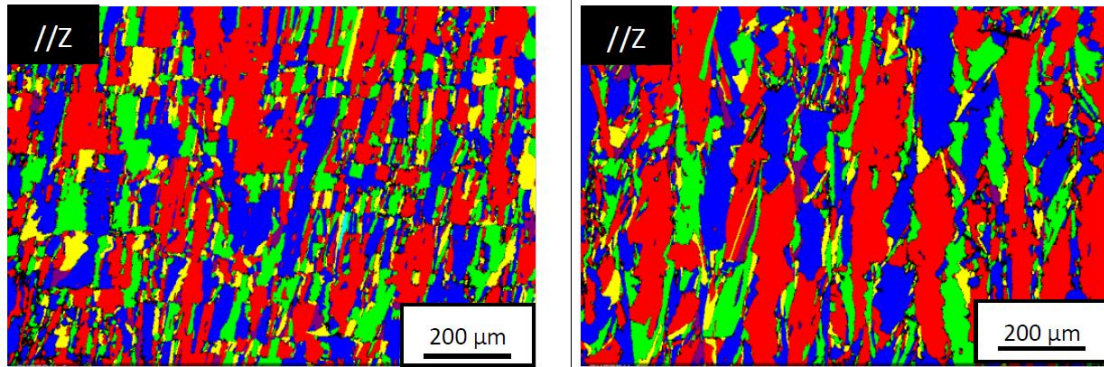


Figure 1.14 : simulation numérique montrant la structure de grain obtenue en mode keyhole [70].

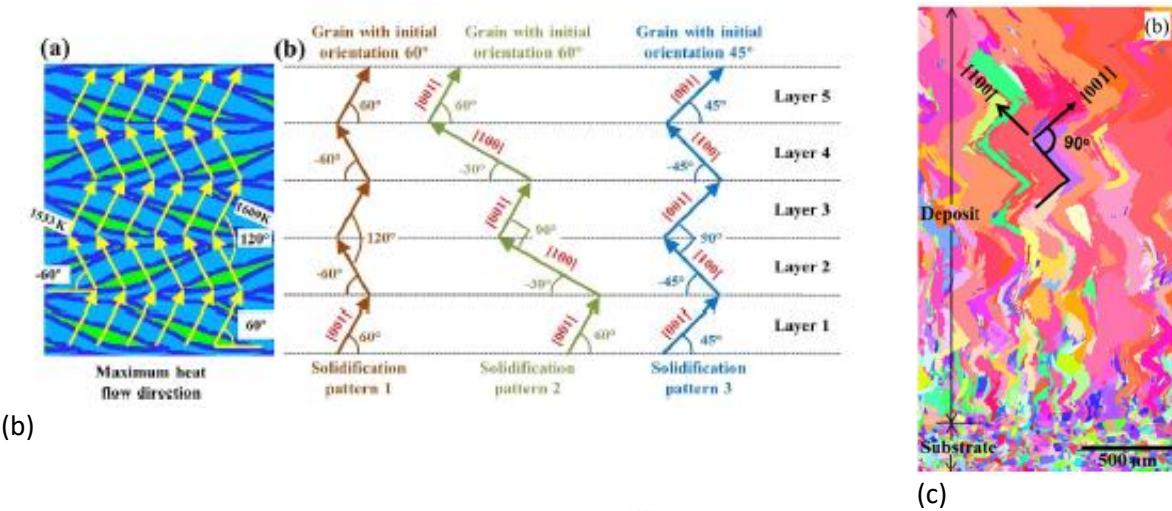
III.2. Paramètres géométriques

Les paramètres géométriques ont aussi une influence sur la structure de grain. Comme l'a montré Chniouel (Figure 1.15a), la réduction de la distance intercordon HD a tendance à diminuer légèrement la taille des grains à puissance et vitesse constantes [3]. Lors de la solidification, les grains qui se forment à l'arrière du bain au niveau de l'interface solide/liquide croissent par épitaxie dans des directions cristallographiques préférentielles, qui sont les directions $\langle 100 \rangle$ pour les aciers austénitiques, comme pour tous les métaux à maille CFC [19]. Ainsi les grains dont la direction cristallographique $\langle 100 \rangle$ est alignée avec le gradient de température à l'interface solide/liquide vont croître plus rapidement, et donc grossir au détriment des grains moins favorablement orientés. Lors de la fabrication de blocs, de gros grains colonnaires sont observés dans les couches supérieures, orientés dans la direction verticale, qui correspond à la direction du gradient thermique [51] [71]. La direction de croissance des grains peut cependant évoluer si la direction de lasage change d'une couche à l'autre (Figure 1.15b et c) [72] [73]. La Figure 1.15d montre quant à elle la formation de nouveaux grains qui croissent à partir de la poudre mal fondue sur les bords du bain de fusion [51].

a) HD = 30 μm (V = 675 mm/s - P = 150 W) b) HD = 90 μm (V = 675 mm/s - P = 150 W)

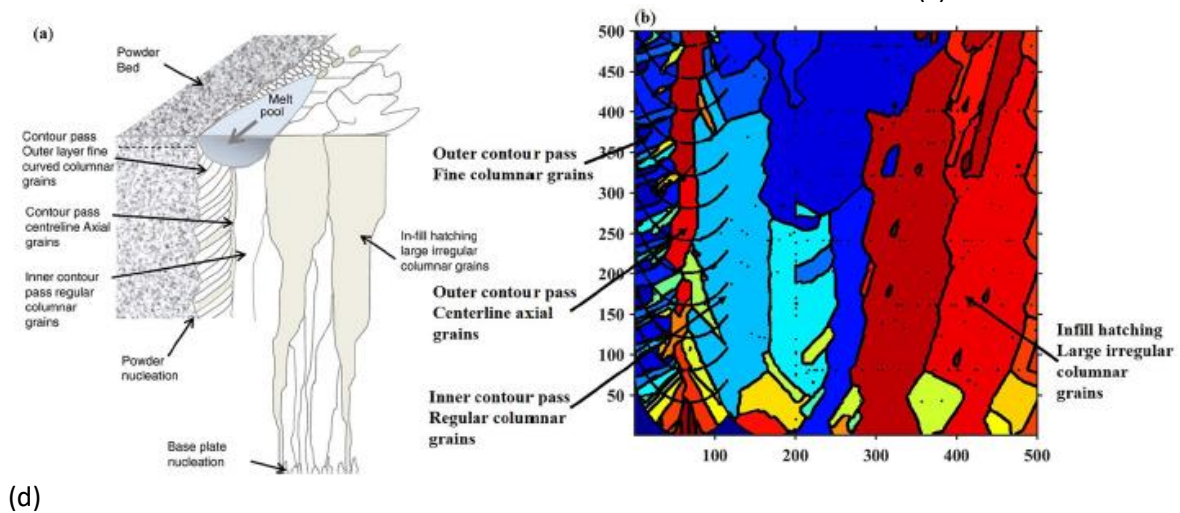


(a)



(b)

(c)



(d)

Figure 1.15 : Influence des paramètres géométriques sur la structure de grains. (a) Une modification de la distance intercordon HD modifie légèrement la taille des grains [3]. (b) Evolution de la direction de croissance des grains en fonction de leur orientation cristallographique dans un mur fabriqué en alternant le sens de lasage [72]. (c) Exemple d'une microstructure obtenue en changeant la direction de lasage à chaque couche [73]. (d) Schéma représentant la croissance de grains depuis la poudre présente sur les bords du bain de fusion [51].

III.3. Paramètres matériaux

Dans les conditions du procédé L-PBF, la vitesse de solidification est très rapide et le gradient thermique important, et la morphologie des grains obtenus est généralement colonnaire. La taille et la morphologie des grains peut cependant évoluer en fonction des paramètres procédé, mais aussi des propriétés de la poudre 316L utilisée [38].

Les structures granulaires observées dans les composants en 316L fabriqués par le procédé L-PBF sont la plupart du temps colonnaires et fortement texturées. Cependant, dans les travaux de Aziz Chniouel [3], une poudre d'acier 316L fournie par la société PRAXAIR a été utilisée, qui a conduit à la formation d'une morphologie de grains et d'une texture cristallographique différentes de celles observées avec d'autres poudres utilisées en L-PBF.

La Figure 1.16 compare les textures et les microstructures obtenues en utilisant une poudre « classique » fournie par la société Trumpf et une poudre PRAXAIR. Les images (a) et (c) montrent la microstructure obtenue avec la poudre classique, où les grains sont très allongés dans la direction de fabrication, avec des orientations préférentielles des directions cristallographiques $\langle 110 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ parallèles à l'axe vertical \vec{z} . Les images (b) et (d), correspondant aux structures obtenues avec la poudre PRAXAIR, montrent des grains équiaxes de taille équivalente à ceux du substrat, dont la texture est beaucoup moins prononcée.

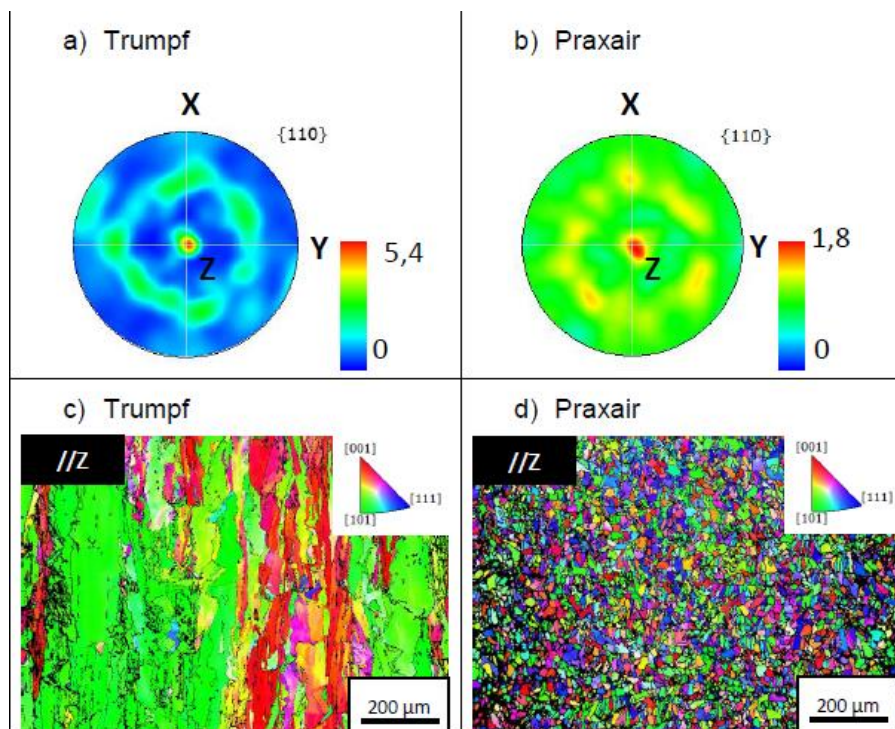


Figure 1.16 : Effet de la composition chimique de la poudre 316L sur la texture et la structure granulaire obtenues [3]. (a,c) poudre TRUMPF. (b,d) poudre PRAXAIR

Ce type de structure peut être dû à un phénomène de germination, qui peut apparaître lorsque la surfusion est élevée. Pour l'acier 316L cependant, d'autres études ont montré que la transition entre grains colonnaires et équiaxes avait lieu à des gradients de température plus faibles et/ou à des vitesses de solidification plus élevées que ceux qui sont observés dans le cas du procédé L-PBF [74].

IV – MODELISATION DE LA SOLIDIFICATION EN L-PBF

Dans cette partie, les principaux éléments de modélisation de la solidification lors de la fabrication par procédé L-PBF sont présentés. La solidification est alors dirigée dans la direction du gradient thermique, donnant généralement naissance à des grains colonnaires présentant une sous-structure cellulaire ou dendritique. Un phénomène de germination peut toutefois aussi se produire pour certaines compositions de matériaux et paramètres procédé. Les conditions de solidification (gradient thermique et vitesse de croissance) sont bien souvent non-homogène le long du front de solidification. Après avoir introduit la physique de la solidification, nous présenterons les modèles décrivant la germination et la croissance des grains. Enfin, nous parlerons des principales méthodes qui permettent la simulation numérique de la solidification.

IV.1. Physique de la solidification en L-PBF

IV.1.1. Croissance dirigée

La solidification du matériau au cours du procédé L-PBF est caractérisée par la présence de forts gradients thermiques qui conduit généralement à une solidification dirigée, les grains croissant par épitaxie depuis l'interface solide/liquide à l'arrière du bain de fusion. Ce phénomène se traduit par un déplacement du front de solidification, qui peut prendre différentes morphologies selon le gradient thermique et la vitesse de déplacement du front (Figure 1.17a). Cette dernière est bien sur gouvernée par la vitesse de déplacement du laser. Ainsi, pour un gradient thermique au niveau de l'interface solide/liquide donné, le front de solidification sera plan si sa vitesse de déplacement est faible, puis, si cette dernière augmente, sa morphologie devient cellulaire, et enfin dendritique. Les grains formés, qui croissent par épitaxie, ont une morphologie colonnaire.

Le rapport G/v est alors un bon indicateur du mode de solidification d'un alliage, G étant le gradient thermique au niveau du front de solidification et v la vitesse de déplacement de ce front (Figure 1.17a). Dans le cas du procédé L-PBF, les vitesses de déplacement du front de solidification sont élevées, et les grains formés sont généralement colonnaires, avec une sous-structure cellulaire ou dendritique révélant leur mode de croissance.

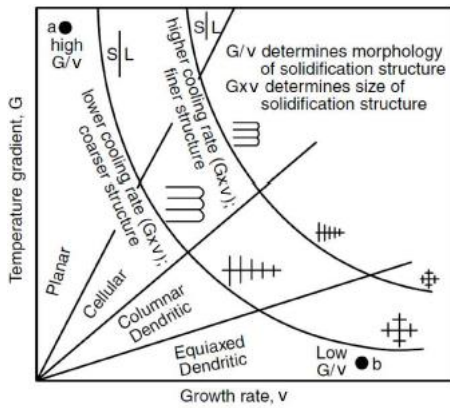
La Figure 1.17b [75] montre l'évolution du rayon de courbure R des cellules ou des dendrites, qui est lié à l'espacement des bras dendritiques primaires λ_1 (m), en fonction de la vitesse de croissance. Cette caractéristique, mais aussi l'espacement entre bras secondaires λ_2 , peuvent être estimées en fonction du gradient thermique G et de la vitesse de croissance v [75]:

$$\lambda_1 = a_1(G^2v)^{-1/4} \quad \text{Équation 1.13}$$

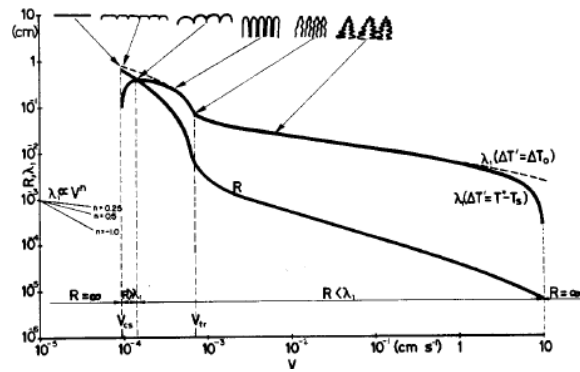
$$\lambda_2 = a_2(Gv)^{-n} \quad \text{Équation 1.14}$$

avec a_1 et a_2 des paramètres propres au matériau et n un coefficient compris entre 1/3 et 1/2.

Ce résultat montre que le produit $G \cdot v$ est un bon indicateur de la finesse de la sous-structure de grains qui sera formée après solidification, comme le montre la Figure 1.17a.



(a)



(b)

Figure 1.17 : (a) Influence de la vitesse de croissance v et du gradient thermique G sur la morphologie du front de solidification et des grains formés [76]; (b) Évolution du rayon de cellule ou de dendrite R et de la distance interdendritique λ en fonction de la vitesse de croissance [75].

Il faut aussi ajouter que la croissance dirigée s’accompagne toujours d’une compétition de croissance entre les grains, c’est-à-dire d’une sélection des grains les plus favorablement orientés. Les grains favorablement orientés sont ceux dont la direction préférentielle de croissance est proche de celle du gradient thermique. Dans le cas des matériaux à structure CFC, comme les aciers inoxydables austénitiques, la direction préférentielle de croissance correspond aux directions $\langle 100 \rangle$, qui sont aussi les directions des bras primaires de dendrites formées au sein des grains. Les grains dont les directions $\langle 100 \rangle$ sont alignées avec le gradient thermique croissent alors plus rapidement que les grains moins favorablement orientés, bloquant ainsi leur progression. Ce phénomène de croissance sélective a donc tendance à produire une réduction du nombre de grains, ainsi qu’une texturation de la structure cristalline, puisque seuls persistent les grains faiblement désorientés par rapport à la direction du gradient thermique.

Comme cela a été présenté dans la partie III de ce chapitre, des structures de grains colonnaires, mais aussi équiaxes, résultant d’un phénomène de germination, peuvent se former lors de la solidification en L-PBF d’un acier 316L. Dans la suite de cette partie, nous présenterons les mécanismes conduisant à ces deux types de structures de grains.

IV.1.2 Germination

Lorsque la vitesse de croissance des grains devient très élevée, une zone de surfusion de plus en plus étendue apparaît dans le liquide en amont du front, au sein de laquelle peut se produire le phénomène de germination. En effet, lorsqu’un liquide voit sa température baisser en dessous de la température de fusion, celui-ci voit ses atomes s’organiser de manière structurée pour former les germes de cristaux. Il existe plusieurs mécanismes de germination pouvant conduire à la formation de nouveaux grains dans un liquide en surfusion, qui sont décrits dans cette partie.

- Germination homogène

Lorsque la température devient inférieure à la température de liquidus de l’alliage, la variation d’enthalpie libre volumique liée à la formation d’un germe solide, Δg , devient négative (Équation 1.15). En revanche, la variation d’enthalpie libre surfacique, liée à la formation d’une interface solide/liquide, est positive, et il faut que le germe atteigne une taille critique r_0 pour que la variation d’enthalpie libre totale devienne négative, et que le germe puisse croître :

$$r_0 = -\frac{2\gamma}{\Delta g}, \quad \text{avec } \Delta g = -\Delta s_f \Delta T \quad \text{Équation 1.15}$$

Avec γ la tension de surface de l'interface solide/liquide (N/m^2), ΔS_f l'entropie de fusion volumique (J/m^3) et ΔT la surfusion.

La tension de surface de l'interface solide/liquide étant élevée, la surfusion au sein du liquide doit être importante pour que la germination homogène puisse apparaître.

- Germination hétérogène

La germination hétérogène peut avoir lieu à partir d'un substrat solide en contact avec le milieu liquide. Le germe ainsi créé n'a plus une forme sphérique, mais celle d'une calotte sphérique entre le substrat et le liquide. Nous parlons alors de mouillage, que nous pouvons caractériser par l'angle formé entre la surface du substrat et la tangente à la surface du germe formé. La Figure 1.18 montre bien ce phénomène.

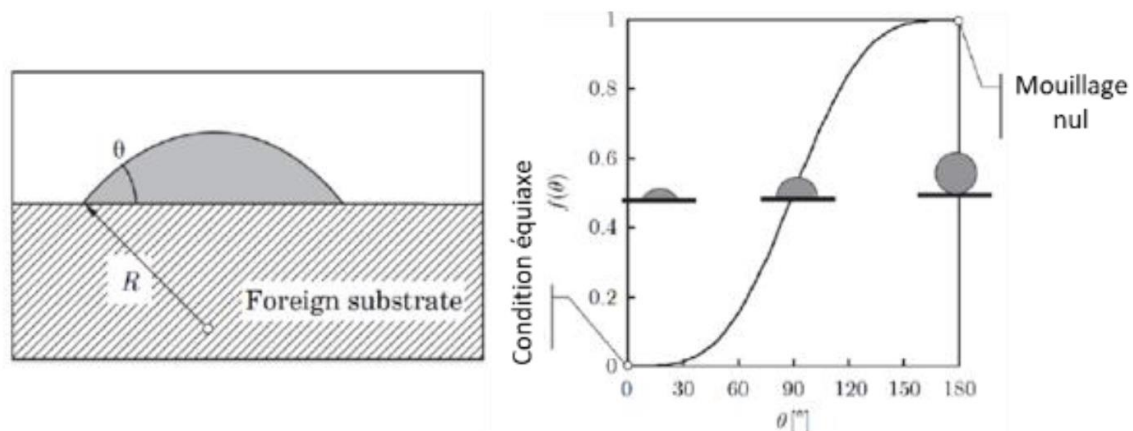


Figure 1.18 : représentation schématique de la germination hétérogène.

La germination hétérogène demande moins d'énergie que la germination homogène mais nécessite la présence d'une interface supplémentaire. Ceci s'explique par le fait que la tension de surface entre deux solides est généralement inférieure à celle entre un liquide et un solide. Si le substrat solide a une composition proche de celle du liquide, la tension de surface entre le substrat et le germe formé est très faible, et l'angle de mouillage diminue, ce qui facilite la germination hétérogène. En revanche, pour un substrat de nature très différente du liquide, le mouillage est nul, ce qui ne favorise pas la germination hétérogène.

La germination hétérogène peut être favorisée par l'addition d'inoculant dans l'alliage. Elle a ainsi été observée en L-PBF avec du 316L dopé en carbure de titane [69].

- Germination à partir de quasi-cristaux

Rappaz *et al.* [77] et Monier *et al.* [78] ont très récemment tenté d'expliquer la structure granulaire équiaxe observée lors de l'utilisation de poudres particulières en acier 316L pour fabriquer des pièces par procédé L-PBF, par l'apparition au sein du liquide de structures ordonnées à courte distance icosahédriques (*icosahedral short range order, ISRO*). Ce type d'arrangement atomique est représenté sur la Figure 1.19 [78]. Les atomes de l'alliage en phase liquide s'agencent en icosahédres réguliers pour ensuite former un quasi-cristal de la même structure (*iQC*). Des structures de ce type ont déjà été observées par diffraction de neutrons dans des liquides en lévitation extrêmement surfondus (jusqu'à 17% de la température de fusion), dans le cas de métaux purs (Fe, Ni et Zr) [79]. Ces ISRO ont aussi été observés dans certains alliages de structure CFC, comme l'Inconel 718 [80], des alliages d'or [81], de

nickel amorphe [82] ou encore de Al-Zn [83], et bien sur le 316L [78], où ils semblent se former autour d'atomes de chrome.

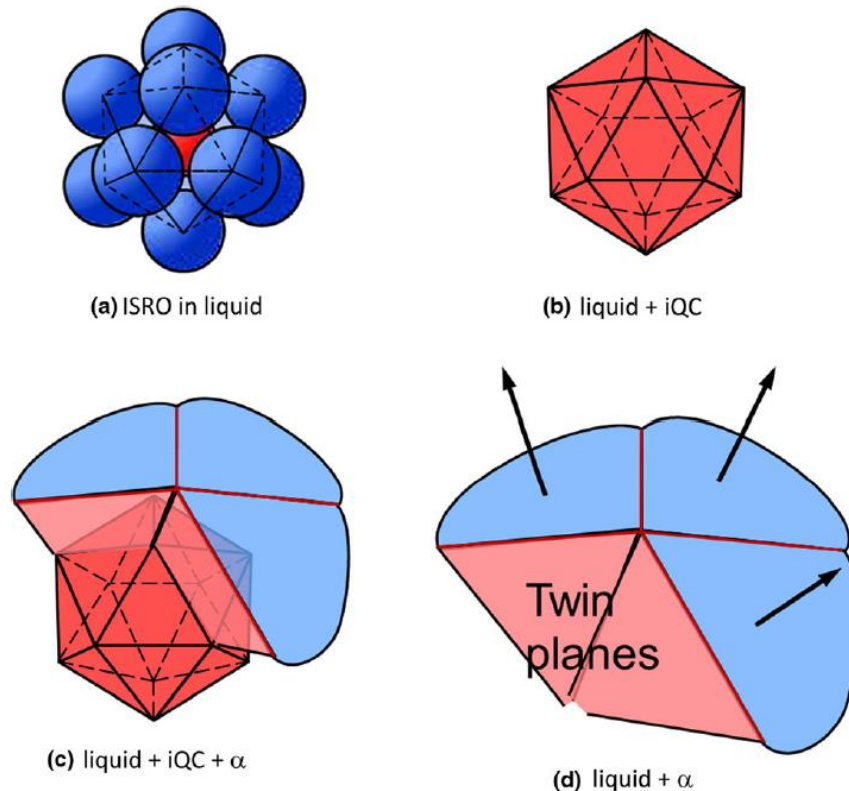


Figure 1.19 : Représentation schématique des structures ISRO et de leur effet sur la croissance des grains [78]. (a) Les atomes de matrice (bleus) se regroupent autour d'un atome central (rouge) pour former un icosaèdre, (b) ils forment un quasi cristal, qui (c) devient un site de germination hétérogène pour le cristal de structure CFC. (d) Les grains croissent à partir des différentes faces de l'icosaèdre, formant des grains désorientés de 60° environ, comme dans les joints de macles.

Les structures granulaires formées après solidification complète de ces alliages sont de plus caractérisées par une forte présence de joints de grain $\Sigma 3$ (désorientation de 60°), qui peuvent s'expliquer par la présence de ces ISRO. La Figure 1.19 montre ainsi les conséquences de la formation des ISRO au sein du liquide sur la germination et la croissance de grains [77] [78]. Les faces des icosaèdres pourraient constituer des sites de germination hétérogène, les germes formés présentant une relation d'orientation avec les ISRO, ce qui conduit à une désorientation de 60° environ entre les grains formés sur deux facettes voisines.

La formation de ces structures ISRO au sein du liquide se trouvant au contact des pointes de dendrites peut donc favoriser la germination hétérogène, si la tension de surface entre les facettes des ISRO et les germes est faible, ce qui est le cas des structures CFC. Une autre influence possible de la présence de ces ISRO est de ralentir la diffusion des espèces chimiques près de l'interface solide/liquide, et donc d'augmenter la sursaturation, qui peut conduire à des niveaux de surfusion très élevés, favorisant la germination.

Une fois les germes apparus au sein du liquide en surfusion près de l'interface solide/liquide, ils forment de nouveaux grains, qui vont croître à leur tour en suivant le gradient de température. La modélisation de la solidification du 316L devra donc prendre en compte à la fois le phénomène de croissance par épitaxie, et le phénomène de germination, puis de croissance des nouveaux grains formés.

IV.2. Modélisation de la solidification

Pour la simulation de la formation des grains dans le procédé L-PBF, il est important de connaître et identifier une loi de croissance des grains. Dans les conditions propres au procédé L-PBF, l'acier 316L croît de manière colonnaire dendritique.

La vitesse de croissance des grains colonnaires est directement liée à la surfusion ΔT , c'est-à-dire l'écart entre la température du liquide en pointe de dendrite et la température du liquidus. Les lois de croissance dendritique les plus couramment employées sont des lois puissance du type $v = a\Delta T^n$ avec a et n deux constantes à déterminer pour chaque composition d'alliage. Les travaux de Kurz, Giovanola et Trivedi (KGT) [84] ont été utilisés pour identifier les paramètres de la loi de croissance adaptés à notre matériau.

IV.2.1 Expressions de la surfusion

Commençons par définir la surfusion (Figure 1.20) : il s'agit d'un état métastable d'un liquide ayant une température inférieure à sa température de liquidus. Cette surfusion peut s'exprimer avec quatre termes [85] (Figure 1.20) :

- la surfusion constitutionnelle, qui peut s'exprimer, pour un alliage binaire :
 $\Delta T_c = T(C_0) - T(C_{tip}) = m_l (C_0 - C_{tip}^{liq})$, avec m_l la pente du liquidus, C_0 la composition de l'alliage à l'équilibre, C_{tip}^{liq} la composition en soluté dans le liquide en pointe de dendrite [86]. C'est la différence entre la température de liquidus de l'alliage de composition C_0 et celle du liquide présent en pointe de dendrite, qui a une composition C_{tip} différente en raison du phénomène de ségrégation se produisant au moment de la solidification, accentué par les grandes vitesses de déplacement du front de solidification, qui limitent la diffusion du soluté ;
- la surfusion de courbure $\Delta T_R = T(R = \infty) - T(R) = 2\Gamma/R$, avec Γ le coefficient de Gibbs-Thomson. C'est la différence de température de liquidus entre un front plan et un front présentant une courbure de rayon R ;
- la surfusion thermique $\Delta T_T = T_{tip} - T_\infty$. Elle est liée à la chaleur latente de fusion libérée au moment de la solidification dans le liquide en pointe de dendrite. Ce terme sera négligé, car la chaleur libérée au niveau de l'interface avec les dendrites est vite dissipée dans le volume du liquide, qui est le siège de forts mouvements de convection ;
- la surfusion de cinétique d'attachement ΔT_K . Celle-ci est très faible dans la plupart des alliages métalliques, et est généralement négligée.

Finalement la surfusion totale peut s'exprimer ainsi :

$$\Delta T = \Delta T_c + \Delta T_R \quad \text{Équation 1.16}$$

Il existe alors une relation complexe entre la surfusion ΔT , le rayon en pointe de dendrite R , et la vitesse de croissance de la pointe de dendrite v , qui intervient à travers le nombre adimensionnel $Pe_c = Rv/2D$, avec D le coefficient de diffusion du soluté dans le liquide.

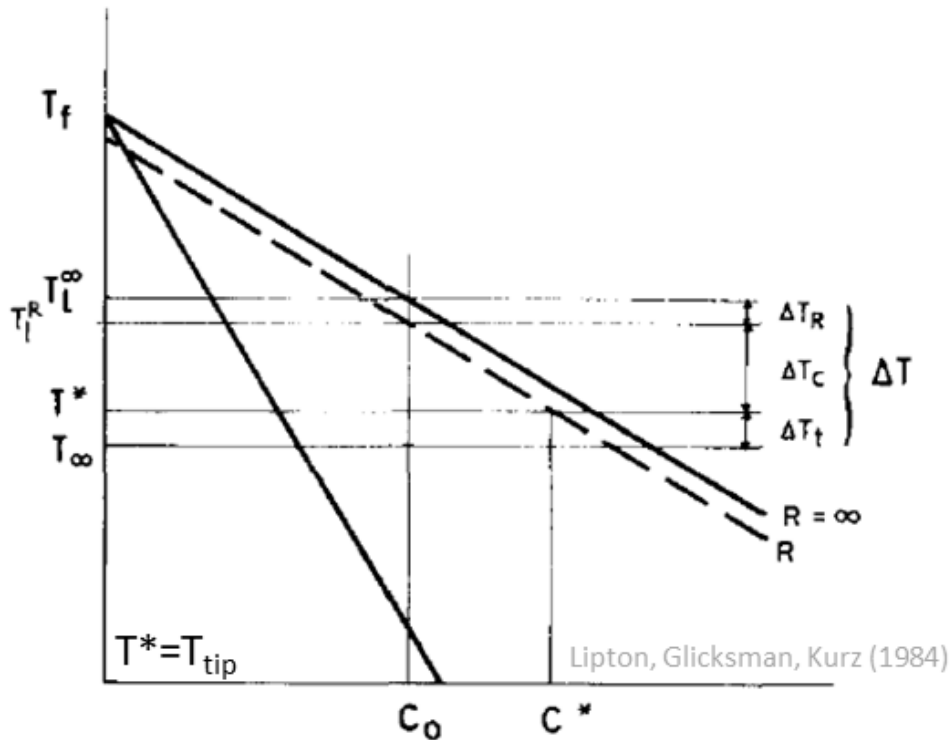


Figure 1.20 : Représentation schématique de différentes composantes de la surfusion pour un alliage de composition C_0 [86].

IV.2.2 Identification de la loi de croissance

Pour comprendre la théorie sur laquelle est basée la détermination de la vitesse de croissance en fonction de la température en pointe de dendrite, il faut introduire le critère de stabilité du front de solidification défini par Mullins et Sekerka [87]. Ce critère est basé sur l'étude des conditions de propagation d'une instabilité périodique d'amplitude $\delta(t)$ et de pulsation $\omega = 2\pi/\lambda$ appliquée à une interface plane liquide/solide, soumise à une vitesse de translation v . Nous pouvons ainsi identifier la gamme de pulsations ω permettant l'augmentation de l'amplitude, et donc la propagation de l'instabilité, qui correspond aux valeurs positives de $\dot{\delta}/\delta$, le taux d'accroissement. Cette condition est donnée par l'équation suivante :

$$G^* - m_l G_c \xi_c > 0 \quad \text{Équation 1.17}$$

avec ξ_c une fonction complexe de stabilité caractérisant l'effet stabilisant de la tension interfaciale, G_c le gradient de composition chimique, m_l la pente du liquidus et G^* le gradient thermique pondéré [88].

Afin d'identifier un rayon unique des dendrites pour chaque couple (vitesse v , surfusion ΔT), Langer et Müller-Krumbhaar ont introduit le critère de stabilité marginale [89] [90]. Ils font alors l'hypothèse que le rayon R des dendrites est égal à la longueur d'onde minimale pour que l'instabilité puisse se propager λ_S . Ainsi, le critère de Mullins et Sekerka une fois simplifié et à la limite de stabilité conduit à l'expression $\omega^2 \Gamma = m_l G_c \xi_c - G_{th}$

L'équation précédente a ensuite été simplifiée par Kurz, Giovanola et Trivedi [84] en estimant l'équation par morceaux à faible vitesse puis à forte vitesse de croissance [91] pour développer le polynôme du second ordre de l'Équation 1.18 permettant de trouver les couples (v, Pe_c) . C'est ce dernier qui est la base de la loi KGT :

$$v^2 \frac{\pi^2 \Gamma}{Pe_c^2 D^2} + v \frac{m_l C_{tip}^{liq} (1 - k) \xi_c}{D} + G_{th} = 0 \quad \text{Équation 1.18}$$

avec D le coefficient de diffusion du soluté, et C_{tip}^{liq} la composition en soluté dans le liquide en pointe de dendrite. Celle-ci est calculée à partir de la fonction d'Ivantsov [92] [93] [94], qui exprime la sursaturation Ω du liquide en soluté au niveau de la pointe de dendrite, selon l'Équation 1.19 :

$$\Omega = \frac{C_{tip}^{liq} - C_0}{(C_{tip}^{liq} (1 - k))} = Iv(Pe_c) \quad \text{Équation 1.19}$$

IV.2.3 Amélioration du modèle

- Cas des alliages ternaires et multi-composants

La modélisation, initialement développée dans le cas des alliages binaires, doit être modifiée pour les alliages ternaires ou multi-composants. L'approche la plus commune consiste dans ce cas à ne tenir compte que de l'élément ayant le plus fort coefficient de diffusion au sein de l'alliage, et à négliger les autres éléments. Bobadilla, Lesoult et Lacaze ont proposé une modélisation plus complète, intégrant l'influence de tous les éléments présents dans le calcul de la surfusion constitutionnelle [95] [96] [97]. Dans le cas des aciers inoxydables austénitiques, ils proposent de ne tenir compte que des deux éléments d'addition majeurs, Ni et Cr :

$$\Delta T_c = \sum_{i \in [Ni, Cr]} m_{l,i} C_{0,i} \left(1 - \frac{1}{1 - (1 - k_i) Iv(Pe_{c,i})} \right), \quad Pe_{c,i} = \frac{Rv}{2D_i} \quad \text{Équation 1.20}$$

Différents modèles ont été proposés, prenant en compte l'influence des différents éléments sur la diffusion des espèces et la sursaturation, comme celui présenté récemment par Guillemot et Gandin [98]. Ces modèles nécessitent une connaissance précise des propriétés du matériau, notamment les coefficients de diffusion, les pentes de liquidus et les coefficients de partition pour chacun des éléments pris en compte. Dans le cas du 316L, le nickel et le chrome sont à prendre en compte en priorité, et nous pouvons trouver dans la littérature des données sur les coefficients de diffusion de ces éléments dans le fer [99] [100]. Le molybdène peut aussi être pris en compte car il est présent à hauteur de 2%massique dans le 316L [101]

- Prise en compte de la convection dans le liquide

Différentes approches ont été proposées pour la prise en compte de la convection au sein du liquide sur la cinétique de croissance, comme celle présentée par Gandin et al. [102]. Cela passe généralement par la modification de la surfusion de composition, et plus précisément de la sursaturation $\Omega(v)$, qui devient aussi dépendante de l'épaisseur de « la couche limite stagnante » δ , la vitesse du liquide u et la direction du flux liquide caractérisée par un angle θ [1].

Les résultats présentés par Gandin et al. montrent notamment que la vitesse de croissance peut fortement varier, d'un facteur 5, selon l'angle θ et la vitesse du fluide u . La prise en compte de ces paramètres n'est cependant à ce jour pas prévue dans notre modélisation, car cela nécessite de disposer d'un modèle qui fournit les champs de vitesse au sein du bain liquide, ce qui n'est pas le cas avec la simulation thermique par éléments-finis utilisée aujourd'hui.

- Prise en compte de l'évolution des propriétés avec la température

Nous pouvons enfin prendre en compte l'effet de la température du liquide sur ses propriétés, notamment pour le coefficient de partage et le coefficient de diffusion. Les relations suivantes peuvent alors être utilisées :

$$D(T) = D_0 e^{-\frac{Q}{RT}} \quad \text{Équation 21}$$

$$k(D, v) = \frac{k_0 + \left(\frac{a_0 v}{D}\right)}{1 + \left(\frac{a_0 v}{D}\right)} \quad \text{Équation 22}$$

L'existence d'une multitude d'hypothèses possibles pour définir la loi de croissance implique que des expressions bien différentes de la vitesse de croissance en fonction de la surfusion sont utilisées [98]. Cela a pour conséquence de faire apparaître des microstructures différentes [55].

IV.3. Méthodes de simulation numérique de la solidification

L'un des objectifs de ce travail est de pouvoir prédire les structures de grains. Plusieurs méthodes de simulation numérique de la croissance des grains existent, et chacune a ses spécificités et ses échelles caractéristiques. Elles sont toutes couplées à une simulation numérique thermique qui permet de connaître les évolutions des champs de température au cours du temps, à partir desquelles est modélisée la formation des grains au cours du refroidissement depuis l'état liquide.

L'objectif de ces méthodes numériques est de prédire les orientations, la cristallographie, la morphologie des grains et la taille des dendrites.

IV.3.1 Méthode de champs de phases

La méthode des champs de phases est une méthode de simulation permettant de calculer les évolutions des interfaces. Elle est par exemple très utilisée pour modéliser la solidification, mais aussi dans d'autres domaines où un déplacement d'interface veut être observé. Le principe est d'associer à chaque point de l'espace une variable ϕ qui varie entre 0 et 1. La valeur $\phi = 0$ est alors associée au domaine de la phase 1 et $\phi = 1$ au domaine de la phase 2. L'interface entre ces deux phases est alors identifiée par l'ensemble des points pour lesquels $0 < \phi < 1$.

Plusieurs études ont été réalisées avec la méthode des champs de phases pour observer l'influence des paramètres de procédé sur la croissance des grains au cours de la solidification. Les résultats de deux d'entre elles sont montrés sur la Figure 1.21.

Certaines sont réalisées à l'échelle des dendrites [103], comme le montre la première image. Dans ce cas, la phase solide est $\phi = 0$ et liquide est $\phi = 1$. C'est donc le front de solidification à l'échelle de la dendrite qui est observé. Sur l'image, nous voyons les dendrites orientées favorablement, selon le gradient de température, empêchant l'apparition de nouveaux germes. Il existe une épaisseur d'interface qui, dans le cas de la solidification, est la longueur de capillarité d_0 . **L'avantage** de cette méthode est qu'elle décrit très précisément la microstructure.

Il est aussi possible de simuler en 2D la croissance des différents grains de la microstructure d'un cordon fabriqué avec le procédé L-PBF [104] [105]. Mais dans ce cas, **l'inconvénient** est qu'il faut créer une fonction d'interface pour chacun des grains. Cela nécessite un temps de calcul élevé car chaque grain est représenté par ses dendrites.

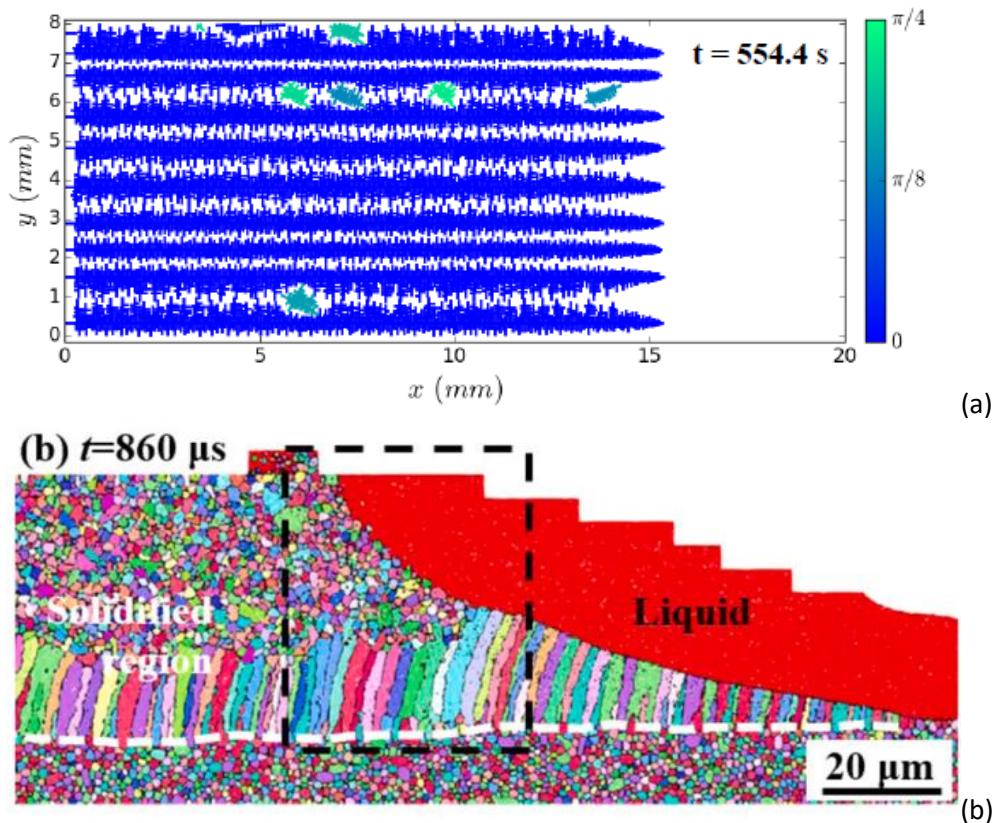


Figure 1.21 : Résultats de simulation de la solidification par la méthode de champs de phases. (a) Simulation à l'échelle des dendrite [103]. (b) Simulation à l'échelle des grains de la microstructure obtenue au cours du procédé L-PBF en coupe longitudinale à l'arrière du bain de fusion [104].

IV.3.2 Méthode des Automates Cellulaires

Les automates cellulaires sont utilisés depuis une trentaine d'années pour la modélisation de la croissance des structures de grains dans les procédés impliquant le passage de l'état liquide à l'état solide. Les premières applications ont porté sur la prédiction des microstructures au cours du procédé de fonderie en 2D [2] puis en 3D [106]. Cette technique a ensuite été appliquée sur des procédés où la thermique est plus complexe comme le soudage [107] et plus récemment les procédés de fabrication additive [1].

Le principe des automates cellulaires est de considérer que la pièce est subdivisée en cellules de mêmes dimensions. Ces cellules peuvent être à l'état solide, à l'état liquide ou pâteux dans le cas d'un alliage où du liquide coexiste avec du solide. Des règles de transitions sont appliquées pour le passage d'un état à l'autre. Lorsque les domaines évoluent, comme dans le cas des procédés de fabrication impliquant la fusion, nous définissons les états suivants : solide, liquide, poudre, gaz ou pâteux. La solidification, donc la croissance d'un grain se fait par capture d'une cellule liquide par une cellule pâteuse associée à un grain. Cette cellule capturée subit alors une transition de l'état liquide à pâteux, et les caractéristiques cristallographiques du grain lui sont alors attribuées.

La Figure 1.22 présente les résultats de simulations numériques basées sur la méthode des automates cellulaires [55] [52] [53] [108]. Le principal avantage des AC est le rapport temps/précision de calcul. Augmenter la taille des cellules permet alors d'accélérer le calcul. Comme nous le voyons sur la Figure 1.22, les types de structures granulaires simulées dans la littérature peuvent être 2D ou 3D, sur des pièces qui peuvent avoir des dimensions et formes variables. Le modèle Automate cellulaire sera détaillé dans le chapitre suivant.

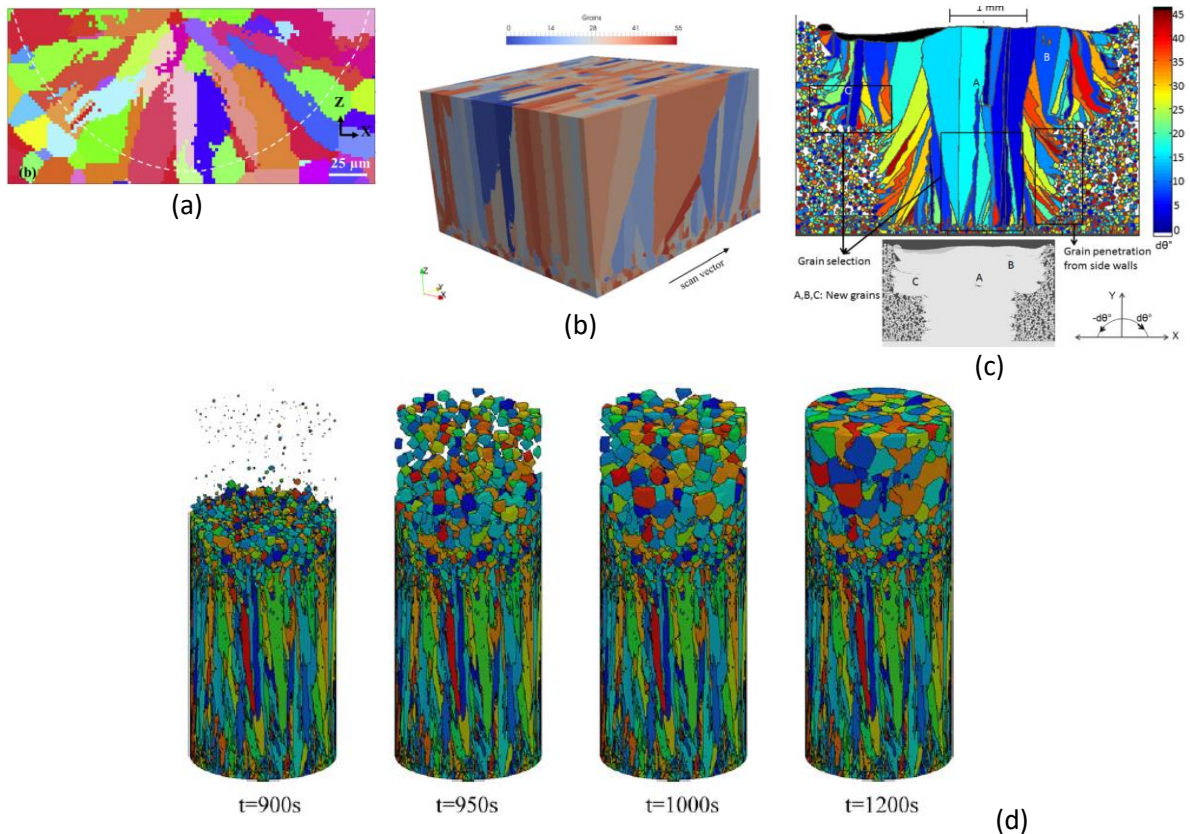


Figure 1.22 : Résultats de simulations de la solidification par la méthode des automates cellulaires. (a) Simulation 2D couplée avec un calcul par éléments finis [55]. (b) Simulation de solidification 3D multicordons couplée avec des calculs de différences finies [52]. (c) Simulation couplée avec une méthode de lattice boltzmann [53]. (d) Simulation 3D de la solidification avec prise en compte des changements de composition en soluté aux abords des pointes de dendrites [108].

V. GEOMETRIES PARTICULIERES DE PIECES FABRIQUEES EN L-PBF

Pour la caractérisation du procédé ou le développement de la modélisation numérique, différentes configurations géométriques particulières sont rencontrées dans la littérature.

Ces configurations simples constituent une première étape vers l'optimisation de la fabrication de pièces complexes et grandeurs natures, car elles permettent de mettre en évidence l'influence des paramètres de fabrication sur les évolutions thermiques en cours de procédé, et sur les caractéristiques mécaniques et microstructurales des composants produits. Ces configurations peuvent être des murs constitués d'une superposition de cordons, des tapis formés de cordons adjacents fabriqués sur la même couche, ou des blocs, constitués d'un mélange des deux.

Pour les deux premiers types de configurations, seuls les paramètres géométriques simples, la distance intercordon et/ou l'épaisseur de couche, ont une influence. La fabrication de blocs peut faire appel à des paramètres plus complexes, comme l'angle intercouche. La stratégie de lasage a aussi une influence sur les caractéristiques des pièces produites, et doit donc être prise en compte dans la simulation du procédé [51] [109].

V.1. Monocordons

La fabrication d'un monocordon est l'exploitation la plus simpliste du procédé L-PBF. Cela consiste à fondre de la poudre sur un segment de plusieurs centaines de micromètres. Ce type de montage permet de calibrer la machine L-PBF pour fabriquer des cordons possédant le moins de défauts possibles. Les paramètres à modifier sont les jeux de puissance et vitesse du laser.

L'apport d'énergie a un effet sur la qualité des cordons créés. La Figure 1.23 montre l'influence du couple de paramètres (P, v) sur la continuité de simples monocordons fabriqués directement sur le substrat avec une épaisseur de couche de poudre déposée de $50 \mu\text{m}$ et un diamètre de faisceau du laser $D = 70 \mu\text{m}$ [30]. Tout d'abord, nous pouvons voir qu'une puissance minimale est nécessaire pour faire fondre la poudre. Ensuite, si la vitesse est trop élevée, la fusion ne se déroule pas correctement et des gouttelettes de métal se forment au lieu de créer un cordon continu. C'est aussi ce qu'il se passe lorsque la vitesse est trop faible, mais le phénomène physique est alors différent. Dans ce cas, une instabilité de type Rayleigh-Plateau se forme [30] [32], c'est-à-dire une perturbation périodique du bain de fusion qui donne un aspect ondulé au cordon. Malheureusement ces deux types de défauts se propagent de couche en couche, le système est donc très sensible au jeu de paramètres énergétiques choisis.

Une densité d'énergie délivrée trop importante conduit également à la vaporisation du métal et à la formation d'un « keyhole » (trou de serrure) empli de vapeurs métalliques, qui peut au moment de la solidification laisser des porosités.

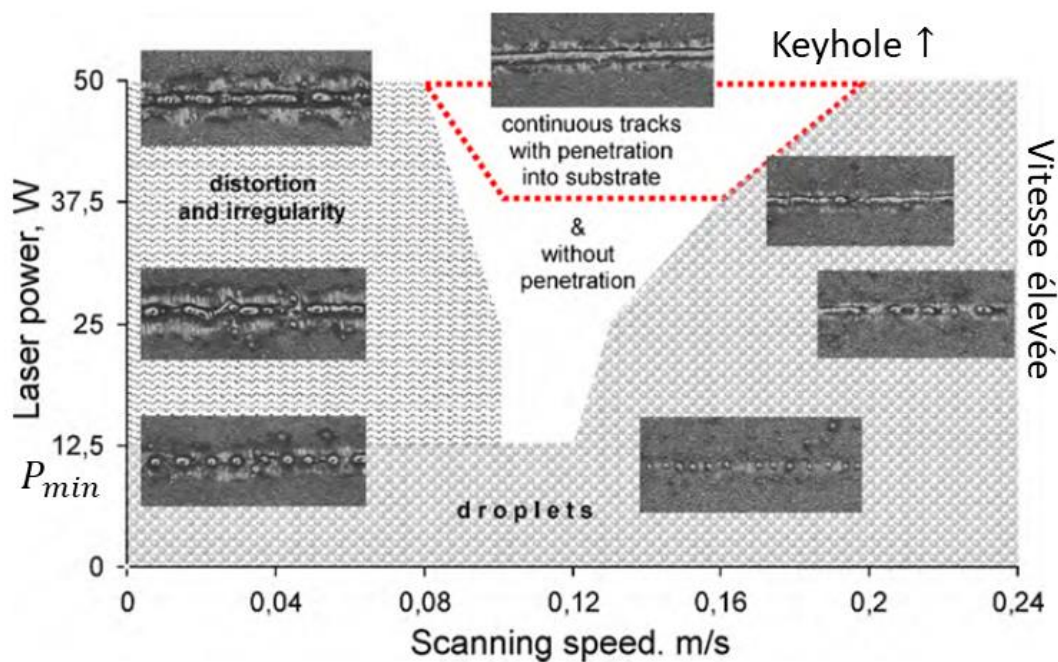
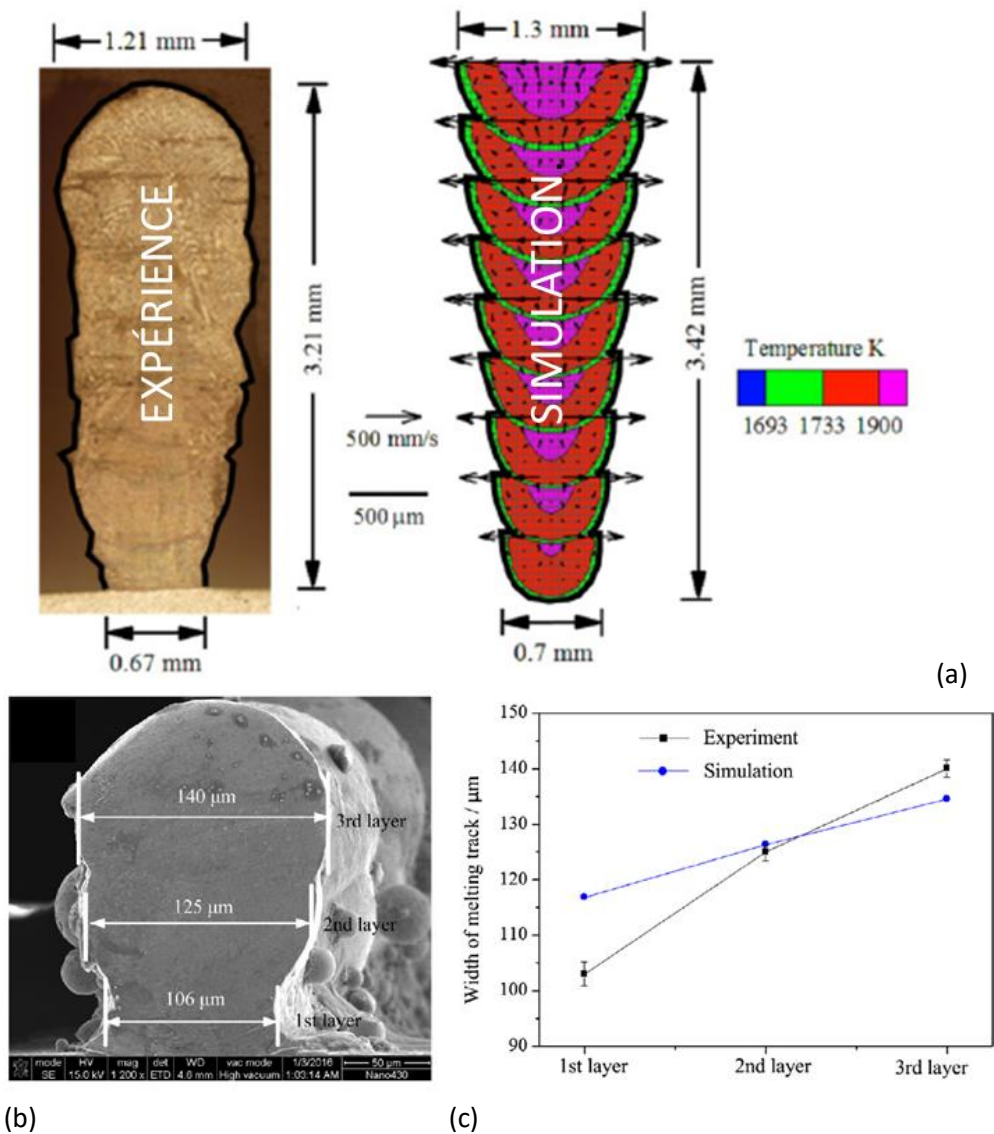


Figure 1.23 : Graphique montrant l'influence des paramètres (P, v) sur la qualité des cordons fabriqués [30].

V.2. Murs de cordons

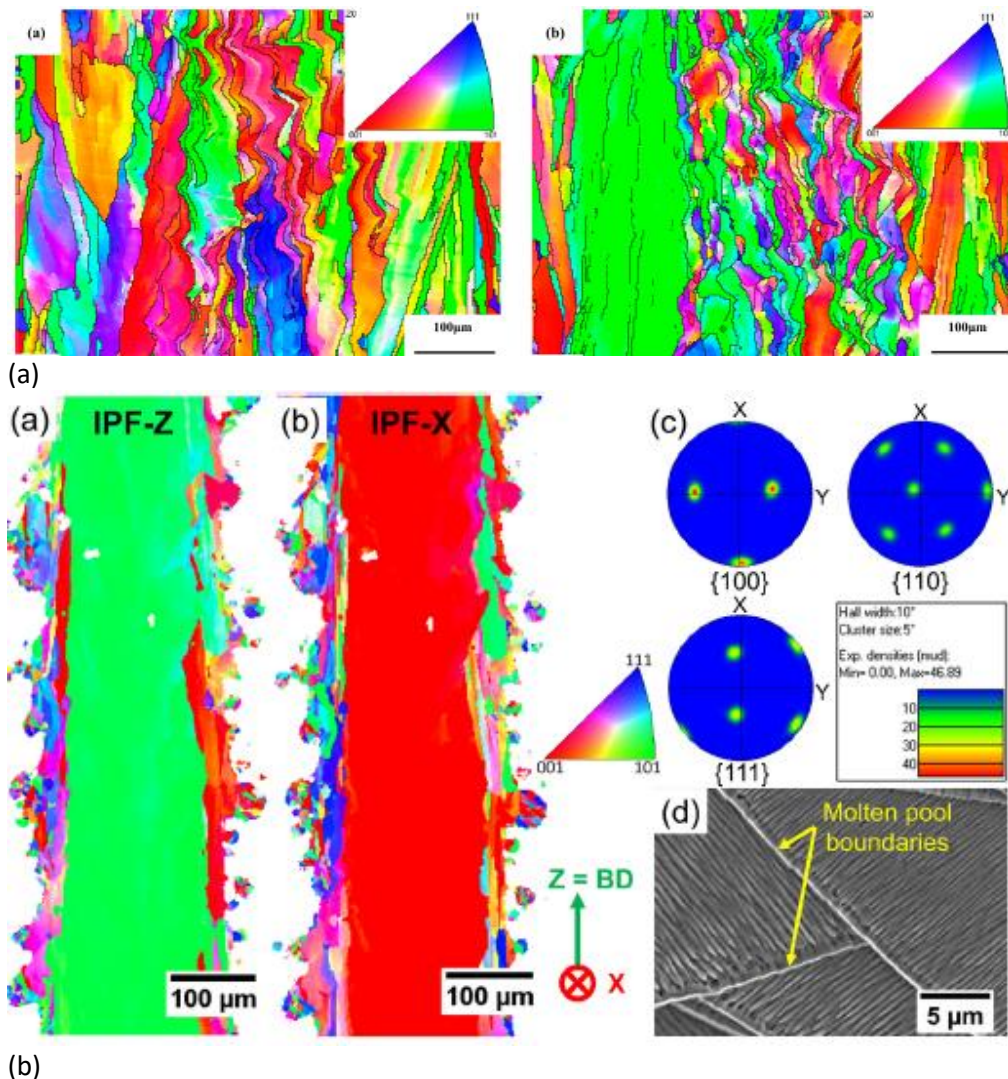
Un mur de cordons est une structure où les cordons se superposent les uns sur les autres, chaque couche étant constituée d'un unique cordon [110]. C'est la structure la plus mince que nous puissions fabriquer à l'aide du procédé L-PBF. Cette configuration est souvent utilisée pour fabriquer des éprouvettes instrumentées destinées à la validation des simulations thermiques du procédé [18] [111]. La Figure 1.24 montre deux résultats de simulation comparés à des résultats expérimentaux [35] [112] [113]. Nous pouvons constater que la largeur des murs augmente avec l'empilement des couches alors que l'apport de chaleur reste identique, ce qui traduit des changements dans les transferts de chaleur au cours du procédé. Lors de la fabrication de la première couche, celle-ci chevauche le substrat et la chaleur s'évacue rapidement par conduction dans le substrat froid et massif, car la surface d'échange est grande. Plus nous montons dans les couches, plus nous nous éloignons du substrat et plus la température des cordons sous-jacents est élevée, ce qui ralentit le transfert de chaleur en limitant le gradient thermique [35].

De nombreuses études sur les murs ne prennent cependant pas en compte ce phénomène, car un régime thermique stationnaire est généralement atteint au bout de quelques couches, et la largeur des cordons se stabilise alors. Cette configuration peut pourtant être utile pour juger de la pertinence d'un modèle thermique, comme le montre la Figure 1.24b



(b) (c)
 Figure 1.24 : Comparaison entre simulation et expérience lors de la fabrication de murs par deux procédés de fabrication additive : (a) procédé DED [35] (projection de poudre pendant le lasage) et (b) procédé L-PBF [112].

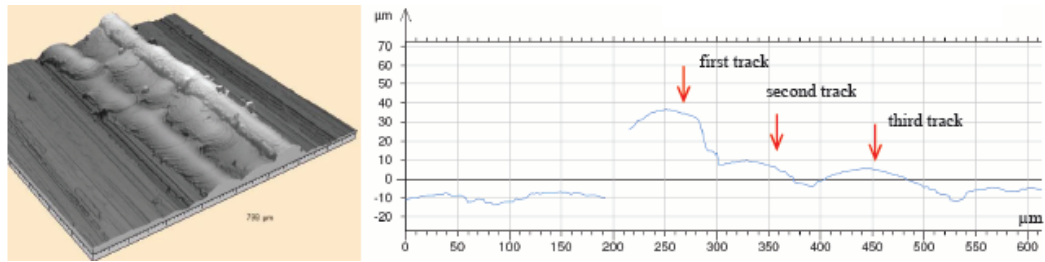
Les murs de cordons permettent aussi de mettre en évidence certaines caractéristiques microstructurales des composants issus du procédé L-PBF, comme le montre la Figure 1.25. Sur la première image sont montrés des cartographies EBSD de coupes longitudinales de murs en FeCrAl [114]. L'image de gauche est une cartographie réalisée dans le bas du mur alors que celle de droite a été prise au sommet. Ces images révèlent bien les différents grains formés, la stratégie de lasage alternant ici le sens de déplacement du laser à chaque cordon. Dans le cas de la fabrication de murs en acier inoxydable austénitique, il a été observé que la taille de grain augmentait avec la hauteur. Sur la Figure 1.25b, nous voyons ainsi que la largeur de grain au sommet du mur fabriqué en 316L est presque égale à la largeur du mur [115].



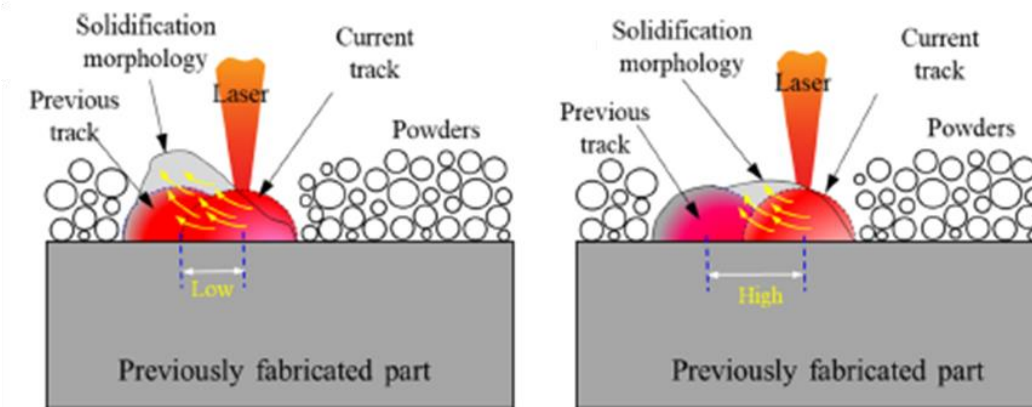
(a) Cartographie IPF-Z (direction verticale) de coupes longitudinales prises en bas et au sommet d'un mur en FeCrAl [114]. (b) Cartographies IPF et figures de pôles associées d'une coupe transversale d'un mur fin en acier inoxydable austénitique pris au sommet [115].

V.3. Tapis de cordons

Le tapis de cordon est la deuxième configuration multicordons la plus simple. Il consiste à fabriquer des cordons côte à côte sur la même couche de poudre. Dans ce cas, de nouveaux phénomènes physiques propres au procédé L-PBF peuvent être étudiés. La Figure 1.26a montre un tapis de trois cordons fabriqués avec une distance intercordon de 100 μm en acier 904L, ainsi qu'un profil de sa surface dans une coupe transversale. Nous constatons clairement que le premier cordon est plus haut que les deux suivants [116]. Ce résultat peut s'expliquer par le phénomène de dénudation lié à la densification de la poudre au moment de sa fusion et aux transports de masses associés, qui peut ainsi être étudié sur ces configurations en tapis, comme le montre la Figure 1.26b. Ce deuxième schéma montre l'influence de la distance intercordon HD sur les déplacements de liquide au sein du bain de fusion et sur la forme finale des cordons après solidification [117] [118]. Si HD est faible, de l'ordre d'une demi largeur de cordon, le précédent cordon est totalement refondu et le liquide se déplace latéralement, générant de fortes variations de hauteur des cordons solidifiés. Dans le cas inverse, augmenter la distance intercordon de manière excessive conduira à la formation de cordons séparés, et donc à une surface ondulée des tapis. Ce type de configuration en tapis permet ainsi de trouver la bonne valeur pour HD pour que la surface des tapis soit la plus plane possible.



(a)



(b)

Figure 1.26 : Phénomènes apparaissant lors de la fabrication de tapis. (a) Profil transversal de la surface d'un tapis de 3 cordons [116]. (b) Représentation schématique du phénomène de transfert de liquide d'un cordon vers le précédent lors de la fabrication d'un tapis [117].

V.4. Blocs

Les configurations en blocs, constituées par la superposition de tapis, sont souvent utilisées pour étudier la réponse du système à un grand nombre de cycles de lasage. Différentes stratégies de lasage peuvent ainsi être testées et comparées, la qualité de la pièce obtenue étant jugée via différents critères comme la rugosité [13], la microstructure formée [53] [120] [121], ou le nombre de porosités [122].

À titre d'exemple, la rugosité en surface des pièces fabriquées dépend des paramètres géométriques et énergétiques du procédé. Zakrzewski et al. ont identifié une relation entre la rugosité et les paramètres procédé [8]:

$$R_a = \left(\frac{VE_c}{P}\right)^{0.078} \left(\frac{1}{HD}\right)^{0.461} e_c^{1.62} \quad \text{Équation 1.21}$$

avec R_a la rugosité surfacique moyennée arithmétiquement (m), $E_c = \rho c_p(T_f - T_0) + L_m$ l'énergie spécifique consommée (J/m^3), où L_m est la chaleur latente (J/kg), et P et V respectivement la puissance et la vitesse du laser.

Lors de la fabrication L-PBF, la qualité de la pièce se trouve ainsi affectée à la fois par l'énergie apportée au système et les paramètres géométriques de construction des cordons.

VI – CONCLUSION

Ce premier chapitre bibliographique a permis de montrer la diversité des phénomènes physiques intervenant lors de la fabrication par fusion laser sur lit de poudre laser (L-PBF) de montages

multicordons en acier 316L. Les phénomènes physiques impliqués dans la fabrication de pièces donnent une idée de la complexité d'un tel procédé, dont chacune des étapes peut avoir une influence sur le résultat final.

Tout d'abord, il a été important de rappeler le principe du procédé L-PBF. C'est un procédé de fabrication additive par fusion de couches successives de poudre métallique, qui permet la fabrication de pièces de petites dimensions avec une bonne précision. Il est cependant nécessaire de maîtriser la microstructure obtenue pour des pièces soumises à des fortes contraintes physiques.

Cela commence par maîtriser la thermique du procédé. Au cours de celui-ci, de nombreux transferts thermiques ont lieu : par conduction dans la partie solide, traduite par l'équation de la chaleur, ou par convection dans le bain de fusion et dans l'air, dont la mécanique des fluides pilote les mouvements. Les échanges de chaleur entre le laser et le système passent par le bain de fusion, qui est à très haute température et se déplace rapidement. La température atteint voire dépasse la température d'ébullition, et un jet de vapeur est créé à la surface du bain, produisant des mouvements de poudre qui peuvent former un espace où la poudre est absente autour des cordons, appelé la dénudation.

Les paramètres du procédé ont une influence sur la microstructure finale obtenue avec le procédé L-PBF. Ils sont de deux types :

- Les paramètres énergétiques associés à la source laser, donc sa puissance, sa vitesse et son diamètre. La morphologie des cordons est très sensible à leurs variations, un paramètre trop faible ou trop élevé pouvant provoquer l'apparition de défauts. Une fois les paramètres correctement choisis, il a été observé que la taille des grains augmentait avec l'énergie linéique ;
- Les paramètres géométriques, qui sont notamment la distance intercordon entre deux cordons côte à côte, et l'épaisseur de couche entre deux cordons superposés situés sur deux couches successives. Ces deux paramètres modifient alors le chevauchement entre deux cordons. Selon la zone de chevauchement, la taille des grains peut changer.

À l'interface solide/liquide à l'arrière du bain de fusion a lieu la solidification. Le 316L croît de manière dendritique et les grains formés sont majoritairement colonnaires. La vitesse de croissance des dendrites dépend de leur rayon et de la surfusion. Une loi de type puissance, parfois appelée loi KGT (pour Kurz, Giovanola et Trivedi), dont les paramètres doivent être identifiés pour chaque matériau, peut être utilisée pour exprimer la vitesse de croissance des dendrites en fonction de la surfusion. Il a été remarqué, avec certaines poudres d'acier 316L particulières, qu'un phénomène de germination avait lieu, conduisant à la formation de grains plus fins et de morphologie plus équiaxe. Le mécanisme de germination évoqué serait lié à l'apparition de quasi-cristaux dans le liquide en surfusion, nommés ISRO (*Icosahedral Short-Range Order*). Ces phénomènes de germination sont généralement modélisés à partir de lois probabilistes.

Dans notre cas nous souhaitons simuler la structure granulaire formée sur des montages simples, avec peu de paramètres géométriques à prendre en compte. Parmi les types de montages déjà étudiés dans la littérature, les plus simples correspondent à la fabrication de murs et de tapis. Les premiers consistent à empiler les cordons les uns sur les autres et les deuxièmes, côte à côte.

L'objectif de la thèse est de développer un outil de simulation du procédé L-PBF permettant de représenter finement la structure de grains particulière observée au sein de murs de cordons. Nous souhaitons de plus que cet outil, qui s'appuiera sur la résolution des équations de la thermique et de la solidification, soit rapide et adaptatif, afin de pouvoir tester l'influence des paramètres procédé.

Dans le prochain chapitre, le programme développé pour simuler numériquement la formation des structures granulaires lors de la fabrication de murs en acier 316L sera présenté, ainsi que les moyens expérimentaux utilisés pour confronter les résultats des simulations numériques à des résultats expérimentaux, et tenter ainsi de prouver la robustesse du programme.

Chapitre 2 : Matériau et méthodologie pour le développement du modèle CA-FE

L'objectif de la thèse est de mettre en place et de valider un modèle CA-FE pour la simulation de configurations multicordons en 316L fabriquées à l'aide du procédé L-PBF. En particulier la partie Automate Cellulaire permettant la simulation de la microstructure, sera enrichie pour prendre en compte l'influence des paramètres matériaux de la poudre. Après avoir présenté dans le précédent chapitre l'ensemble des phénomènes physiques intervenant dans le procédé, nous allons dans ce chapitre décrire les bases des modélisations développées, et la méthode utilisée pour la validation du programme. Ce travail de thèse s'appuie sur une approche couplée numérique/expérimental pour obtenir le meilleur accord entre les résultats.

La méthode des automates cellulaires (AC) a été choisie pour simuler la formation des structures granulaires, car elle semble la plus adaptée à une modélisation de la solidification à l'échelle mésoscopique, intermédiaire entre l'échelle microscopique qui représente la solidification à l'échelle atomique, et l'échelle macroscopique où la pièce complète ou presque est simulée. La méthode AC présente en effet à cette échelle un bon rapport précision/rapidité de calcul, la taille des cellules pouvant facilement être adaptée en fonction de la précision souhaitée.

Ces travaux s'appuient sur le programme CA-FE développé par Anaïs Baumard, qui avait permis la simulation de la fabrication en L-PBF de monocordons [1]. Sur le plan numérique, le travail consiste donc tout d'abord en une compréhension de l'architecture du programme CA-FE, puis à participer aux développements numériques pour la simulation de fabrications multicordons, qui devra intégrer les phénomènes physiques spécifiques à ce type de configuration. Sur le plan expérimental, les paramètres optimaux du procédé, permettant la fabrication de cordons sans défauts, devront tout d'abord être identifiés au cours de campagnes d'essais réalisées sur des bancs instrumentés, et les montages multicordons fabriqués devront être caractérisés.

Ce chapitre méthodologie s'articule de la manière suivante. Les caractéristiques de l'acier 316L et du gaz utilisé seront d'abord présentés. Ensuite le protocole des essais instrumentés et les types de montages réalisés sur la machine L-PBF seront décrits. Les parties suivantes seront consacrées à la description détaillée du modèle CA-FE, avec en particulier une présentation de l'algorithme et des hypothèses de simulation. Enfin, les techniques d'analyses expérimentales qui permettront la comparaison des résultats des simulations et des expériences seront expliquées.

I – PRESENTATION DES MATERIAUX

L'étude du procédé L-PBF est appliquée à l'acier inoxydable austénitique 316L. C'est un acier très utilisé dans l'industrie nucléaire pour ses propriétés mécaniques et chimiques. Nous nous sommes intéressés particulièrement à ses propriétés thermiques, qui entrent en jeu dans la simulation du procédé. Au cours de celui-ci, le matériau se retrouve majoritairement sous forme de poudre, seul le substrat est à l'état solide (sa fiche technique est présentée en Annexe D).

Dans cette partie, les généralités sur l'acier 316L seront présentées, puis ses propriétés thermiques seront détaillées, avant de parler du cas de la poudre. Enfin, une présentation des gaz d'inertage considérés dans cette étude clôturera cette partie.

I.1. Généralités sur l'acier 316L

Le matériau utilisé dans la présente étude est l'acier 316L, qui est un acier inoxydable austénitique. Cette famille d'aciers contient de fortes concentrations de chrome et de nickel. La particularité du 316L est sa très bonne résistance à la corrosion, car il contient en plus du chrome et du nickel du molybdène, et a une très faible teneur en carbone (L= low carbon). Différentes phases peuvent être observées dans les aciers inoxydables après refroidissement (austénite, ferrite, martensite) selon la composition chimique et les vitesses de refroidissement. Le diagramme de Schaeffler [123] permet d'estimer les proportions relatives de chaque phase selon le rapport Cr équivalent (paramètre prenant en compte les teneurs en éléments alphas comme Cr, Mo) sur Ni équivalent (prenant en compte les teneurs en éléments gamma comme Ni, C, N). Dans le cas du 316L, la phase majoritaire est l'austénite, avec une faible proportion de ferrite delta résiduelle, qui était majoritaire à très haute température. Nous pouvons y trouver aussi, malgré les faibles teneurs en carbone, un peu de carbures de chrome comme Cr_7C_3 ou $Cr_{23}C_6$.

Dans notre étude, deux poudres d'acier 316L ont été utilisées. Une de fabrication SLM Solutions (son certificat matière est présenté en Annexe E) et l'autre PRAXAIR. Leurs compositions sont présentées dans le Tableau 2.1.

Tableau 2.1 : comparaison des compositions de deux poudres 316L. Ces données ont été mesurées par Chniouel et al. [3].

Éléments	Pourcentage massique (incertitude relative de 3%)					Ppm massique					
	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	O	N	C	P	S	Cu
PRAXAIR	17,26	12,42	0,51	2,5	0,43	284	86	170	44	95	100
SLM Solutions	17,35	11,45	1,06	2,07	0,51	1876	982	NC	300	130	2150

I.2. Caractéristiques thermiques

Trois caractéristiques du matériau intervenant dans les équations de la chaleur, résolues dans la modélisation thermique simulant le procédé, doivent être identifiées :

- k la conductivité thermique (W/mK) ;
- ρ la masse volumique (kg/m^3) ;
- c_p la capacité calorifique (J/kgK).

Nous pouvons retrouver dans la littérature les valeurs de ces caractéristiques, qui sont thermo-dépendantes, pour le matériau 316L. Les paramètres identifiés par Depradeux [123] ont été beaucoup utilisés pour la simulation numérique du soudage et de la fabrication additive de l'acier 316L [55]. Ils sont présentés en rouge dans la Figure 2.1 Les propriétés du matériau évoluent ici jusqu'à la température de fusion, puis restent constantes.

Les caractéristiques à haute température étant difficiles à identifier, un deuxième jeu de paramètres a été testé, représenté en bleu sur la même figure. Les valeurs de densité, capacité thermique et conductivité thermique retenues sont issues respectivement des données de Pichler *et al.* [124], Kim *et al.* [125], et Ho *et al.* [126] (les valeurs des paramètres de Depradeux puis de Ho, Kim et Pichler sont décrites en Annexe G).

Les phénomènes de convection au sein du bain liquide ne sont pas pris en compte dans la simulation thermique du procédé, alors qu'ils peuvent accélérer les transferts de chaleur [38]. C'est pourquoi des valeurs de conductivité thermique du 316L liquide modifiées sont aussi proposées sur le graphique de la Figure 2.1c sous les noms « Ho liq + » et « Ho liq ++ », afin de tenter de prendre en compte artificiellement les phénomènes de convection. La valeur de référence pour la conductivité thermique du liquide d'après Ho est de 30 W/mK, les valeurs sont augmentées respectivement à 40 W/mK et 50 W/mK pour Ho liq + et Ho liq ++.

Sur ces graphiques, sont aussi tracées les courbes montrant l'évolution des propriétés de l'acier 316L sous forme de poudre, dont le taux de porosité est fixé à $\varphi = 0,4$. Pour la densité, la densité du matériau dense est simplement multipliée par le taux de porosité, la densité de l'air étant négligeable devant celle du métal. La capacité thermique massique de la poudre est considérée identique à celle du matériau dense. Enfin, pour la conductivité thermique, plusieurs formules ont été développées pour calculer la conductivité à travers un milieu diphasique composé de sphères en contact dans un milieu gazeux. Nous avons choisi d'utiliser la formule de Bruggeman [40], représentée sur la Figure 2.1c par la courbe jaune. Celle-ci permet d'obtenir la conductivité thermique du lit de poudre en ne prenant en compte que la conductivité thermique de l'air, tel que $k_{poudre} = \varphi^{-3}k_{air}$.

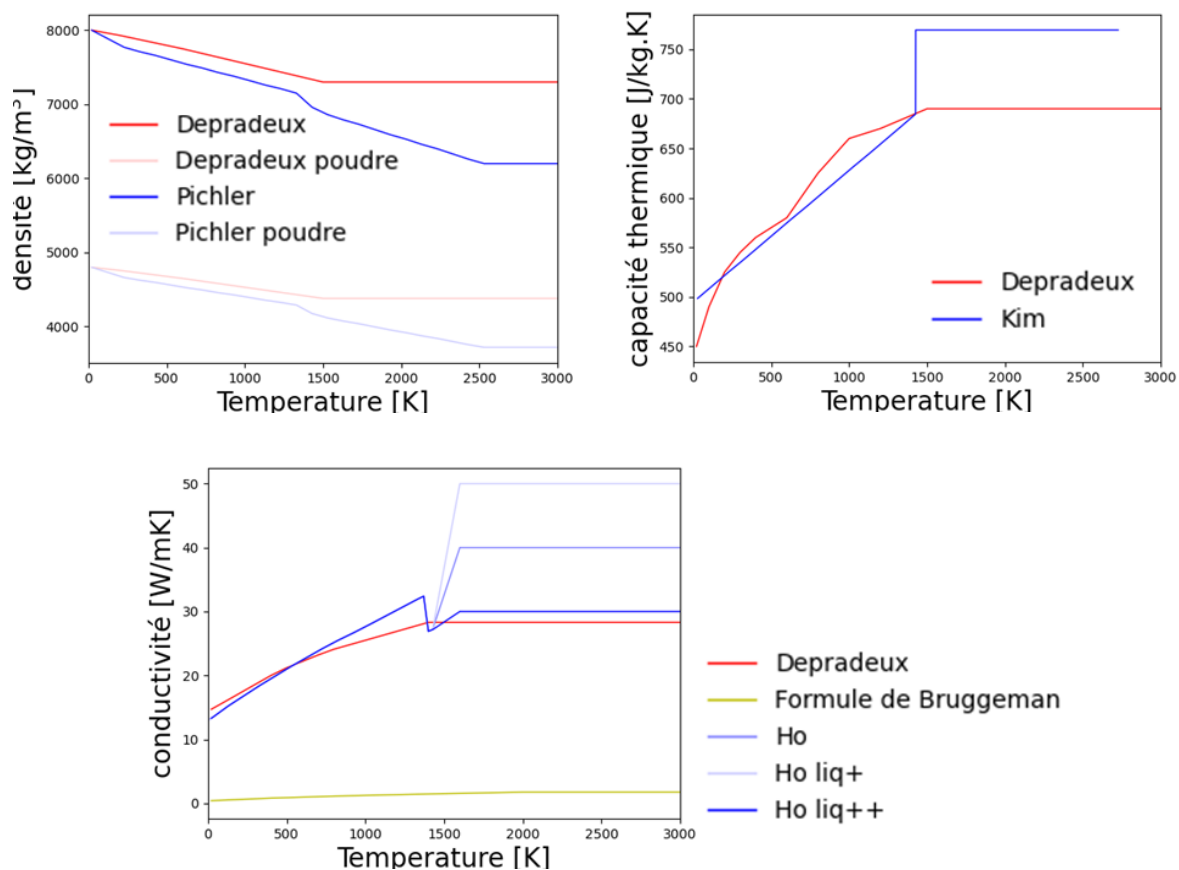


Figure 2.1 : Évolution des propriétés matérielles en fonction de la température utilisées pour la simulation numérique du procédé. (a) évolution de la densité, (b) de la capacité thermique et (c) de la conductivité thermique.

I.3. Gaz d'inertage

La zone de fabrication des cordons est dans une chambre emplie d'un gaz d'inertage afin d'éviter l'oxydation rapide du métal. Sur la machine expérimentale utilisée, c'est l'argon qui a été utilisé. Sa conductivité thermique est de 0,01772 W/mK à température ambiante, soit un peu plus faible que celle de l'air, qui est égale à 0,02514 W/mK. Ces valeurs sont environ 1000 fois plus faibles que la conductivité thermique de l'acier 316L.

Nous avons décidé de choisir pour le gaz d'inertage des caractéristiques matériaux thermo-dépendantes correspondant aux propriétés de l'air, qui sont bien connues et resteront assez proches de celles de l'argon. Nous avons retenu les valeurs de conductivité thermique de l'air fournies par Depradeux [123], qui augmentent jusqu'à 2000 K puis reste constante. Dans la suite de l'étude et par soucis de simplification, nous nommerons **air** le **gaz d'inertage**.

II – ESSAIS INSTRUMENTES

Dans cette partie, nous allons détailler le protocole expérimental permettant de réaliser des murs. La campagne d'essais a été menée au laboratoire Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux (PIMM) de l'École Nationale Supérieure des Arts et Métiers. Dans cette partie, seront décrits les objectifs de la campagne d'essais, puis la machine utilisée, ainsi que les paramètres opératoires retenus.

II.1. Objectifs de la campagne d'essais

La campagne expérimentale doit permettre d'identifier des jeux de paramètres du procédé qui permettent d'obtenir de « **bons** » **murs** et de rassembler les données nécessaires à la simulation de leur fabrication. Nous entendons par là que nous devons :

- Avoir des murs rectilignes avec des largeurs et des hauteurs constantes ;
- Limiter la quantité de défauts comme les porosités ou les particules de poudres agglomérées sur les cordons fabriqués ;
- Être représentatif d'une fabrication additive classique ;
- Réaliser des murs dont la fabrication pourra être simulée dans un temps raisonnable, afin de confronter résultats expérimentaux et numériques ;
- Avoir des informations sur les dimensions des bains de fusion formés.

Deux types de montages en murs ont été réalisés. Les premiers sont des murs classiques de 30 mm de long et constitués de 25 couches. Les deuxièmes sont des murs en escaliers (des tapis ont aussi été réalisés sur une autre machine instrumentée présentée en Annexe A). Chaque marche mesure 3 mm de long, l'objectif a été ensuite de faire le maximum de marches possible. Étant limité par la taille des substrats, nous avons réalisé des escaliers de 10 marches, donc constitués de 10 couches. Ils mesurent 30 mm de long à leur base. La longueur et le nombre de couches permet d'assurer que le régime stationnaire au niveau thermique est atteint.

II.2. Description de la machine de fabrication laser

Pour la campagne d'essais, le montage de la Figure 2.2 est utilisé. Celui-ci est composé d'un laser mobile à distribution de puissance gaussienne de diamètre focal de 60 μm et d'un racleur permettant de réaliser une mise en couche automatique et contrôlée. La poudre est récupérée dans le réservoir à gauche et est emmenée sur la partie fabrication à droite, le surplus est ensuite évacué. L'avantage de cette configuration est l'automatisation des différentes phases du procédé, permettant ainsi de réaliser rapidement des murs de grandes dimensions grâce au racleur. La mobilité du laser permet aussi de construire rapidement une nouvelle couche, même si la vitesse de fabrication élevée peut

provoquer une oxydation de la pièce. En effet l'un des inconvénients du banc à laser mobile est l'apport de gaz, celui-ci étant laminaire, parallèle au plan de fabrication. Si la vitesse du flux gazeux est trop élevée, alors la poudre a tendance à être soufflée, tandis que si elle est trop faible, des défauts (éjectas, oxydation...) apparaissent lors de la fabrication.

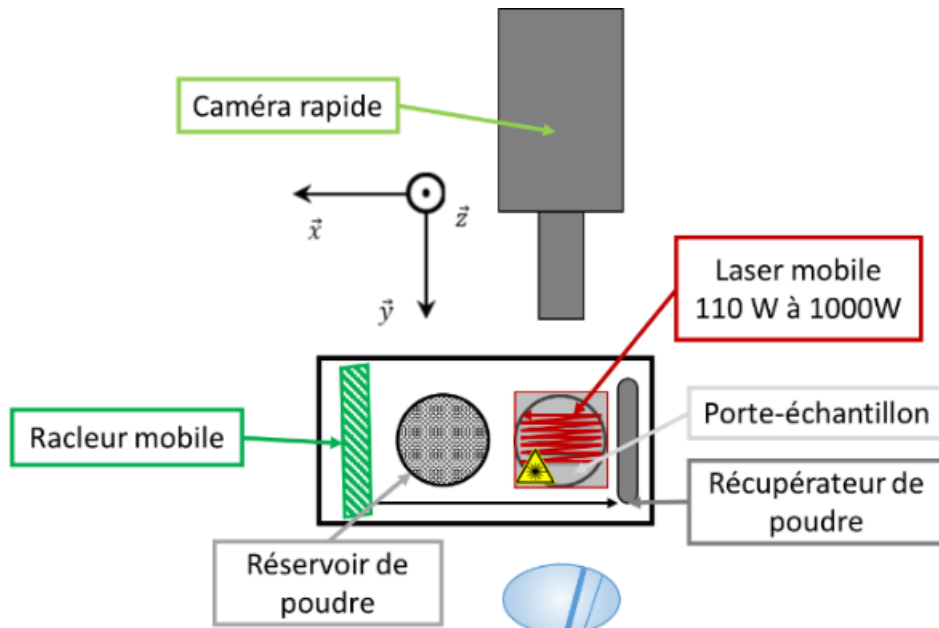


Figure 2.2 : schéma du banc de fabrication instrumenté utilisé au PIMM

II.3 Présentation des paramètres

Avant de fabriquer les différents murs, il a été nécessaire de mettre en place un plan d'expérience. Il a eu pour but de trouver les paramètres d'entrée du procédé permettant d'obtenir une morphologie de mur dépourvue de défauts. Les principaux paramètres du procédé sont présentés dans la Figure 2.3. Dans la suite de la présentation nous utiliserons les termes de directions décrits dans la Figure 2.3b.

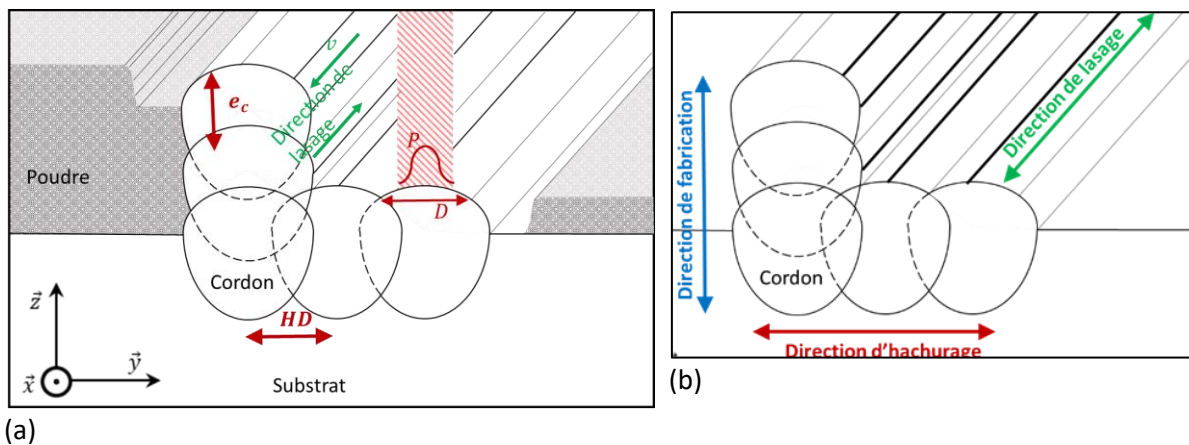


Figure 2.3 : schémas du procédé L-PBF en coupe transversale. (a) Mise en évidence des paramètres géométriques et énergétiques du procédé. (b) Présentation des directions caractéristiques du procédé.

En utilisant la machine du PIMM, certains paramètres sont fixés et d'autres modifiables. Ceux-ci sont montrés sur la Figure 2.3a :

- Paramètres fixes :
 - o le diamètre du laser de **60 μm** , et la distribution **gaussienne** du flux de la puissance du laser ;

- les substrats utilisés pour tous les essais sont des disques d'épaisseur **3 mm** et de diamètre **5 cm** ;
- le temps intercouche est supérieur à **10 s**, ce qui laisse le temps à la pièce de refroidir ;
- dans le cas des murs, la distance intercordon est supérieure à **500 μm** pour éviter tout chevauchement.
- Paramètres modifiables :
 - les paramètres énergétiques **puissance, P**, et **vitesse d'avance du laser, v**, qui déterminent l'énergie linéique apportée ;
 - **l'épaisseur de couche, e_c** , de poudre déposée pour les murs dans la direction de fabrication.

Les paramètres fixés sont représentatifs d'une fabrication sur une machine industrielle. Les paramètres modifiables vont permettre de contrôler le comportement du bain de fusion à la fois au niveau énergétique (P,v) et de la quantité de matière fondue (épaisseur de couche).

Pour étudier l'influence de l'épaisseur de couche déposée sur la qualité des murs fabriqués, une première série d'essais a été menée, au cours de laquelle plusieurs valeurs d'épaisseur de couche ont été utilisées, et pour chacune d'entre elles, quatre jeux de paramètres énergétiques différents. Les valeurs testées pour ces différents paramètres sont présentées dans le Tableau 2.2.

Tableau 2.2 : Epaisseurs de couche e_c et jeux de paramètres énergétiques utilisés lors de la première série d'essais

e_c épaisseur de couche (μm)	Jeux de paramètres (P, v) énergétiques utilisés ($W, \text{mm/s}$)
30-50-60-70-100	(110,100)-(150,100)-(200,100)-(400,200) Avec un diamètre de faisceau de 60 μm

Afin d'identifier plusieurs jeux de paramètres énergétiques permettant la fabrication de « bons » murs, une seconde série d'essais a été réalisée, en utilisant cette fois une épaisseur de couche constante. Le principe a été de fabriquer des murs en utilisant sept puissances et cinq vitesses, produisant alors trente-cinq murs différents. Les différentes valeurs de P et v testées sont présentées dans le Tableau 2.3.

Tableau 2.3 : Paramètres énergétiques, P et v, utilisés pour la recherche de jeux optimaux de paramètres énergétiques

P puissance du laser (W)	v vitesse d'avance (mm/s)
110-150-200-250-300-350-400	100-200-300-400-500

À l'issue de ces essais, des jeux de paramètres pourront être sélectionnés pour la réalisation des simulations numériques à l'aide du programme CA-FE (son algorithme est présenté en Annexe F) sur lequel sont basés nos travaux, et les murs fabriqués avec ces paramètres seront caractérisés afin de confronter résultats expérimentaux et numériques.

III – MODELE THERMIQUE ÉLÉMENTS FINIS

La première étape de la simulation CA-FE de la fabrication par le procédé L-PBF consiste à modéliser les phénomènes de transfert thermique intervenant au cours du procédé afin d'obtenir, par simulation numérique, les évolutions des températures lors du processus de fabrication. Ces calculs de simulations thermiques sont réalisés à l'aide du logiciel développé par le CEA Cast3M, basé sur la méthode des éléments finis. Le calcul thermique est ensuite chaîné à un programme en Fortran utilisant la méthode des automates cellulaires, qui simule la croissance des grains lors de la solidification. Le modèle présenté ici a été paramétré pour permettre de simuler la formation de la

structure granulaire dans des montages multicordons fabriqués en L-PBF, et a nécessité quelques enrichissements par rapport au modèle initial développé par A. Baumard. L'objectif, ici, est d'obtenir un champ thermique en fonction du temps sur une géométrie de cordon donnée.

III.1 Principe et objectifs de la simulation thermique

La modélisation CA-FE vise à prévoir les structures granulaires générées lors de la fabrication par L-PBF, caractérisées par l'orientation cristallographique et la morphologie de chaque grain formé. Il faut pour cela fournir au logiciel un certain nombre de paramètres d'entrée, rassemblés sur la Figure 2.4. La simulation par éléments finis doit fournir l'une des données d'entrée nécessaires à la simulation par automates cellulaires, les évolutions des champs de températures et des états au cours du procédé. Parmi ces données d'entrée, les paramètres matériaux seront modifiés uniquement pour observer leur influence sur les résultats des calculs thermiques. En revanche, les paramètres énergétiques et géométriques, (P, v, e_c) dans notre cas, seront aussi modifiés en fonction des valeurs utilisées lors de la campagne expérimentale en vue de comparer les résultats des simulations avec les résultats expérimentaux obtenus avec les différents paramètres.

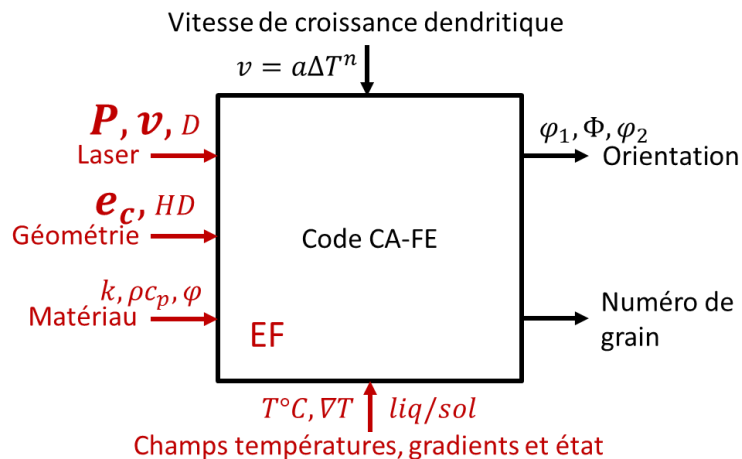


Figure 2.4 : Schéma décrivant les données d'entrée nécessaires au fonctionnement du code CA-FE et les données en sortie. Les paramètres d'entrée et sortie du code EF sont marqués en rouge.

III.2 Transfert de chaleur

Le problème thermique en éléments finis consiste à résoudre l'équation de la chaleur à chaque instant et dans tout le système substrat-pièce-poudre. Dans le cas de la simulation thermique du procédé L-PBF, il faut tenir compte du fait que plusieurs états de la matière coexistent, et que ces états peuvent changer au cours des étapes du procédé. Certains des changements d'état sont directement gouvernés par la température.

Les principaux facteurs agissant sur le transfert de chaleur au cours du procédé sont représentés dans la Figure 2.5, qui montre :

- la conduction de la chaleur dans et entre les différentes phases ;
- la convection à l'interface solide/air et poudre/air ;
- le rayonnement depuis ces mêmes surfaces ;
- la source de chaleur dans la partie pièce.

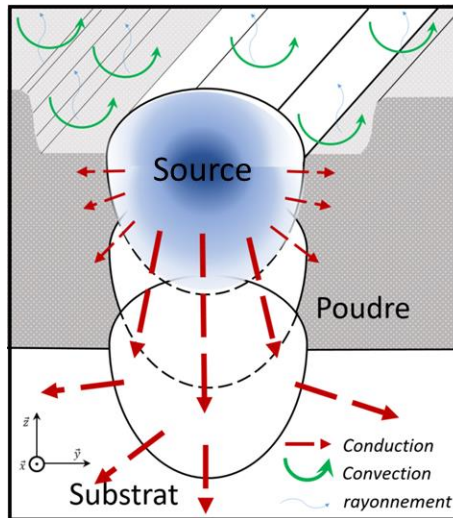


Figure 2.5 : Schéma décrivant les phénomènes de diffusion de chaleur dans le système : une grande partie est pompée dans le substrat par conduction mais aussi dans la poudre et par mouvement de convection de l'air sur le bord supérieur du système.

Le calcul thermique est réalisé grâce au logiciel Cas3M avec la procédure PASAPAS [127] qui permet de résoudre des problèmes non linéaires de manière incrémentale en thermique et mécanique. L'équation de la chaleur est tout d'abord discrétisée spatialement par la méthode de Galerkin pour obtenir une équation différentielle matricielle. L'équation est ensuite discrétisée temporellement avec la thêta-méthode comme le montrent les Équation 2.1 et Équation 2.2.

$$[C]\{\dot{T}\} + [K]\{T\} = \{F\} \quad \text{Équation 2.1}$$

$$\frac{1}{\Delta t} [C]^* (\{T\}^{n+1} - \{T\}^n) + [K]^* (\theta \{T\}^{n+1} + (1 - \theta) \{T\}^n) = \{F\}^* \quad \text{Équation 2.2}$$

Avec $[C] = f(\rho c_p)$ et $[K] = f(k)$ les matrices de capacité calorifique et de conductivité thermique et $\{F\}$ le vecteur des blocages associés aux conditions aux limites de température et flux imposés. $\{T\}^n$ est le vecteur de température au pas de temps n , Δt le pas de temps et θ le coefficient de relaxation (pris ici égal à 1). Les termes accompagnés d'une étoile ont été calculés à $\{T\}^* = \theta \{T\}^{n+1} + (1 - \theta) \{T\}^n$ et $t^* = \theta t^{n+1} + (1 - \theta) t^n$. L'Équation 2.2 est non linéaire et la recherche de $\{T\}^{n+1}$ implique la résolution par un processus itératif. Le changement d'état ne perturbe pas la résolution car les fonctions des paramètres matériaux sont continues lors des changements d'états, notamment à la fusion et à la solidification. Il n'y a aussi pas de changement de l'état poudre vers l'état solide directement. Ainsi, aucune reconstruction matricielle n'est nécessaire.

III.3. Modélisation de l'apport de chaleur

Dans le cas du procédé L-PBF, nous considérons que l'énergie du laser pénètre dans la poudre ou le bain suffisamment pour chauffer la surface du substrat et la poudre [44], et former ensuite un bain liquide au sein duquel la puissance est distribuée. L'apport de chaleur fourni par le laser est modélisé par une distribution volumique de puissance répartie dans le volume du bain de fusion, basée sur un modèle de source classique pour le soudage appelé modèle de Goldak [50]. Ce modèle a dû être adapté à la configuration à simuler, présentant une épaisseur de couche de poudre en plus du substrat ou du cordon sous-jacents, en utilisant une double source Goldak, comme le montre l'Équation 2.3. L'une des sources chauffe alors le substrat et l'autre la poudre (ou la partie supérieure du cordon). La source Goldak est constituée d'une répartition volumique de puissance suivant une distribution gaussienne qui diminue depuis le centre vers la frontière de deux demi-ellipsoïdes caractérisant la

largeur de la distribution (Équation 2.3). La formule du terme de source f qui intervient dans l'équation de la chaleur est alors la suivante :

$$f_{ij} = \frac{3\sqrt{3}Qm_{ij}}{ab_jc_i\pi\sqrt{\pi}} e^{-3\left(\frac{(y-y_0)^2}{a^2} + \frac{(x-vt-x_0)^2}{c_i^2} + \frac{(z-z_0)^2}{b_j^2}\right)} \quad \text{Équation 2.3}$$

avec $i = f$ pour « front » si nous considérons la distribution à l'avant de la source, $i = r$ pour « rear » pour celle à l'arrière et $j = u$ ou $j = b$ pour respectivement « up » et « bottom », les parties supérieures et inférieures de la distribution de puissance. Le terme Q représente la puissance totale (W) transférée à la pièce par le laser, et est liée à la puissance P du laser par la relation $Q = \eta P$, avec η le rendement. a , b et c représentent respectivement la largeur, la profondeur/hauteur et les longueurs de la distribution volumique (à $1/e^2$ car la distribution est gaussienne) (μm). Enfin, les termes m_{ij} représentent les « poids » relatifs de chaque ellipsoïde tels que $\sum m_{ij} = 1$ et ainsi $f = \sum f_{ij}$.

Les paramètres de la source que nous devons ajuster pour chaque condition de fabrication seront α , b_j , c_j et η .

III.4. Conditions aux limites

Les différentes conditions aux limites sont présentées sur la Figure 2.6.

Des conditions aux limites de Neumann sous forme d'un flux imposé ont été fixées au niveau de la surface de poudre en contact avec l'air (rouge sur la figure). Ce terme vaut $q_{imp} = h_{eq}(T_\infty - T)$. Le rayonnement est pris en compte en utilisant un coefficient de convection équivalent h_{eq} , qui a été fixé à $10 \text{ W/m}^2\text{K}$ et qui est assez faible pour un tel procédé.

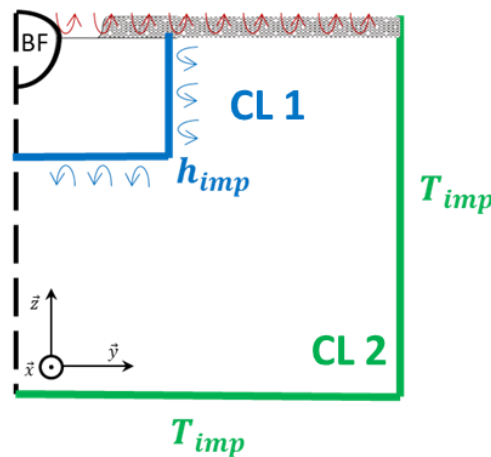


Figure 2.6 : Conditions aux limites utilisées : en bleu, convection imposée sur des surfaces proches du cordon, permet de réduire la taille du maillage ; en vert, température imposée sur des surfaces distantes de 3 mm du cordon, longueur correspondant à l'épaisseur du substrat posé sur le support massif. En noir, le plan de symétrie où est donc imposée une condition adiabatique.

Deux types de conditions aux limites ont été comparées pour modéliser les échanges au niveau des surfaces inférieure et latérale des zones maillées, et rappelées ici et dans la Figure 2.6 :

- La première en **bleu**, nommée **CL1**, est une condition aux limites de type **flux imposé**. Elle est appliquée sur les surfaces inférieure et latérale de la zone maillée, plus petite ici, en contact avec le reste du substrat, avec un coefficient d'échange équivalent élevé, de $1000 \text{ W/m}^2\text{K}$. L'avantage de cette modélisation, qui a été utilisée par A. Baumard durant sa thèse, est qu'elle réduit fortement les temps de calcul en limitant le nombre d'éléments et de nœuds du

maillage. En revanche, cela nécessite alors de calibrer le coefficient d'échange équivalent, pour que le flux thermique à travers les surfaces d'échange soit représentatif des transferts par conduction à travers le reste du substrat.

- La deuxième en vert, nommée **CL2**, est une condition de **température imposée**, de Dirichlet, aux bords du maillage. Dans cette configuration, l'épaisseur totale, de 3 mm, du substrat, est maillée, et nous supposons que le porte échantillon métallique, de volume important, permet d'évacuer la chaleur reçue par le substrat, et reste donc à 20°C. Une température de 20°C est alors imposée sur toute la surface inférieure de la zone maillée.

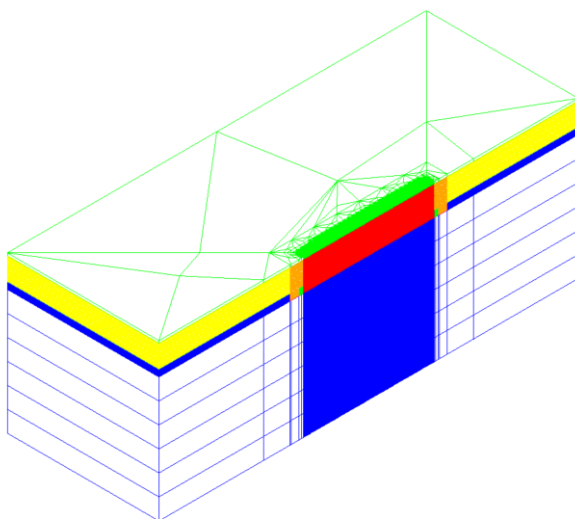
III.5. Maillage éléments finis

Selon la condition aux limites retenue, différents volumes du substrat sont maillés, avec leurs couches de poudre :

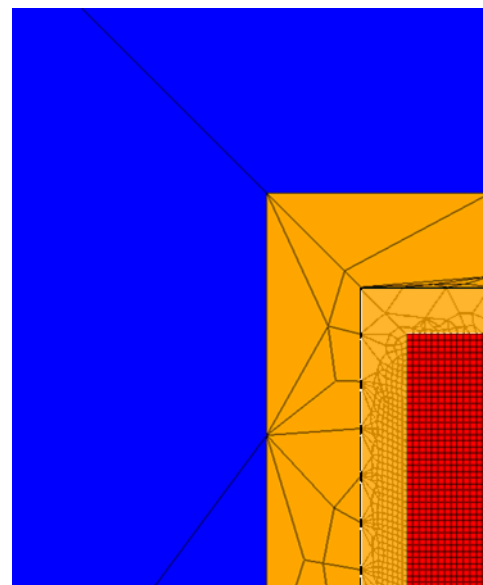
- De $0,25 \times 0,57 \times 4 \text{ mm}^3$ pour la condition aux limites CL1 ;
- De $3 \times 3 \times 10 \text{ mm}^3$ pour la condition aux limites CL2.

Le maillage utilisé pour un mur de 10 cordons, avec la deuxième condition aux limites, pour laquelle l'épaisseur totale du substrat, de 3 mm, est prise en compte, est illustré sur les Figure 2.7a et b. Les éléments finis sont tétraédriques à huit nœuds et hexaédriques à six nœuds de Gauss. Nous y observons différentes zones :

- En rouge, une zone de mailles fines et d'éléments uniquement cubiques d'arêtes de $10 \mu\text{m}$, dans laquelle **se forment les cordons**. Elle est constituée initialement, dans sa partie inférieure de substrat, et dans sa partie supérieure de poudre ;
- En bleu, la partie du **substrat plus éloignée des cordons**, maillée avec des éléments parallélépipédiques plus grossiers ;
- En orange, une **zone de transition** de taille des éléments ;
- En jaune, une zone correspondant à **la poudre**, décomposée en plusieurs couches d'épaisseur $50 \mu\text{m}$ activées successivement ;
- En vert au-dessus du maillage, une zone représentant une **couche d'air** de l'épaisseur d'un élément ($10 \mu\text{m}$). Dans cette couche de « sécurité », la température est calculée mais aucun grain ne sera formé durant l'étape suivante de simulation AC.



(a)



(b)

Figure 2.7 : (a) maillage éléments finis de la zone modélisée pour la simulation thermique de la fabrication d'un mur de 10 cordons ; en bleu le substrat, en jaune la poudre et en vert une couche d'air. Les zones vertes, oranges et rouges sont les zones raffinées où les cordons sont fabriqués, (b) zoom sur la partie raffinée.

III.6. Définition des états et des règles de transition

Dans le calcul thermique, chaque élément a un état attribué. Ces états sont définis en fonction de la physique du procédé et des propriétés de l'acier 316L. Ils sont au nombre de quatre :

- le **substrat** , correspondant à la partie maillée de la tôle en 316L sur laquelle sont fabriquées les pièces ;
- la **poudre**, considérée comme un milieu continu ayant une certaine porosité qui modifie sa diffusivité thermique ;
- la **pièce**, correspondant au mur formé à partir d'une partie de la poudre qui a fondu puis s'est solidifiée ;
- l'**air**, correspondant soit à la zone de dénudation, soit au milieu gazeux situé au-dessus des couches de poudre.

Notons que les états « substrat » et « pièce », qui correspondent tous deux au solide dense, possèdent les mêmes propriétés thermiques. Nous pouvons remarquer que l'état liquide n'est pas cité, car le liquide est considéré comme un état solide dense (substrat ou pièce consolidée) dont la température a dépassé la température de liquidus, et dont les propriétés thermiques sont alors adaptées.

Les transitions entre les différents états durant les simulations thermiques correspondent au chemin suivi par la matière lors du procédé L-PBF. Les éléments poudres qui sont chauffés et dépassent la température de liquidus passent à l'état pièce. Certains éléments poudre deviennent air s'ils sont dans la zone de dénudation. Enfin, les éléments airs deviennent poudre au moment de la remise en couche. Les changements d'états EF sont représentés sur la Figure 2.8.

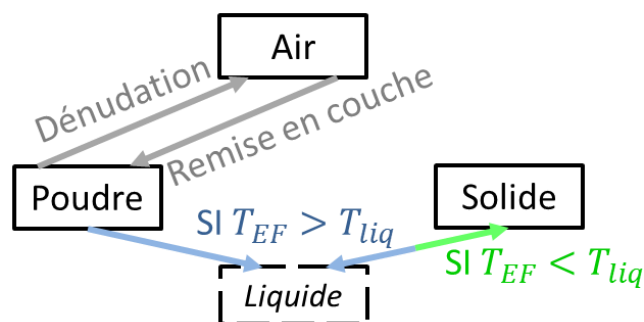


Figure 2.8 : carte des états des éléments et règles de transitions.

III.7. Étapes de simulation du procédé

La simulation du procédé doit prédire la génération du cordon, c'est-à-dire la transformation de la poudre en solide dense, et surtout les champs de températures. Pour la partie génération du cordon, nous avons proposé un modèle simple qui nous a permis de donner une géométrie au cordon à partir du champ thermique.

Comme il a été précisé précédemment, le modèle thermique prend en compte les apports et suppressions de matière au cours du procédé, et les changements d'état de la poudre. Dans cette étude, le modèle se situe à l'échelle mésoscopique, et le lit de poudre est pris en compte comme un milieu continu. Nous considérons plusieurs phases dans le calcul (Figure 2.9):

- **Allumage** de la source : la source volumique s'allume instantanément et se met à avancer ;
- **État stationnaire** : le bain fondu prend sa forme stationnaire, allongée et étroite. La poudre à l'arrière de la source devient de l'air de part et d'autre du cordon dans la zone de dénudation, ce qui modifie les mécanismes de transfert de chaleur ;
- **Coupe** et **refroidissement** de la pièce pendant 1 s ;
- Mise en place d'une **nouvelle couche** et **rallumage** de la source.

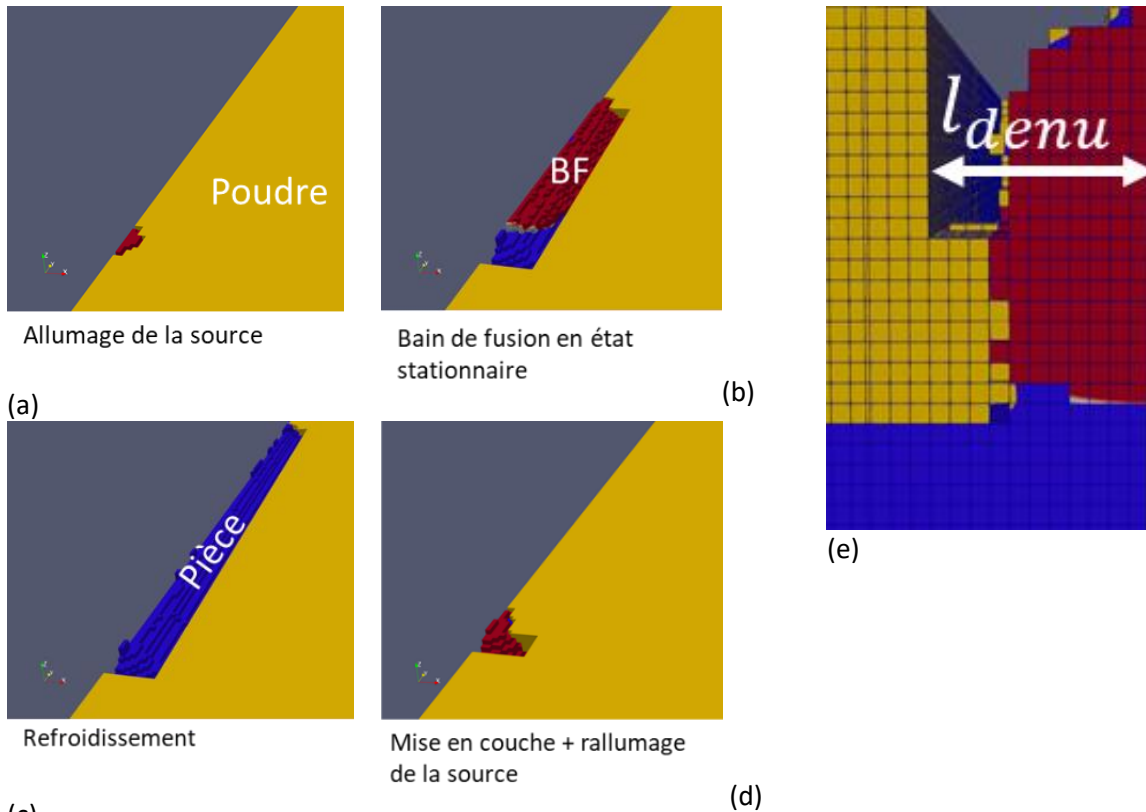


Figure 2.9 : étapes du procédé modélisées pour la simulation thermique. (a) allumage de la source en rouge dans un lit de poudre jaune. (b) la source se déplace pour former un bain de fusion stationnaire, partie solidifiée en bleu, jusqu'à ce que le cordon soit déposé (c). (d) remise d'une couche de poudre et nouveau cordon. (e) la zone de dénudation apparaît dès la fusion de la poudre dans le cordon.

À l'issue de la simulation du procédé L-PBF avec le code éléments finis Cast3M, nous obtenons les **champs de températures et d'états à chaque pas de temps**. Ceux-ci ont été calculés pour différents paramètres matériaux et paramètres procédés, de manière à évaluer l'influence de ces différents paramètres sur les champs de température obtenus.

IV. AUTOMATES CELLULAIRES

Pour simuler la croissance des grains lors du procédé L-PBF, nous utilisons des objets numériques appelés **Automates Cellulaires**. Ces objets sont représentés par un quadrillage de l'espace en cellules cubiques auxquelles sont attribués des caractéristiques et des états. De plus, des règles de passage d'un état à l'autre sont imposées, basées sur les lois de la physique. Dans notre cas, elles sont basées sur les lois de la solidification comme le montre la Figure 2.10. Ces cellules présentent alors la particularité de communiquer entre elles selon des règles dépendant de leur niveau de voisinage [128] [129]. La zone d'intérêt retenue pour la simulation de la formation des structures de grains est plus réduite que la zone maillée pour le calcul EF. Les cellules étant également généralement de plus petite taille que les mailles du calcul thermique, les températures calculées aux nœuds du maillage EF sont interpolées au centre des cellules de l'automate. Nous allons détailler dans cette partie les particularités du modèle AC du programme CA-FE.

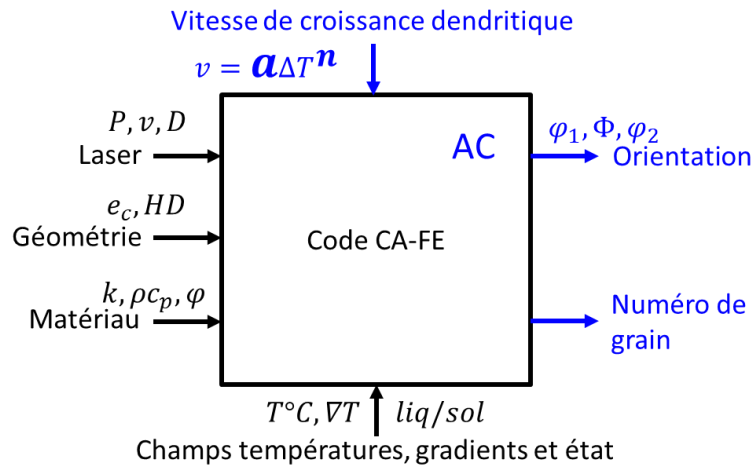


Figure 2.10 : Schéma des paramètres de fonctionnement du code CA-FE. Les paramètres d'entrée et sortie du code AC sont marqués en bleu et gras.

IV.1 États des cellules

Les états attribués aux cellules ne sont pas parfaitement identiques à ceux attribués aux éléments lors de la simulation thermique. Les différents états du calcul AC sont au nombre de cinq :

- **Solide** : la cellule appartient à un grain et possède donc son orientation cristallographique, et ne croît plus ;
- **Liquide** : la cellule a une température supérieure à la température de liquidus ou est en surfusion. Cette surfusion dépend alors de la loi de croissance et la cellule n'a pas encore d'orientation cristallographique ;
- **Air** : cet état est défini en fonction des états donnés par le calcul EF ;
- **Poudre** : le milieu poudre est continu et des orientations cristallographiques sont données aux cellules ;
- **Pâteux** : la cellule fait partie de l'enveloppe d'un grain en cours de croissance, et possède donc son orientation cristallographique.

IV.2. Règles de transitions entre états

Le cœur du programme AC s'appuie sur le tableau des règles de transition entre les états. La formation de la structure granulaire lors de la solidification se traduit par le passage de l'état liquide à l'état pâteux puis solide des cellules, par germination ou capture par une cellule voisine. Le schéma de la Figure 2.11 résume les différentes règles de transitions entre les cinq états de la matière d'une cellule. Ces règles données ci-dessous sont basées sur la physique de la solidification :

- une cellule devient liquide si sa température dépasse la température de liquidus ;
- une cellule passe de poudre à air selon les règles de la dénudation et de air à poudre en fonction de la mise en couche, comme l'a calculé le code EF ;
- une cellule liquide devient pâteuse si sa température est inférieure à la température de liquidus et si elle a été **capturée** ou a **germé** ;
- une cellule solide ou poudre devient pâteuse si sa température est comprise entre les températures de solidus et de liquidus ;
- une cellule pâteuse devient solide lorsqu'elle ne peut plus croître.

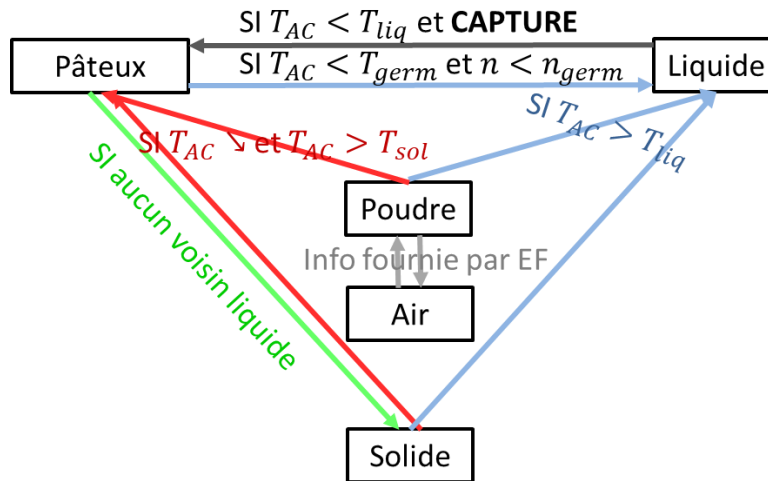


Figure 2.11 : carte des états des cellules et règles de transitions.

IV.3. Initialisation des orientations cristallines des cellules

En plus de données sur les états et la température, les cellules possèdent, selon leur état, des informations sur leur **orientation cristalline** et le numéro de grain auquel elles appartiennent. L'orientation cristalline est caractérisée par la valeur des **trois angles d'Euler** ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) du grain. Il est ainsi nécessaire de créer une structure de grain initiale dans le substrat. Un grain est composé de plusieurs cellules comme cela a été défini par Gandin dans un calcul 3D [108].

La stratégie retenue est de créer un diagramme de **Voronoi** en 3D avec, comme taille caractéristique, la taille moyenne des grains dans le substrat. Chaque cellule de Voronoï correspond à un grain. La Figure 2.12 montre la partition de Voronoï obtenue. Ensuite le programme calcule la position de chaque automate cellulaire par rapport aux centres des grains/cellules de Voronoï, et leur attribue l'orientation cristalline du grain dont le centre est le plus proche.

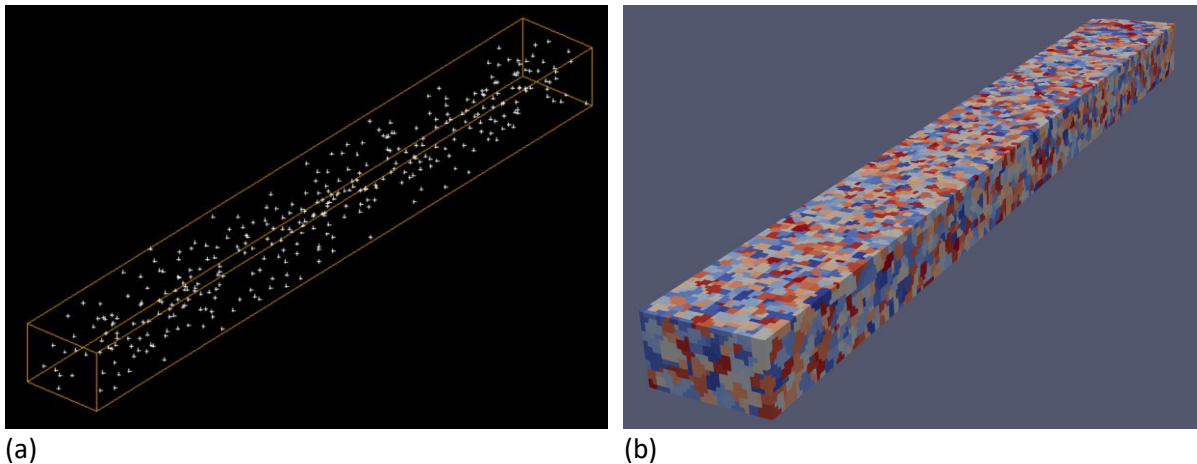


Figure 2.12 : partition de Voronoï dans le programme CA-FE. (a) Répartition des centres des grains générés par le code. (b) Modélisation de la structure de grains, représentés par des cellules de Voronoï dont la taille moyenne est de 25 µm.

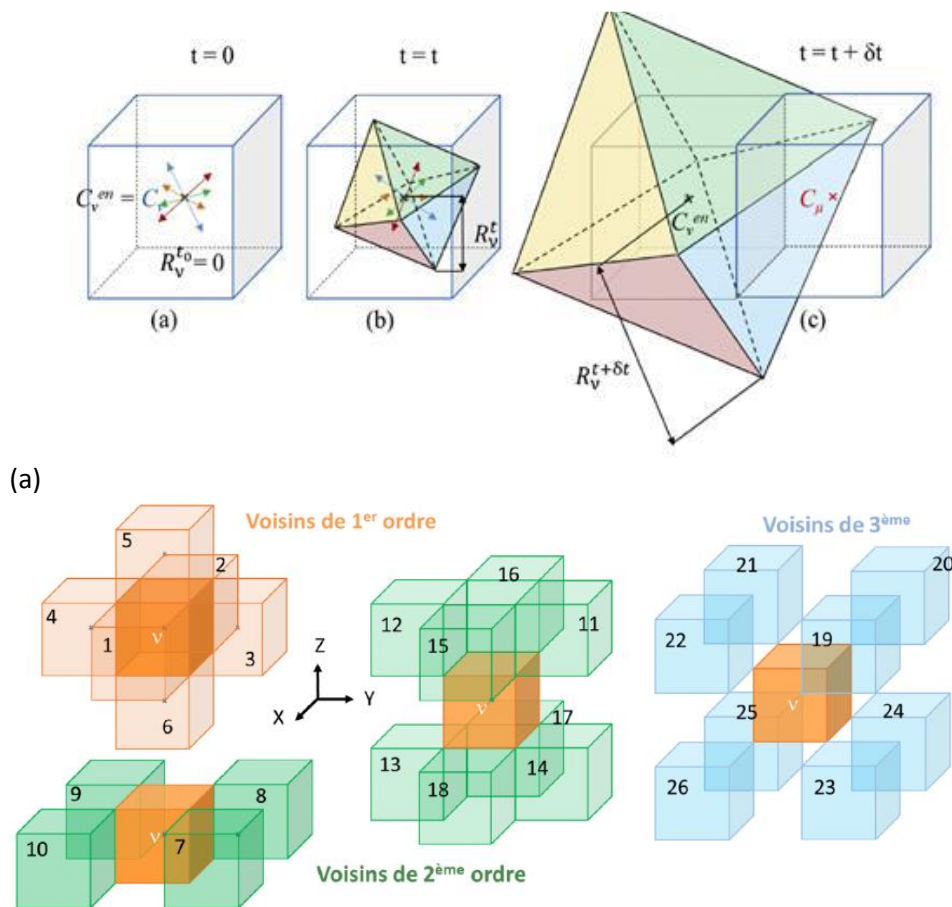
IV.4. Croissance des grains en AC

La capture d'une cellule liquide par une voisine est la règle principale du programme Automate Cellulaire, car elle représente la croissance d'un grain (les règles mathématiques exprimant la capture sont présentées en Annexe H). Chaque cellule solide ou pâteuse possède des informations sur l'enveloppe externe du grain auquel elle appartient, comme le montre la Figure 2.13a. **Chaque**

enveloppe est octaédrique, et le centre de celle-ci peut se situer en dehors de la cellule. Le choix s'est porté sur une forme octaédrique pour modéliser l'enveloppe des grains, car c'est celle qui s'apparente le plus à celle des cristaux de structure cristalline CFC croissant de manière dendritique. Les sommets de l'octaèdre sont orientés selon les directions cristallographiques de la maille cubique $\langle 100 \rangle$, directions de croissance privilégiées, et l'enveloppe est donc orientée selon les angles d'Euler. Numériquement, la croissance se traduit par la capture d'une cellule liquide par l'enveloppe d'une cellule voisine, dépendant de l'orientation de cette enveloppe et de sa vitesse de croissance. Il y a trois ordres de voisinage montrés sur la Figure 2.13b pour chaque cellule :

- voisins du **premier ordre**, pour deux cellules ayant une **face commune** ;
- voisins du **second ordre**, pour deux cellules ayant une **arête commune** ;
- voisins du **troisième ordre**, pour deux cellules ayant un **sommet commun** ;

Une cellule est capturée si son centre se situe dans l'enveloppe de la cellule capturante.



(b) *Figure 2.13 : (a) schéma illustrant la croissance de l'enveloppe d'un grain ayant germé dans une cellule et la capture d'une cellule voisine. (b) différents types de voisinage entre cellules.*

Le programme calcule l'incrément de rayon de l'enveloppe à chaque pas de temps donc de manière explicite. Celui-ci vaut $\delta R = v(\Delta T)\delta t$ avec δt le pas de temps AC, dont le calcul est décrit dans le paragraphe suivant, et $v(\Delta T)$ la vitesse calculée à l'aide de la loi de croissance fournie dans le paragraphe IV.7. La surfusion ΔT prise en compte correspond à la différence entre la température de liquidus et la température au centre de la cellule à laquelle appartient le sommet de l'enveloppe octaédrique. D'autres méthodes existent en considérant des voisinages différents et des types de croissance différent, celle-ci est adaptée au 316L

IV.5. Calculs des pas de temps en automates cellulaires

Au cours du calcul Automates Cellulaires, le pas de temps n'est pas constant. En effet, celui-ci est calculé en fonction des événements susceptibles d'intervenir au cours du pas de temps EF δt_{EF} . Ce sont les changements d'états qui pilotent la longueur du pas de temps AC. Voici les trois conditions de passage à un nouveau temps AC :

- **Passage à l'état pâteux** d'une cellule liquide : le front de solidification avance et peut dépasser une cellule liquide qui devient alors pâteuse. Nous pouvons alors calculer une première limite de pas de temps correspondant à cet événement selon l'expression $\delta t_1 = l_{AC}/v_{max}$, rapport de l_{AC} la longueur d'une cellule sur v_{max} la vitesse de croissance dendritique maximale atteinte par les cellules capables de croître. Cette mesure est obligatoire car les incréments de rayon sont calculés en explicite ;
- **Passage à l'état liquide** d'une cellule : le bain de fusion avance aussi et il transforme en liquide une cellule dont la température dépasse le liquidus. Nous définissons alors une seconde limite de pas de temps $\delta t_2 = \Delta t_{EF} \frac{T_{Liq} - (T_{EF}^i)_v}{(T_{EF}^f)_v - (T_{EF}^i)_v} - t_{AC}^i$ correspondant au temps minimal pour que la température d'une cellule devienne supérieure à la température de liquidus avec i le début du pas de temps des éléments finis et f la fin ;
- **Passage à un nouveau pas de temps EF** : à la fin d'un pas de temps EF, les états de certains éléments se mettent à jour. Une troisième limitation du pas de temps est alors calculée $\delta t_3 = \Delta t_{EF} - t_{AC}^i$ le temps restant avant la fin du pas de temps des éléments finis.

Enfin le pas de temps AC choisi est $\delta t = \min(\delta t_1, \delta t_2, \delta t_3)$. Lors du calcul, les deux premiers pas de temps dominant de manière égale, le troisième concernant plutôt les phases d'allumage, de coupure de la source et lors des phases intercouches.

IV.6. Interpolation des températures

Les lois déterminant les états et caractéristiques des cellules et les changements d'état sont principalement gouvernées par les températures. Une fois les températures calculées grâce à la simulation EF avec le code Cast3M, des fichiers de sortie sont créés pour chaque pas de temps, fournissant les coordonnées des nœuds et leur élément associé, la température à chaque nœud du maillage, et l'état de chaque élément. Ces fichiers servent ainsi de données d'entrée au programme Fortran de calcul de microstructure par Automates Cellulaires.

La taille des mailles du calcul EF étant supérieure à celle des cellules AC, la température T_{AC} au centre des cellules est interpolée à partir de celles calculées aux huit nœuds des mailles EF, T_{EF} . D'autre part, le pas de temps du calcul AC δt_{AC} est plus petit que celui du calcul EF δt_{EF} , et les températures doivent donc être interpolées à chaque « micro » pas de temps AC, à partir de celles calculées aux pas de temps EF. Une interpolation linéaire est utilisée dans les deux cas (Équation 2.4 et Équation 2.5).

$$T_{AC}(t_{EF} + \delta t_{AC}) = T_{AC}(t_{EF}) + \frac{\delta t_{EF}}{\delta t_{AC}} (T_{AC}(t_{EF} + \delta t_{EF}) - T_{AC}(t_{EF})) \quad \text{Équation 2.4}$$

$$T_{AC}(t_{EF}) = \sum_{n=1}^8 \frac{1}{8} (1 \pm x)(1 \pm y)(1 \pm z) T_{EF}(n, t_{EF}) \quad \text{Équation 2.5}$$

Avec x , y et z les coordonnées locales de la cellule dans l'élément fini qui la contient.

IV.7. Vitesse de croissance dendritique

Dans sa thèse, A. Baumard [1] a identifié une loi de croissance dendritique pour le 316L en prenant un modèle KGT du type $v = \alpha(\Delta T)^n$ avec v la vitesse de croissance (m/s) et ΔT la surfusion. Les valeurs des paramètres de cette loi ont été fixés à $\alpha = 10^{-8}$ et $n = 4,8$.

Afin d'identifier une loi de croissance adaptée à la composition et aux caractéristiques de solidification du matériau 316L utilisé dans cette étude, un programme Python a été développé permettant d'obtenir des valeurs de nombre de Peclet solutal en fonction de la vitesse de croissance $Pe_c = f(v)$ (Figure 2.14), comme l'ont fait Kurz, Giovanola et Trivedi (KGT) [84] dans leur article, en choisissant de prendre des coefficients de partition à l'équilibre k et de diffusion D (m^2/s) constants. Le nombre de Peclet solutal Pe_c permet en effet de déterminer la surfusion constitutionnelle, principal terme intervenant dans le calcul de ΔT (cf Chapitre 1 partie IV).

Les calculs ont été réalisés pour différentes valeurs de gradients thermiques (G_{th}), ce qui permet de voir que G_{th} a peu d'influence pour les vitesses élevées comme c'est le cas dans le procédé L-PBF, contrairement à ce qui se produit pour les vitesses faibles. Nous voyons qu'en changeant le gradient de température (de 0 à 10^7 K/m), les valeurs de Pe_c obtenues pour des vitesses comprises entre 2 m/s et 0,009 m/s restent inchangées. Le domaine de vitesses de croissance observées dans notre cas avec le procédé L-PBF étant compris entre 0,08 et 0,4 m/s, le gradient thermique aura donc peu d'influence.

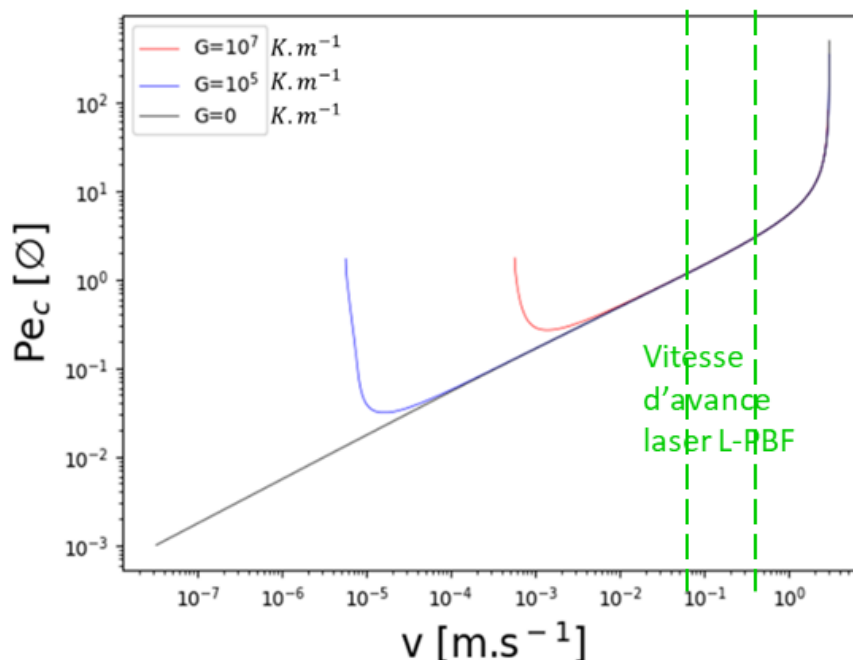
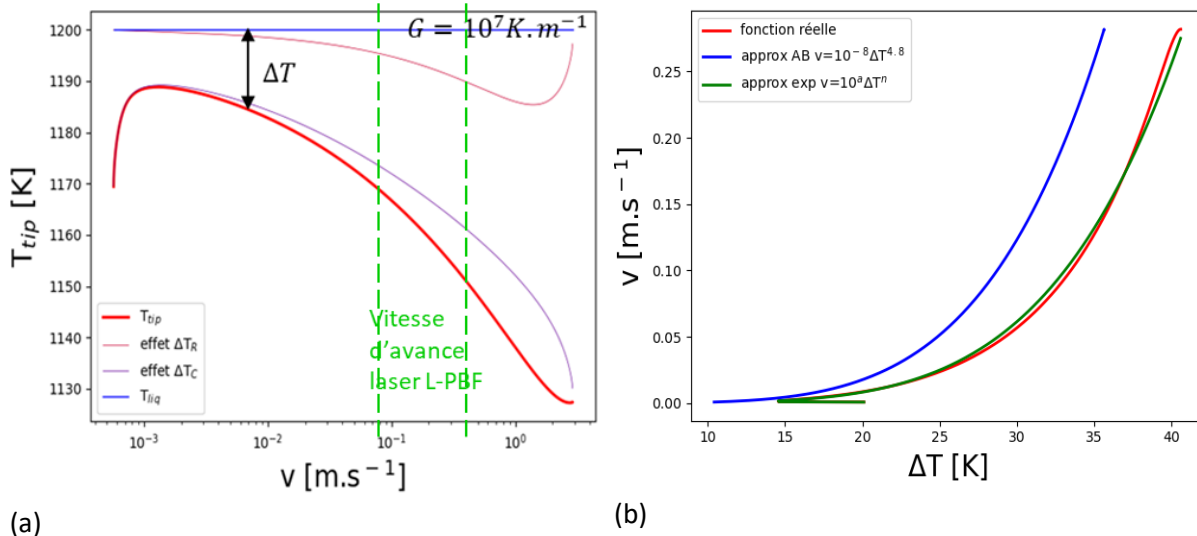


Figure 2.14 : évolution du nombre de Peclet solutal en fonction de la vitesse de croissance et du gradient thermique.

Nous pouvons donc déterminer à partir de ces résultats l'évolution de la température au niveau du front de solidification T_{tip} en fonction de la vitesse de croissance, qui dépend de la température de liquidus du matériau T_{liq} , et des **surfusions constitutionnelle** ΔT_c et de **courbure** ΔT_R (Figure 2.15a). Nous pouvons alors en déduire l'évolution de la vitesse de croissance en fonction de la surfusion totale, représentée sur la Figure 2.15b.



(a) *Figure 2.15 : (a) évolution de la température du liquide au front de solidification en fonction de la vitesse de croissance avec les contributions des surfusions de courbure et de composition. (b) Évolution de la vitesse de croissance en fonction de la surfusion totale (courbe rouge), qui est ensuite approximée par une fonction puissance (en vert) et comparée à l'approximation d'A. Baumard (en bleu).*

Pour modéliser cette évolution, il a été choisi, comme l'avait fait A. Baumard [1], d'utiliser une loi du type puissance $v = a\Delta T^n$. Nous obtenons ainsi dans notre cas une fonction $v[m.s^{-1}] = 10^{-8,53}\Delta T^{4,95}$ qui approxime très bien les résultats obtenus. Ce résultat est proche de celui d'Anaïs Baumard $v = 10^{-8}\Delta T^{4,8}$, dont la courbe est également représentée sur la Figure 2.15b.

Le modèle de croissance retenu est un modèle simplifié dont les paramètres ont été identifiés en considérant un alliage « pseudo-binaire » [130], c'est-à-dire que les paramètres matériaux entrant dans les équations sont des valeurs moyennes prenant en compte l'influence globale des principaux éléments d'addition. Il existe des modèles plus complexes et plus précis prenant en compte notamment les variations de coefficient de diffusion et de partition en fonction de la température et de la vitesse de croissance. Dans le cas de matériaux multi composants comme l'acier 316L, il est aussi possible de prendre en compte les matrices d'inter diffusion et les pentes de liquidus de chaque élément. Une loi adaptée à un matériau ternaire est présentée en Annexe I.

IV.8. Germination

Pour simuler le phénomène de germination, des **lois probabilistes** et empiriques ont été proposées. Les paramètres des lois de germination peuvent être déterminés à partir de l'analyse des caractéristiques des inoculants ajoutés à l'alliage, où des particules solides présentes dans la phase liquide. Ils sont toutefois très souvent calibrés à partir de résultats expérimentaux, notamment à partir des tailles de grains mesurées. Ce type de modèle a été employé pour simuler, en utilisant la méthode des automates cellulaires, la transition colonnaire/équiaxe dans un alliage Al-7%Si [103]. Ils ont aussi été utilisés pour la simulation par automates cellulaires des structures de grain formées en fonderie d'alliages Al-Si [128] et Al-Cu [131], ou du TA6V [132].

Le phénomène de germination peut être modélisé par des lois décrivant par exemple l'augmentation du nombre de germes formés en fonction du degré de surfusion à partir d'une distribution gaussienne (Équation 2.6) [133] [128] :

$$\frac{dn}{d(\Delta T)} = \frac{n_{max}}{\sqrt{2\pi}\Delta T_\sigma} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\Delta T - \Delta T_{moy}}{\Delta T_\sigma}\right)^2} \quad \text{Équation 2.6}$$

avec ΔT_{moy} et ΔT_{σ} les paramètres (moyenne et écart-type) de la distribution de surfusion de germination, n et n_{max} respectivement la densité de germes et sa valeur maximale.

Pour adapter ce type de modèle aux milieux discrétisés, Carozzani a proposé, dans le cas d'une modélisation par automates cellulaires, de définir, à partir du tirage aléatoire de deux nombres, une surfusion de germination pour chaque cellule, au-dessus de laquelle un germe sera formé dans la cellule [108] [134]. La **surfusion de germination** (Équation 2.7) est ainsi calculée dans chaque cellule à partir des valeurs moyennes et de l'écart type de la distribution gaussienne ΔT_{moy} et ΔT_{σ} :

$$\Delta T_{germ} = \Delta T_{moy} + \sqrt{-2 \ln(a_1)} \cos(2\pi a_2) \Delta T_{\sigma} \quad \text{Équation 2.7}$$

avec a_1 et a_2 deux nombres aléatoires dans un intervalles $[0; 1]$.

Ainsi, si la surfusion calculée dans la cellule, ΔT , est supérieure à la surfusion de germination de la cellule ΔT_{germ} , alors le site peut germer, le nombre total de germes ne pouvant dépasser une valeur maximale n_{max} .

V – CARACTERISATION DES MURS FABRIQUES

Pour valider le modèle CA-FE, les résultats des simulations numériques doivent être comparés aux résultats expérimentaux. Une caractérisation des murs fabriqués, à différentes échelles et à l'aide de techniques d'analyses diverses, doit alors être réalisée.

Pour valider les résultats des simulations thermiques, la taille et la forme des bains de fusion obtenus en fonction des paramètres procédé choisis doivent en particulier être caractérisées. La morphologie générale, la qualité en termes de régularité et de défauts géométriques, et les dimensions des murs doivent aussi être analysées. Enfin, à une échelle plus fine, les caractéristiques morphologiques des grains formés dans les murs, mais aussi leurs orientations cristallines, devront être analysées, en coupes transversales et longitudinales. Les techniques d'analyses employées, ainsi que les méthodes de préparation des échantillons sont présentées dans les paragraphes qui suivent.

V.1. Analyses macroscopiques

V.1.1 Aspect général des murs

Pour analyser la morphologie générale des murs fabriqués, des observations macroscopiques ont été réalisées à l'aide de deux **microscopes optiques** :

- un microscope Zeiss disponible au PIMM, avec lequel des images de la surface des échantillons sont enregistrées en vue de dessus juste après la fabrication avec la poudre encore présente. Les images permettent de réaliser des mesures dimensionnelles sur la dernière couche des murs, mais aussi de mesurer la largeur de la zone de dénudation ;
- un microscope Keyence disponible au SEMT/LTA qui a permis d'observer les échantillons sans poudre. Les images sont prises également en vue de dessus des murs, mais aussi sur des coupes transversales et longitudinales qui permettent d'observer les défauts présents en surface et au cœur des murs.

V.1.2. Mesure des bains de fusion

Les mesures de température au voisinage du bain de fusion en cours de fabrication sont particulièrement délicates avec le procédé L-PBF, à cause notamment de la taille très réduite des bains formés et de la grande vitesse de déplacement du laser. Pour pouvoir comparer les résultats des simulations thermiques avec des résultats expérimentaux, il est alors fréquent de se baser sur les **dimensions et la forme des bains de fusion**, qui sont représentatives de l'énergie transmise dans le système et de la vitesse de refroidissement.

Le banc de fabrication utilisé est équipé d'une caméra rapide, mais la présence de poudre tout autour du bain lors de la fabrication des murs empêche une mesure facile des dimensions du bain à l'aide des images enregistrées avec cette caméra. Une autre méthode a donc été utilisée pour tenter d'observer les limites du bain de fusion, consistant à couper brutalement la source laser, qui laisse un cratère bien visible ayant la forme du bain avant solidification. Pour visualiser les bains à la coupure du laser dans les différentes couches des murs, des **montages en escalier** sont réalisés, comme le montre la Figure 2.16. Nous espérons par ailleurs que cette méthode permettra d'observer des variations de dimensions du bain de fusion au fur et à mesure des couches (la validation de la méthode est présentée en Annexe B).

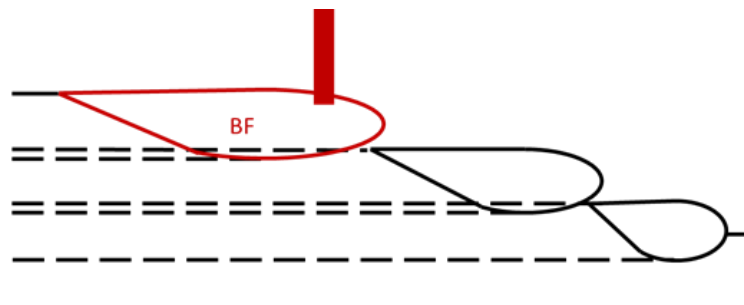


Figure 2.16 : schéma représentant un montage en escalier réalisé pour observer les bains de fusion à la coupure du laser.

V.2. Analyses microscopiques

Les analyses à l'échelle microscopique sont nécessaires pour pouvoir déterminer les caractéristiques morphologiques des grains formés et leurs orientations cristallines, qui pourront être comparées aux résultats des simulations CA-FE. Ces analyses sont réalisées par la technique de diffraction d'électrons rétrodiffusés ou EBSD (*Electron BackScatter Diffraction*), à l'aide d'un MEB équipé d'un détecteur EBSD.

V.2.1. Préparation des échantillons

Tous les échantillons sont préparés selon le mode opératoire suivant :

- découpe à la scie à fil diamanté PRESI 3400 ;
- enrobage avec une résine de carbone conductrice ;
- polissage manuel au papier 1200 SiC puis à la suspension diamantée 6, 3 puis 1 μm ;
- polissage final avec une suspension de silice colloïdale (OP-S) de 0,06 μm .

Les coupes ont été réalisées sur des montages en escaliers, comme le montre la Figure 2.17. Pour chaque jeu de paramètres procédés, quatre murs en escalier ont été réalisés et ont été analysés. La distance entre chaque mur est de 1 mm et chaque marche mesure 3 mm de long. Les **coupes transversales** ont été réalisées dans la partie haute des escaliers, qui comprend une dizaine de couches. Les échantillons à cartographier mesurent 4 mm de largeur et 1 mm de hauteur environ. Les **coupes longitudinales** ont été réalisées le long des escaliers, et seules les parties hautes ont été observées.

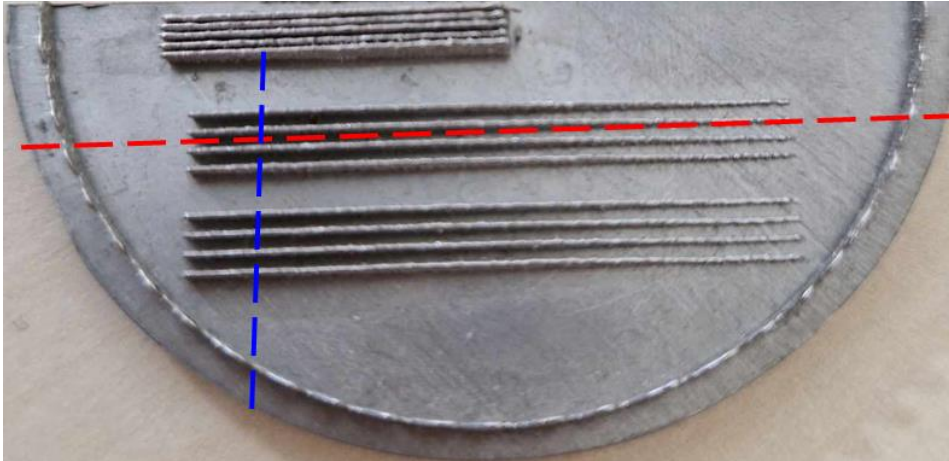


Figure 2.17 : photos des montages en escalier montrant la position des plans de découpe transversale (en bleu) et longitudinale (en rouge) pour les analyses microstructurales.

V.2.2. Outils utilisés

La microstructure des échantillons a été analysée à l'aide d'un **MEB FEG équipé d'un détecteur EBSD** Bruker. La distance de travail de l'échantillon par rapport au canon est de 20 mm. L'échantillon est incliné à 70° et le capteur EBSD est placé à 20mm de celui-ci. Pour obtenir des images de bonne qualité, il est nécessaire de respecter un grossissement adéquat. Dans le cadre de cette étude, un grossissement x400 a été choisi avec une taille de pixel (pas entre les mesures EBSD) comprise entre 0,5 μm et 1 μm , ce qui est largement inférieur à la taille des grains.

Chaque image représente alors une surface de 280x210 μm environ. Cela est inférieur à la largeur des cordons. Pour obtenir une image de l'ensemble d'un mur, des reconstitutions composées de plusieurs images MEB ou cartographies EBSD superposées de la surface des échantillons ont été réalisées. La Figure 2.18 montre la façon dont un mur en coupe transversale est reconstitué. Les zones sans matière sont évitées, et une superposition de 5% est imposée entre les images afin de reconstituer au mieux l'image globale du mur, en cas de dérive du faisceau.

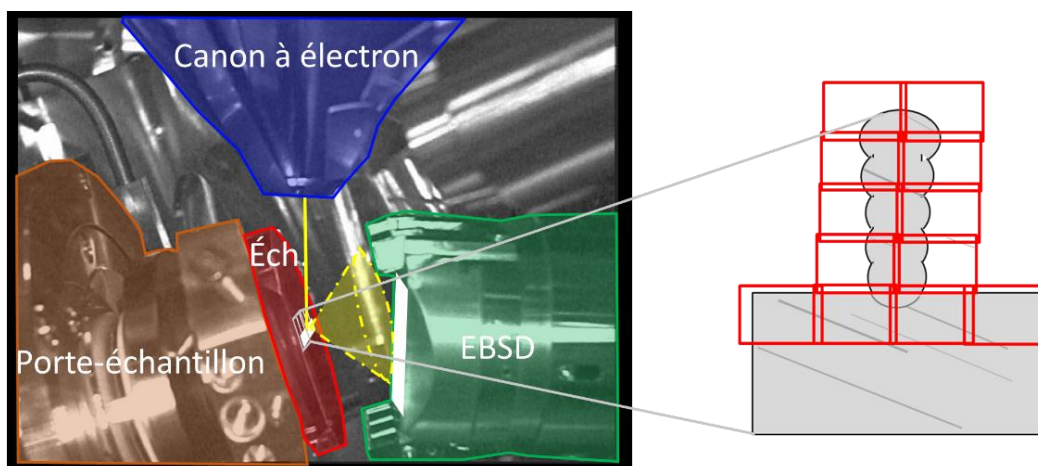


Figure 2.18 : Placement des différents éléments dans la chambre du MEB. Représentation schématique de la reconstitution d'une coupe transversale d'un mur à partir de plusieurs cartographies MEB-EBSD

V.2.3. Principe de l'EBS

Le capteur EBSD placé à l'intérieur de la chambre du MEB enregistre les **clichés de diffractions des électrons rétrodiffusés**, qui forment un cône de diffraction perpendiculaire aux plans $\{hkl\}$ de la

maille cristalline de l'alliage, h , k et l étant les indices de Miller des différents plans formés par les nœuds alignés du réseau. Le détecteur EBSD va ainsi recevoir ces électrons rétrodiffusés et faire apparaître des **bandes de Kikuchi** [135] qui sont les projections des cônes sur le plan du capteur, comme le montre la Figure 2.19. Le cliché de diffraction obtenu consiste en un ensemble des bandes de Kikuchi, dont les intersections sont caractéristiques d'un réseau cristallin. Le logiciel Esprit, associé au détecteur EBSD, isole les bandes et propose alors, par interpolation avec sa base de données, une structure cristalline et une orientation en fonction du repère de l'échantillon pour chaque zone analysée.

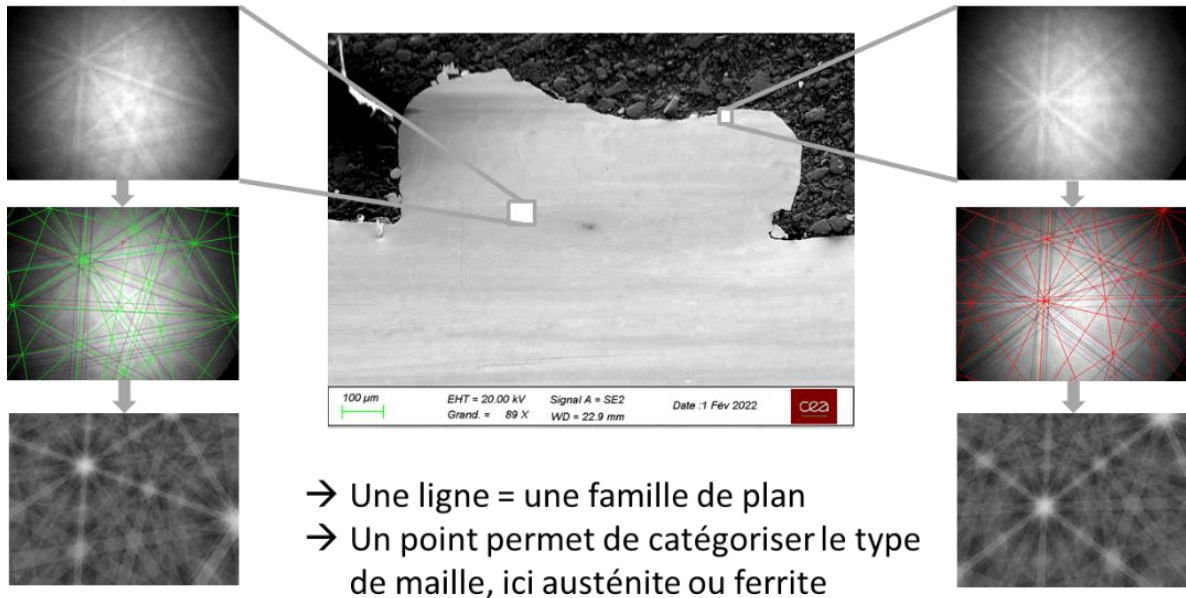


Figure 2.19 : Image obtenue au MEB, complétée par deux clichés de diffraction des électrons rétrodiffusés. Ces clichés sont pris à deux endroits différents donnant alors deux pattern différents. Sur ces clichés sont visibles les bandes de Kikuchi qui sont retrouvées par le logiciel puis associées à une phase et une orientation cristalline par interpolation à partir de sa base de données.

V.2.4. Figures de pôles

Les orientations cristallines sont généralement représentées sous la forme de figures de pôles. La Figure 2.20a montre comment sont représentées les orientations des grains dans une figure de pôle [137]. La **maille** est placée au centre d'une sphère et orientée dans le repère de l'échantillon, caractérisé par les trois axes (DN, DT, DL), grâce aux angles d'Euler. Puis les trois points d'intersection des directions $\langle 100 \rangle$ de la maille cubique avec la demi-sphère supérieure sont reliés par des droites au pôle inférieur de la sphère, et les intersections entre celles-ci et le plan équatorial sont tracées. La figure de pôle représente alors la distribution de densité de ces points d'intersection dans le plan équatorial, pour un ensemble de points analysés sur la surface de l'échantillon, pouvant appartenir à un même grain ou à des grains différents. Il est possible de tracer le même type de représentation, en considérant les directions $\langle 110 \rangle$ ou $\langle 111 \rangle$ des mailles cubiques.

Des exemples de figures de pôles obtenus avec le logiciel ESPRIT de Bruker correspondant aux trois directions $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ sont montrés sur les Figure 2.20c et Figure 2.20d, réalisées dans deux zones d'analyse repérées sur la Figure 2.20b, à la surface d'une coupe longitudinale d'un mur fabriqué en L-BBF. La Figure 2.20e montre les figures de pôle correspondant à la surface complète de l'échantillon, qui comprend un grand nombre de grains d'orientations différentes.

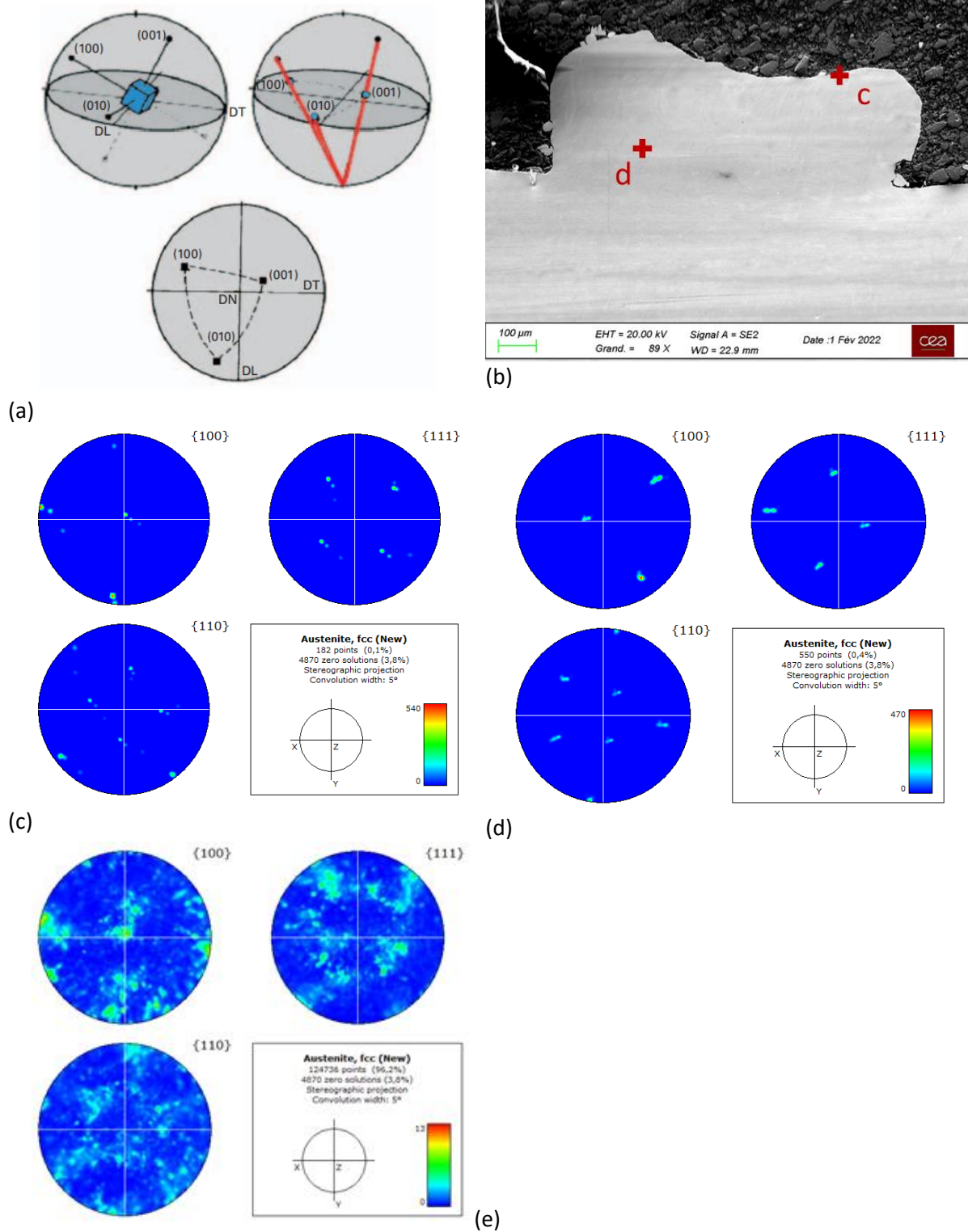


Figure 2.20 : représentation des orientations cristallines des grains par figure de pôles. (a) Principe de la méthode de construction d'une figure de pôles [137]. (b) Repérage des deux zones d'analyses correspondant aux figures de pôles représentées en (c) et (d). (e) Figure de pôle tracée pour l'ensemble de grains présents sur la surface d'analyse de l'échantillon.

V.2.5. Cartographies d'orientations cristallines

Il est aussi possible de représenter l'orientation cristalline des grains sous forme de **cartographies** montrant la surface de chaque grain dans le plan d'analyse, auquel est attribuée une couleur en fonction de son orientation cristalline par rapport aux directions de l'échantillon. Trois cartographies d'orientations de grains peuvent alors être représentées, en fonction de chacune des trois directions du repère de l'échantillon. Le code couleur employé, présenté sur la Figure 2.21b, indique alors quelle est la direction cristallographique du grain la mieux alignée avec la direction de l'échantillon choisie.

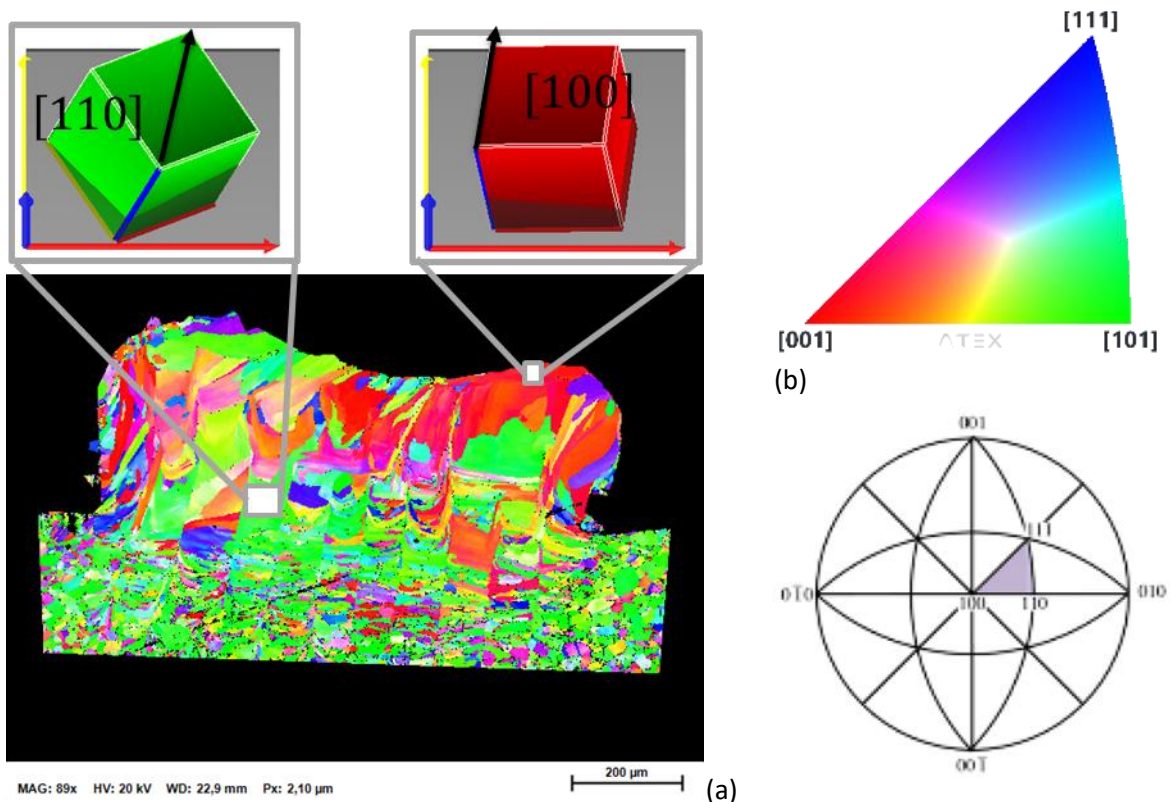


Figure 2.21 : Cartographie d'orientation cristalline des grains par rapport à la direction z (direction de fabrication), et représentation de l'orientation de la maille cubique de deux grains en fonction de leur couleur.

La Figure 2.21a montre un exemple de cartographie des orientations de grains par rapport à l'axe z, axe vertical correspondant à la direction de fabrication du mur analysé. D'après le code couleur :

- si le grain est **rouge**, les directions $\langle 001 \rangle$ sont alignées ou presque avec l'axe \vec{z} ;
- si le grain est **vert**, les directions $\langle 101 \rangle$ sont alignées avec l'axe \vec{z} ;
- si le grain est **bleu**, les directions $\langle 111 \rangle$ sont alignées avec l'axe \vec{z} .

V.2.6. Analyse des joints de grains

Chaque grain est séparé par un joint de grain au niveau duquel l'orientation change. Nous pouvons donc également caractériser la **désorientation cristalline** entre deux grains voisins. Une désorientation existe aussi entre deux zones analysées (pixels) voisines au sein d'un même grain, car une désorientation intra cristalline existe à cause de diverses déformations auxquelles nous ne nous intéresserons pas ici. Nous avons choisi une **désorientation minimale entre pixels de 5°** pour définir la désorientation intergranulaire. Si la désorientation est inférieure à cette limite, celle-ci peut être confondue avec une désorientation intra cristalline, et les pixels seront supposés appartenir à un même grain.

En fonction de la maille cristalline, certains joints de grains peuvent être particuliers et créer des « **sites de coïncidence** » ou CSL. Ceux-ci sont notés Σn avec n impair. Deux mailles désorientées peuvent ainsi voir coïncider leurs sites dans certains plans [136]. Les joints de type $\Sigma 3$ sont un type particulier qui correspond aux joints de macles (comme les types $\Sigma 9$ et $\Sigma 27$ mais qui sont beaucoup plus rarement observés) [137]. Ces joints de **type $\Sigma 3$ correspondent à une rotation de 60°** de la maille cubique autour de l'axe $[111]$, et l'énergie intergranulaire est alors environ 200 à 500 fois plus faible que celles des autres désorientations intergranulaires. La Figure 2.22 montre un exemple d'une telle désorientation [138].

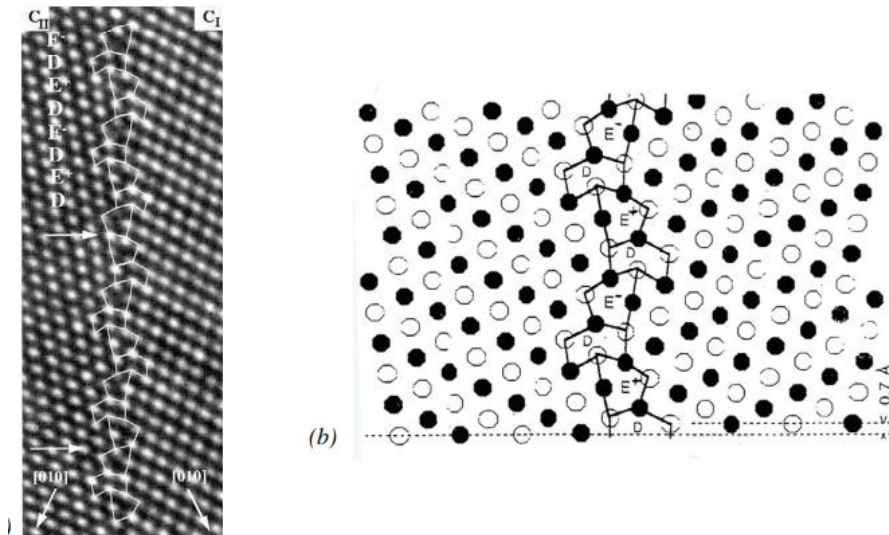


Figure 2.22 : représentation de la désorientation intra granulaire correspondant à un joint de macle [138].

La désorientation intergranulaire est une information importante car l'énergie de cohésion entre grains en dépend. La distribution des angles de désorientation intergranulaire pourra aussi être étudiée à partir des clichés EBSD. Dans le cas des composants fabriqués avec le procédé L-PBF, la distribution des désorientations intergranulaires peut être particulière [139], comme le montre la Figure 2.23 [140]. Pour certains alliages, la distribution des désorientations intergranulaires peut s'approcher de la **distribution de Mackenzie** [141] (Figure 2.23.a), qui représente la distribution de désorientations intergranulaires de grains dont les orientations cristallines sont complètement aléatoires, comme sur la Figure 2.23c. Seules les orientations entre 0° et 60° sont considérées ici. Pour d'autres alliages, la croissance des grains devient orientée, comme sur la Figure 2.23b, et la désorientation intergranulaire devient plus faible, comme le montre la Figure 2.23d. Des études similaires ont été menées sur des pièces fabriquées par L-PBF à partir de poudres 316L, montrant des différences significatives des distributions de désorientations intergranulaires en fonction des paramètres et de la poudre [78] [142].

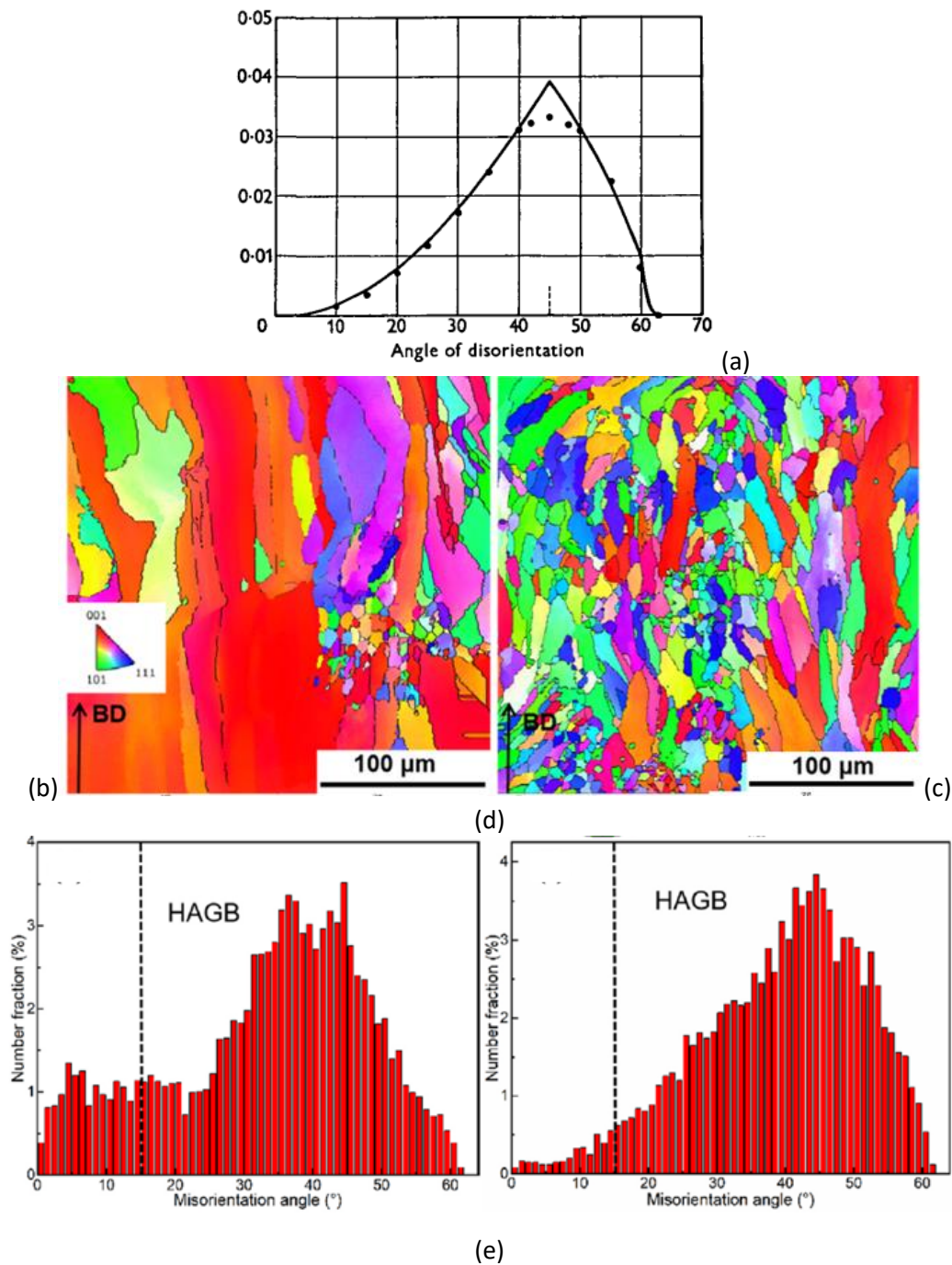


Figure 2.23 : représentations de la distribution des désorientations intergranulaires. (a) distribution de Mackenzie correspondant à une orientation aléatoire de chaque grain [141], (b) cartographie d'orientations cristallines des grains montrant une structure granulaire texturée, correspond à (d) de faibles désorientations intergranulaires, et (c) cartographie d'orientations cristallines des grains montrant une structure granulaire non texturée, correspond à (e) des désorientations intergranulaires s'approchant de la distribution de Mackenzie [140].

V.2.7. Morphologie des grains

Les caractéristiques morphologiques des grains doivent aussi être quantifiées, afin de faciliter les comparaisons en 2D entre résultats expérimentaux et numériques. La **taille des grains** est calculée à

l'aide de l'ellipse équivalente, caractérisée par les longueurs de ses axes L et l , comme le montre la Figure 2.24a. Le diamètre équivalent de chaque grain peut aussi être calculé, ainsi que le **rapport de forme** $RF = L/l$ entre les longueurs du grand et du petit axe de l'ellipse équivalente au grain (Figure 2.24b). Enfin, l'**angle d'orientation** du grain est calculé. C'est l'angle θ représenté sur la Figure 2.24b. Il correspond à l'angle entre la direction du grand axe de l'ellipse équivalente et la direction horizontale \vec{x} . Ces informations ainsi que les orientations des coupes réalisées permettent d'extrapoler les données en 3D

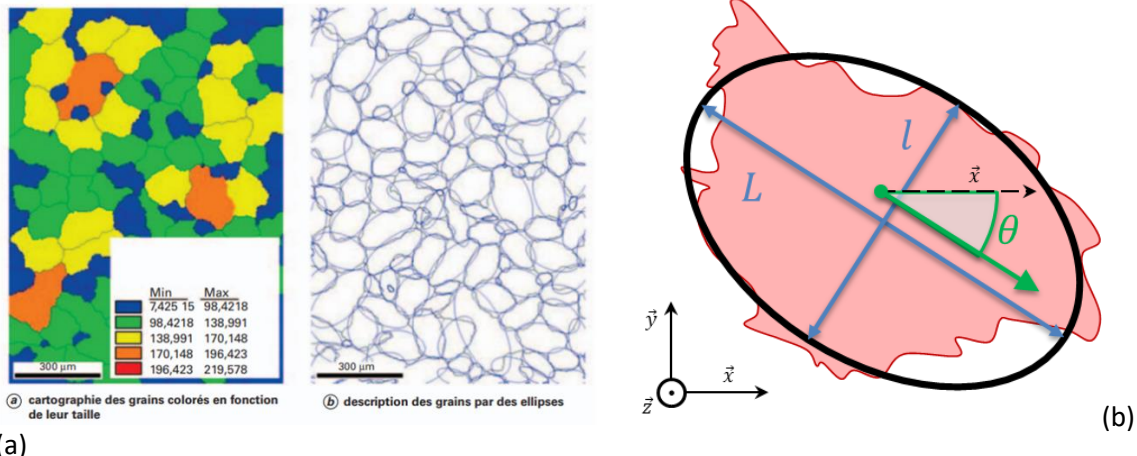


Figure 2.24 : Caractérisation de la taille et de la morphologie des grains à partir des caractéristiques de l'ellipse moyenne [143].

VI – CONCLUSION

Dans ce chapitre, les méthodes numériques et expérimentales qui ont été utilisées au cours de cette thèse ont été décrites.

Le matériau utilisé dans cette étude est l'acier austénitique 316L. Ses caractéristiques thermiques, dont la connaissance est nécessaire pour pouvoir simuler numériquement la fabrication de murs, ont pu être identifiées à partir des données de la littérature, ou extrapolées lorsqu'elles n'étaient pas connues. Dans le cas du matériau sous forme de poudre en particulier, des modèles ont dû être identifiés pour estimer ses propriétés à partir de celles du matériau dense.

Le banc d'essai utilisé pour les campagnes d'essais, réalisés au laboratoire PIMM de l'ENSAM Paris, a ensuite été décrit. Les différents jeux de paramètres retenus pour réaliser les essais ont également été précisés.

Les principales caractéristiques de la simulation thermique du procédé, qui constitue la première étape du calcul de simulation de la formation des structures granulaires par la méthode CA-FE, ont ensuite été décrites. Les modèles employés pour représenter les différents modes de transferts thermiques ainsi que l'apport de chaleur fourni par le laser, ont en particulier été détaillés. La simulation du procédé permet de déterminer les évolutions des champs de température et d'états à chaque pas de temps du procédé.

Ces informations sont ensuite utilisées pour simuler la formation de la structure granulaire en cours de fabrication par L-PBF, à l'aide d'une modélisation par la méthode des automates cellulaires (AC), décrite dans la partie suivante. Le principe de la méthode des automates cellulaires a été rappelé, ainsi que les principaux éléments de l'algorithme du programme développé. Les modèles de croissance des grains et de germination introduits dans le logiciel, ont également été détaillés. La simulation permet alors d'obtenir des cartographies montrant la morphologie des grains et leurs orientations cristallines dans l'ensemble des murs.

Enfin, les techniques d'analyses employées pour caractériser les murs fabriqués, afin d'obtenir des données qui pourront être confrontées aux résultats numériques, à partir d'analyses EBSD principalement, ont été détaillées.

Dans le chapitre suivant, nous allons présenter les résultats des simulations thermiques du procédé, et leur comparaison avec des résultats issus de la fabrication et de la caractérisation des murs, avant d'aborder la simulation de la formation des structures granulaires dans les deux derniers chapitres.

Chapitre 3 : Simulation thermique de la fabrication de murs

L'objectif de ce chapitre est d'identifier l'ensemble des paramètres de la modélisation du procédé L-PBF qui permettront la simulation thermique de la fabrication de murs.

Pour y parvenir, des jeux de paramètres procédé, ou « paramétries », permettant de fabriquer des murs de géométries régulières avec des niveaux d'énergie différents seront d'abord sélectionnés, à partir d'une campagne d'essais. Pour chaque paramétrie retenue, les dimensions des murs formés, et des bains de fusion obtenus, qui varient en fonction des paramètres énergétiques choisis, seront analysées.

Les principaux éléments de la modélisation thermique du procédé, dont les caractéristiques générales ont été décrites dans le précédent chapitre, seront ensuite détaillés. Une étude paramétrique sera menée pour justifier le choix de certaines hypothèses ou paramètres de la modélisation.

À la suite de cette étude, les différents éléments du modèle ainsi que leurs paramètres seront sélectionnés, et des simulations numériques de la fabrication de murs avec les paramétries identifiées à partir de la campagne d'essais seront réalisées. Les dimensions de bains de fusion obtenus par la simulation seront alors comparées aux résultats des mesures effectuées sur les murs fabriqués avec les différentes paramétries.

Finalement, les champs de températures obtenus à partir des simulations numériques seront analysés, pour tenter de discuter de leur influence sur les conditions de solidification rencontrées avec les différentes paramétries.

I – CHOIX DES PARAMETRES DE FABRICATION DES MURS

Dans cette partie, des murs constitués d'une superposition de cordons ont été fabriqués avec un grand nombre de jeux de paramètres procédés différents, dans le but d'observer l'influence de chaque paramètre sur la morphologie et la régularité des murs formés, et de sélectionner quelques jeux de paramètres optimaux. Rappelons que ces essais ont été réalisés sur le banc d'essais du laboratoire PIMM de l'ENSAM.

I.1. Influence des paramètres sur la géométrie des murs

L'objectif de ces essais est d'observer l'influence des paramètres procédés sur la géométrie des murs, afin d'une part d'identifier des jeux de paramètres permettant d'obtenir des murs de géométrie régulière, dont les conditions de fabrication seront ensuite retenues pour la simulation numérique, et d'autre part de réaliser quelques mesures dimensionnelles qui permettront ensuite de discuter de la validité des résultats des simulations numériques.

Les paramètres dont nous allons ici analyser l'influence, qui ont été présentés dans le chapitre 2, sont la puissance P , la vitesse v ainsi que l'épaisseur de couche de poudre e_c .

I.1.1. Épaisseur de couche

Pour étudier l'influence de l'épaisseur de couche de poudre sur la géométrie des murs, à valeurs de puissance et de vitesse égales, des murs de vingt-cinq couches ont été fabriqués en utilisant une vingtaine de paramétries différentes, présentées dans le chapitre 2. Quatre jeux de paramètres énergétiques (P,v) avaient ainsi été choisis, et pour chacun cinq épaisseurs de couches sont utilisées, comprises entre 30 et 100 μm . Pour chaque paramétrie, quatre murs parallèles, séparés par des distances intercordon de 1 mm, ont été fabriqués de manière à observer une dispersion éventuelle. Les derniers cordons de chaque mur fabriqué ont été ensuite observés au microscope optique en vue de dessus avec un grossissement $\times 5$. La Figure 3.1 montre des exemples de résultats obtenus pour trois épaisseurs de couche et deux jeux de paramètres énergétiques.

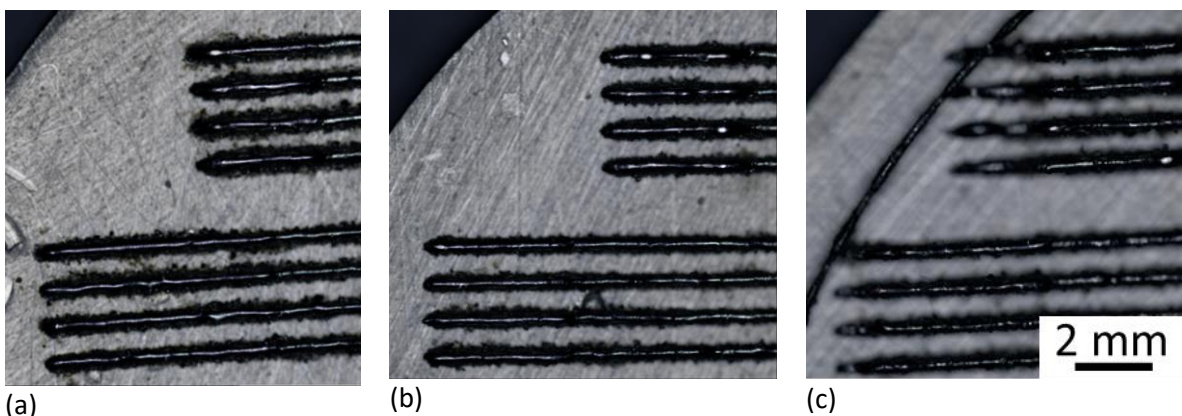


Figure 3.1 : Images prises au microscope optique $\times 5$ des dernières couches de murs fabriqués avec des épaisseurs de couche différentes et deux jeux de paramètres énergétiques (P,v) : (200 W, 100 mm/s) pour les murs du bas, et (400 W, 200 mm/s) pour les murs du haut. (a) épaisseur de couche de 30 μm , (b) épaisseur de couche de 50 μm et (c) épaisseur de couche de 70 μm .

Les résultats ont montré que lorsque l'épaisseur de couche est inférieure ou égale à 50 μm , les cordons obtenus sont réguliers et les murs montrent une faible rugosité en surface, essentiellement liée à la présence de particules de poudre mal fondues attachées à la surface. Ces particules sont présentes en plus grand nombre lorsque l'épaisseur de couche est la plus faible, de 30 μm , comme le montre la

Figure 3.1a. Pour une épaisseur de couche de 70 μm et plus, comme sur la Figure 3.1c, les murs formés sont toujours relativement « droits », mais les largeurs des différents cordons qui le composent sont plus irrégulières. Des variations de hauteurs des cordons, semblables à celles obtenues lorsque les phénomènes de « humping » ou « balling » se manifestent [30], sont aussi observées, ce qui peut laisser penser à une trop faible fusion des cordons sous-jacents.

À la suite de cette première campagne, nous avons choisi de retenir la valeur de 50 μm comme épaisseur de couche pour la fabrication des murs.

1.1.2. Puissance et vitesse

Afin d'étudier l'influence des paramètres énergétiques (P , v) sur l'aspect des murs, sept puissances et cinq vitesses ont été testées, pour produire en tout trente-cinq murs fabriqués avec une épaisseur de couche de 50 μm . La Figure 3.2 montre des images prises au microscope optique de la surface du dernier cordon déposé dans des murs de vingt-cinq cordons superposés, en fonction de la puissance et de la vitesse d'avance.

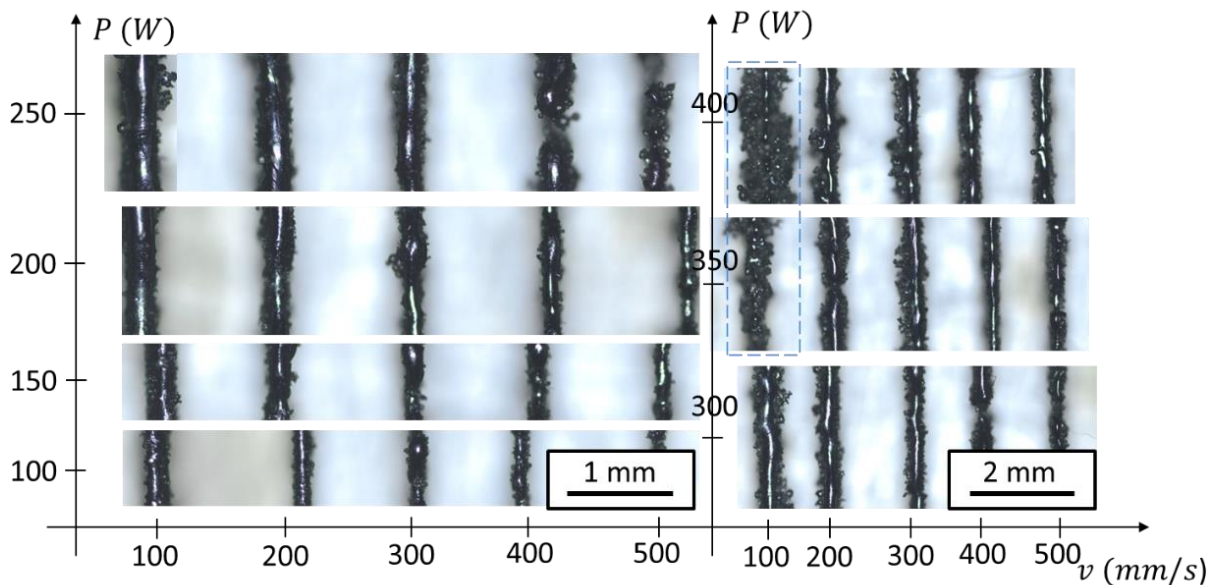


Figure 3.2 : Micrographies optiques de la surface des derniers cordons formés dans les murs en fonction de la vitesse v et de la puissance P du laser.

Nous pouvons constater sur ces images que lorsque la vitesse est trop élevée, la poudre ne fond pas totalement jusqu'à la surface du substrat ou du cordon sous-jacent, conduisant à la formation de cordons très fins et irréguliers, avec parfois l'apparition de « boules » en surface des cordons, séparées par des zones presque dépourvues de matière, qui correspond au phénomène appelé « balling » [30]. Dans le cas où la puissance et la vitesse sont très élevées, le phénomène de « humping » se manifeste [144]. Il est produit par une instabilité de Rayleigh-plateau au sein du bain liquide, qui conduit à l'apparition d'accumulations de liquide se formant à intervalles réguliers, et les cordons deviennent un enchaînement de creux et de bosses. Ce type d'instabilité se propage et s'amplifie de couche en couche.

Les jeux de paramètres correspondant à la plus faible vitesse (100 mm/s) et aux puissances les plus élevées (400 et 350 W), encadrés en bleu sur la Figure 3.2, font apparaître un type de défaut particulier. L'énergie linéique apportée au système est alors très élevée, produisant la vaporisation du matériau et la formation d'un jet de vapeur qui se propage sur la trajectoire du laser, limitant son interaction avec la poudre, ce qui crée des manques de fusion et des cordons faits de poudre agglomérée.

La Figure 3.3 présente une cartographie montrant les qualités de murs obtenues en fonction des jeux de paramètres puissance et vitesse. Les croix vertes correspondent aux murs de géométries régulières, les croix orange à l'apparition des premiers défauts, et les croix rouges à des murs très irréguliers. Le domaine en bleu à forte puissance (à gauche) représente des défauts de type balling et le domaine bleu à forte vitesse (à droite) le type manque de fusion.

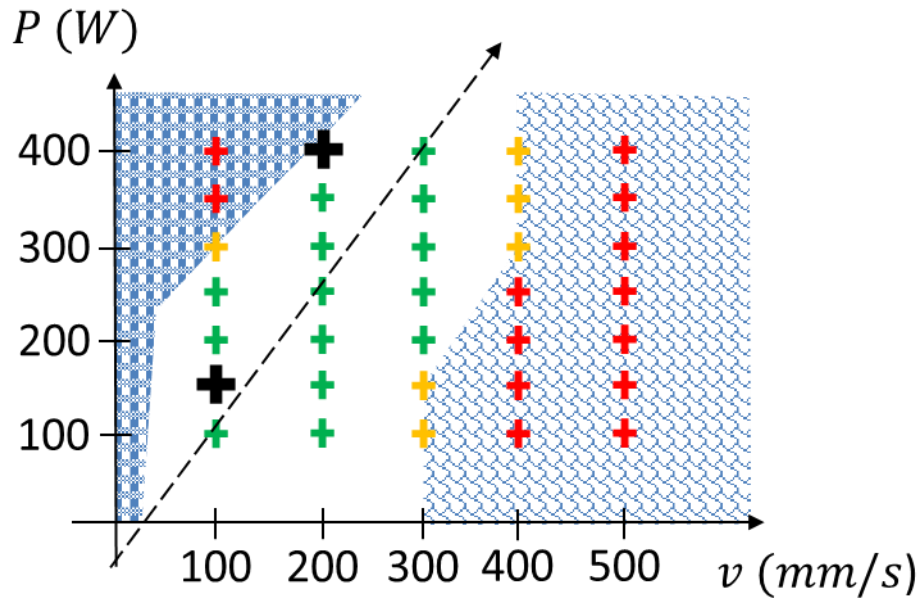


Figure 3.3 : Cartographie montrant la qualité des murs en fonction des jeux de paramètres (Puissance P /vitesse v): en rouge les murs très irréguliers, en vert les murs de géométries régulières, et en orange les murs de qualité variable.

1.1.3. Influence des paramètres sur les dimensions des cordons.

La cartographie de la Figure 3.3 montre qu'il est possible de fabriquer des murs réguliers avec une assez large gamme de paramètres énergétiques (P, v). Les murs obtenus ont cependant alors des largeurs différentes. Les largeurs de murs fabriqués sont comparées ici, en utilisant les images de la Figure 3.2. Pour faire ces mesures, deux droites parallèles longeant chacune l'un des côtés du mur sur les images sont tracées, et la distance qui les sépare est alors considérée correspondre à la largeur du mur, qui correspond également à la largeur du bain de fusion. Les résultats sont rassemblés sur la Figure 3.4, qui montre l'évolution de la largeur des cordons réalisés avec la même puissance en fonction de la vitesse du laser.

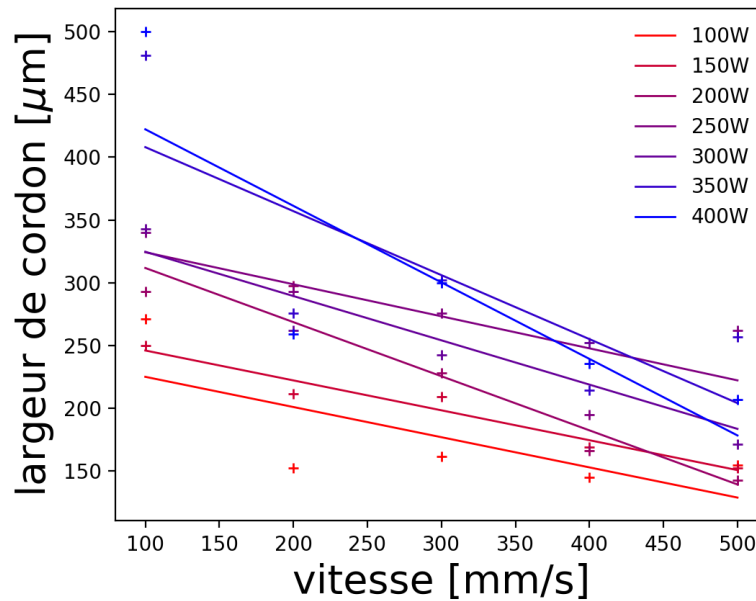


Figure 3.4 : Évolution de la largeur des cordons en fonction des paramètres de puissance et de vitesse du laser.

Nous pouvons constater, comme cela était prévisible, que la largeur des cordons augmente avec la puissance et diminue avec la vitesse du laser. Globalement, la largeur augmente également avec l'énergie linéique. Nous pouvons aussi remarquer que la largeur des cordons est bien plus élevée que le diamètre du laser, presque jusqu'à dix fois supérieure.

1.2. Caractéristiques des murs optimaux sélectionnés

À l'issue de ces premiers essais, deux conditions opératoires ont été sélectionnées, produisant des murs réguliers mais de largeurs assez différentes, qui seront par la suite utilisées pour la simulation numérique. Ces deux paramétries ont aussi été choisies pour produire des champs thermiques et des vitesses de solidification assez différents lors de la fabrication des murs, de manière à pouvoir tester les modélisations développées dans des conditions variables.

1.2.1 Paramétries retenues

Pour rappel, le diamètre de faisceau du laser est de $60\ \mu\text{m}$, et l'épaisseur de couche de poudre déposée est de $50\ \mu\text{m}$ pour tous les murs fabriqués.

Deux jeux de paramètres énergétiques ont ainsi été retenus :

- $(150\ \text{W}, 100\ \text{mm/s})$, correspondant à une énergie linéique $E_L = 1500\ \text{J/m}$;
- $(400\ \text{W}, 200\ \text{mm/s})$, correspondant à une énergie linéique $E_L = 2000\ \text{J/m}$.

Ces deux paramétries ont bien sûr été choisies dans le domaine permettant d'obtenir des murs présentant une bonne régularité géométrique, défini sur la Figure 3.3, mais avec des vitesses de déplacement différentes pour modifier les conditions de solidification.

La première paramétrie a été choisie avec une faible vitesse de déplacement du laser, et une puissance qui la situe au milieu du domaine permettant d'avoir de bons cordons. Pour la seconde, nous avons choisi de doubler la vitesse, mais aussi d'augmenter au maximum la puissance tout en restant à l'intérieur des limites du domaine, pour obtenir une énergie linéique plus élevée.

1.2.2. Mesures des bains de fusion

Les dimensions des bains de fusion formés dans les différents cordons des murs fabriqués avec ces deux paramétries ont été déterminées à partir des dimensions du cratère formé dans la zone de coupure du laser, mesurées sur des éprouvettes constituées de murs « en escaliers », comme cela a été décrit dans le chapitre 2. Quatre murs ont été réalisés pour chaque paramétrie, pour pouvoir faire une moyenne des tailles de bains de fusion et évaluer la dispersion. La Figure 3.5 montre pour exemple des mesures de longueurs de bains pour les premières et huitièmes couches de murs fabriqués avec les deux paramétries.

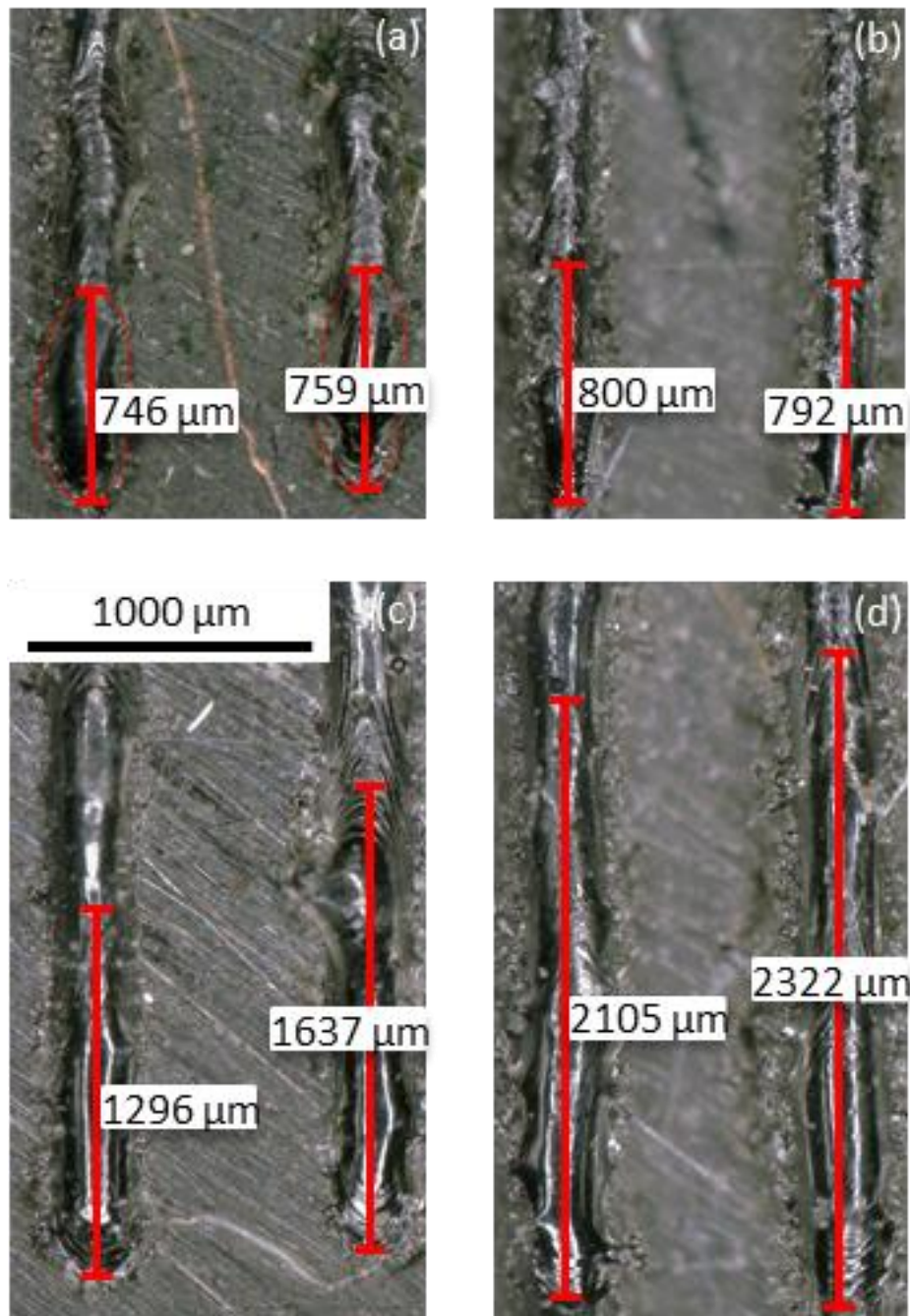


Figure 3.5 : images de microscope optique des cratères formés à la coupure du laser pour (a,c) les premiers cordons et (b,d) les huitièmes cordons de murs réalisés avec (a,b) la paramétrie (150W, 100mm/s) et (c,d) la paramétrie (400w, 200mm/s), et mesure des longueurs du bain avec l'outil numérique du microscope.

Les dimensions de bains de fusion formés dans les différents cordons des murs fabriqués avec ces deux paramétries sont rassemblées dans le Tableau 3.1. Les deux paramétries donnent des longueurs de bain moyennes bien différentes, puisque celles-ci passent de 680 μm pour la première paramétrie à 1618 μm pour la seconde.

Tableau 3.1 : longueurs des bains de fusion mesurées dans les différents cordons des murs pour les deux paramétries sélectionnées

Numéro de couche	Longueur de bain (μm) Paramétrie (150 W, 100 mm/s)	Longueur de bain (μm) Paramétrie (400 W, 200 mm/s)
Couche 1	743.8 \pm 18	1306.1 \pm 276
Couche 2	663.6 \pm 82	1301.7 \pm 53
Couche 3	479.8 \pm 51	1437.9 \pm 110
Couche 4	/	1559.9 \pm 228
Couche 5	602.8 \pm 23	1691.1 \pm 61
Couche 6	654.9 \pm 86	1603.7 \pm 369
Couche 7	671.2 \pm 55	1843.9 \pm 245
Couche 8	790.5 \pm 7	2204.1 \pm 92
Couche 9	810.7 \pm 183	/
Couche 10	705.5 \pm 24	/
Moyenne	680.3 \pm 119	1618.5 \pm 340

Les résultats du Tableau 3.1 montrent une tendance à l'augmentation de la longueur de bain dans les premières couches, même si la dispersion entre les différents cordons d'une même couche est importante. Cette augmentation est particulièrement marquée pour la seconde paramétrie.

Nous pouvons également mesurer à partir des cratères formés à la coupure du laser la largeur des bains de fusion, qui est supposée égale à la largeur des murs. Une largeur de 250 μm environ est mesurée pour les murs de la paramétrie (150 W, 100 mm/s) et de 350 μm pour les murs de la paramétrie (400 W, 200 mm/s).

1.2.3. Mesure de la dénudation

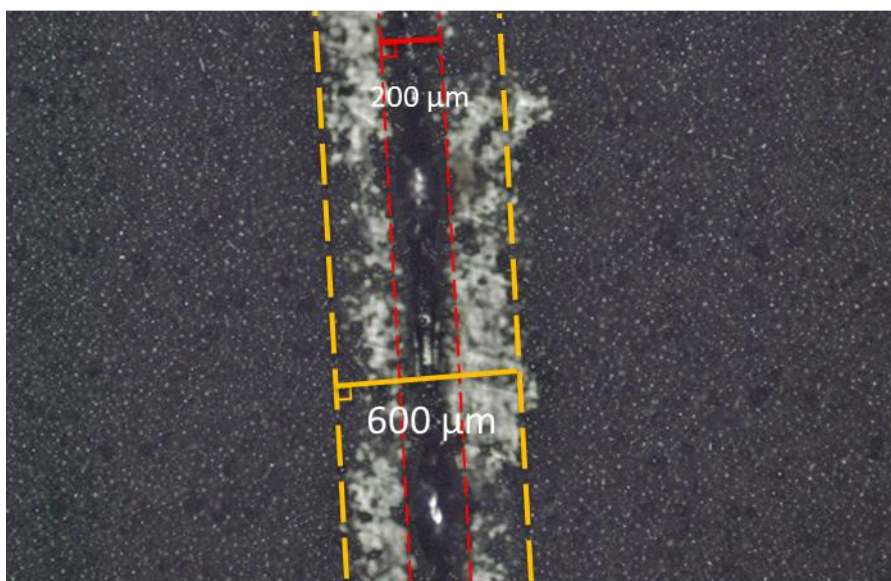


Figure 3.6 : observation au microscope optique de la dénudation sur un monocordon

La formation des cordons s'accompagne d'un déplacement des particules de poudre vers le bain de fusion au moment du passage du laser. Ce phénomène se traduit par la diminution, voire la disparition

de la poudre dans une zone plus ou moins étendue autour des cordons, créant ainsi une dénudation. Ce phénomène peut potentiellement modifier les transferts de chaleur.

La Figure 3.6 montre une photo prise au microscope de la surface d'un cordon avant que la poudre ne soit retirée, sur laquelle nous pouvons donc observer la dénudation. La prise d'image est délicate car il faut que la poudre ne bouge pas lors du déplacement de l'échantillon. Sur cette image, nous distinguons au centre le cordon, dont la largeur a été mesurée à 200 μm , et tout autour la zone dénudée, d'une largeur moyenne de 600 μm environ. Nous pouvons cependant voir que la largeur de la zone dénudée varie le long du cordon. En revanche, elle reste du même ordre, quelle que soit la couche et le jeu de paramètres. La largeur de dénudation sera donc fixée à 300 μm de part et d'autre du centre du cordon dans les simulations numériques.

I.3. Conclusion

Au cours de ces expériences, nous avons pu mettre en évidence l'influence de la puissance, la vitesse du laser et l'épaisseur de couche de poudre sur la régularité et les dimensions des murs fabriqués. Les essais réalisés nous ont permis de fixer l'épaisseur de couche de poudre à 50 μm , et d'identifier des plages de puissance et vitesse permettant de fabriquer des murs de géométries régulières.

Deux jeux de paramètres pertinents pour la suite de notre étude ont alors été sélectionnés, (150 W, 100 mm/s) et (400 W, 200 mm/s), situés dans la gamme de paramètres donnant de bons cordons, mais suffisamment différents pour donner des géométries et tailles de bords de fusion bien distinctes, dont les dimensions ont été mesurées, de même que la largeur de la zone de dénudation formée.

Ces informations sont en effet nécessaires pour pouvoir réaliser la simulation numérique du procédé. Les deux jeux de paramètres identifiés seront utilisés pour paramétrer les simulations numériques qui seront présentées dans les parties suivantes, dans lesquelles nous rappellerons aussi les principales hypothèses retenues concernant la modélisation du procédé L-PBF.

II – CHOIX DES PARAMETRES DE LA SIMULATION NUMERIQUE

Dans cette partie, nous allons discuter des choix des principaux paramètres qui doivent être identifiés ou fixés pour modéliser les transferts thermiques intervenant au cours de la fabrication des murs. La simulation thermique du procédé, présentée dans le chapitre 2, nécessite en effet le choix d'un certain nombre de paramètres et caractéristiques, liés :

- À la modélisation de la source de chaleur ;
- Aux caractéristiques du maillage éléments finis ;
- Au choix des conditions aux limites, et en particulier celles appliquées sur les surfaces inférieures et latérales du substrat ;
- À la modélisation des propriétés thermiques des matériaux ;
- Aux règles de transition entre états, et en particulier celles modélisant l'apparition de la dénudation.

Les caractéristiques du maillage ont été décrites dans le chapitre 2, et ne seront pas modifiées. Concernant la modélisation de la source de chaleur, les largeurs, longueurs et hauteurs de la distribution de puissance seront fixées en fonction du diamètre du laser et des dimensions des bords de fusion mesurées expérimentalement, et seul le rendement sera ajusté pour que les tailles de bord simulées soient proches des tailles de bord mesurées. Les valeurs retenues seront présentées dans la partie suivante.

En revanche, pour le choix des conditions aux limites et de la modélisation des propriétés thermiques des matériaux et de la dénudation, plusieurs options sont possibles, qui ont été décrites dans le chapitre 2. Une étude paramétrique a été menée pour évaluer l'influence de ces choix sur les résultats de la simulation et justifier les options finalement retenues, dont les principales conclusions sont rassemblées dans les paragraphes qui suivent.

Rappelons que les simulations thermiques sont réalisées à l'aide du logiciel de calcul par éléments finis Cast3M, développé par le CEA.

II.1. Analyse d'un cas de référence

Avant d'observer l'influence des différentes options de la modélisation sur les résultats des simulations, nous avons choisi un cas de référence. Les hypothèses retenues pour ce cas de référence sont d'abord détaillées, puis le résultat de la simulation numérique sera analysé, en observant notamment les dimensions des bains de fusion formés.

II.1.1 Modèle de référence

Nous décrivons ici les caractéristiques du modèle de référence utilisé pour simuler numériquement les évolutions de champs de température lors de la fabrication d'un mur en L-PBF.

- Géométrie :

Le mur simulé est constitué de huit couches successives de 50 μm de hauteur, dans lesquelles des cordons d'une longueur de 3 mm sont fabriqués. Les murs étant symétriques, seule une moitié du mur est simulée. Le plan de symétrie est situé au centre des murs, le long de la direction de lasage.

- Source de chaleur :

Le modèle décrivant la distribution volumique de puissance apportée au matériau a été présenté dans le chapitre 2. Cette distribution fait intervenir la puissance et la vitesse du laser, choisies pour le modèle de référence égales à 200 W et 400 mm/s. Signalons que cette étude paramétrique a été réalisée avant la campagne expérimentale, et que les paramètres énergétiques choisis ici ne correspondent pas aux deux jeux de paramètres sélectionnés à la suite de la campagne d'essais. L'objectif de cette étude paramétrique étant d'évaluer qualitativement l'influence de certaines hypothèses de la modélisation sur les champs de température obtenus, cela ne devrait cependant pas remettre en question les conclusions qui pourront en être tirées.

Six paramètres de la distribution doivent être fixés : les cinq paramètres géométriques, qui caractérisent la largeur a , la profondeur au-dessous b_b et au-dessus b_u , et la longueur avant c_f et arrière c_r de la distribution, et enfin le paramètre de rendement η . Les valeurs de référence de ces paramètres sont celles identifiées par A. Baumard pour la simulation thermique de monocordons [4], et sont rassemblées dans le Tableau 3.2.

Tableau 3.2 : valeurs des paramètres de source de chaleur retenues pour la simulation de référence

Paramètre	a	b_u	b_b	c_f	c_r	η
valeurs	75 μm	50 μm	50 μm	75 μm	75 μm	0,39

- Conditions aux limites :

Les conditions aux limites sont de type flux imposé, avec $h_{imp,sub} = 1000 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ au niveau des bords inférieur et latéraux du substrats et $h_{imp,poudre} = 10 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ à la limite poudre/air. Une condition de flux imposé et nul est appliquée au niveau du plan de symétrie.

- Modélisation de la dénudation :

Le phénomène de dénudation est modélisé par le changement d'état des éléments poudre situés dans une zone de dénudation préalablement définie, qui passent à l'état « air » s'ils n'atteignent pas la température de fusion lors du passage de la source de chaleur. La zone de dénudation est située à l'arrière du bain de fusion, elle démarre à une distance c_r du centre de la source, et possède une largeur totale de 600 μm , et une profondeur de 100 μm en dessous du centre de la source, c'est-à-

dire de $150 \mu\text{m}$ depuis la surface de la dernière couche de poudre. Cette valeur, relativement élevée, a été fixée arbitrairement afin de limiter le contact entre le liquide et la poudre.

- *Caractéristiques thermiques des matériaux :*

Les paramètres matériaux utilisés pour la simulation de référence sont ceux identifiés par Depradeux pour le matériau 316L [123], rappelés dans le chapitre 2. Ces paramètres ne font pas intervenir le changement de propriétés du matériau lors de son passage à l'état liquide.

II.1.2 Résultats de simulation obtenus avec le modèle de référence

Les résultats de la simulation numérique réalisée avec le modèle de référence sont présentés sur la Figure 3.7. L'échelle des isovaleurs de températures, représentées sur la Figure 3.7a, a été choisie pour que la zone dont la température dépasse la température de liquidus apparaisse en rouge foncé, et celle dont la température est en dessous du solidus en bleu.

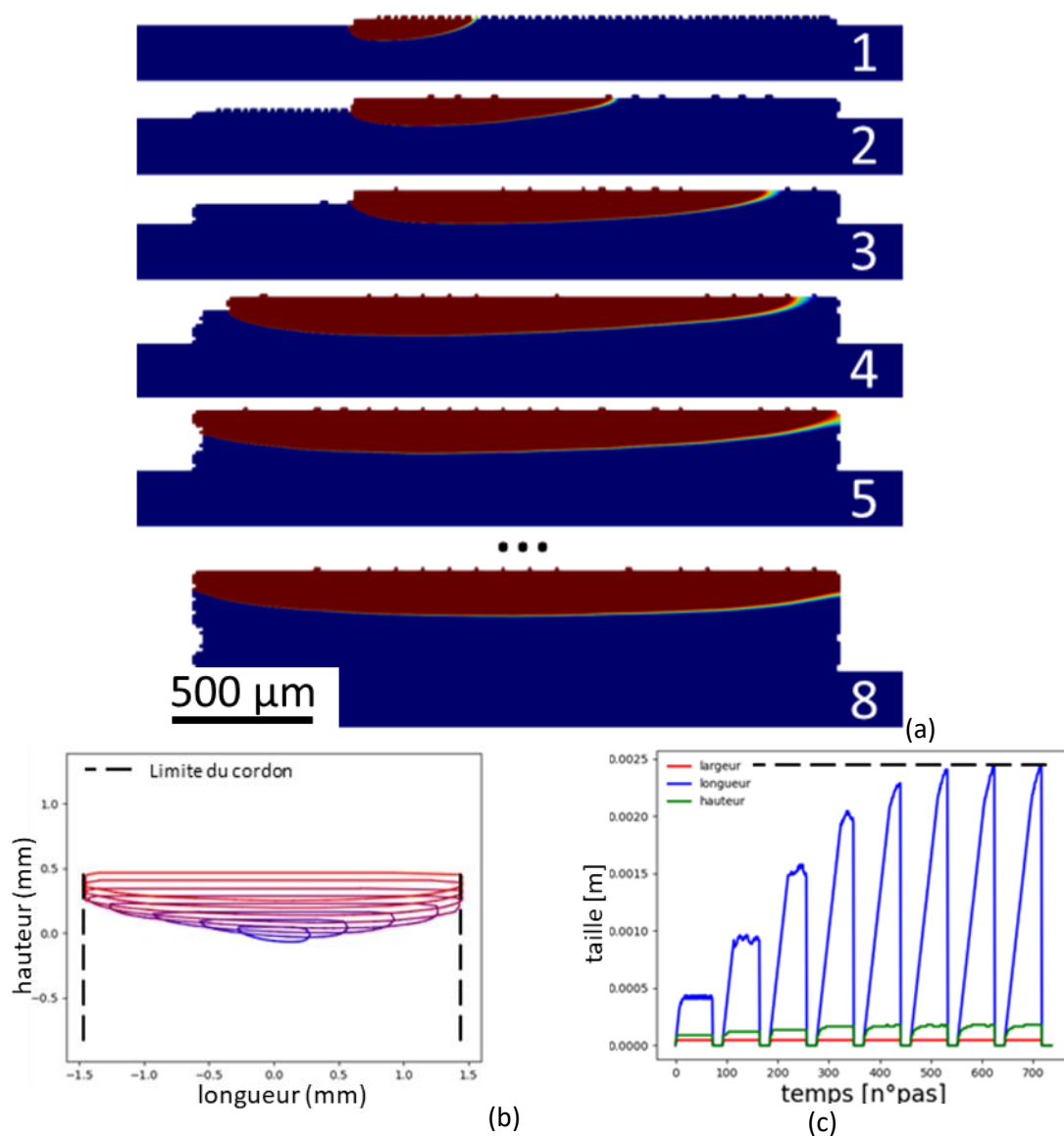


Figure 3.7 : Résultats de simulation numérique avec le modèle de référence, montrant (a) les isothermes obtenues en coupe longitudinale lors de la fabrication des différentes couches, (b) les contours des bains de fusion formés dans les différentes couches, et (c) l'évolution de la largeur, la longueur et la hauteur des bains de fusion au cours du temps.

La Figure 3.7b montre l'évolution des contours des bains de fusion, supposés correspondre à l'isotherme de liquidus du matériau, pour chaque couche. Nous pouvons constater que la longueur du bain de fusion augmente dans les cinq premières couches, jusqu'à atteindre la longueur totale du mur, de 3 mm. La longueur de cordons simulée n'est donc pas suffisante, avec le modèle de référence, pour parvenir à un régime thermique quasi-stationnaire.

La Figure 3.7b montre également que la profondeur du bain augmente, jusqu'à ce que le dernier bain traverse les 3 cordons précédents.

La Figure 3.7c, qui montre l'évolution des dimensions du bain de fusion en fonction du pas de temps, confirme que la longueur de bain de fusion atteint la longueur totale du cordon dans les dernières couches.

Les résultats de la simulation numérique réalisée avec le modèle de référence montrent donc la formation de bains de fusion dont la longueur est bien plus élevée que celles observées expérimentalement, qui n'a jamais dépassé 2,5 mm, quelque soient les paramètres procédé employés. Ces différences pouvant provenir des hypothèses retenues pour la modélisation, dont certaines sont choisies de manière arbitraire, nous allons mener dans la suite une étude paramétrique afin de tenter d'identifier leur influence sur les résultats de la simulation.

II.2. Étude paramétrique

Trois types de caractéristiques de la modélisation pouvant faire l'objet de choix différents ont été fixés dans le modèle de référence. Il s'agit des **conditions aux limites**, de la modélisation des **caractéristiques des matériaux**, et de la prise en compte de la **dénudation**. Dans cette partie, nous allons observer l'influence de ces choix sur l'évolution des champs de température et les dimensions des bains de fusion.

II.2.1 Influence du choix des conditions aux limites

Les transferts par conduction à travers le substrat et le porte-échantillon métallique sur lequel est posé le substrat peuvent avoir une grande influence, et le choix des conditions aux limites à appliquer au niveau des surfaces des zones maillées en contact avec ces éléments solides doit être discuté. Dans cette partie, nous avons analysé l'influence de cette condition en imposant deux types de conditions aux limites au niveau des surfaces inférieure et latérales du substrat

- Une condition aux limites de flux convectif imposé, avec un coefficient $h_{imp,sub} = 1000 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$;
- Une condition aux limites de température imposée, $T_{imp} = 20^\circ\text{C}$.

La Figure 3.8 montre les isothermes obtenues avec ces deux conditions aux limites lors de la fabrication du quatrième cordon d'un mur, et les tailles de bains de fusion correspondantes, en supposant qu'ils sont délimités par l'isotherme correspondant à la température de liquidus du matériau. Nous pouvons constater que la condition aux limites de température imposée permet d'obtenir des longueurs de bain plus faibles, mais qui restent de l'ordre du millimètre. La taille du bain de fusion augmente toujours en fonction du nombre de couches avec cette condition aux limites, mais cette croissance est moins rapide, et la longueur du bain atteint seulement 2 mm à la cinquième couche déposée (Figure 3.8b). Nous pouvons voir également que le bain de fusion formé lors de la fabrication du cinquième cordon est moins profond, et ne refond partiellement que les deux cordons précédents, contre trois avec la première condition aux limites.

Il semble donc d'après ces résultats que la condition aux limites en flux imposé, avec la valeur de coefficient d'échange retenue, ne permet pas un transfert thermique suffisant dans le substrat et le porte-échantillon pour obtenir des bains de fusion de taille représentative. La condition aux limites en température imposée, qui produit des tailles de bains de fusion plus représentatives de celles observées expérimentalement, a donc été retenue pour les prochaines simulations.

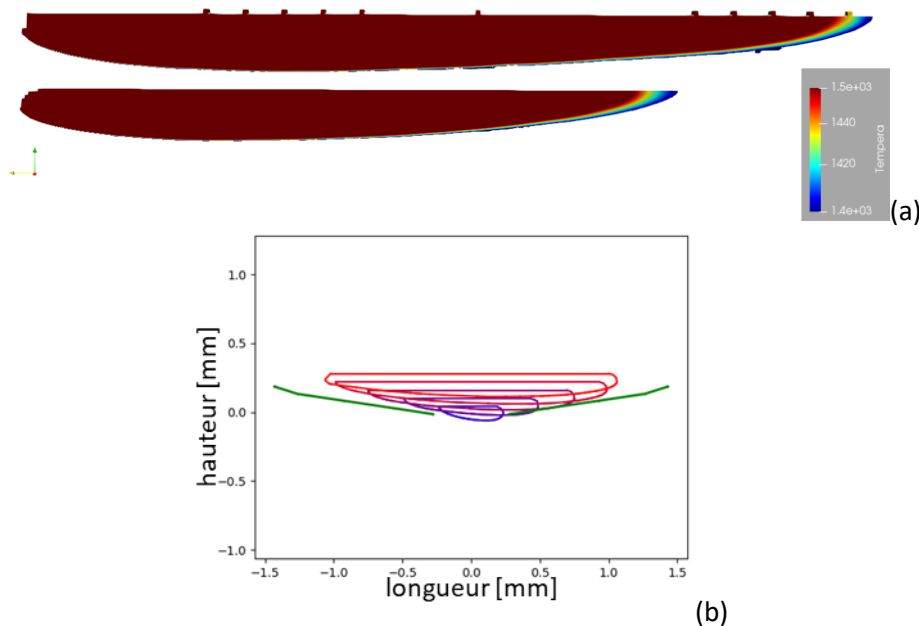


Figure 3.8 : Résultats des simulations numériques montrant (a) les isothermes obtenues en coupe longitudinale lors de la fabrication de la cinquième couche en changeant la condition aux limites, en haut h_{imp} et en bas T_{imp} , et (b) évolution des contours des bains de fusion obtenus par simulation numérique en coupe longitudinale, avec la condition aux limites de température imposée, pour les cinq premiers cordons.

II.2.2. Influence des propriétés du matériau

Comme cela a été expliqué dans le chapitre 2, les propriétés thermiques des matériaux sont difficiles à mesurer à très haute température, et des valeurs parfois assez différentes peuvent être retrouvées dans la littérature pour le matériau 316L. Dans le cas de la poudre, des hypothèses doivent de plus être faites pour exprimer les propriétés de la poudre en fonction de sa densité et/ou des propriétés du matériau massif. Dans cette partie, nous allons comparer les résultats de simulations numériques réalisées avec quatre jeux de propriétés pour le 316L massif et la poudre, présentés dans le chapitre 2. Les deux premiers jeux de paramètres sont ceux proposés par Depradeux [123] et Pichler, Kim et Ho [126]. Les deux suivants correspondent aux valeurs identifiées par Ho, pour lesquelles la conductivité thermique du matériau a été augmentée respectivement de $10 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (Ho+) et de $20 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (Ho++) à partir de la température de liquidus, afin de prendre en compte artificiellement les phénomènes de thermoconvection, qui ne sont pas modélisés dans le calcul par éléments finis, qui ne prend en compte que la conduction thermique.

Les principaux résultats sont présentés sur la Figure 3.9. Sur la Figure 3.9a, nous pouvons ainsi voir que les paramètres matériaux proposés par Ho ne modifient que très légèrement la longueur des bains de fusion par rapport à ceux obtenus avec les paramètres de Depradeux, dont les limites sont représentées en vert. Ce résultat n'est guère surprenant, car les valeurs de propriétés thermiques proposées par Ho et Depradeux sont assez proches. Les Figure 3.9b et Figure 3.9c montrent les tailles de bains de fusion obtenues lorsque la conductivité thermique est augmentée au-delà de la température de liquidus. Nous pouvons voir que cette fois les bains de fusion sont nettement plus courts que ceux formés en utilisant la valeur de conductivité initiale. La longueur maximale des bains de fusion passe alors de 2 mm à 1 mm, et se stabilise au bout de la cinquième couche. La profondeur quant à elle ne change pas. Si nous augmentons encore plus la conductivité thermique au-dessus de la

température de liquidus (modèle Ho++), les bains formés sont encore un peu moins longs, mais d'une dizaine de microns seulement par rapport au cas précédent.

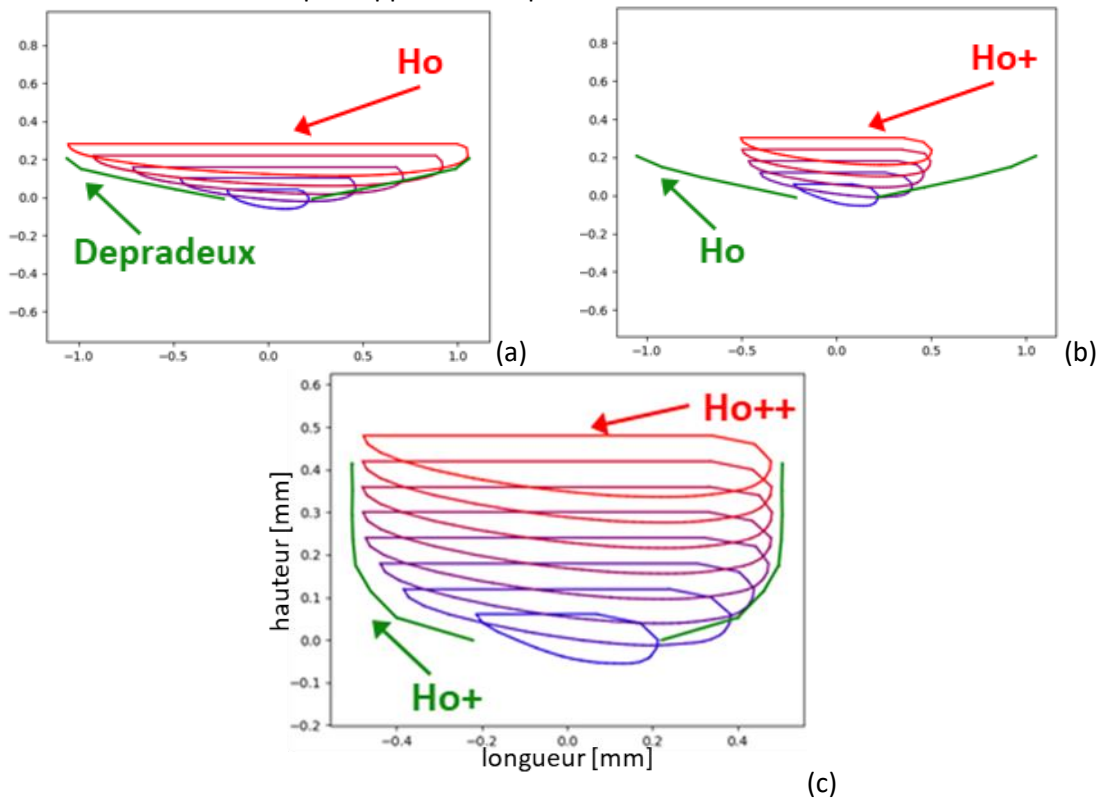


Figure 3.9 : Evolution des contours des bains de fusion en fonction des paramètres matériaux retenus.

Ces résultats ont permis de mettre en évidence l'influence de la valeur de conductivité thermique choisie pour les températures supérieures au liquidus, qui permet de prendre en compte artificiellement l'accélération des transferts thermiques sous l'effet des mouvements de convection au sein du bain liquide. L'augmentation de ce paramètre permet de diminuer significativement la longueur des bains de fusion formés, mais au-delà d'une certaine valeur, cette augmentation semble avoir beaucoup moins d'effet. Dans la suite de l'étude, nous avons choisi de garder les paramètres de Ho, sans modifier la conductivité thermique en phase liquide.

II.2.3. Influence de la prise en compte de la dénudation

Afin d'évaluer l'influence de la dénudation, deux simulations ont été réalisées, en appliquant le modèle de dénudation décrit dans le modèle de référence, ou sans dénudation, c'est-à-dire en conservant la poudre non fondue en contact avec les cordons formés. Notons que pour cette dernière comparaison, les paramètres énergétiques correspondant à la première paramétrie retenue (150 W, 100 mm/s) pour simuler la fabrication des murs ont été utilisés. Cette dernière étude permettra donc aussi de valider l'ensemble des hypothèses de simulation retenues pour obtenir des tailles de bains de fusion représentatives de celles mesurées expérimentalement. Rappelons que pour cette paramétrie, la longueur moyenne des bains de fusion mesurés est de 680 μm .

Les résultats affichés sur la Figure 3.10 montrent les dimensions de bains de fusion obtenus avec une condition de température imposée au niveau des surfaces inférieure et latérales du substrat, et les propriétés thermiques identifiées par Pichler, Kim et Ho, avec et sans prise en compte de la dénudation.

La Figure 3.10a montre des coupes en vue de dessus des bains de fusion formés avec et sans prise en compte de la dénudation. Nous pouvons constater qu'en l'absence de dénudation, les bains de fusion formés sont moins longs, avec une longueur maximale de 600 μm environ, au lieu de 700 μm lorsque

la dénudation est modélisée, mais aussi un peu plus larges d'une dizaine de microns. En effet, dans le cas où la dénudation n'est pas prise en compte, la chaleur diffuse dans la poudre adjacente, produisant sa fusion et l'élargissement du bain de fusion. La dissipation thermique à travers la poudre réduit en revanche la longueur du bain. La Figure 3.10b montre qu'en l'absence de zone de dénudation, la longueur des bains de fusion se stabilise plus rapidement, à partir du quatrième cordon, contre le sixième lorsque la dénudation est prise en compte.

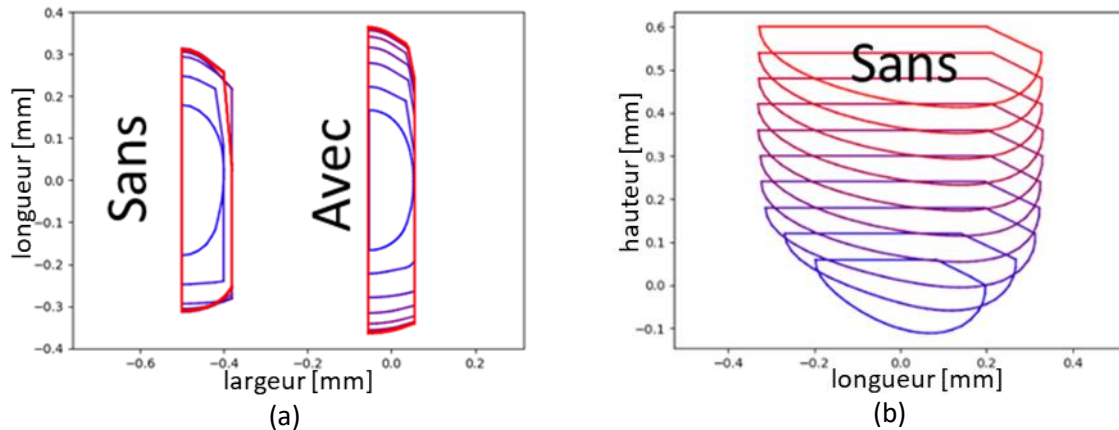


Figure 3.10 : (a) comparaison des limites des bains de fusion en vue de dessus obtenues à partir des simulations, avec et sans prise en compte de la dénudation. (b) évolution des limites des bains de fusion en coupes longitudinales dans les différentes couches, sans prise en compte de la dénudation.

Ces résultats montrent que la dénudation a une influence significative sur la dissipation thermique, et donc sur la taille des bains de fusion formés. Dans la suite, la dénudation sera donc prise en compte dans la simulation numérique de la fabrication des murs.

II.2.4. Conclusion

L'étude paramétrique réalisée a permis d'observer l'influence de certaines des hypothèses sur lesquelles est basée la modélisation thermique du procédé sur les champs thermiques obtenus, de manière à les ajuster pour obtenir des tailles de bains de fusion plus représentatives de l'expérience. Tout d'abord, la condition aux limites imposée au niveau des surfaces inférieure et latérales du substrat a une très forte influence sur la longueur des bains formés, une condition aux limites de température imposée égale à 20°C réduisant fortement la longueur de la zone fondue par rapport à une condition de flux imposé. De la même manière, l'augmentation de la conductivité thermique du 316L au-dessus de la température de liquidus du matériau produit une diminution de la longueur du bain, alors que la prise en compte du phénomène de dénudation augmente au contraire la longueur du bain de fusion formé.

Pour la simulation numérique de la fabrication des murs, les hypothèses rassemblées dans le Tableau 3.3 ont finalement été retenues. Ces éléments de modélisation ont été appliqués à la simulation d'un mur avec la première paramétrie (150 W, 100 mm/s), et ont permis d'obtenir des bains de fusion de longueur maximale 720 μm , contre 680 μm en moyenne pour les bains de fusion mesurés expérimentalement.

Tableau 3.3 : Hypothèses retenues pour la simulation de la fabrication des murs

Conditions aux limites	Dénudation	Paramètres matériaux
$T_{imp}=20^{\circ}\text{C}$	Avec	Pichler, Kim et Ho

III – SIMULATION THERMIQUE DU PROCEDE L-PBF

Nous allons maintenant utiliser les éléments de modélisation identifiés dans la partie précédente pour simuler la fabrication de murs avec les deux paramétries retenues dans la première partie du chapitre. Les paramètres caractérisant la source de chaleur doivent tout d'abord être ajustés en fonction de la paramétrie, puis les résultats obtenus pour les deux paramétries seront discutés, en termes de dimensions des bains de fusion formés, et comparés aux résultats expérimentaux en vue de leur validation.

III.1 Modélisation de la source de chaleur

Comme signalé précédemment, les deux paramétries retenues permettent d'obtenir des bains de fusion de dimensions bien différentes. Le premier jeu de paramètres est situé au milieu du domaine de paramétries permettant d'obtenir des murs de géométries régulières, tandis que le second est proche de la limite haute en termes d'énergie linéique.

Les paramètres du modèle de source de chaleur identifiés par A. Baumard [1] et utilisés dans la partie précédente ont permis d'obtenir des dimensions de bain de fusion représentatives de celles observées expérimentalement lors de la fabrication des murs avec la première paramétrie (150 W, 100 mm/s). En revanche, ces paramètres ont dû être adaptés pour la simulation des murs fabriqués avec la seconde paramétrie (400 W, 200 mm/s). Les valeurs des paramètres retenus pour les deux paramétries énergétiques sont rassemblées dans le Tableau 3.4.

Le bain formé étant plus large avec la seconde paramétrie, le paramètre a caractérisant la largeur de la distribution volumique de puissance a été augmenté, pour que la largeur de la distribution (300 μm) soit un peu inférieure à la largeur du bain de fusion (350 μm environ). La profondeur du bain est aussi un peu plus importante avec la seconde paramétrie, aussi le paramètre b_b caractérisant la hauteur inférieure de la distribution de puissance, a été un peu augmenté. Enfin, les longueurs de bains de fusion formés étant plus de deux fois plus importantes dans les murs fabriqués avec la seconde paramétrie, les paramètres c_f et c_r représentant la longueur de la distribution dans la direction d'avance du laser ont été doublés.

Tableau 3.4 : valeurs des paramètres de source de chaleur retenues pour les simulations

Paramètre	a	b_u	b_b	c_f	c_r	η
(150,100)	75 μm	50 μm	50 μm	75 μm	75 μm	0,39
(400,200)	150 μm	50 μm	75 μm	150 μm	150 μm	0,55

En plus de ces modifications des largeurs de la distribution de puissance, le rendement du procédé a également dû être ajusté pour la seconde paramétrie, afin d'obtenir des bains de fusion de tailles suffisantes pour être comparables aux dimensions observées lors des essais. Le rendement a alors été augmenté jusqu'à obtenir un bain de fusion présentant une longueur s'approchant de la longueur de 1600 μm environ mesurée au cours de la campagne d'essais. Cette augmentation du rendement pourrait s'expliquer par une amélioration de l'absorption du laser par le bain de fusion avec de plus fortes puissances, la densité de puissance étant alors suffisante pour produire la vaporisation du métal et l'apparition d'un keyhole, sur les parois duquel le laser se réfléchit.

III.2 Résultats des simulations numériques

La Figure 3.11 montre les résultats de la simulation numérique de la fabrication d'un mur de dix cordons avec le premier jeu de paramètres retenu (150 W , 100 mm/s).

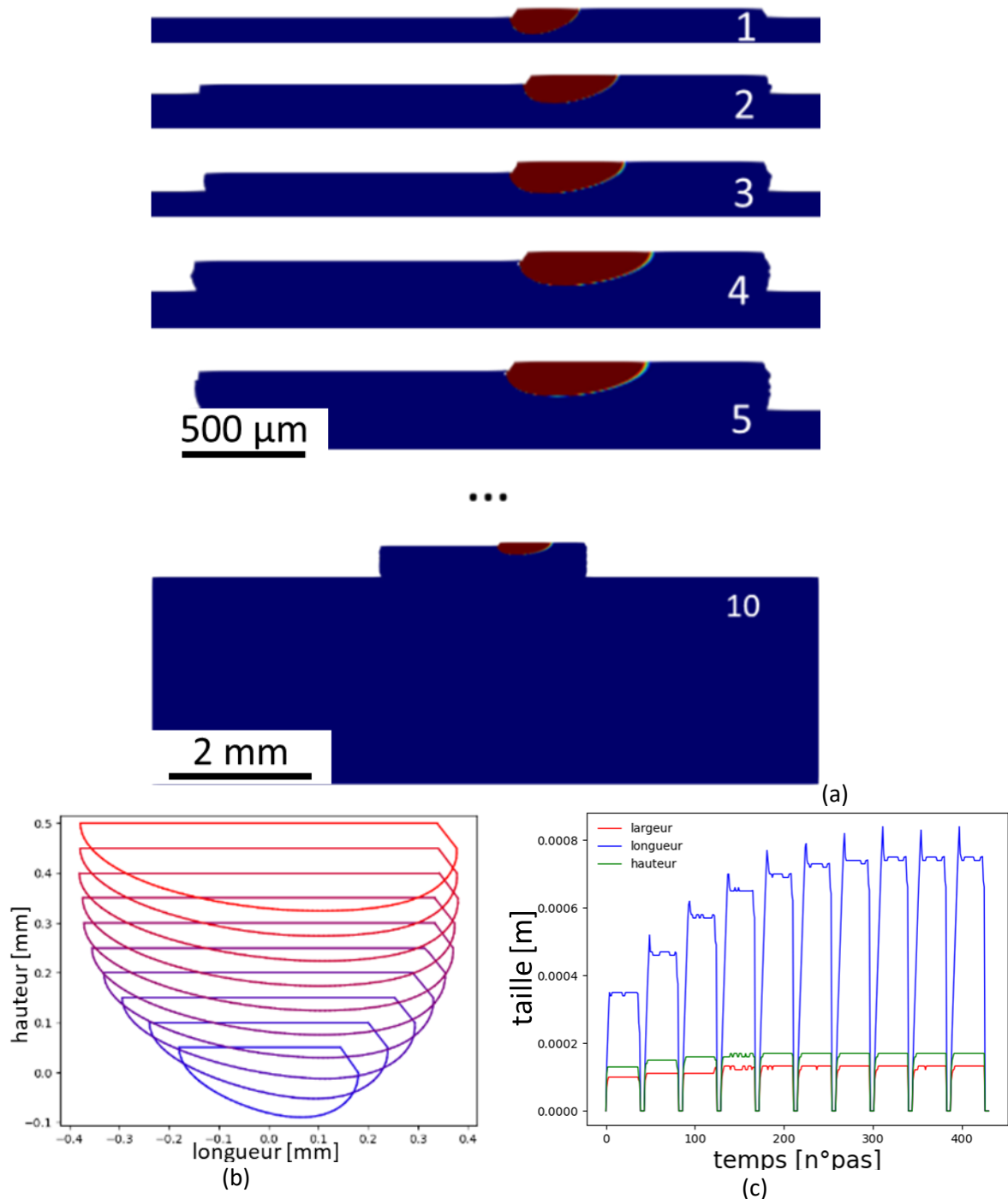


Figure 3.11 : Résultats de simulation d'un mur avec les paramètres (150 W , 100 mm/s). (a) isothermes en coupes longitudinales au cours de la fabrication des différentes couches du mur, (b) contours des bains de fusion formés dans les différentes couches, et (c) évolution des dimensions du bain de fusion au cours du procédé.

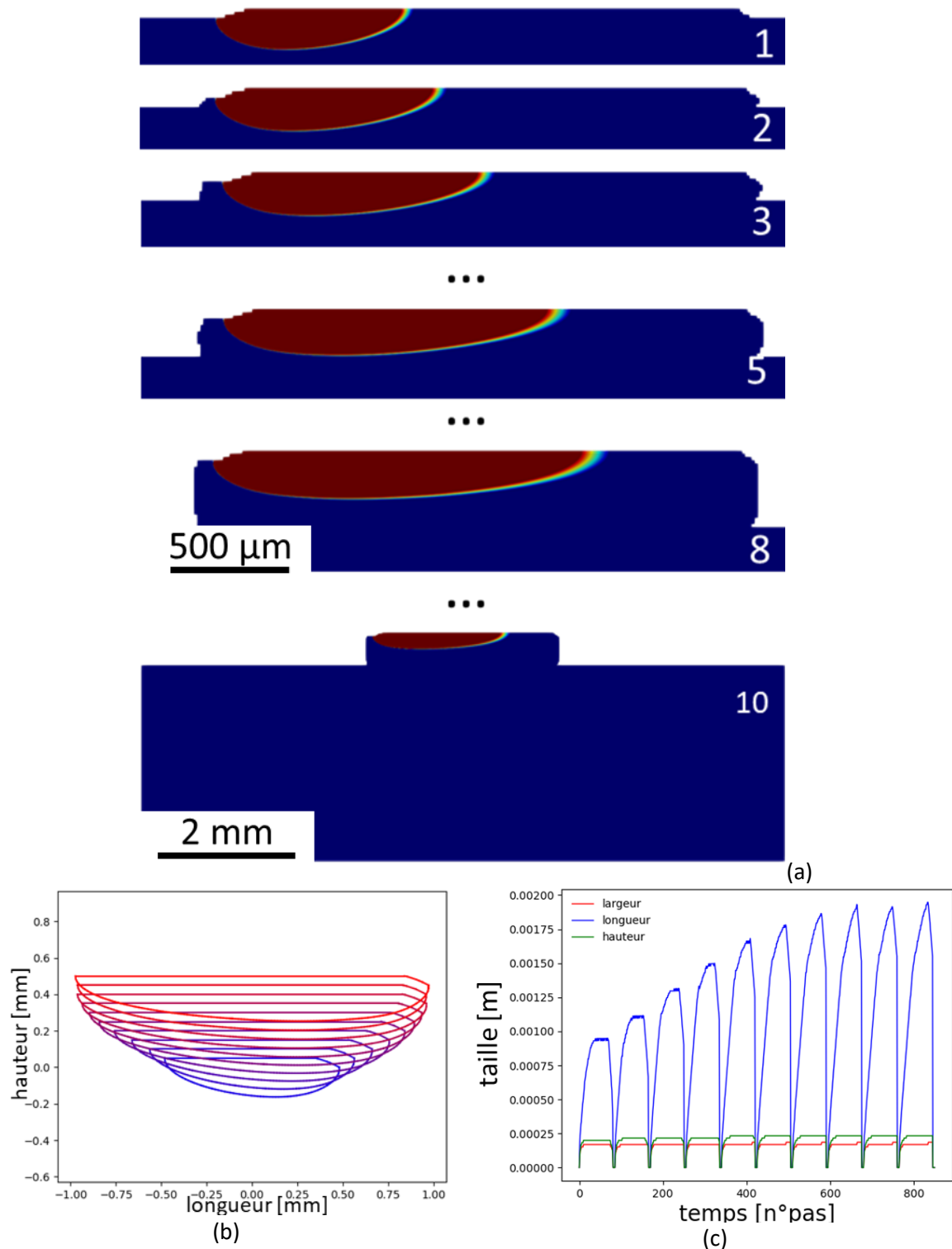


Figure 3.12 : Résultats de simulation d'un mur avec les paramètres (400 W, 200 mm/s). (a) isothermes en coupes longitudinales au cours de la fabrication des différentes couches du mur, (b) contours des bains de fusion formés dans les différentes couches, et (c) évolution des dimensions du bain de fusion au cours du procédé.

Nous pouvons voir sur la Figure 3.11a les isothermes en coupes longitudinales lors de la fabrication des cordons successifs. L'échelle des isothermes a cette fois encore été choisie pour que la zone portée au-dessus de la température de liquidus, supposée correspondre au bain de fusion, apparaisse en rouge sombre. Nous pouvons constater que la taille des bains de fusion augmente dans les premières couches, avant de se stabiliser. Sur la Figure 3.11b, qui montre les contours des bains de fusion obtenus

en coupe longitudinale dans les différentes couches, Nous voyons que la longueur et la profondeur du bain se stabilisent à partir de la sixième couche, le bain atteignant alors une longueur de $700\ \mu\text{m}$ environ. La Figure 3.11c, qui montre l'évolution des longueurs, largeurs et hauteurs des cordons dans les différentes couches, confirme ce résultat.

Sur la Figure 3.12 sont présentés les résultats obtenus avec la paramétrie ($400\ \text{W}$, $200\ \text{mm/s}$). Nous retrouvons ici les mêmes informations que pour la précédente paramétrie. Nous voyons ici que les bains de fusion atteignent leur taille stabilisée un peu plus tard, à partir de la huitième couche environ.

III.3. Comparaison avec les données expérimentales

La Figure 3.13 compare les dimensions des bains de fusion simulés obtenus avec les deux paramétries. Nous pouvons constater que les bains de fusion sont beaucoup plus longs, mais aussi plus profonds pour la seconde paramétrie. De plus, la taille stabilisée est atteinte un peu plus tard, à partir du huitième cordon, avec une longueur stabilisée de $1920\ \mu\text{m}$ avec la seconde paramétrie, alors qu'elle est atteinte dès le septième cordon avec la première paramétrie, pour une longueur de $750\ \mu\text{m}$.

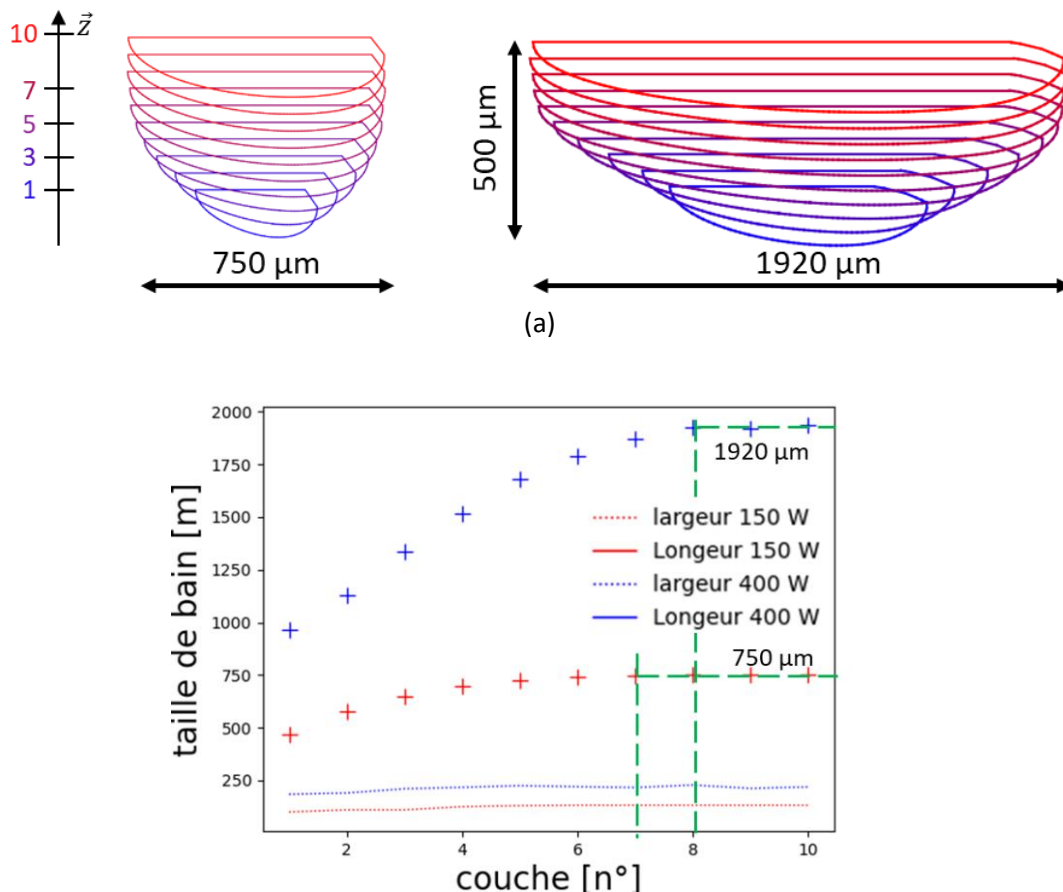


Figure 3.13 : (a) comparaison des contours des bains de fusion simulés avec les deux paramétries, (b) évolution des longueurs et largeurs de bains de fusion en fonction du numéro de couche, pour les deux paramétries.

Le Tableau 3.5 montre les longueurs moyennes des bains de fusion obtenues par simulation numérique et mesurées expérimentalement, pour chacune des paramétries. Nous pouvons constater que la simulation numérique prédit très bien la longueur de bain moyenne mesurée, pour les deux paramétries. Rappelons toutefois que les dimensions de bains de fusion mesurées sur les murs en escalier fabriqués avec la seconde paramétrie variaient beaucoup dans les différents murs et les différentes couches, ce qui explique les valeurs élevées des écart-types calculés. Ces fluctuations pourraient être liées à des variations de l'interaction laser-matière, du fait de l'apparition d'un keyhole

instable, car la seconde paramétrie se situe aux limites du domaine permettant d'obtenir des murs réguliers. Une incertitude demeure donc sur les dimensions réelles des bains de fusion obtenus avec cette paramétrie.

Tableau 3.5 : longueurs de bains de fusion obtenus par simulation numérique et mesurées expérimentalement, pour les deux paramétries

Paramétrie	Expérimentale	Numérique
(150 W, 100 mm/s)	680.3 ± 119 μm	685 ± 95 μm
(400 W, 200 mm/s)	1618.5 ± 340 μm	1678.2 ± 292 μm

IV – ANALYSE DES RESULTATS ISSUS DES SIMULATIONS THERMIQUES

Les caractéristiques des structures de grains formées à la solidification sont directement liées aux caractéristiques des champs de température au voisinage du front de solidification à l'arrière du bain de fusion. Elles sont en particulier dépendantes des gradients thermiques G (K/m) et des taux de refroidissement \dot{T} (K/s) au niveau du front de solidification. Ces données peuvent être déterminées à partir des résultats des simulations numériques, et analysées afin de tenter d'identifier les types de structures granulaires attendues, et leurs tailles caractéristiques [76].

IV.1. Gradient thermique le long du front de solidification

La Figure 3.14 montre les champs de gradients thermiques sur la frontière des bains de fusion, calculés à partir des champs thermiques issus des simulations numériques réalisées avec les deux paramétries. Les évolutions des gradients thermiques le long du front de solidification, correspondant à la frontière arrière du bain de fusion, sont comparées dans trois couches différentes.

Ce sont les valeurs des normes des gradients qui ont été tracées ici, soit $G = \sqrt{(\vec{G} \cdot \vec{x})^2 + (\vec{G} \cdot \vec{y})^2 + (\vec{G} \cdot \vec{z})^2}$, la direction du vecteur \vec{G} étant normale à l'interface solide/liquide. Les valeurs varient énormément, d'où le choix d'une échelle logarithmique.

Pour la première paramétrie, nous pouvons observer que sous le bain de fusion, à l'endroit où la solidification démarre, le gradient thermique est élevé, et qu'il n'évolue que très peu d'une couche à l'autre, avec une valeur d'environ $2 \cdot 10^7$ K/m. En revanche, le gradient thermique diminue beaucoup lorsque nous nous rapprochons de la partie arrière de la frontière du bain, et de manière encore plus marquée lorsque le nombre de couches augmente. Le gradient à l'arrière du bain varie ainsi de $5 \cdot 10^6$ K/m lors de la fabrication de la première couche à $1 \cdot 10^6$ K/m lors de la fabrication de la dernière couche. Pour la deuxième paramétrie, les variations de gradients sont moins prononcées. Le gradient sous le bain est plus faible, avec une valeur de $1 \cdot 10^7$ K/m environ, et diminue à l'arrière du bain jusqu'à une valeur de $1 \cdot 10^6$ K/m environ.

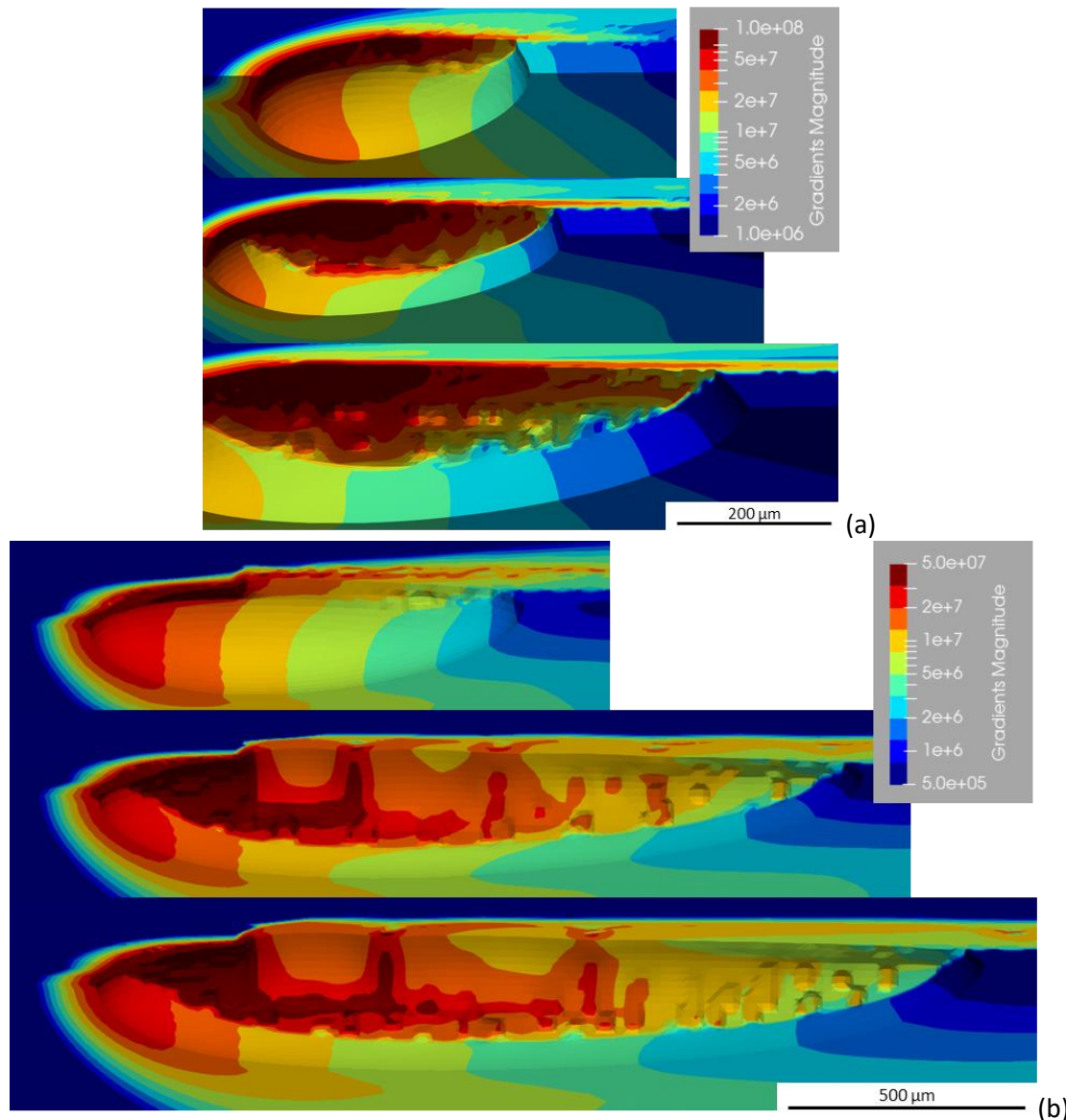


Figure 3.14 : Champs de gradients thermiques sur la surface correspondant à l'isotherme de liquidus pour les couches 1, 3 et 10 pour la paramétrie (150 W, 100 mm/s) (a) et pour les couches 1, 5 et 10 pour la paramétrie (400 W, 200 mm/s) (b)

IV.2. Évolution des vitesses de croissance et gradients thermiques

Le taux de refroidissement \dot{T} a aussi été calculé le long du front de solidification, grâce à la différence de températures entre deux pas de temps consécutifs. Connaissant le gradient G , nous pouvons ensuite en déduire la vitesse de croissance ou de déplacement du front de solidification v , liée au taux de refroidissement \dot{T} par la relation $\dot{T} = G \cdot v$.

Les résultats sont montrés sur la Figure 3.15. Les Figure 3.15a et c montrent les positions des fronts de solidification en coupes longitudinales dans les différentes couches, au niveau desquels ont été calculées les valeurs de gradient thermique G et de vitesse de croissance v , ces dernières étant déterminées à partir du taux de refroidissement \dot{T} . Les Figure 3.15b et d montrent quant à elles les évolutions de la vitesse de croissance et du gradient thermique le long du front de solidification, depuis la zone où la solidification du bain de fusion démarre, dans la partie inférieure du bain, jusqu'à la zone où elle se termine, au niveau de la « queue » du bain de fusion.

Pour la première paramétrie, la solidification du bain de fusion lors de la fabrication de la première couche démarre sous des gradients thermiques élevés, supérieurs à $1.E7$ K/m, et de faibles vitesses de croissance, et se termine à l'arrière du bain de fusion sous des gradients plus faibles, et des vitesses de croissance élevées, proches de $0,12$ m/s environ. La vitesse de croissance est alors un peu supérieure à la vitesse d'avance du laser, de $0,1$ m/s. Cette différence peut s'expliquer par le fait que la direction de croissance des dendrites, qui suit la direction du gradient thermique, n'est pas parfaitement parallèle à la direction de lasage. Le gradient thermique a ensuite tendance à diminuer le long du front de solidification lors de l'addition des cordons, alors que la vitesse de croissance reste du même ordre. Ces diminutions du gradient thermique associées à l'augmentation de la vitesse de croissance le long du front et au cours de la superposition des couches est favorable à l'apparition de structures équiaxes en fin de solidification. Cependant, les gradients thermiques restent supérieurs à $1.E6$ K/m même en fin de solidification du dernier cordon, ce qui est encore trop élevé d'après Mukherjee [16] pour permettre la formation de grains équiaxes, les gradients supérieurs à $1.E5$ K/m produisant toujours la croissance de grains colonnaires dendritiques pour les vitesses de croissance intervenant avec le procédé L-PBF.

Ces évolutions de gradients thermiques et de vitesses de croissance sont aussi observées avec la deuxième paramétrie. Cette fois-ci, le gradient thermique passe de $1.2E7$ K/m en début de solidification de la première couche à $0,6E6$ K/m en fin de solidification de la dixième couche, tandis que la vitesse de croissance augmente cette fois jusqu'à $0,35$ m/s en fin de solidification. Ces valeurs se rapprochent un peu plus des conditions dans lesquelles une structure équiaxe peut apparaître, mais les gradients sont encore un peu trop élevés.

L'augmentation de la vitesse de croissance, en particulier avec la seconde paramétrie, où elle atteint une valeur plus élevée en fin de solidification, peut aussi favoriser le phénomène de croissance sélective. Ce phénomène peut conduire à la formation de grains colonnaires de plus grandes tailles, qui viennent alors bloquer la croissance des grains colonnaires dont les orientations cristallines sont moins favorables par rapport à la direction du gradient thermique.

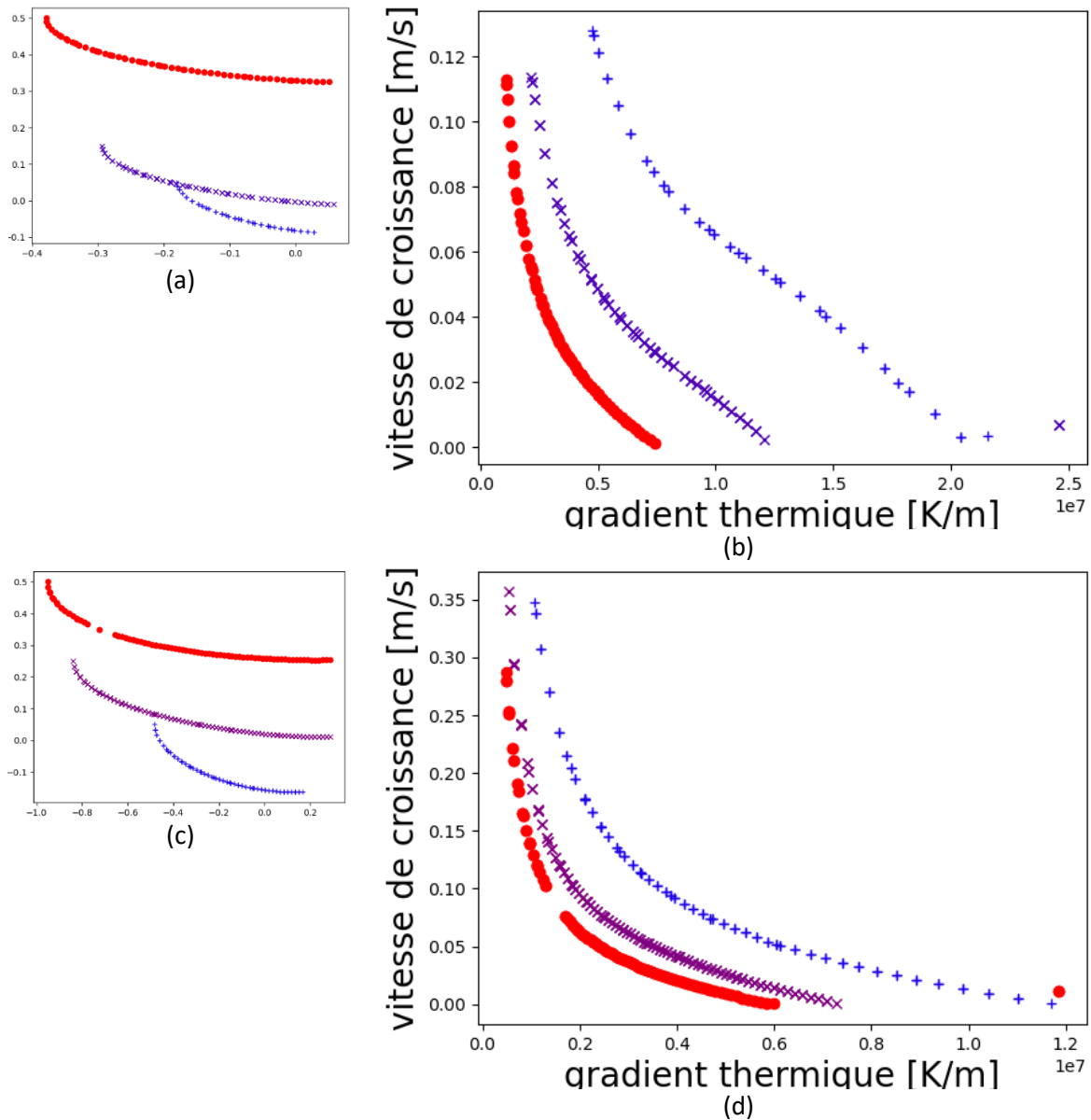


Figure 3.15 : Evolutions de la vitesse de croissance v et du gradient thermique G le long de l'interface solide/liquide à l'arrière des bains de fusion. (a) positions des fronts de solidification en coupe longitudinale dans les couches 1 (bleu), 3 (violet) et 10 (rouge), pour la paramétrie (150 W, 100 mm/s). (b) évolutions de G et de v le long des fronts de solidification des différentes couches. (c) positions des fronts de solidification en coupe longitudinale dans les couches 1 (bleu), 5 (violet) et 10 (rouge), pour la paramétrie (400 W, 200 mm/s). (d) évolutions de G et de v associées.

V – CONCLUSION

Ce chapitre était consacré à l'identification de conditions opératoires permettant la fabrication de murs de géométries régulières et à la simulation thermique du procédé, de manière à obtenir les évolutions des champs de température au cours du procédé, qui gouvernent les mécanismes de solidification.

La première partie du chapitre était consacrée à l'étude de l'influence des paramètres procédé sur la géométrie des murs fabriqués, et a conduit à l'identification de deux paramètres permettant d'obtenir, avec des niveaux d'énergies différents, des murs de géométries régulières.

En parallèle de ces essais, une modélisation du procédé a été développée en vue de la simulation numérique de la fabrication des murs. Différentes hypothèses de modélisation ont été comparées, afin d'observer leur influence sur les dimensions des bains de fusions simulés.

Une modélisation complète du procédé a finalement été retenue, et utilisée pour simuler numériquement la fabrication de murs avec les deux paramètres sélectionnés. Pour cela, les paramètres du modèle de source de chaleur ont encore dû être ajustés en fonction de la paramétrie. Les résultats ont pu être validés par comparaison des dimensions des bains de fusion obtenus par simulation numérique avec celles issues de mesures expérimentales.

Pour finir, les champs de température obtenus ont été analysés, afin d'en déduire en particulier les évolutions de gradients thermiques et de vitesses de croissance le long du front de solidification, qui déterminent en grande partie les caractéristiques des structures de solidification formées.

Dans les chapitres qui suivent, ces champs de température vont être utilisés pour simuler numériquement, par la méthode des automates cellulaires, la formation des structures granulaires issues de la solidification des bains de fusion.

Chapitre 4 : Modélisation et simulation numérique de la formation des grains dans les murs fabriqués avec la poudre 316L SLM Solutions

L'objectif de ce chapitre est de décrire les différents paramètres de la modélisation par automate cellulaire retenus dans le code CA-FE pour simuler la formation des grains durant la solidification, et de comparer les résultats obtenus aux structures de grains observées expérimentalement dans des murs fabriqués avec la poudre SLM Solutions.

La modélisation AC permet de simuler la formation et la croissance des grains le long de l'interface solide/liquide, à partir des champs de températures issus des calculs par éléments finis réalisés pour les deux paramétries sélectionnées, présentés dans le chapitre précédent. Rappelons que les simulations thermiques concernent la fabrication de murs (ou voiles) formés par la superposition de dix cordons (des microstructures simulées de tapis sont aussi présentées en Annexe C).

La première partie du chapitre est consacrée à la caractérisation des murs fabriqués sur la machine instrumentée de l'ENSAM/PIMM présentée dans le chapitre 2 partie II.2, avec les deux paramétries retenues, de manière à faciliter le choix des paramètres de la modélisation. La morphologie des murs, la nature et la répartition des phases formées, mais surtout les caractéristiques morphologiques et la texture cristallographique des grains formés ont ainsi été analysées.

La seconde partie commence par une présentation des choix des principaux paramètres de la modélisation AC, à partir des observations issues de l'expérience, ou d'études paramétriques numériques menées pour tenter de réduire les temps de calcul. Puis les structures de grains obtenues dans les murs simulés par AC à partir de ces paramètres optimisés ont été analysées, afin d'étudier en particulier les caractéristiques morphologiques et la texture cristallographique des grains issus de ces simulations.

Enfin, la troisième partie du chapitre est consacrée à la comparaison des résultats numériques et expérimentaux, afin de tenter de proposer des pistes d'amélioration du modèle AC.

I – CARACTERISATION GEOMETRIQUE ET MICROSTRUCTURALE DES MURS FABRIQUES

Afin d'identifier et/ou de valider le choix des paramètres de la modélisation de la croissance des grains au cours de la solidification dans le programme de simulation numérique développé, les murs fabriqués avec les deux paramétries sélectionnées dans le chapitre 3 partie I ont fait l'objet d'analyses post mortem. Pour cela, il a fallu découper puis préparer les échantillons et observer au microscope les microstructures obtenues.

L'objectif est d'obtenir des cartographies détaillées de la morphologie et de l'orientation cristallographique des grains dans un mur en fonction des paramètres de fabrication utilisés. Rappelons que seules les paramètres puissance et vitesse varient entre les deux paramétries retenues, avec des valeurs de (150 W, 100 mm/s) pour la première paramétrie, et de (400 W, 200 mm/s) pour la seconde. Des clichés ont ainsi été réalisés à l'aide du détecteur EBSD du MEB. Une fois les résultats obtenus, nous avons analysé les caractéristiques géométriques (diamètres, élancements) et les orientations cristallographiques des grains.

I.1. Géométrie et compacité des murs obtenus

L'analyse des images MEB des murs en coupes transversales permet d'identifier et quantifier les défauts de fabrication. La Figure 4.1 montre les reconstitutions de murs obtenues à partir des différentes images MEB effectuées sur les coupes transversales. La Figure 4.1a correspond à deux murs fabriqués avec la paramétrie (150 W, 100 mm/s) et la Figure 4.1b à des murs obtenus avec la paramétrie (400 W, 200 mm/s). Les murs fabriqués avec la première paramétrie, qui correspond à la plus faible énergie linéique, mesurent en moyenne 1450 μm de haut et 276 μm de largeur. Pour la seconde paramétrie, les murs mesurent 1320 μm de haut et 379 μm de largeur en moyenne. L'élargissement des cordons en fonction du numéro de couche est peu visible pour la première paramétrie, seul le premier cordon étant plus fin que les suivants, avec une largeur de 234 μm environ. Pour la deuxième paramétrie, la largeur des premiers cordons augmente progressivement pour se stabiliser à partir de la quatrième couche.

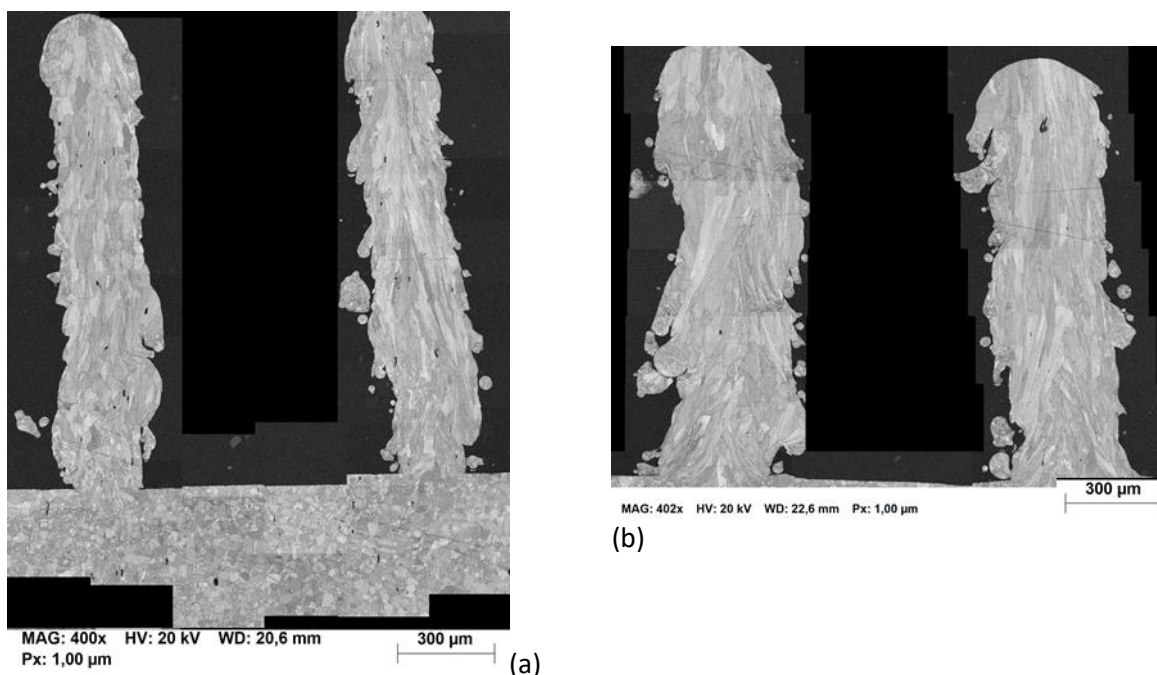


Figure 4.1 : Images MEB de coupes transversales des murs, (a) mur fabriqué avec le jeu de paramètres (150 W, 100 mm/s), (b) mur fabriqué avec le jeu de paramètres (400 W, 200 mm/s)

Les Figure 4.1 et Figure 4.2a font ressortir plusieurs défauts de fabrication :

- Les **porosités** : elles sont peu nombreuses, quelle que soit la paramétrie. La Figure 4.2a montre qu'elles apparaissent en plus grand nombre lors de la fabrication de la première couche. Cela pourrait s'expliquer par l'épaisseur de la première couche de poudre ajoutée, qui est supérieure à 50 μm dans certaines zones, la surface du substrat n'étant pas parfaitement parallèle à celle du porte-échantillon ;
- La **rugosité** des surfaces : celle-ci semble principalement liée à la présence de particules de poudres non ou partiellement fondues qui se fixent au mur ;
- Le **désaxement des cordons** : les cordons ne sont pas parfaitement alignés dans la direction de fabrication. Ce défaut géométrique peut être lié au manque de précision dans le positionnement du laser, qui peut être décalé de 10 μm dans la direction d'hachurage entre deux couches. Il est toutefois possible que ce défaut apparent soit lié à la découpe des échantillons, qui a pu produire un affaissement des murs.

Ces figures montrent qu'il y a, certes, des défauts mais ils semblent négligeables. Nous comptons moins d'une dizaine de porosités de taille inférieure à 5 μm . Aussi, la taille caractéristique de la rugosité est 10 à 100 fois inférieure à la largeur des cordons, elle n'aurait aucun impact pour la fabrication de blocs. En conclusion, les choix des paramètres thermiques et l'épaisseur de couche sont adaptés au procédé car peu de défauts.

I.2. Identification des phases en présence

L'analyse EBSD permet d'identifier la structure cristallographique des phases en présence. L'acier 316L est un acier austénitique, mais il peut contenir différentes autres phases, comme la ferrite delta ou la phase intermétallique sigma, de structures cristallographiques différentes de celle de l'austénite, et dont la présence peut ainsi être révélée par l'analyse EBSD.

La Figure 4.2 présente des cartographies révélant la présence de ferrite, représentée en rouge, et de phase sigma, représentée en vert, dans différentes zones d'une coupe longitudinale de mur fabriqué avec la paramétrie (150 W, 100 mm/s). Ces phases restent cependant très minoritaires au milieu de la phase principale, qui est l'austénite.

Le pourcentage surfacique de chacune de ces phases a été calculé à partir des cartographies, dans les trois zones analysées. Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 4.1. L'austénite est présente en très grande majorité, avec une proportion supérieure à 97%, alors que les autres phases sont présentes dans des proportions inférieures à 2% pour chacune d'entre elles. Il n'y a de plus pas d'évolution significative de répartition de ces phases dans la hauteur des murs.

Tableau 4.1 : Pourcentage surfacique des phases en présence dans les trois zones de la Figure 4.2

Phases (% surf.)	Austénite	Ferrite	Phase Sigma
Substrat (zone 3)	98,67	0,77	1,87
Milieu du mur (zone 2)	98,31	0,75	0,92
Sommet du mur (zone 1)	97,13	1,05	1,92

Dans la suite de l'étude, nous avons choisi de ne prendre en compte que la phase austénitique pour étudier les orientations cristallographiques des grains.

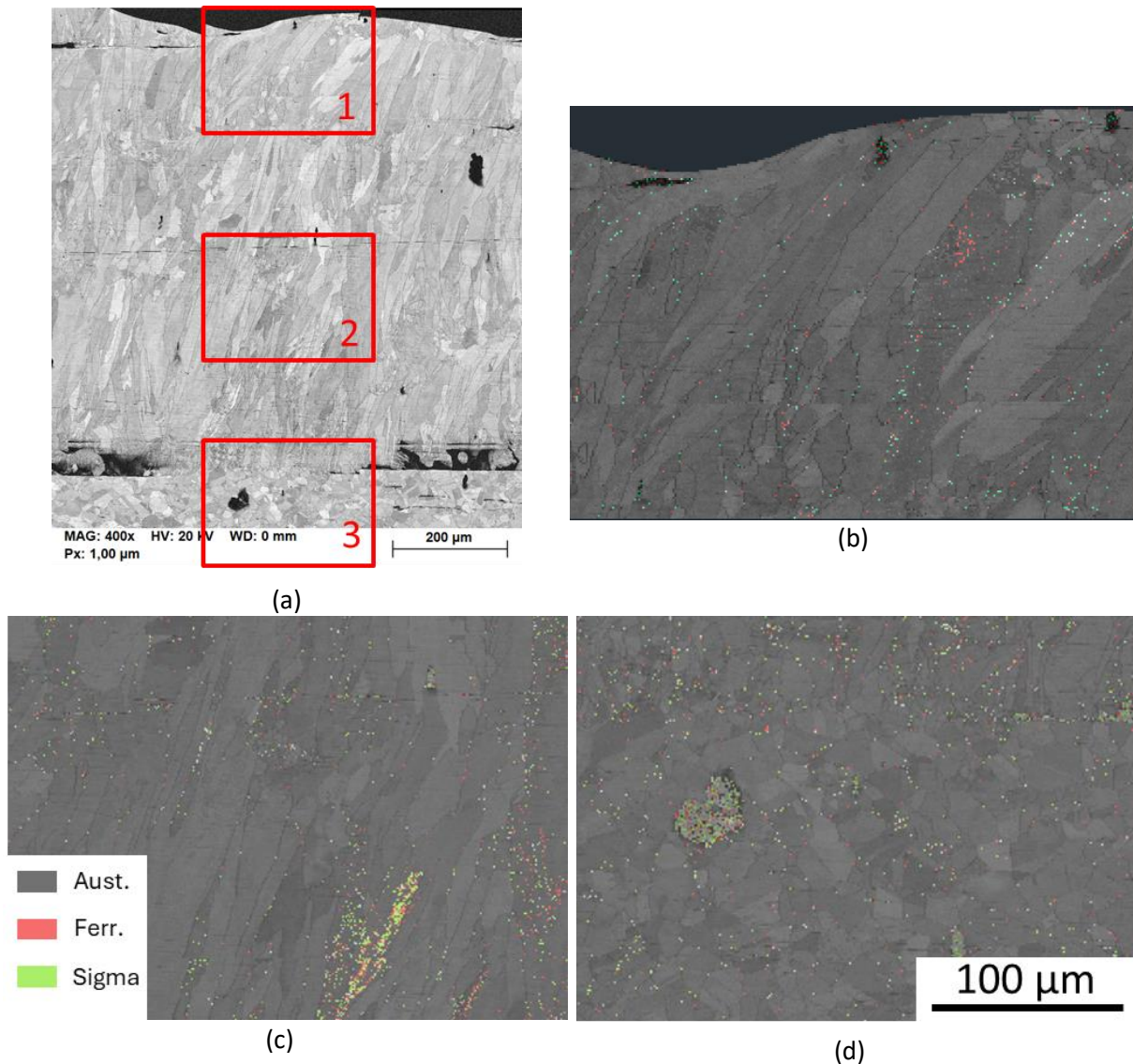


Figure 4.2 : Cartographies montrant la présence des phases ferrite (en rouge) et sigma (en vert) formées dans différentes zones d'un mur produit avec les paramètres (150 W, 100 mm/s) : (a) localisation des trois zones cartographiées dans une coupe longitudinale ; (b) zone 1, partie haute du mur, (c) zone 2, au milieu du mur et (d) zone 3, dans le substrat.

I.3. Analyse des orientations cristallographiques des grains dans les murs

L'analyse EBSD des murs fabriqués avec le procédé L-PBF permet aussi d'identifier les orientations cristallographiques des phases détectées, et d'étudier ainsi la texture cristallographique des matériaux. Une orientation cristallographique a ainsi pu être attribuée à chaque élément de surface analysé, de taille (1 μm x 1 μm), qui constituent les pixels des cartographies d'orientation des grains présentées dans la suite. Sur ces cartographies, les joints de grains sont détectés lorsque la différence angulaire entre deux pixels voisins est comprise entre 5° et 60°. En dessous de 5° de désorientation, les pixels sont supposés appartenir au même grain, et au-dessus de 60°, il est supposé s'agir d'un joint de macle.

1.3.1. Murs fabriqués avec la première paramétrie

Les cartographies d'orientations cristallographiques des grains en coupe transversale, réalisées à partir des analyses EBSD, sont représentées sur la Figure 4.3 pour la paramétrie (150 W, 100 mm/s). Nous retrouvons les trois cartographies d'orientations des grains par rapport : (a) à l'axe \vec{x} , (b) à l'axe \vec{y} qui correspond à la direction de construction, et (c) à l'axe \vec{z} qui correspond à la direction de lasage.

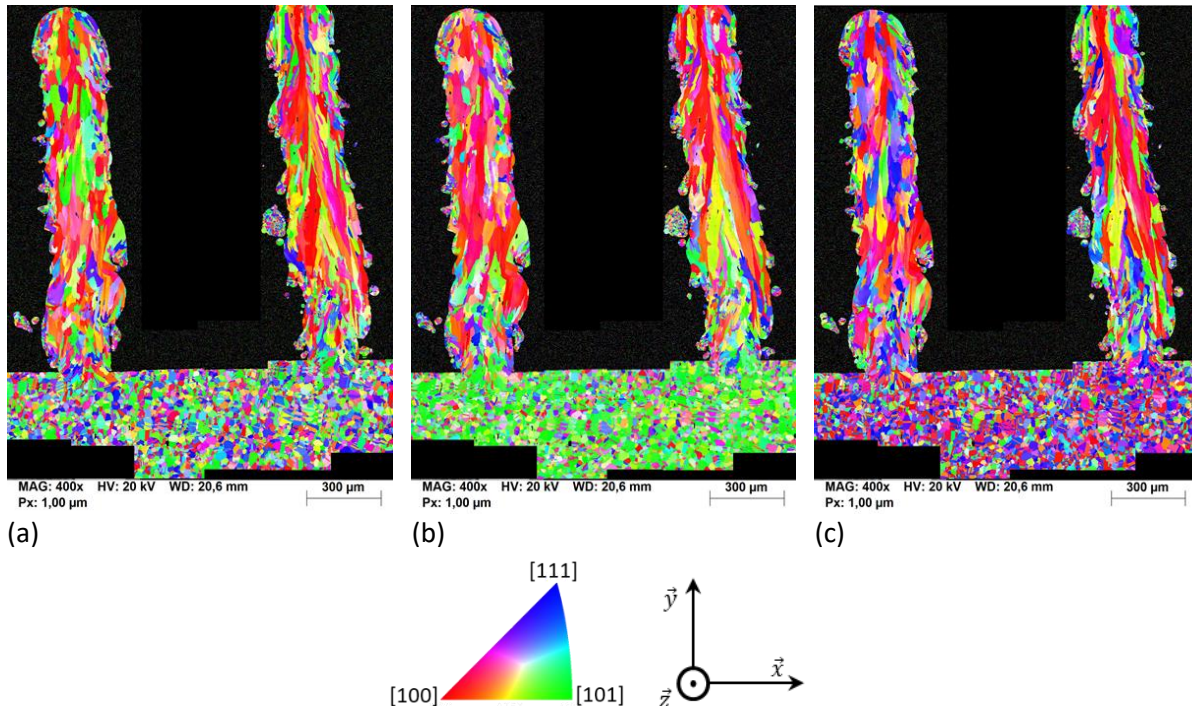


Figure 4.3: Cartographies EBSD des coupes transversales de murs réalisés avec les paramètres (150 W, 100 mm/s). (a) orientations cristallographiques des grains par rapport à l'axe \vec{x} , (b) par rapport à l'axe \vec{y} (direction de construction), et (c) par rapport à l'axe \vec{z} (direction de lasage)

La texture cristallographique obtenue est particulière. Les Figure 4.3a et Figure 4.3c ne montrent pas d'orientation préférentielle marquée des grains par rapport aux axes \vec{x} et \vec{z} , les couleurs étant assez bien réparties entre les grains. En revanche, sur la Figure 4.3b, nous pouvons voir que les grains du substrat présentent une forte texture, avec des directions cristallographiques $\langle 101 \rangle$ majoritairement orientées selon l'axe vertical. Les grains du mur présentent quant à eux des directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ majoritairement orientées dans cette même direction. L'axe vertical correspond également à la direction préférentielle des axes principaux des grains colonnaires dans le mur. Nous voyons aussi une zone de transition dont l'épaisseur représente quelques couches entre le substrat et la partie haute des murs où les grains changent à la fois de forme, passant d'une morphologie équiaxe à une morphologie colonnaire, et d'orientations cristallographiques. Dans la suite, nous ne présenterons que les cartographies d'orientations des grains par rapport à l'axe \vec{y} .

Pour avoir plus d'informations sur la texture cristallographique, nous avons tracé les figures de pôles, représentées sur la Figure 4.4. Cette dernière présente les figures de pôles associées aux cartographies des coupes transversales des deux murs fabriqués avec la première paramétrie, pour trois zones distinctes des murs : le substrat, le bas du mur et le haut du mur. Pour chacune de ces zones, ont été tracées les trois figures de pôles correspondant aux plans cristallographiques (100), (110) et (111).

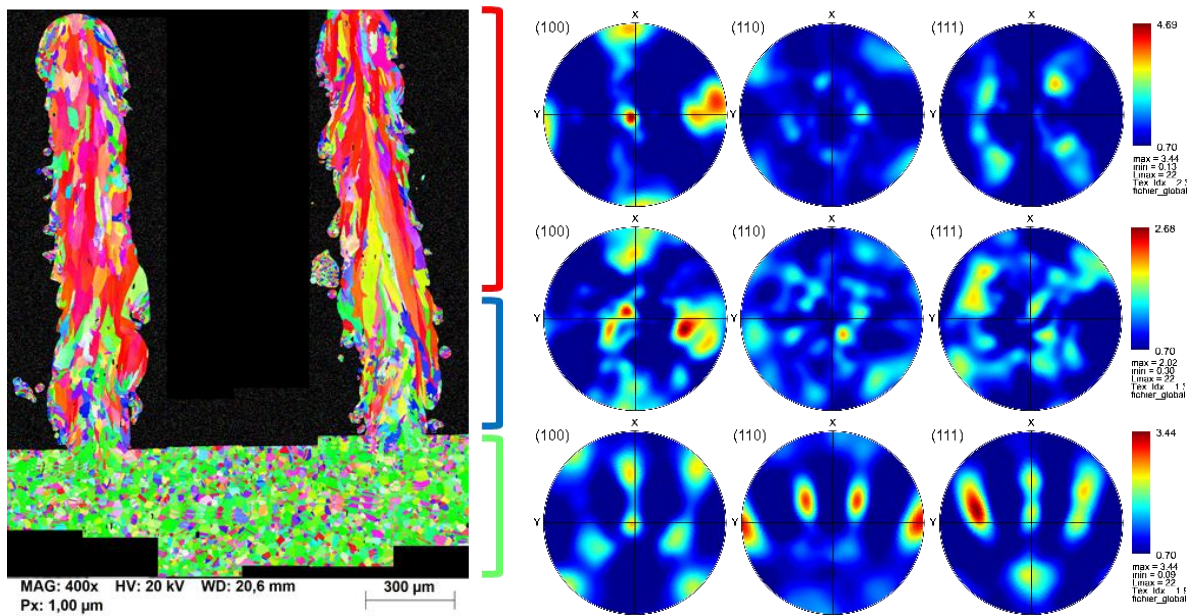


Figure 4.4 : Cartographie d'orientations cristallographiques des grains par rapport à l'axe y en coupe transversale des murs fabriqués avec la paramétrie (150 W, 100 mm/s), et figures de pôles correspondant aux trois zones d'intérêt : le substrat, le bas du mur et le haut du mur.

Ces résultats valident ce qui a été observé sur les cartographies d'orientations cristallographiques des grains. Il y a deux zones bien distinctes qui sont très texturées, le substrat et la partie haute des murs, séparées par une zone de transition. Dans la zone située en haut du mur, nous voyons une forte densité de grains dont les directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ sont orientées selon la direction verticale \vec{y} , et légèrement décalées vers le centre de la figure. Cela montre que les directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ des grains sont orientées dans la direction de fabrication, mais aussi légèrement inclinées dans la direction de lasage, qui correspond à l'axe \vec{z} sur les figures de pôles.

L'analyse de la texture a été complétée par des observations en coupe longitudinale des murs fabriqués. La Figure 4.5 montre les cartographies d'orientations cristallographiques des grains obtenues par rapport à la direction \vec{y} . Nous retrouvons sur cette figure les textures particulières du substrat et des murs, dont les grains ont des directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ majoritairement alignées avec la direction de fabrication \vec{y} . Il y a cependant également une forte présence de grains dont l'orientation est plus aléatoire. De larges porosités entre le substrat et les premières couches sont également apparues lors de la fabrication. Celles-ci s'expliquent encore une fois par la difficulté de déposer la première couche de poudre de manière bien uniforme.

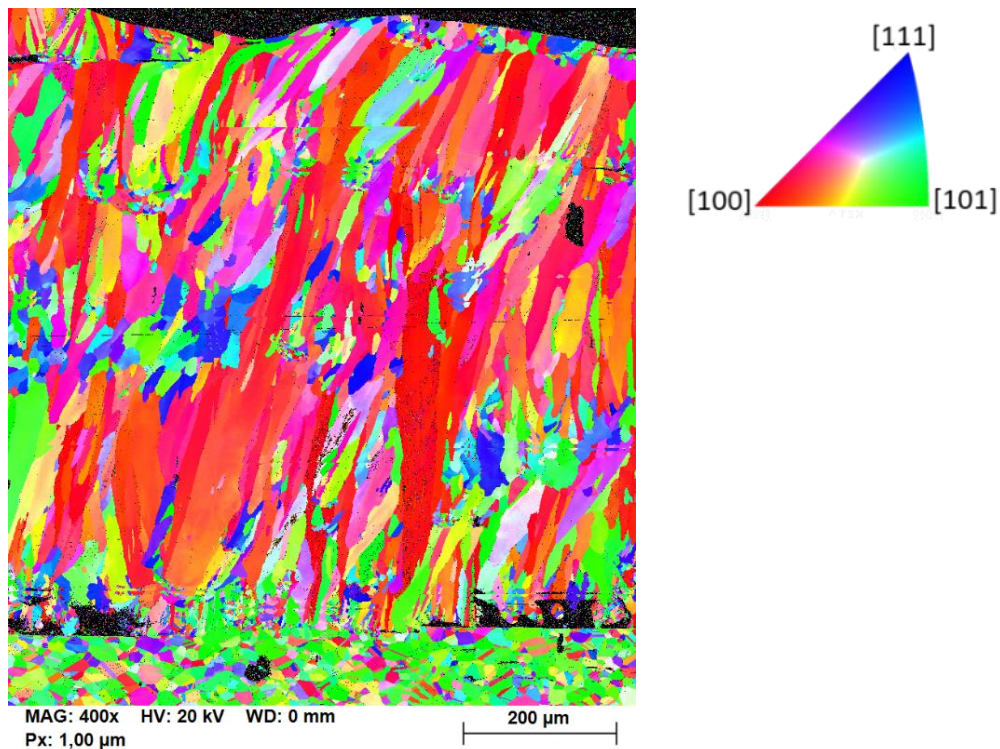


Figure 4.5 : Cartographie d'orientations cristalllographiques des grains par rapport à l'axe \vec{y} en coupe longitudinale d'un mur fabriqué avec la paramétrie (150 W, 100 mm/s)

1.3.2. Murs fabriqués avec la deuxième paramétrie

Le travail précédent a aussi été réalisé pour la deuxième paramétrie (400 W, 200 mm/s). La Figure 4.6 montre une cartographie des orientations cristalllographiques des grains en coupe transversale par rapport à la direction \vec{y} , ainsi que les figures de pôles correspondant aux trois zones définies précédemment.

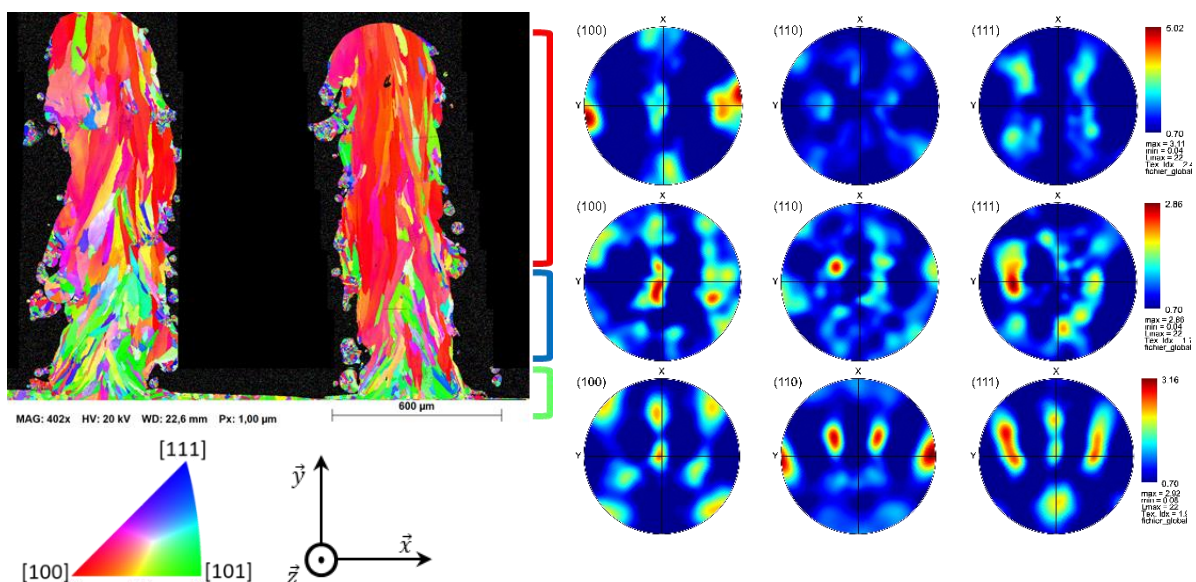


Figure 4.6 : Cartographie d'orientations cristalllographiques des grains par rapport à l'axe \vec{y} en coupe transversale des murs fabriqués avec la paramétrie (400 W, 200 mm/s), et figures de pôles correspondant aux trois zones d'intérêt : le substrat, le bas du mur et le haut du mur.

Les orientations sont identiques à celles observées avec la première paramétrie. Nous retrouvons ainsi les mêmes orientations préférentielles dans chacune des zones, avec en particulier, dans la partie haute des murs, une forte proportion de grains dont les directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ sont orientées préférentiellement selon l'axe \vec{y} .

Ces résultats sont confirmés par l'observation des cartographies d'orientations cristallographiques des grains par rapport à l'axe \vec{y} en coupe longitudinale (Figure 4.7), qui montre une augmentation de la proportion de grains dont les directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ sont préférentiellement orientées dans la direction verticale lorsque nous nous approchons de la partie haute du mur.

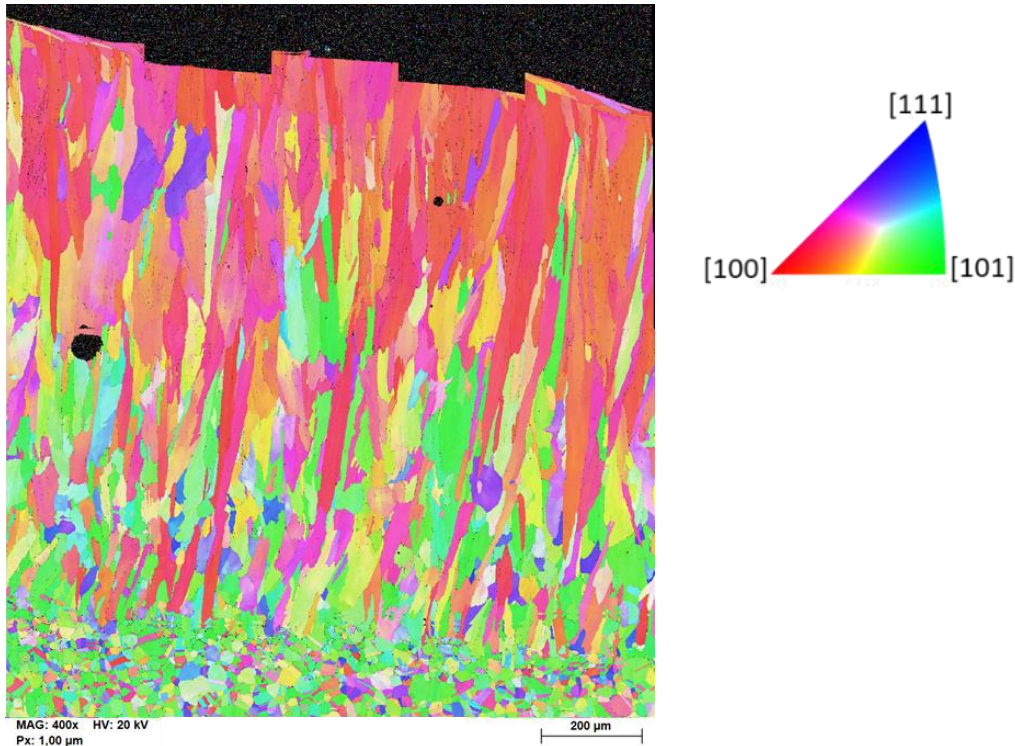


Figure 4.7 : Cartographie d'orientations cristallographiques des grains par rapport à l'axe \vec{y} en coupe longitudinale d'un mur fabriqué avec la paramétrie (400 W, 200 mm/s)

1.3.3. Comparaison des textures observées avec les deux paramétries

Les figures de pôles obtenues dans les coupes longitudinales de murs fabriqués avec les deux paramétries sont comparées sur la Figure 4.8. Nous retrouvons les mêmes tendances que celles observées dans les parties hautes des coupes transversales de murs, avec une forte proportion de grains dont les directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ sont orientées autour de l'axe vertical des murs. Nous remarquons cependant une légère rotation de ces directions préférentielles entre les deux paramétries, mais il est difficile d'en définir l'origine, car l'alignement des échantillons au cours de l'analyse EBSD par rapport au repère principal des murs n'était pas toujours parfait.

La principale différence entre les deux paramétries réside dans la proportion de grains dont les directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ sont orientées préférentiellement selon l'axe \vec{y} , qui est un peu plus élevée avec la seconde paramétrie. La figure de pôle montre en effet une densité maximale de grains ainsi orientés de 5,31, contre 4,12 avec la première paramétrie.

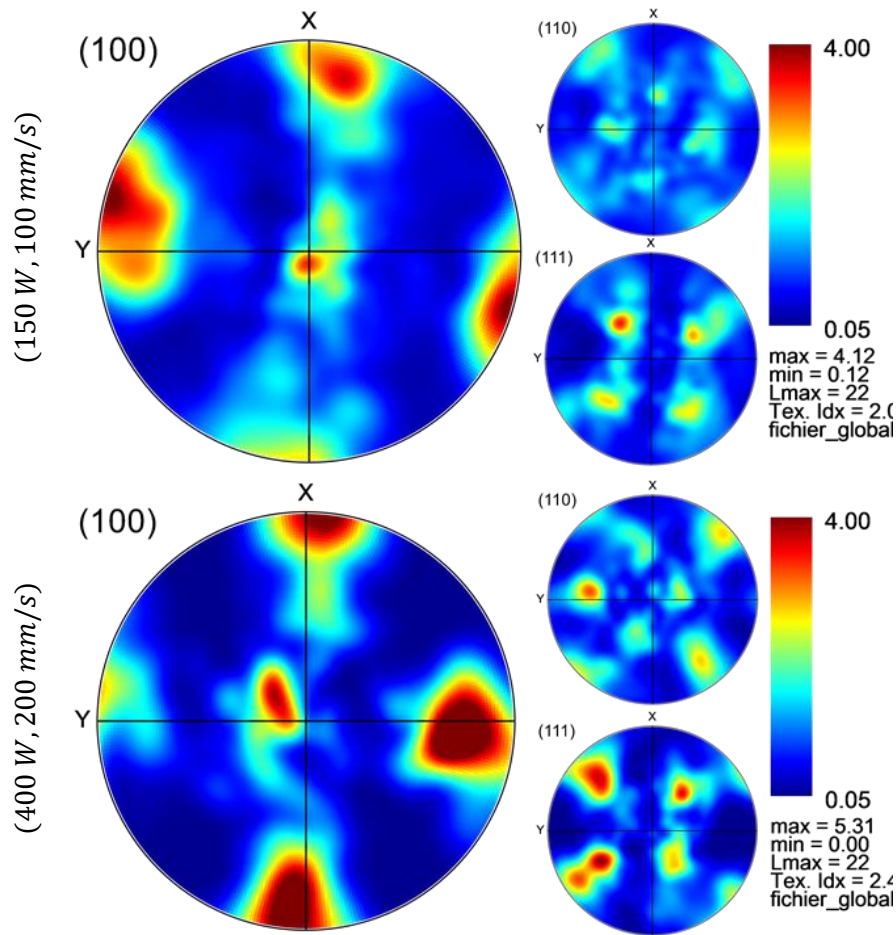


Figure 4.8 : Figures de pôles correspondant aux coupes longitudinales des Figure 4.5 (pour la paramétrie 150 W, 100 mm/s), et Figure 4.7 (pour la paramétrie 400 W, 200 mm/s).

Nous retrouvons ainsi la même texture avec les deux paramétries. Les grains sont orientés dans la directions de fabrication et légèrement incliné dans la direction de fabrication, \vec{x} dans le cas des coupes longitudinales. Cependant nous voyons que chacun des motifs est décentré. Cela peut s'expliquer par le fait que les découpes ne sont pas parfaitement alignées avec le plan formé par les directions de fabrication et de lasage. Aussi, les échantillons ne sont pas parfaitement alignés avec les axes d'observation. Cela est visible avec la deuxième paramétrie où la séparation entre substrat et première couche est inclinée. Cela a alors une conséquence sur les orientations.

1.3.4. Particularité de la texture du substrat

Les diverses cartographies d'orientations des grains par rapport à l'axe \vec{y} ont fait ressortir la texture particulière du substrat. Nous avons donc choisi de conclure cette partie en discutant l'influence des caractéristiques microstructurales du substrat sur la microstructure obtenue dans les murs.

La Figure 4.9 montre une analyse de l'évolution des caractéristiques de grains en fonction de la position dans le substrat ou le mur, pour la première paramétrie. Comme nous l'avons dit, le substrat est très texturé, ses grains ont des directions cristallographiques $\langle 110 \rangle$ majoritairement alignées avec la direction de fabrication. La Figure 4.9c montre les distributions des angles de désorientation intergranulaire. Nous pouvons constater qu'il y a également dans le substrat une forte proportion de joints de macles, avec presque 40 % des désorientations intergranulaires correspondant à un angle de 60° . Au sommet du mur en revanche, la distribution d'angles de désorientation intergranulaire respecte relativement bien la distribution de Mackenzie correspondant à une répartition aléatoire

d'orientations des grains. La texture est aussi très différente dans cette zone, avec des grains dont les directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ sont alignées avec la direction de fabrication. Entre ces deux zones nous retrouvons une zone de transition où l'orientation des grains est relativement aléatoire, avec seulement une faible proportion de joints de macles.

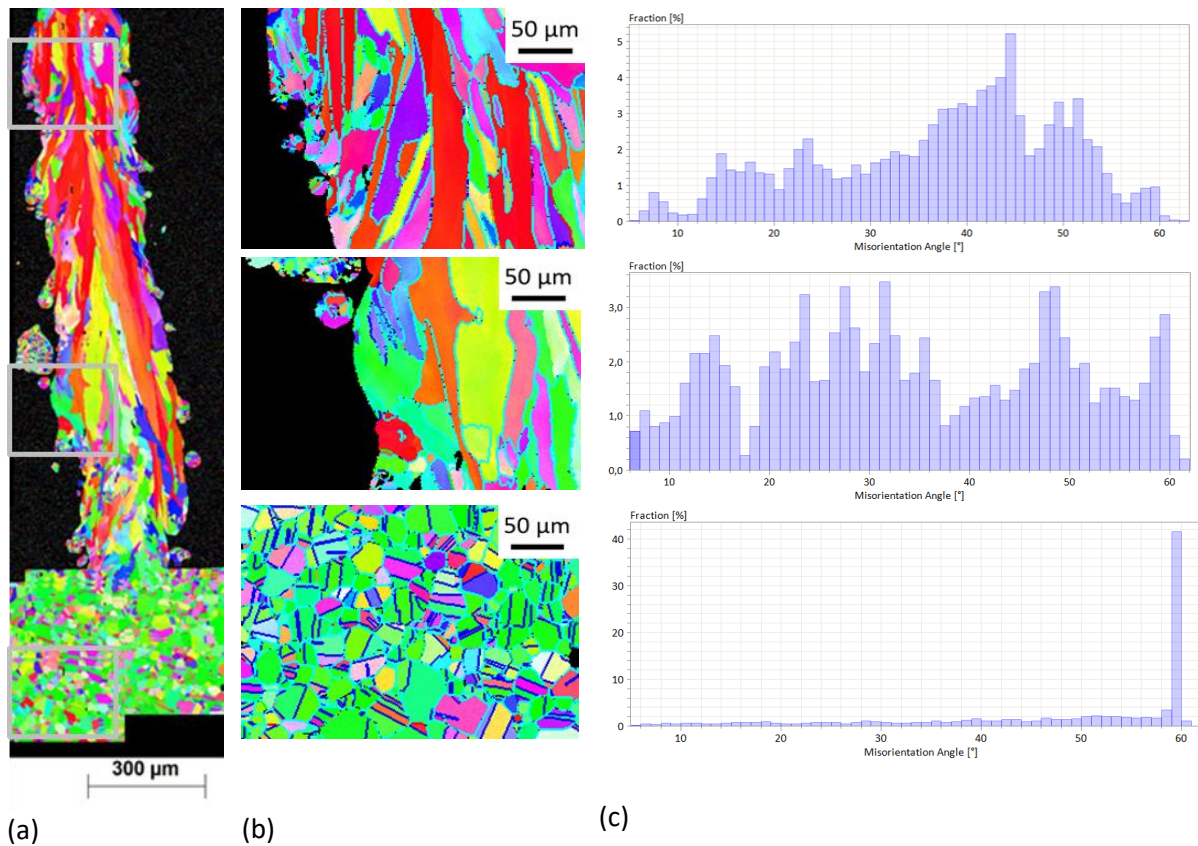


Figure 4.9 : Analyse des caractéristiques d'orientations cristallographiques des grains dans les différentes zones d'un mur fabriqué avec la paramétrie (150 W, 100 mm/s), (a) localisation des trois zones analysées, (b) cartographie d'orientations cristallographiques des grains dans les trois zones avec les joints de grain repérés en bleu, et (c) distribution des angles de désorientation intergranulaire pour chaque zone.

Cette figure montre alors que même si le substrat a une texture particulière, cela n'impacte pas la microstructure du mur, hormis dans les toutes premières couches déposées. Nous pouvons donc, dans la simulation numérique, choisir une distribution d'orientations cristallographiques des grains aléatoire pour le substrat, et il ne sera pas nécessaire de reproduire les caractéristiques de la texture observée expérimentalement.

1.4. Caractéristiques morphologiques des grains

Comme il a été vu précédemment, l'analyse EBSD permet d'isoler chaque grain observé. Différentes caractéristiques morphologiques et dimensionnelles, mentionnées dans le chapitre 2 partie V, peuvent alors être mesurées et comparées. Nous avons choisi de mesurer, pour chaque paramétrie et chaque zone des coupes transversales, les diamètres équivalents des grains, leurs rapports de forme et les angles entre l'axe principal du grain et la direction horizontale \vec{x} . Les mêmes mesures ont également été effectuées dans la partie centrale de coupes longitudinales des murs. Les orientations des axes principaux des grains sont alors mesurées par rapport à la direction de lasage.

Le Tableau 4.2 rassemble les valeurs moyennes et les écarts-types calculés pour chacune des zones. Nous pouvons constater que la taille des grains ainsi que le rapport de forme moyens augmentent lorsque nous nous rapprochons des parties hautes des murs, montrant que les grains sont de plus en

plus volumineux et élancés. Les écart-types mesurés pour ces deux grandeurs sont également très élevés. Cela pourrait s'expliquer par la formation de grains de plus petites tailles sur les bords des murs, qui croissent à partir de particules de poudre partiellement fondue. Les angles moyens caractérisant la direction des axes principaux des grains à l'intérieur des murs sont proches de 90° dans tous les cas, ce qui montre que l'axe principal des grains colonnaires est orienté suivant la direction verticale de construction des murs. Nous pouvons toutefois noter un angle un peu plus élevé dans la coupe longitudinale du mur fabriqué avec la première paramétrie, ce qui indique que les axes principaux des grains sont alors légèrement inclinés dans la direction de lasage, contrairement aux grains formés dans le mur fabriqué avec la seconde paramétrie, qui restent plus verticaux.

Enfin, nous pouvons observer que la taille moyenne des grains est plus élevée avec la seconde paramétrie. Les rapports de forme sont en revanche identiques pour les deux paramétries dans les parties hautes des murs, ce qui indique que les grains sont à la fois plus larges et plus longs dans les murs fabriqués avec la seconde paramétrie.

Tableau 4.2 : Caractéristiques morphologiques moyennes – diamètre équivalent de grain, rapport de forme et orientation de l'axe principal des grains – mesurées pour chacune des paramétries dans les trois zones des coupes transversales, et dans la partie centrale des coupes longitudinales

Paramétrie	(150 W, 100 mm/s)			(400 W, 200 mm/s)		
	Diamètre équivalent (μm)	Rapport de forme	Angle d'orientation (°)	Diamètre équivalent (μm)	Rapport de forme	Angle d'orientation (°)
Sommet du mur	59,72 ± 38,82	5,42 ± 3,54	87,48 ± 19,53	85,83 ± 50,05	5,24 ± 3,53	88,33 ± 16,48
Bas du mur	29,64 ± 16,3	3,45 ± 2,57	92,51 ± 31,45	49,13 ± 28,59	3,5 ± 3	93,85 ± 25,61
Substrat	23,69 ± 10,48	1,5 ± 0,5	110 ± 47,47	15,08 ± 7,49	1,7 ± 0,7	110 ± 56,04
Coupe longitudinale	48,46 ± 37,29	4,37	100 ± 23,43	82,85 ± 42,39	5,45	89,74 ± 11,82

L'énergie linéique correspondant à la seconde paramétrie est la plus élevée, conduisant à la formation de bains de fusion plus larges, qui pourrait favoriser la croissance de larges grains colonnaires à partir des grains des cordons situés dans les couches inférieures. En revanche, dans le cas de la première paramétrie, où l'énergie linéique est plus faible, la largeur plus réduite des bains de fusion peut limiter cette croissance de grains depuis les couches inférieures, et favoriser au contraire la formation de grains plus fins et de forme plus équiaxe, qui croissent à partir des particules de poudre sur les bords, comme observé sur les coupes transversales. Nous pouvons aussi penser que la seconde paramétrie, correspondant à une vitesse de lasage plus grande, et donc une vitesse de croissance maximale des grains plus élevée, favorise la croissance sélective des grains les plus favorablement orientés par rapport au gradient thermique. Ces derniers deviennent alors de plus en plus larges au fur et à mesure que la croissance des grains moins favorablement orientés est stoppée.

En complément de ces valeurs moyennes, des cartographies montrant la répartition des trois caractéristiques de grains mesurées ont été tracées dans les coupes longitudinales des murs, et sont représentées sur la Figure 4.10.

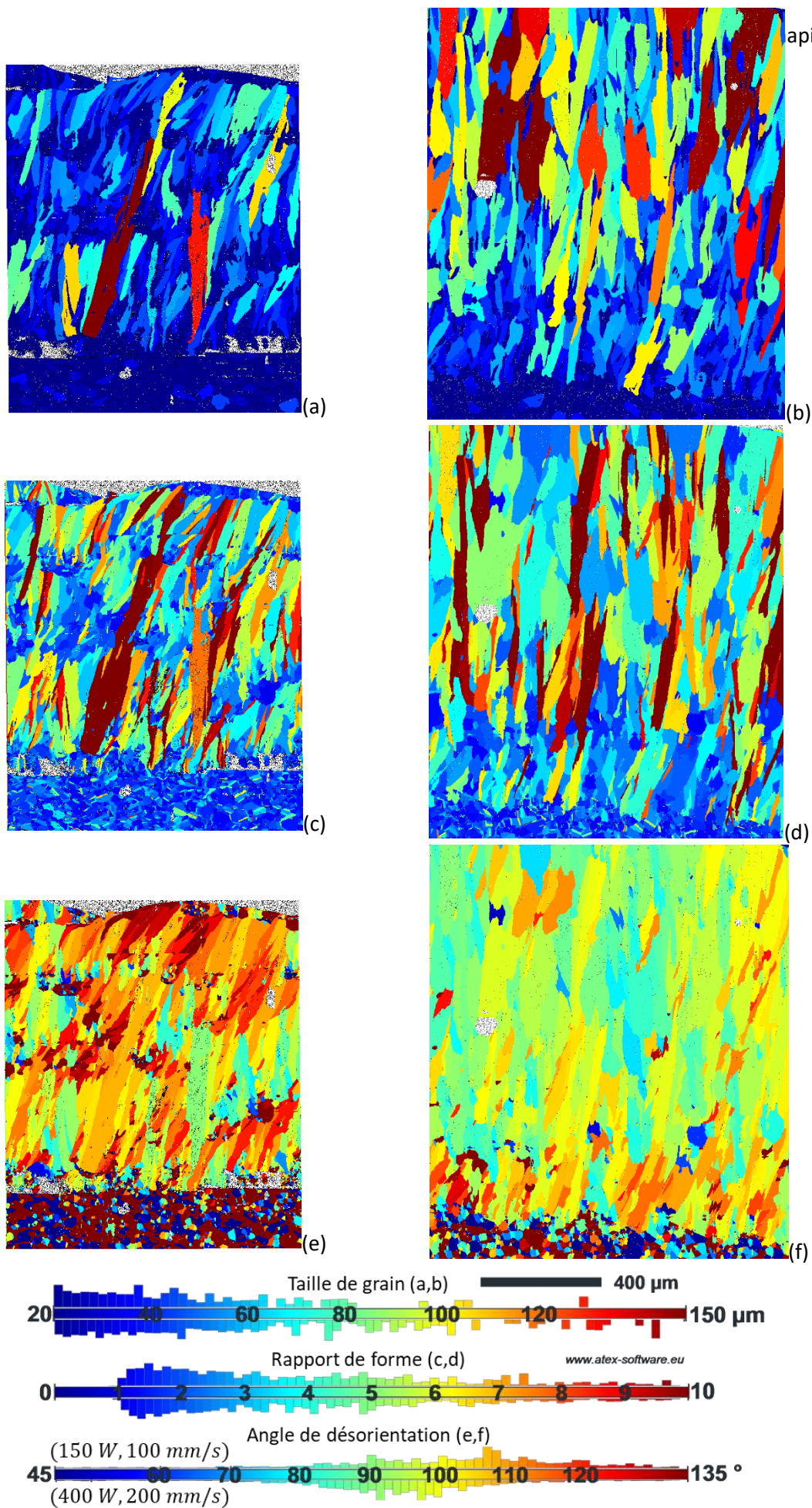


Figure 4.10 : Analyses des caractéristiques morphologiques des grains en coupes longitudinales de murs fabriqués avec les paramètres (150 W, 100 mm/s) (a,c,e) et (400 W, 200 mm/s) (b,d,f) : (a,b) cartographies des diamètres équivalents de grains, (c,d) cartographies des rapports de forme des grains et (e,f) cartographies des angles des directions des axes principaux des grains.

Les orientations des axes principaux des grains sont un peu plus dispersées avec la première paramétrie (Figure 4.10e), avec la présence de grains un peu plus inclinés dans la direction de lasage. Avec la seconde paramétrie en revanche, les axes principaux des grains sont toujours orientés selon des directions très proches de la verticale (Figure 4.10f).

La distribution des rapports de forme est assez comparable pour les deux paramétries (Figure 4.10c et d), avec une large répartition de valeurs allant de 1, qui correspond à des grains équiaxes, à presque 10, montrant la présence de grains très élancés dans les deux cas.

Enfin, la différence la plus significative entre les deux paramétries concerne la répartition de tailles des grains, la plupart des grains formés dans les murs fabriqués avec la première paramétrie ayant un diamètre équivalent inférieur à 80 microns (Figure 4.10a), alors que de nombreux grains de taille supérieure sont observés dans les murs fabriqués avec la seconde paramétrie (Figure 4.10b).

I.5. Conclusion

L'observation des différentes coupes des murs fabriqués avec les deux paramétries permet de tirer quelques conclusions sur l'influence du procédé sur la microstructure. Rappelons que dans cette partie de l'étude, c'est la poudre d'acier 316L SLM Solutions qui a servi à fabriquer les murs.

Tout d'abord les images MEB des coupes transversales ont mis en évidence quelques défauts de fabrication, qui restent cependant peu nombreux. De légères irrégularités d'empilement des couches successives ont ainsi été détectées, ainsi que des porosités, présentes toutefois en quantités négligeables. La présence de particules de poudre mal fondues a aussi été observée sur les bords des murs, qui augmentent la rugosité des surfaces. Ces particules de poudre présentes en surface produisent aussi la croissance de nouveaux grains, qui entrent en compétition avec les grains croissant depuis les couches inférieures. Ce phénomène est d'autant plus visible lorsque l'énergie linéique apportée au système est faible. Cela a pour conséquence de diminuer le diamètre équivalent des grains, sans toutefois modifier significativement le rapport de forme et l'orientation de l'axe principal des grains.

L'observation des coupes longitudinales des murs a permis de mettre en évidence d'autres différences entre les deux paramétries. La différence de taille de grains entre les deux paramétries est confirmée, la paramétrie associée aux plus grandes énergie linéique et vitesse de lasage produisant des grains plus longs et larges. La direction des axes principaux des grains change également, elle est légèrement inclinée dans la direction de lasage dans le cas de la paramétrie à plus faible vitesse et énergie, et devient presque verticale avec la seconde paramétrie.

Les analyses en coupes longitudinales ont aussi été menées en vue d'une comparaison avec les résultats issus des simulations numériques. Ces comparaisons sont en effet plus fiables dans les coupes longitudinales, qui comprennent un nombre de grains plus important que dans les coupes transversales. Ainsi, ce sont ces caractéristiques que nous allons comparer à celles issues des murs simulés, qui seront présentées dans la partie suivante.

II – SIMULATION NUMERIQUE DE LA FORMATION DES GRAINS

Des simulations numériques de la solidification de l'acier 316L lors du procédé L-PBF ont été réalisées avec le code CA-FE décrit dans le chapitre 2 partie IV.

Une fois le calcul thermique effectué, les températures aux nœuds et les états des éléments sont transmis au programme de simulation de la microstructure à chaque pas de temps EF. Comme nous avons lancé des simulations avec les deux paramétries retenues, les simulations réalisées avec la paramétrie (150 W, 100 mm/s) ont nécessité 640 pas de temps EF, et celles réalisées avec la paramétrie (400 W, 200 mm/s) 350 pas de temps.

Avant de lancer les simulations complètes en vue d'une comparaison avec les résultats expérimentaux présentés dans la partie précédente, une étude paramétrique a été menée dans le but d'identifier les bons paramètres d'entrée du code AC (bonne taille d'AC, taille de la boîte...) pour simuler le plus

fidèlement possible la formation de la structure granulaire au cours de la solidification dans un temps raisonnable.

II.1. Initialisation des AC

Avant de simuler les changements d'états au sein du mur en construction et la croissance des grains, il est nécessaire de fournir une microstructure initiale aux cellules. Pour modéliser la microstructure initiale du substrat, composée de grains équiaxes de diamètre équivalent moyen égale à $20\ \mu\text{m}$ environ, une partition de Voronoi est utilisée. Chaque cellule de Voronoi, d'une taille moyenne de $20\ \mu\text{m}$ et représentant un grain, est associée à une orientation cristallographique choisie aléatoirement, caractérisée par trois angles d'Euler. Les cellules AC, de plus petite taille, sont alors réparties dans les différentes cellules de Voronoi. Pour le volume de poudre en revanche, chaque cellule AC est supposée être une particule de poudre, et possède une orientation aléatoire (Figure 4.11).

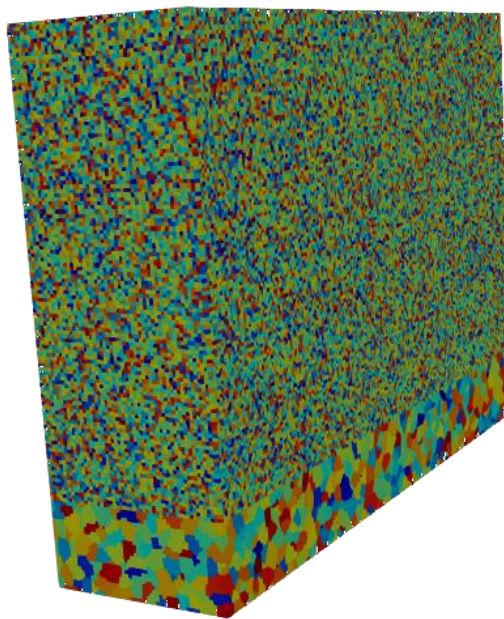


Figure 4.11 : Distributions initiales des grains dans le substrat et la poudre

En plus de ces informations relatives à leur orientation, des états (poudre, solide, liquide, pâteux, air) sont attribués à chaque cellule, en fonction des résultats du calcul thermique. Avant de lancer le calcul AC qui simule la formation de la structure granulaire au cours du procédé, un certain nombre de paramètres, qui vont agir à la fois sur la précision des résultats et la durée des calculs, doivent être fixés. Les paragraphes suivants décrivent les choix effectués pour ces différents paramètres.

II.2. Optimisation des paramètres de la modélisation AC pour réduire le temps de calcul

Les premiers calculs lancés par A. Baumard [1] duraient 48 jours et permettaient de simuler la microstructure d'un monocordon fabriqué avec une paramétrie ($600\ \text{W}$, $400\ \text{mm/s}$). Les paramètres choisis pour le calcul AC étaient les suivants :

- Taille des cellules de $2\ \mu\text{m}$;
- Boîte AC de longueur $2,5\ \text{mm}$, de largeur $290\ \mu\text{m}$ et de hauteur $146\ \mu\text{m}$.

Ces paramètres ne sont pas compatibles avec la simulation de murs complets, qui nécessiterait des temps de calcul beaucoup plus longs, mais aussi plus de mémoire de stockage. Dans cette partie,

plusieurs solutions sont testées pour optimiser le temps de calcul : la réduction du nombre de cellules en augmentant leur taille ou en réduisant la taille de la boîte AC, et la réduction le nombre de pas de temps.

II.2.1. Choix des dimensions de la boîte AC

L'ensemble des cellules est rangé dans un espace parallélépipédique que nous appelons la boîte AC. Dans le programme, ses dimensions sont fournies en nombre de cellules suivant la largeur, la longueur et la hauteur. Elles doivent être ajustées si la taille des cellules est modifiée. L'intérêt de cette boîte AC est de permettre d'adapter ses dimensions à la seule zone d'intérêt, de manière à limiter le temps de calcul.

La **largeur de la boîte AC** est choisie en fonction de la largeur maximale du cordon. Elle a été fixée dans notre cas à un peu plus que la largeur des cordons, soit **260 μm** pour la paramétrie (150 W, 100 mm/s) et **360 μm** pour la paramétrie (400 W, 200 mm/s). La **hauteur de la boîte**, qui doit inclure toutes les couches déposées, mais aussi une partie du substrat, a été fixée à **720 μm** , valeur supérieure à la hauteur des murs constitués de 10 couches superposées, nombre auquel nous nous limiterons dans les simulations numériques. La **longueur de la boîte AC** peut en revanche être **inférieure ou égale à 3000 μm** , la longueur des murs simulés par calcul EF. La Figure 4.12 montre ainsi une boîte AC dont la longueur est plus faible que celle du volume maillé pour le calcul EF.

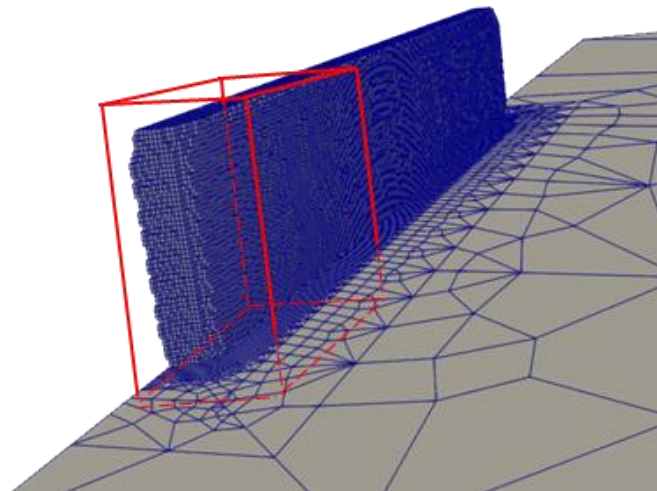


Figure 4.12 : Comparaison des dimensions de la boîte AC (en rouge) par rapport à celles de la zone de maillage EF

La longueur de la boîte AC a été choisie afin que les simulations répondent à deux critères :

- Un temps de calcul réduit au maximum ;
- Une quantité de grains en coupe longitudinale suffisante pour pouvoir les comparer aux résultats expérimentaux.
- La position en \vec{x} de la boîte AC a aussi été sélectionnée pour se situer dans la zone où le bain de fusion atteint une forme stationnaire.

Pour cela, nous avons réalisé des calculs, que nous appellerons 2D, avec une boîte AC dont la largeur ne comprend qu'une seule couche de cellules dans une coupe longitudinale au centre de la zone de maillage EF, simulant la croissance des grains lors de la fabrication d'un mur de 10 couches sur une longueur de 2000 μm , avec des cellules de 1 μm de côté. Les calculs ont été réalisés à partir des données thermiques présentées au chapitre 3 partie III utilisant la paramétrie (400 W, 200 mm/s) car le bain de fusion est plus grand. La boîte 2D a été positionnée au centre de la zone de maillage EF, et n'intègre donc ni la zone d'allumage, ni la zone de coupure de la source, ce qui permet de réaliser le calcul AC dans une zone où le bain de fusion a une dimension stable.

La microstructure issue de ces simulations est présentée sur la Figure 4.13, dans laquelle la coloration des grains est fonction de la valeur de l'angle d'Euler φ_1 . Contrairement aux simulations 3D, dans cette simulation 2D, la croissance des grains ne peut avoir lieu que dans le plan. Le résultat a permis d'analyser l'évolution du nombre de grains continuant à croître lors de la fabrication d'un mur de dix couches dans un temps raisonnable.

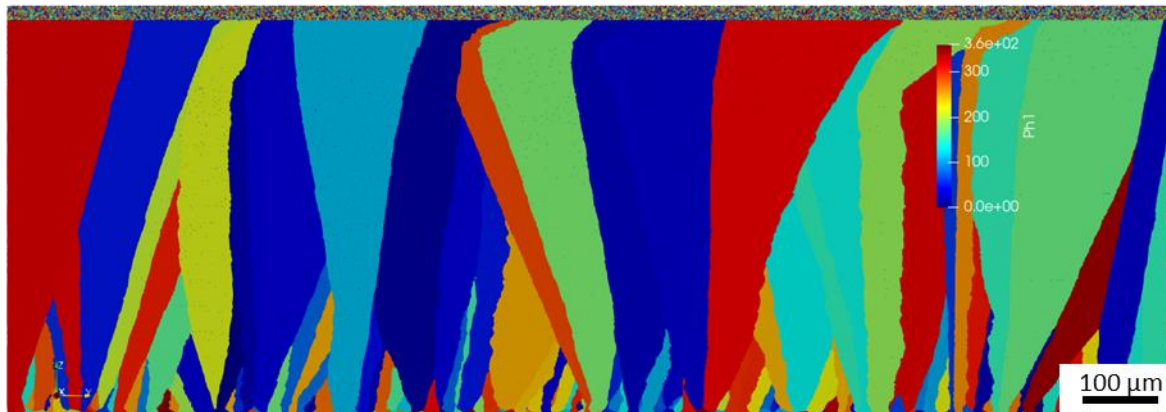


Figure 4.13 : Simulation 2D d'un mur de dix couches, en coupe longitudinale. Les grains sont repérés en fonction de la valeur de l'angle d'Euler φ_1

Nous constatons que le nombre de grains est divisé par 10 environ entre le bas et le haut du mur, les grains les plus favorablement orientés devenant de plus en plus larges au fur et à mesure que la construction des couches progresse. Le nombre de grains reste cependant encore important dans la dernière couche, ce qui permet de retrouver des caractéristiques morphologiques représentatives d'un ensemble de grains. Afin de diminuer le temps de calcul, nous avons décidé de réduire encore la longueur de la boîte AC pour les calculs 3D, qui a été fixée à 1000 μm pour la première paramétrie, et à 1500 μm pour la deuxième. Ces dimensions permettent d'avoir encore suffisamment d'informations sur les tailles, les rapports de forme et les directions de l'axe principal des grains, et de couvrir presque toute la longueur du bain de fusion, de manière à pouvoir observer à chaque couche le départ de la croissance des grains à l'arrière du bain.

II.2.2. Choix de la taille des cellules

La taille des cellules pilote la précision du résultat final et le temps nécessaire au calcul, le pas de temps AC calculé étant lié à ce paramètre. Son influence sur la morphologie des grains a été testée sur des simulations 3D sur une boîte AC adaptée à la paramétrie (150 W, 100 mm/s) mais réduite à une couche.

La Figure 4.14 montre l'influence de la taille de cellule sur les grains obtenus lors de la simulation de la fabrication de la première couche, dans des coupes longitudinales et transversales. Le bain de fusion est représenté en bleu sur ces figures. Nous pouvons voir que la forme des grains et la position des joints de grains sont plus précisément définis lorsque la taille de cellule diminue.

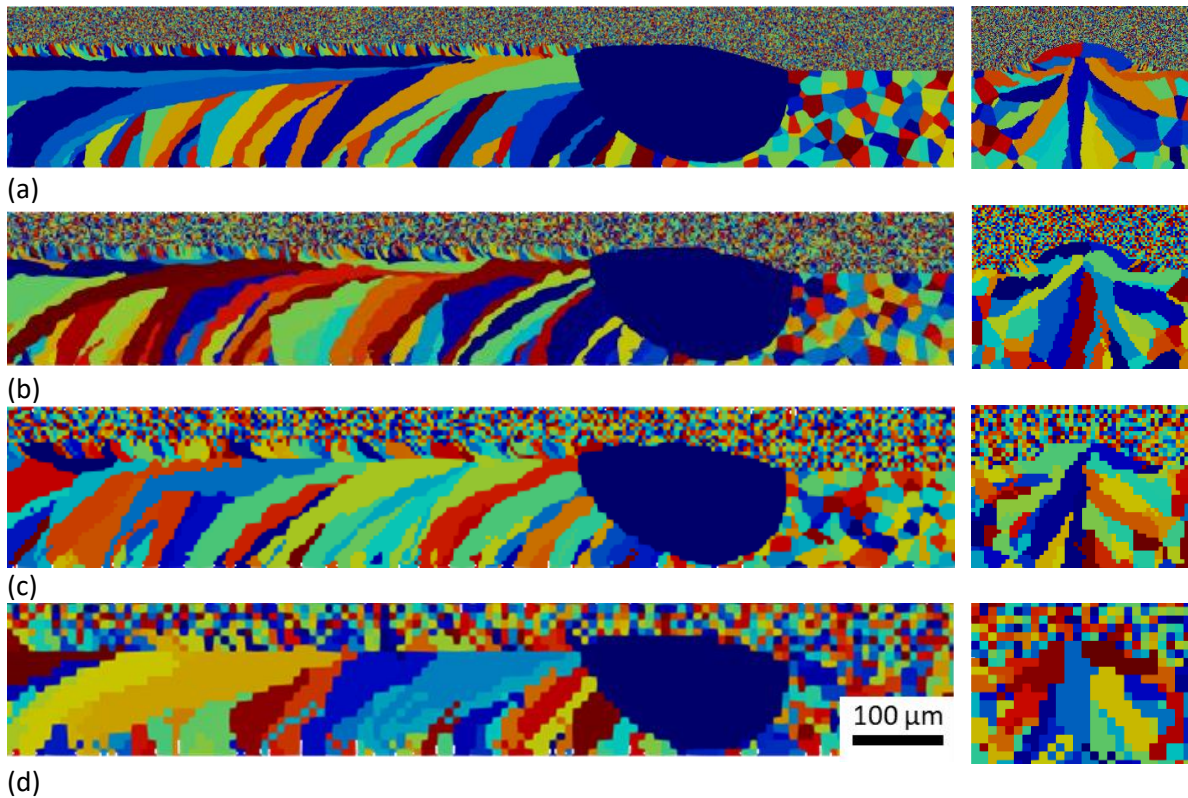


Figure 4.14 : Comparaison des résultats des simulations CA-FE en coupes longitudinales et transversales, pour différentes tailles de cellule: (a) 1 μm , (b) 2,5 μm , (c) 5 μm et (d) 10 μm

Nous pouvons tirer de cette étude plusieurs conclusions :

- La taille du bain de fusion ne change pas avec la taille des cellules.
- Une taille de cellules qui se rapproche de la largeur des grains du substrat (15 μm environ) modifie la forme des grains du substrat.
- Les grains formés à partir du substrat deviennent plus larges et moins nombreux lorsque la taille des AC devient trop élevée.

Une division par deux de la taille de cellules multiplie par quatre le nombre de cellules totales en 2D et par huit en 3D. Cela a pour conséquence d'augmenter le temps de calcul et la mémoire nécessaire pour enregistrer les fichiers. Le Tableau 4.3 présente les temps et les capacités de stockage nécessaires aux calculs montrés dans la Figure 4.14 en fonction de la taille de cellule. Ces valeurs correspondent au 23^e pas de temps EF, qui est le temps nécessaire pour simuler le passage du bain de fusion de la première couche à travers toute la longueur de la boîte AC.

Tableau 4.3 : Temps de calcul et mémoire nécessaires pour la simulation de la première couche, en fonction de la taille des cellules

Taille AC (μm)	1	2,5	5	10
Mémoire (ko)	78 517	12 564	3 142	787
Temps nécessaire (min)	26	6	4	4

Cette étude montre que des tailles de cellules de 2,5 μm ou 5 μm paraissent acceptables. La première est proche de celle utilisée par A. Baumard, et permet d'obtenir une bonne précision sur la géométrie des grains du substrat et de la première couche. La deuxième conduit à des morphologies de grains plus grossières, mais la précision est encore suffisante pour obtenir des formes et tailles des grains représentatives et voir apparaître le phénomène de croissance sélective entre les grains. Cette taille de cellules est de plus du même ordre que la taille moyenne des particules de poudre observée expérimentalement.

Une taille de cellules de 10 μm est en revanche bien trop grossière, car elle se rapproche trop de la taille des grains du substrat, qui ne sont alors pas bien définis, ce qui affecte les premiers stades de la croissance des grains depuis l'interface avec le substrat. Enfin, une taille de cellule de 1 μm nécessite beaucoup trop de mémoire, et le temps nécessaire devient beaucoup trop important.

Dans la suite de cette étude, nous utiliserons une **taille de cellule de 5 μm** .

II.2.3. Calcul du pas de temps

Comme il a été précisé dans le chapitre 2 partie IV, le pas de temps dans le calcul Automate Cellulaire n'est pas fixe. Dans la littérature, le pas de temps est limité pour que la croissance d'un grain, qui se traduit par la capture de cellules voisines, ne dépasse pas la taille d'une cellule, et c'est un calcul explicite. Le pas de temps AC dépend ainsi de la température et de la vitesse de croissance. Il correspond soit au temps nécessaire pour qu'une cellule deviennent liquide, soit au temps nécessaire pour qu'une cellule se fasse capturer, ou encore au temps restant avant le prochain pas de temps EF. À chaque pas de temps AC, la température est recalculée pour chaque cellule, et les incréments de rayon des enveloppes des grains sont calculés, ce qui peut conduire à des changements d'état de certaines cellules passant de l'état liquide à l'état pâteux. Afin de diminuer le nombre de pas de temps AC, une nouvelle variable est introduite, appelé $N_{sol/liq}$, permettant de modifier le nombre de cellules subissant un passage de l'état solide à liquide nécessaire pour qu'un nouveau pas de temps AC soit créé. Ainsi, lorsque $N_{sol/liq} = 1$, le calcul du pas de temps reste identique, et il suffit qu'une cellule passe de l'état solide à l'état liquide pour qu'un nouveau pas de temps soit créé. Si nous fixons une valeur plus élevée, par exemple $N_{sol/liq} = 10$, alors il faut que dix cellules passent à l'état liquide pour qu'un pas de temps soit créé. En revanche, si le pas de temps nécessaire pour la capture d'une cellule est plus faible, c'est ce dernier qui s'applique, pour éviter d'avoir à gérer la compétition entre deux cellules capturantes, qui pourrait intervenir si le pas de temps était augmenté.

La différence de microstructures formées pour deux valeurs de $N_{sol/liq}$ fixées à 1 et 100 est montrée sur la Figure 4.15. Nous voyons un très léger changement d'orientation des axes principaux des grains lorsque ce paramètre est multiplié par 100, et le calcul est alors 29 fois plus rapide. C'est pourquoi nous avons choisi de fixer par la suite $N_{sol/liq} = 100$. Augmenter encore cette valeur ne modifie que très peu le temps de calcul, et risque pour des valeurs trop élevées de ne plus permettre à aucune cellule de croître.

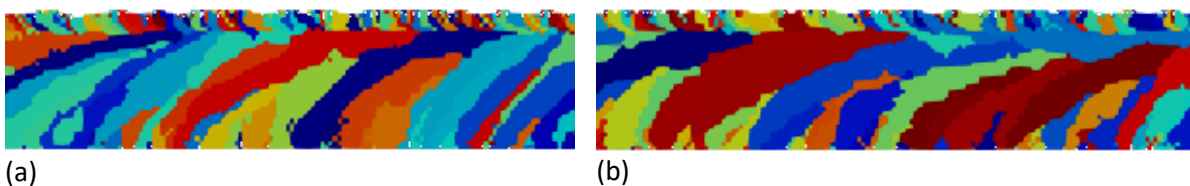


Figure 4.15 : Comparaison de résultats de simulations en coupe longitudinale pour deux valeurs différentes du paramètre $N_{sol/liq}$: (a) 1 et (b) 100

II.2.4 Choix des autres paramètres de la modélisation AC

Nous précisons dans cette partie tous les autres paramètres retenus pour la modélisation AC de la formation des grains lors de la fabrication des murs composés de dix cordons. Pour rappel, les dimensions des cellules et de la boîte AC retenues sont les suivantes :

- **Taille AC** = 5 μm ;
- **Boîte AC** de longueur 1 mm ou 1,5 mm selon la paramétrie, et de largeur et hauteur un peu supérieures aux dimensions des murs.

Le paramètre de calcul du pas de temps par rapport au changement d'état solide-liquide $N_{sol/liq}$ est fixé à 100 cellules.

Tous les paramètres utilisés pour les deux paramétries testées sont rassemblés dans le Tableau 4.4.

Une **condition aux limites** de type miroir est imposée aux cellules situées sur les bords de la boîte AC. Cette condition est nécessaire pour permettre à ces cellules de passer à l'état solide. En effet, une cellule ne devient solide que si son enveloppe a capturé un nombre défini de cellules voisines. Or une cellule située sur les bords a moins de voisines que les autres, il faut alors lui associer, du côté du bord extérieur de la boîte AC, des cellules voisines fantômes ayant les mêmes états que ses voisines situées à l'intérieur de la boîte AC, comme un miroir.

L'**ordre de voisinage** concerne les types de voisins pris en compte dans la simulation. Comme nous l'avons montré dans le chapitre 2 partie IV, il existe trois ordres de voisinages, avec une face, une arête ou un sommet commun. Dans notre cas les trois types de voisinages sont considérés.

Les températures de **solidus et de liquidus** retenues pour l'acier 316L sont issues de la littérature [123]. Enfin, les **paramètres de la loi de croissance dendritique** retenus correspondent à ceux calculés dans le chapitre 2 partie IV.

Les structures granulaires observées dans les murs fabriqués avec la poudre SLM Solutions et présentées dans la première partie du chapitre n'ayant pas révélé de phénomène de germination lors de la solidification, les grains formés croissant à partir des grains du substrat ou des particules de poudre partiellement fondues adhérant au bord des murs, le module de germination n'est pas activé pour ces calculs.

Tableau 4.4 : Récapitulatif des paramètres retenus pour le calcul de simulation AC de la formation des grains, pour chacun des jeux de paramètres

Paramétrie	(150 W, 100 mm/s)	(400 W, 200 mm/s)
Nombre de cellules dans chaque dimension	52, 200, 144	72, 300, 160
Taille des cellules (μm)	5	
Condition aux limites aux bords de la boîte	Miroir	
Paramètre de calcul du pas de temps $N_{sol/liq}$	100	
ordre de voisinage	3	
températures de solidus et de liquidus ($^{\circ}\text{C}$)	1397 - 1457	
coefficients a et n de la loi de croissance dendritique	$2,95 \cdot 10^{-9}$ et 4,95	

II.3. Résultats des calculs de simulation AC de la fabrication des murs

Nous présentons dans cette partie les principaux résultats issus des simulations de la formation des grains dans les murs, pour les deux paramétries testées. Les caractéristiques générales des structures granulaires formées sont d'abord analysées en 3D et dans des coupes transversales. Nous discuterons ensuite de manière plus détaillée des résultats obtenus, en termes de caractéristiques morphologiques et de texture cristallographique des grains, sur les coupes longitudinales, qui permettent de mieux voir l'orientation des grains, et le phénomène de croissance sélective.

II.3.1. Caractéristiques générales des structures granulaires formées

Les structures granulaires obtenues à partir des simulations numériques sont présentées en 3D et en coupes transversales sur la Figure 4.16 pour la paramétrie (150 W, 100 mm/s), et sur la Figure 4.17 pour la paramétrie (400 W, 200 mm/s).

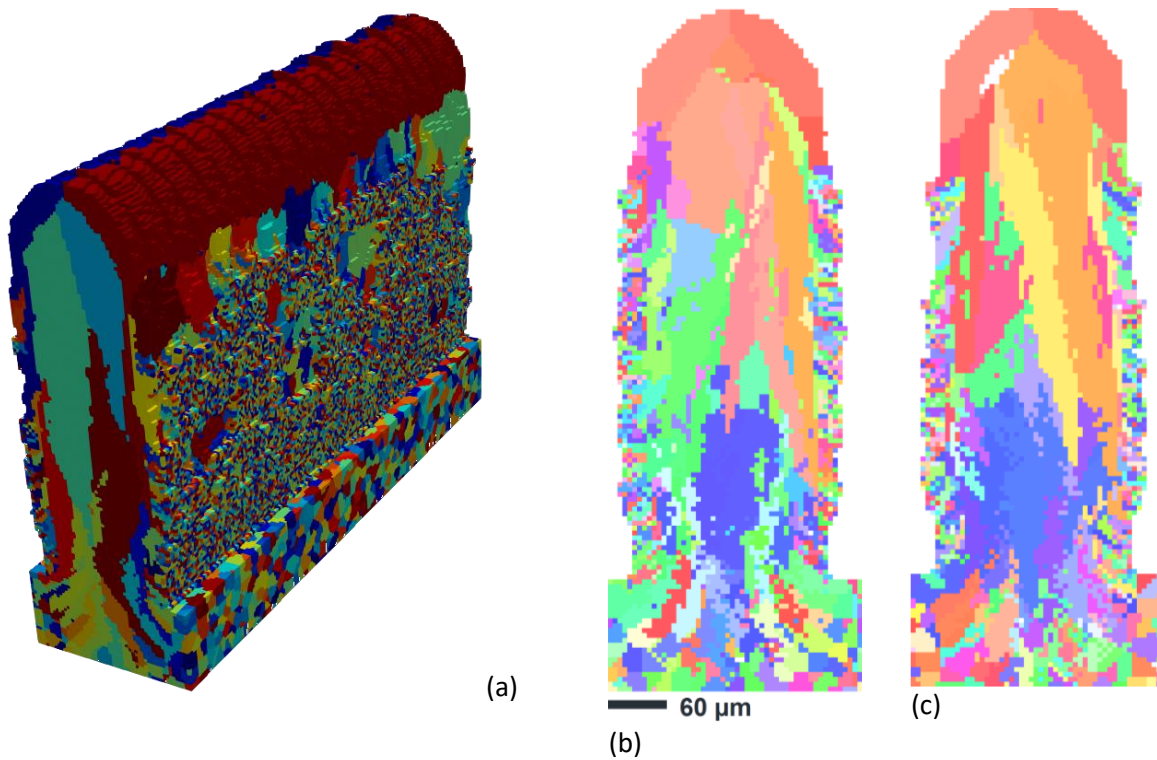
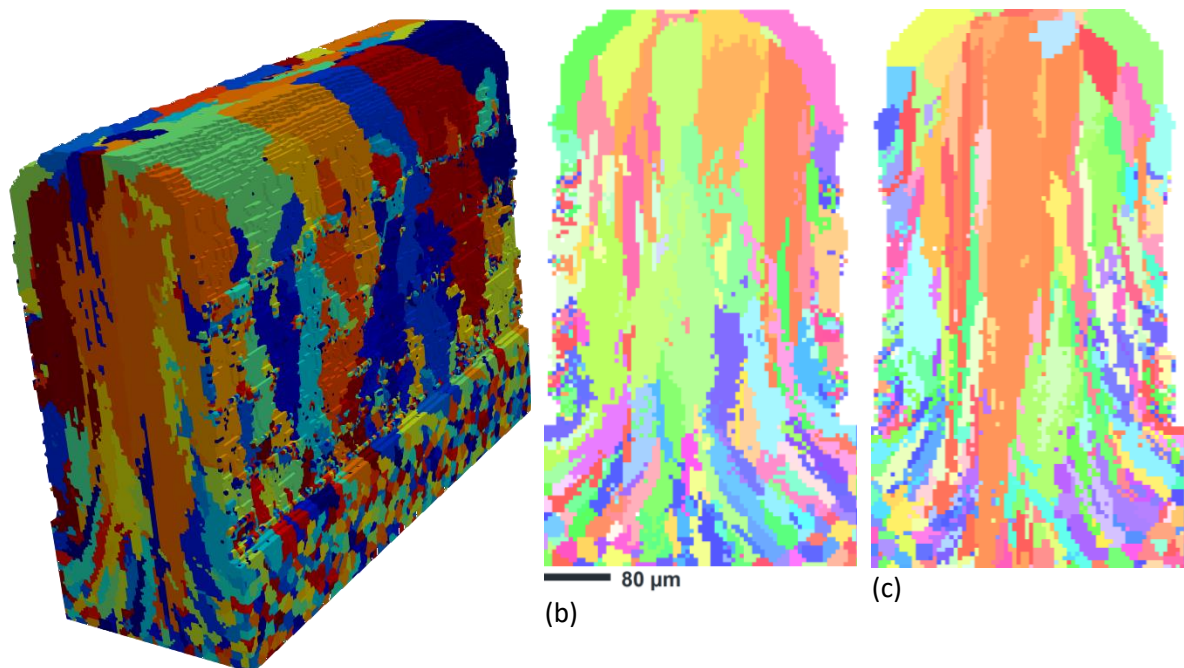


Figure 4.16 : Résultats des calculs de simulation CA-FE avec la paramétrie (150 W, 100 mm/s). Les grains sont repérés en fonction de la valeur de l'angle d'Euler φ_1 . (a) représentation 3D, (b) et (c) coupes transversales.

Les résultats obtenus avec la première paramétrie montrent un mur relativement fin, avec des grains colonnaires orientés dans la direction de fabrication dont la largeur augmente dans la partie haute des murs. Nous remarquons aussi que la morphologie du mur est affinée par rapport aux résultats du calcul EF, car la taille des AC est inférieure à celles des mailles EF. La largeur du mur est cependant respectée, puisque c'est la simulation EF qui fixe les états, et donc les dimensions des cordons formés.



(a)
Figure 4.17 : Résultats des calculs de simulation CA-FE avec la paramétrie (400 W, 200 mm/s). Les grains sont repérés en fonction de la valeur de l'angle d'Euler φ_1 . (a) représentation 3D, (b) et (c) coupes transversales.

Les résultats correspondant à la deuxième paramétrie montrent un mur plus large, avec toujours des grains colonnaires dans la partie centrale des murs, de largeurs plus importantes dans le haut du mur. Les représentations 3D des murs montrent que certaines particules de poudre à la surface du mur passent par l'état pâteux sans devenir liquides et conservent donc leur orientation cristallographique. De nouveaux grains ont alors pu croître à partir de ces particules partiellement fondues, depuis les bords vers le centre des murs. Ce phénomène de croissance est plus visible dans les coupes transversales. Nous y voyons des grains croître parfois presque horizontalement à partir du bord, alors que les grains au centre du mur croissent verticalement.

Les outils de visualisation des résultats numériques permettent d'isoler des grains et de les observer en 3D. Nous avons choisi d'isoler des groupes de grains formés dans deux zones différentes pour observer leur morphologie en 3D, qui peut révéler des informations complémentaires à celles observées en coupes concernant leur croissance. Les résultats sont montrés sur la Figure 4.18, pour les deux paramétries. Le premier groupe analysé concerne des grains formés au bas des murs par épitaxie à partir des grains partiellement fondus du substrat, tandis que le deuxième concerne des grains formés au niveau de la cinquième couche de poudre déposée, à partir de particules de poudre partiellement fondues.

Pour les grains du premier groupe (Figure 4.18a, b), solidifiant à partir du substrat, nous voyons qu'ils traversent plusieurs couches, voire pour quelques-uns d'entre eux toutes les couches. Ces derniers grains sont beaucoup plus nombreux avec la paramétrie (400 W, 200 mm/s) où nous voyons des grains atteindre la dixième couche tout le long du mur. Pour la paramétrie (150 W, 100 mm/s) en revanche, seuls les grains situés aux extrémités de la boîte AC atteignent la dixième couche. Dans les deux cas, nous pouvons voir que les grains se croisent et s'entremêlent, croissant chacun dans la direction cristallographique la mieux orientée par rapport au gradient thermique. Pour la première paramétrie, nous pouvons également constater que certains grains croissent vers l'extérieur du mur, révélant soit un effet moins important du phénomène de croissance sélective du fait de la plus faible vitesse de lasage associée à cette paramétrie, soit une modification du gradient thermique le long du front de solidification.

Pour les grains du second groupe (Figure 4.18c, d), nous pouvons voir qu'un nombre significatif d'entre eux parvient à croître suffisamment pour bloquer la croissance des grains formés depuis le substrat. Ces grains, de plus petite taille que ceux du premier groupe, croissent vers l'intérieur du mur, et peuvent traverser plusieurs couches.

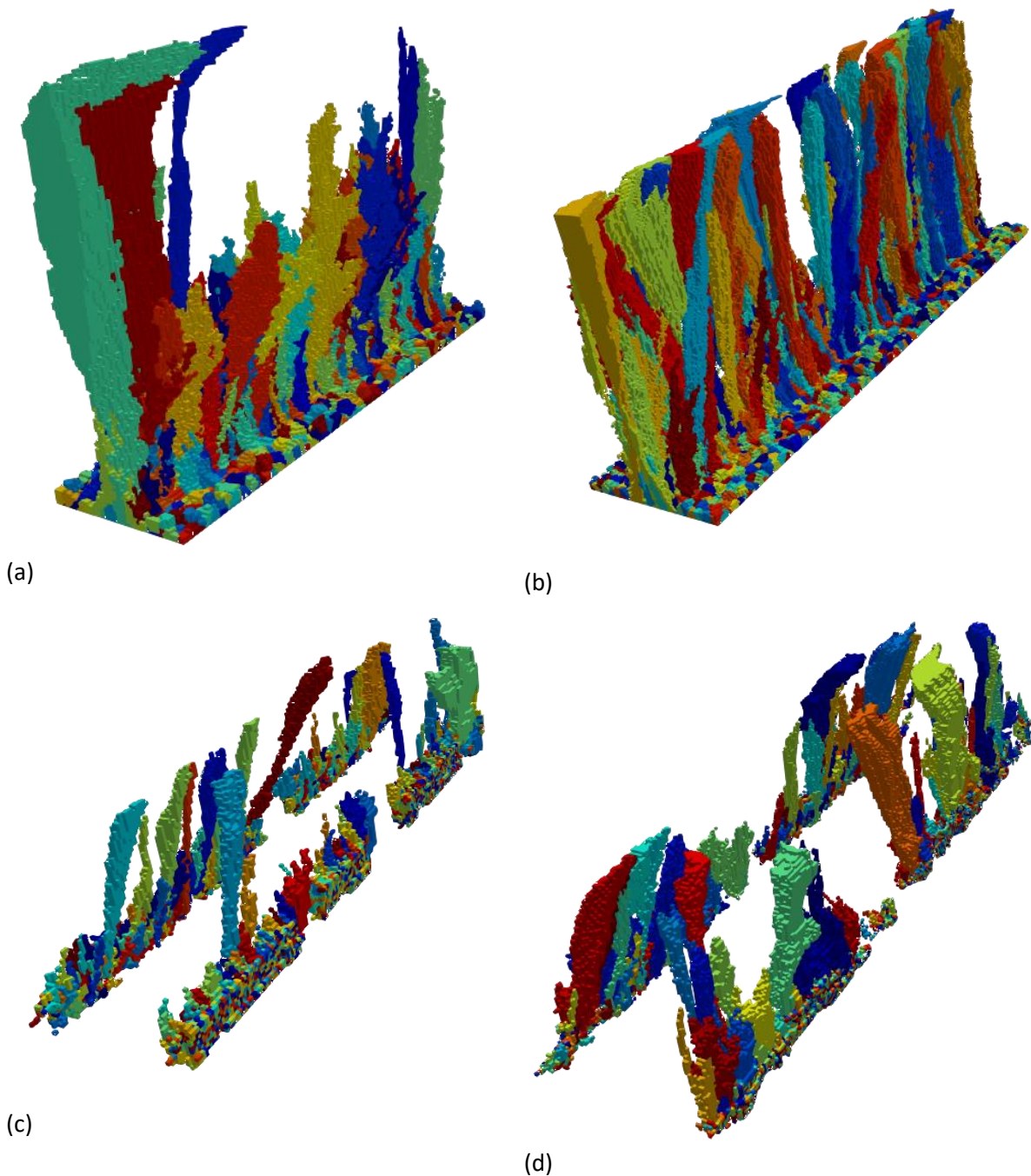


Figure 4.18 : Visualisation en 3D de groupes de grains dans les murs simulés correspondant (a, c) à la paramétrie (150 W, 100 mm/s) et (b, d) à la paramétrie (400 W, 200 mm/s); (a, b) grains formés à partir du substrat, (c, d) grains formés à partir de particules de poudre de la 5^e couche.

II.3.2 Analyse des caractéristiques des structures granulaires formées dans les coupes longitudinales

Comme cela a été expliqué dans la partie expérimentale, il a été choisi d'étudier les caractéristiques morphologiques et la texture cristallographique des grains formés dans les murs simulés par analyse des coupes longitudinales. Celles-ci permettent d'observer plus de grains, et ainsi d'obtenir des textures cristallographiques plus représentatives, mais également de voir l'orientation de l'axe principal des grains colonnaires par rapport à la direction de lasage.

La Figure 4.19 montre une cartographie des orientations cristallographiques des grains par rapport à la direction de construction \vec{y} , tracée à partir des résultats de simulation numérique, ainsi que les distributions de tailles, de rapports du forme et d'inclinaison des grains, pour la paramétrie (150 W, 100 mm/s).

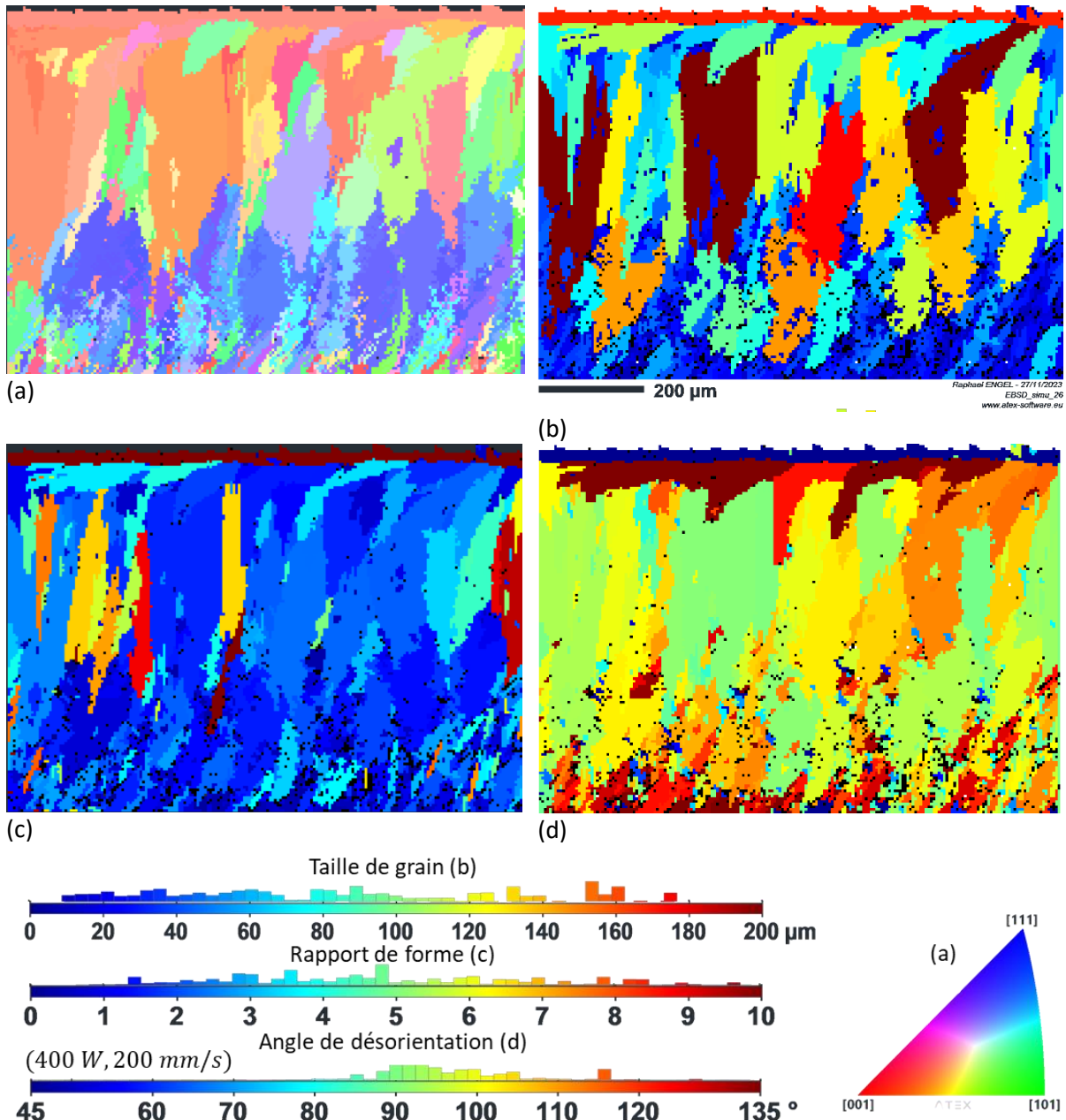


Figure 4.19 : Analyse d'une coupe longitudinale d'un mur simulé avec la paramétrie (150 W, 100 mm/s). (a) cartographie des orientations cristallographiques des grains par rapport à l'axe \vec{y} , (b) cartographie des diamètres équivalents des grains, (c) cartographie des rapports de forme des grains, et (d) cartographie des orientations des axes principaux des grains.

Sur la Figure 4.19a, nous pouvons observer, comme dans les coupes transversales, la morphologie colonnaire des grains, qui ont cru dans la direction de fabrication, mais nous voyons aussi qu'ils sont légèrement inclinés dans la direction de lasage. Nous observons également deux zones semblant présenter des textures cristallographiques différentes : en bas du mur sur les quatre premières couches, les directions $\langle 111 \rangle$ sont préférentiellement alignées avec la direction de construction, alors que ce sont les directions $\langle 100 \rangle$ qui deviennent préférentielles sur les couches suivantes.

La Figure 4.19b, qui représente une cartographie des diamètres équivalents des grains, montre que les grains les plus grands apparaissent à partir de la cinquième couche. Ces gros grains, d'un diamètre moyen supérieur à $100\ \mu\text{m}$, traversent ensuite plusieurs couches. En moyenne, le diamètre des grains est de $130\ \mu\text{m}$.

La Figure 4.19c représente une cartographie des valeurs des rapports de forme des grains. Nous pouvons voir qu'une très large majorité des grains, si nous excluons les grains qui ne comprennent qu'une seule cellule, ont un rapport de forme compris entre 2 et 4, mais que quelques grains se forment également, avec des rapports de forme supérieurs à 6 ou 7.

Enfin, la Figure 4.19d montre une cartographie des orientations de l'axe principal des grains par rapport à la direction horizontale. Nous voyons que pour la plupart des grains, l'angle entre l'axe principal et l'axe horizontal est voisin de 100° , ce qui indique des grains verticaux et légèrement inclinés dans la direction de lasage, hormis les grains formés dans la dernière couche, qui sont beaucoup plus inclinés.

La Figure 4.20 représente les mêmes résultats, mais pour la paramétrie ($400\ \text{W}$, $200\ \text{mm/s}$). Nous retrouvons sur cette figure des résultats assez comparables à ceux observés avec la première paramétrie, avec des grains colonnaires majoritairement orientés dans la direction de fabrication.

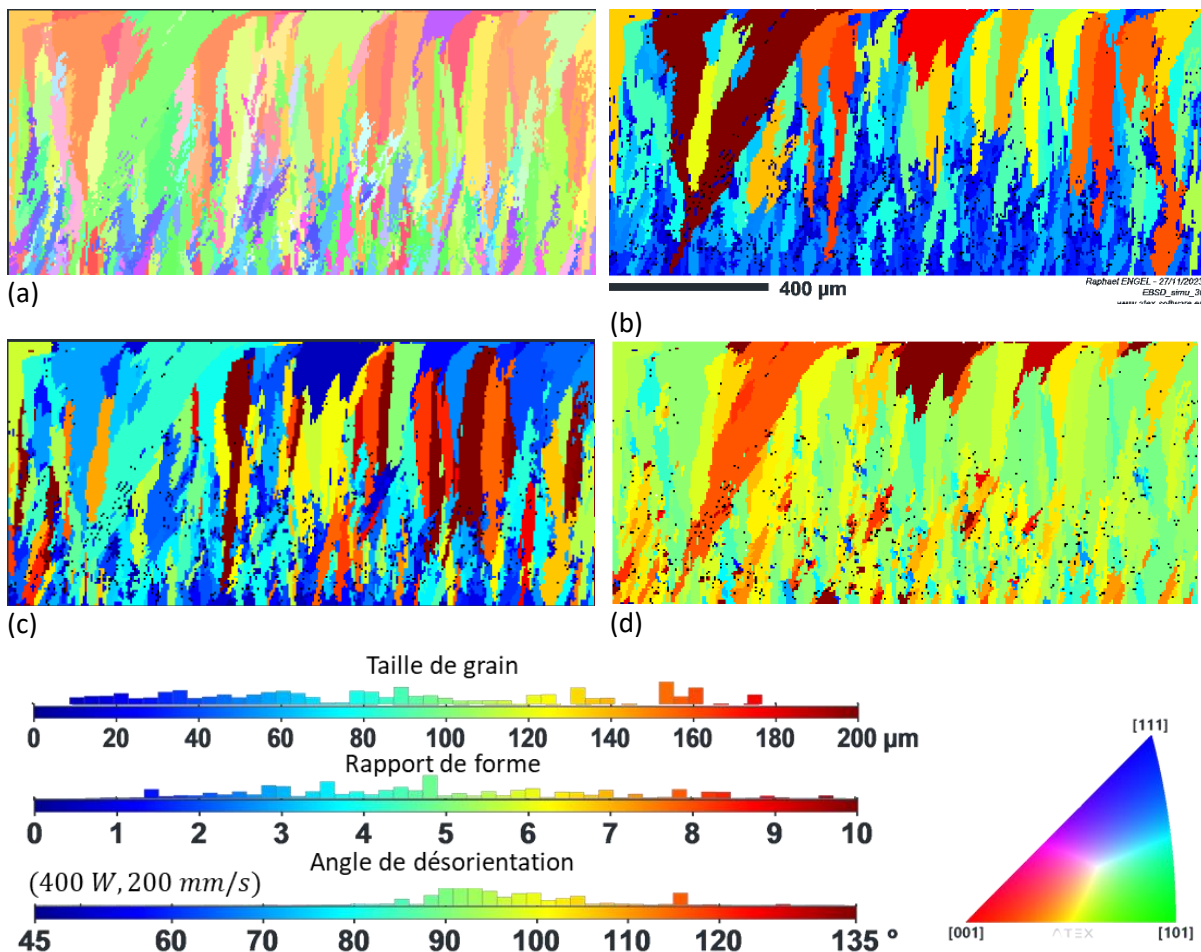


Figure 4.20 : Analyse d'une coupe longitudinale d'un mur simulé avec la paramétrie ($400\ \text{W}$, $200\ \text{mm/s}$). (a) cartographie des orientations cristallographiques des grains par rapport à l'axe \vec{y} , (b) cartographie des diamètres équivalents des grains, (c) cartographie des rapports de forme des grains, et (d) cartographie des orientations des axes principaux des grains.

La Figure 4.20a montre que les orientations cristallographiques des grains conservent la tendance de la paramétrie précédente mais de manière moins marquée, avec une forte présence de grains dont les directions $\langle 110 \rangle$ sont alignées avec la direction de fabrication.

La Figure 4.20b montre que la taille des grains augmente entre le bas et le haut du mur. Le diamètre équivalent moyen des grains est ici de $100\ \mu\text{m}$, mais malgré leur taille imposante, les grains dans ce cas sont très longs mais aussi très fins.

C'est d'ailleurs visible sur la Figure 4.20c où une très large dispersion des valeurs des rapports de forme des grains est observable, avec une population de grains plus élancés, avec un rapport de forme supérieur à 5. La valeur médiane des rapports de forme est quant à elle de 4,8. Les grains les plus élancés sont, de plus, beaucoup plus dirigés verticalement que les autres.

Enfin, la Figure 4.20d montre que les directions des axes principaux des grains par rapport à la direction de lasage sont, pour la plupart des grains, comprises entre 90 et 100° , hormis quelques rares grains formés dans les dernières couches.

La Figure 4.21 compare les distributions de diamètres équivalents, rapports de forme et orientations de l'axe principal des grains, pour les deux paramétries. Nous pouvons voir que les distributions de diamètres équivalents des grains sont assez proches pour les deux paramétries. En revanche, une majorité de grains formés dans les murs fabriqués avec la seconde paramétrie ont un rapport de forme supérieur à 4, ce qui témoigne d'un fort élancement, alors que près de 80% des grains formés avec la première paramétrie ont un rapport de forme inférieur à cette valeur. Enfin, les orientations des axes principaux des grains par rapport à l'axe horizontal sont plus dispersées dans les grains obtenus avec la première paramétrie, alors que près de 50% des grains obtenus avec la seconde paramétrie sont caractérisés par des axes principaux orientés selon des angles compris entre 90 et 100° par rapport à l'axe horizontal.

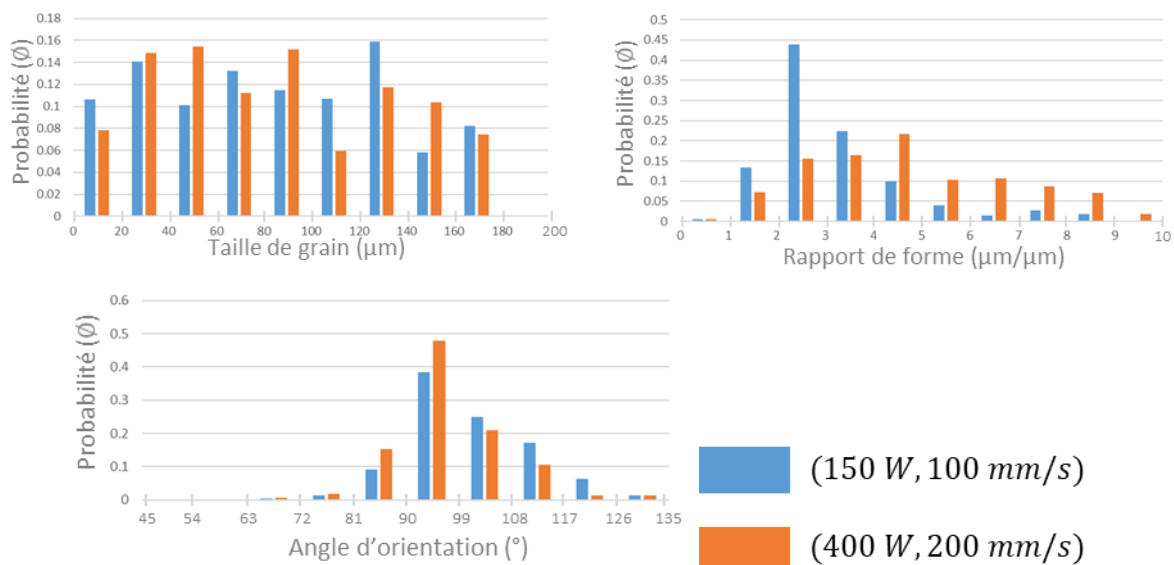


Figure 4.21 : Distribution des paramètres morphologiques des grains simulés pour les première (en bleu) et seconde paramétries (en rouge). (a) diamètre équivalent des grains, (b) rapport de forme des grains et (c) orientation de l'axe principal des grains par rapport à la direction de lasage

Des figures de pôles ont été tracées à partir des cartographies des orientations cristallographiques des grains en coupe longitudinale pour la première paramétrie, et sont représentées sur la Figure 4.22. Nous voyons sur ces figures de pôles qu'une forte densité de grains ont des directions $\langle 100 \rangle$, qui sont les directions de croissance préférentielles, orientées suivant des directions proches de l'axe \vec{y} , qui correspond à la direction de fabrication, mais décalées à la fois vers l'axe horizontal \vec{x} , qui correspond à la direction de lasage, et vers la normale \vec{z} à la surface du mur. Nous pouvons aussi observer qu'une densité importante de grains présente des directions $\langle 100 \rangle$ alignées avec la normale à la surface du mur \vec{z} . Ces grains pourraient correspondre aux grains formés à partir des grains de poudre en périphérie des murs, qui croissent vers le cœur des murs, observés notamment sur les coupes transversales en parties basses des murs.

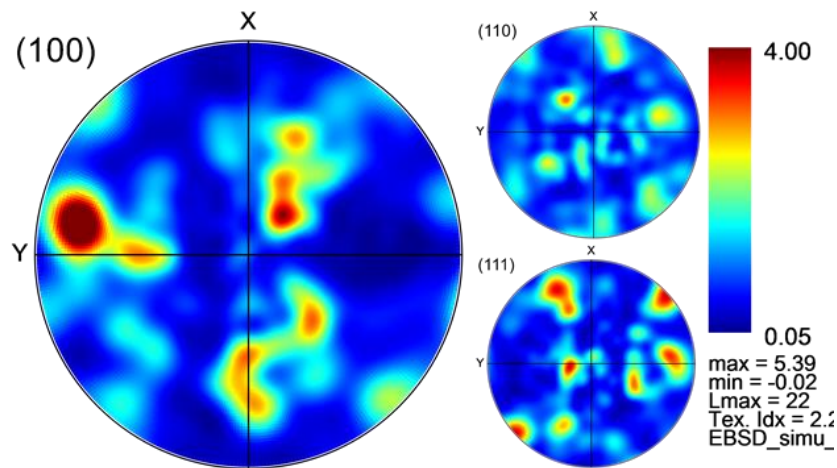


Figure 4.22 : Figures de pôles associées aux cartographies en coupe longitudinale de la Figure 4.19, correspondant à la première paramétrie

Les figures de pôles associées aux cartographies des coupes longitudinales de la Figure 4.20, correspondant à la seconde paramétrie, sont représentées sur la Figure 4.23. Nous observons ici une texture plus conventionnelle, avec une forte densité de grains dont les directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ sont orientées autour de l'axe vertical \vec{y} , et légèrement inclinées dans la direction de lasage.

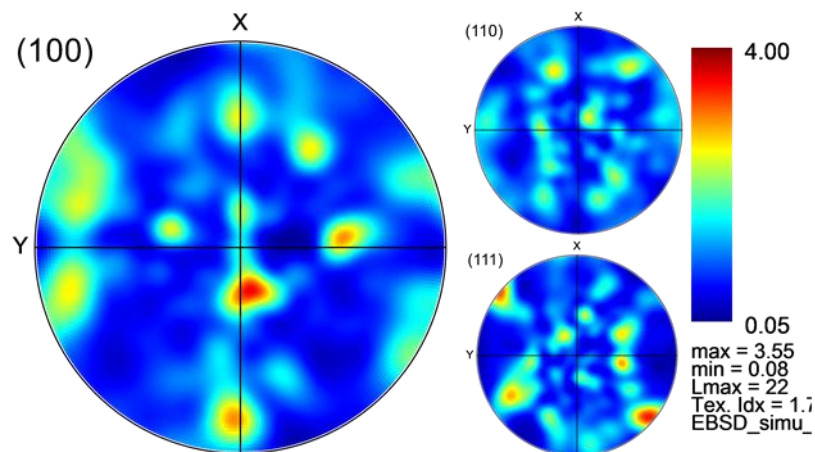


Figure 4.23 : Figures de pôles associées aux cartographies en coupe longitudinale de la Figure 4.20, correspondant à la seconde paramétrie

III – COMPARAISON ENTRE RESULTATS EXPERIMENTAUX ET NUMERIQUES

Dans cette dernière partie, sont présentées les comparaisons entre résultats expérimentaux et numériques, afin de valider les choix de paramètres d'entrées du modèle, et d'en discuter les limites.

III.1. Morphologie des grains

De manière générale, nous pouvons voir que pour les deux paramétries, les résultats des simulations numériques montrent des structures formées de longs grains colonnaires orientés verticalement au centre des murs, et de grains moins élancés sur les bords, inclinés vers le centre des murs, comme observé expérimentalement. Ce phénomène avait été expliqué par la présence de particules de poudre non ou partiellement fondues sur les bords du bain de fusion, qui favorisent lors de la solidification la

formation de nouveaux grains croissant par épitaxie depuis les bords du mur à partir de ces particules de poudre. L'affectation lors de l'initialisation des cellules d'une orientation aléatoire à chaque cellule dans la zone représentant la poudre, et les règles de transition définies, semblent donc permettre de bien représenter ce phénomène.

Dans le Tableau 4.5 suivant sont représentées les caractéristiques dimensionnelles et morphologiques moyennes des grains, mesurées expérimentalement et à partir des résultats issus des simulations, pour comparaisons. Si nous observons d'abord le diamètre équivalent des grains, nous pouvons constater que les mesures faites à partir des analyses expérimentales montrent une forte augmentation de leur valeur moyenne lorsque nous passons de la première à la seconde paramétrie, c'est-à-dire lorsque l'énergie linéique et la vitesse de lasage augmentent. En revanche, la simulation numérique montre une légère diminution de taille moyenne de grains lorsque nous passons de la première à la seconde paramétrie, et des valeurs plus élevées que celles mesurées expérimentalement, en particulier pour la première paramétrie.

Tableau 4.5 : Comparaison de caractéristiques dimensionnelles et morphologiques des grains (diamètres équivalents moyens des grains, rapports de forme moyens et orientations moyennes de l'axe principal des grains par rapport à l'axe horizontal en coupes longitudinales) mesurées à partir des résultats expérimentaux et numériques, pour les deux paramétries

	(150 W, 100 mm/s)			(400 W, 200 mm/s)		
	Expérimentale	Numérique	Écart (%)	Expérimentale	Numérique	Écart (%)
Diamètre moyen des grains (μm)	48,46 \pm 37,29	110 \pm 80,96	127	82,85 \pm 42,39	100 \pm 69,66	22
Rapport de forme moyen	4,37	2,95	32	5,35	4,8	10.5
Orientation de l'axe principal des grains ($^\circ$)	100 \pm 23	100 \pm 28	0	89,74 \pm 11,82	97,52 \pm 18,03	9

Les valeurs des rapports de forme moyens des grains présentent moins de différences entre résultats numériques et expérimentaux, avec des écarts de 32 % et 10,5 % respectivement pour les première et deuxième paramétries. De plus, la simulation révèle bien l'augmentation de cette caractéristique, c'est-à-dire la formation de grains plus élancés, lorsque l'énergie linéique et la vitesse de lasage augmentent, même si ces valeurs restent inférieures aux valeurs expérimentales.

Enfin, les orientations des axes principaux des grains par rapport à la direction horizontale obtenues par simulation numérique sont très proches de celles mesurées expérimentalement, et montrent bien la différence observée entre les deux paramétries. Les grains sont en effet légèrement inclinés dans la direction de lasage pour la première paramétrie, alors qu'ils sont quasiment verticaux pour la seconde paramétrie.

Ces résultats montrent donc que le modèle CA-FE prédit bien la formation de grains colonnaires principalement orientés dans la direction de fabrication et légèrement inclinés dans la direction de lasage, comme observé expérimentalement, cette dernière caractéristique étant cependant un peu trop accentuée dans le cas des fortes énergies linéiques et vitesses de lasage. La taille de grains obtenus est en revanche trop grande, ce qui s'explique principalement par une largeur trop importante des grains, comme en témoignent les plus faibles valeurs des rapports de forme par rapport aux valeurs expérimentales.

L'une des causes possibles de ces différences pourrait être la non prise en compte du phénomène de germination dans la modélisation numérique, ce phénomène ayant tendance à provoquer un affinement des grains. L'analyse des microstructures des murs fabriqués n'a cependant pas révélé de signe de ce phénomène de germination, les grains observés semblant être le résultat d'une croissance par épitaxie à partir des grains du substrat et de particules de poudre sur les bords des murs.

Le modèle de loi de croissance des grains retenu peut aussi être responsable de ces différences, car il agit sur le phénomène de croissance sélective, qui favorise l'élargissement des grains dont les directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ sont les mieux orientées par rapport au gradient thermique.

Il faut toutefois analyser ces résultats avec précaution, car comme nous l'avons déjà signalé, les coupes longitudinales n'ont pas été réalisées parfaitement parallèles au plan médian des murs, et la section observée des grains peut alors être tronquée. Le plan d'observation des coupes longitudinales peut aussi être décalé par rapport au plan médian des murs, dans une zone plus proche des surfaces où se sont formés de nouveaux grains issus des grains de poudre présents sur les bords.

III.2. Textures cristallographiques

Dans cette partie, nous comparons les textures cristallographiques observées à partir des analyses EBSD présentées dans la première partie avec les orientations cristallographiques issues des simulations, présentées dans la partie II, pour les deux paramétries. La Figure 4.24 montre les figures de pôles correspondant aux directions $\langle 100 \rangle$ obtenues à partir des analyses EBSD et des simulations numériques.

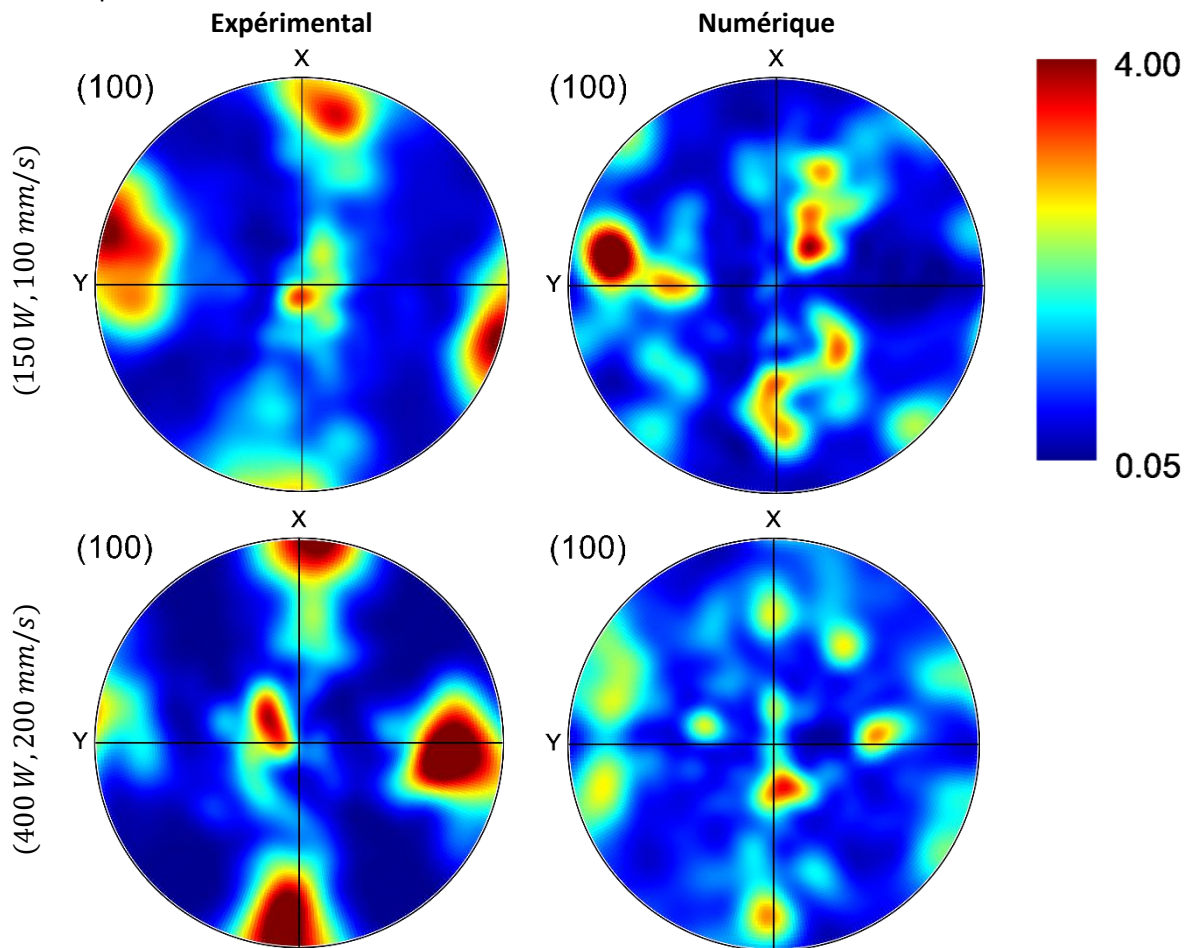


Figure 4.24 : Comparaison des figures de pôles obtenues à partir des analyses EBSD et des simulations numériques, pour les deux paramétries

Nous pouvons constater que pour la première paramétrie, la simulation reproduit assez bien le pic de densité de directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ alignées avec la direction de construction \vec{y} . Le pic de densité observé sur les figures issues des simulations est alors décalé à la fois vers la direction de lasage (\vec{x}) et vers la direction normale au mur (\vec{z}).

La simulation numérique prédit également assez bien la texture obtenue pour la seconde paramétrie. Nous observons en effet, à la fois sur les figures de pôles tracées à partir des analyses EBSD et sur celles issues des simulations numériques, un pic de densité de directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ orientées selon la direction de construction \vec{y} , et légèrement inclinées dans la direction de lasage \vec{x} .

IV – CONCLUSION

Ce chapitre a permis d'évaluer la précision et la pertinence du programme CA-FE pour la simulation de la formation des structures granulaires obtenues lors de la fabrication de mur en acier 316L SLM Solutions avec le procédé L-PBF. Le programme a été testé pour les deux paramétries, (150 W, 100 mm/s) et (400 W, 200 mm/s), présentées au chapitre 3 partie I, et les résultats ont été comparés à des résultats expérimentaux.

Les murs fabriqués avec les deux paramétries, présentés dans la première partie du chapitre, possèdent une forte rugosité en surface, due à la présence de particules de poudres partiellement fondues, mais très peu de porosité. La phase austénite est la phase majoritaire observée dans ces murs, bien qu'un peu de ferrite delta et de phase sigma aient aussi été détectées, mais en proportions toujours inférieures à 2%. Les analyses EBSD réalisées sur les différentes coupes transversales et longitudinales des murs fabriqués ont révélé la formation de grains colonnaires, croissant principalement dans la direction de fabrication \vec{y} . Les murs fabriqués possèdent également une texture cristallographique marquée, avec des directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ majoritairement orientées suivant la direction de fabrication.

Pour simuler numériquement la formation de ces structures de grain dans les murs, il a fallu dans un premier temps optimiser certains paramètres de la modélisation CA-FE, afin de réduire le temps de calcul pour que les simulations puissent se faire dans un temps raisonnable. Les résultats de ces simulations ont permis de reproduire la formation des grains colonnaires orientés dans la direction de fabrication, observés expérimentalement. La comparaison des caractéristiques morphologiques des grains, en coupe longitudinale, a cependant montré que si les directions des axes principaux et les rapports de forme des grains simulés sont assez proches des valeurs observées expérimentalement, la taille moyenne des grains simulés est en revanche bien plus élevée que celle des grains réellement formés dans les murs. La texture cristallographique est également un peu différente, même si nous retrouvons les tendances observées expérimentalement, avec des densités importantes de grains ayant des directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ orientées autour de la direction de fabrication.

Les différences observées entre simulation et expérience peuvent provenir de l'absence de prise en compte de la germination de nouveaux grains dans la modélisation numérique, ou encore de la loi de croissance identifiée dans le chapitre 2 partie IV. La simulation prévoit en effet la formation de grains colonnaires à partir des grains du substrat ou des particules de poudre partiellement fondues sur les bords des murs, qui deviennent beaucoup plus larges que les grains réellement formés dans les murs. Ce résultat pourrait être lié à une trop forte sélection des grains en fonction de leur orientation cristallographique, quelques grains favorablement orientés croissant alors beaucoup plus vite que les autres pour occuper tout l'espace.

Malgré ces différences, le programme CA-FE a permis de reproduire les principales caractéristiques des structures granulaires formées dans les murs, avec de plus des temps de calcul raisonnables, puisque tous les calculs réalisés sur des murs de dix couches ont duré moins de cinq heures.

Dans le chapitre suivant, nous allons intégrer un modèle de germination à la modélisation numérique de la formation des structures granulaires, dans le but de comparer les structures obtenues. Pour identifier les paramètres du modèle de germination, nous exploiterons les résultats expérimentaux obtenus lors de la fabrication de murs avec la poudre Praxair, avec laquelle le phénomène de germination semble jouer un rôle prépondérant sur la formation des structures de grains, comme l'a révélé la littérature [3] [78].

Chapitre 5 : Modélisation et simulation numérique de la formation des grains dans les murs fabriqués avec la poudre 316L Praxair

Le programme CA-FE développé a permis de simuler la formation des structures granulaires au cours de la fabrication de murs par procédé L-PBF à partir d'une poudre 316L SLM Solutions. Celle-ci provoque la croissance de grains colonnaires à l'interface solide/liquide par épitaxie. Cependant, il a été remarqué dans la littérature que l'utilisation de la poudre 316L Praxair pouvait faire apparaître une structure de grains quasi équiaxe. Un phénomène de germination a alors lieu dans le bain de fusion et de nouveaux grains se forment et croissent, bloquant la croissance des grains inférieurs, et produisant ainsi un affinement des grains. Un module de germination est ajouté au programme CA-FE pour modéliser ce phénomène et tenter ainsi de simuler numériquement la formation des structures granulaires observées avec la poudre Praxair.

L'objectif de ce chapitre est d'identifier les paramètres du modèle de germination, puis de discuter les résultats obtenus et de les comparer aux structures granulaires observées dans des murs fabriqués avec la poudre Praxair.

Dans un premier temps, des murs ont donc été fabriqués avec la poudre Praxair, en utilisant les deux jeux de paramètres énergétiques précédemment retenus (150 W , 100 mm/s) et (400 W , 200 mm/s). Les caractéristiques morphologiques et la texture cristallographique des structures granulaires obtenues ont alors été étudiées, et des comparaisons ont été réalisées avec les caractéristiques observées dans les murs fabriqués avec la poudre SLM Solutions.

Le modèle de germination développé pour prendre en compte les phénomènes intervenant avec la poudre Praxair est ensuite présenté, et les paramètres du modèle sont choisis, grâce à la simulation d'un cas-test.

Enfin, la simulation de la formation des structures granulaires lors de la fabrication de murs avec la poudre Praxair est réalisée en activant le module de germination développé, en reprenant les résultats des simulations thermiques EF présentés au chapitre 3 et correspondant aux deux paramètres testés. Les résultats obtenus sont ensuite discutés et comparés aux résultats expérimentaux sur murs fabriqués avec la poudre Praxair.

I – CARACTERISATION GEOMETRIQUE ET MICROSTRUCTURALE DES MURS FABRIQUES AVEC LA POUDRE PRAXAIR

Dans cette partie nous allons caractériser la microstructure obtenue lors de la fabrication d'un mur avec le procédé L-PBF en utilisant la poudre 316L Praxair. Les murs présentés dans ce chapitre ont été fabriqués dans les **mêmes conditions** que les murs fabriqués avec la poudre SLM Solutions présentés dans le chapitre précédent :

- Les deux paramétries ont été utilisées : (150 W, 100 mm/s) et (400 W, 200 mm/s) ;
- L'épaisseur de poudre déposée à chaque couche est de 50 µm ;
- Le nombre de couches est de 20.

Dans les paragraphes qui suivent, les caractéristiques morphologiques et microstructurales des murs fabriqués avec la poudre Praxair seront analysées, puis comparées aux résultats présentés dans le chapitre précédent concernant les murs fabriqués avec la poudre SLM Solutions.

I.1. Caractéristiques générales des murs obtenus avec la poudre Praxair

La Figure 5.1 montre des images MEB de coupes transversales de murs fabriqués avec la poudre Praxair et les deux paramétries. Ces murs sont de formes assez régulières, mais présentent tout de même des défauts, en particulier :

- Une porosité élevée ;
- Des particules de poudres non fondues adhérant aux parois du mur ;
- Une augmentation de la largeur du mur en fonction du numéro de couche.

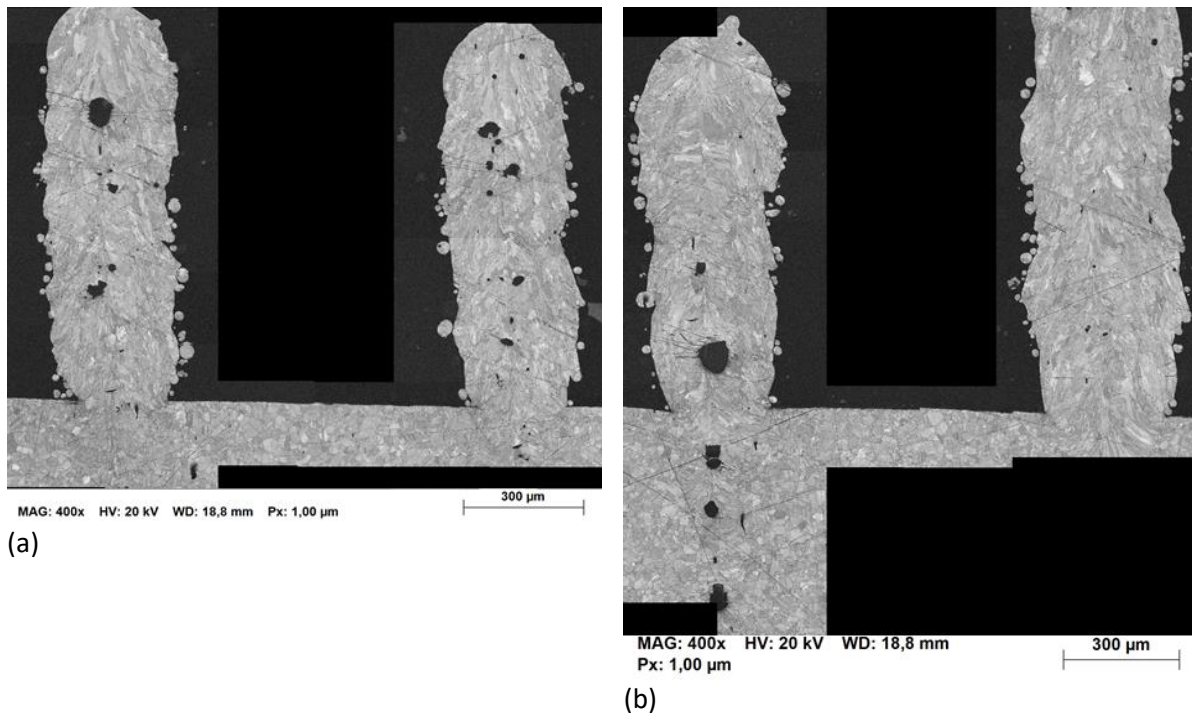


Figure 5.1: Images MEB de coupes transversales de murs fabriqués avec la poudre Praxair, (a) avec la paramétrie (150 W, 100 mm/s), et (b) avec la paramétrie (400 W, 200 mm/s)

La présence de particules de poudre autour du mur et l'élargissement des cordons dans les premières couches avaient déjà été observés dans les murs fabriqués avec la poudre SLM Solutions, et ne sont pas très critiques, car ce type de défaut disparaît lors de la fabrication de pièces plus massives. En revanche, la **présence de porosités** semble plus problématique. Celles-ci sont situées au centre des

murs et réparties sur toute la hauteur. Leur nombre comme leur taille peuvent de plus varier fortement pour deux murs fabriqués avec la même paramétrie.

Les proportions en surface de coupes transversales des phases austénite, ferrite et phase sigma ont été mesurées à partir d'analyses EBSD. Les résultats ont montré que la **phase austénite était très majoritaire** dans les murs fabriqués avec la poudre Praxair, avec des pourcentages surfaciques de plus de 99%, tandis que la phase sigma est quasi-inexistante, et que la ferrite n'est présente que sur 0,5% environ des surfaces analysées.

I.2. Caractéristiques morphologiques des grains

La Figure 5.2 montre les cartographies d'orientations cristallographiques des grains en coupes transversales de murs fabriqués avec les deux paramétries, obtenues à l'aide du détecteur EBSD du MEB. Les grains formés dans les murs présentent un aspect colonnaire, mais sont plus fins et beaucoup moins élancés que ceux observés dans le précédent chapitre dans les murs fabriqués avec la poudre SLM Solutions. Ces résultats sont conformes aux observations issues de la littérature concernant la fabrication L-PBF avec la poudre Praxair, qui avaient révélé des structures de grains beaucoup plus fines qu'avec d'autres poudre 316L [3] [78].

Comme cela a été présenté dans le chapitre 4 partie I, nous avons choisi de nous appuyer sur trois paramètres pour caractériser la morphologie des grains formés : le diamètre équivalent des grains, le rapport de forme, et l'angle entre la direction horizontale et l'axe principal des grains. Ces trois caractéristiques ont été mesurées pour les grains situés dans les trois zones des murs identifiées dans le chapitre précédent et rappelées sur la Figure 5.2, pour les deux paramétries retenues.

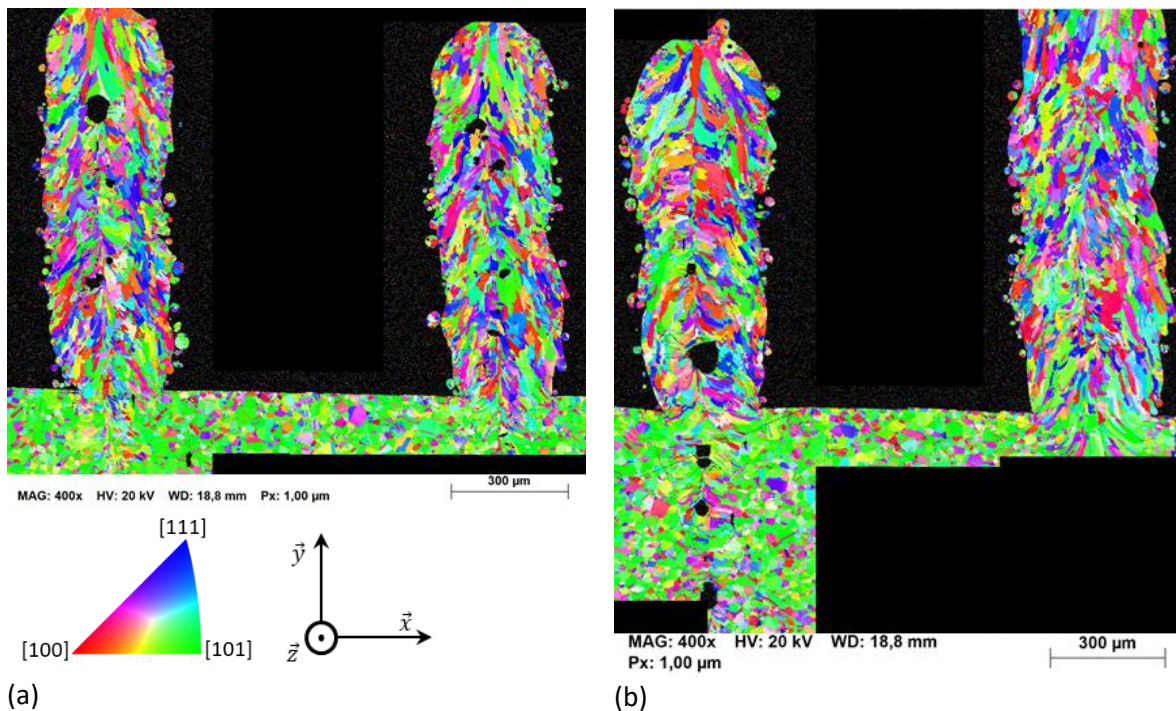


Figure 5.2 : Cartographie d'orientations cristallographiques par rapport à l'axe \vec{y} en coupe transversales de murs fabriqués avec la poudre Praxair, (a) paramétrie (150 W, 100 mm/s) et (b) paramétrie (400 W, 200 mm/s)

Le Tableau 5.1 rassemble les résultats obtenus dans les différentes zones des murs fabriqués avec la poudre Praxair. Nous pouvons observer que le diamètre équivalent des grains augmente très légèrement entre le bas et le haut du mur, et qu'il y a **peu de différences entre les deux paramétries**. Le diamètre équivalent moyen des grains dans le substrat est aussi du même ordre que celui mesuré dans les murs dans le cas de la première paramétrie. En revanche, le diamètre équivalent moyen des

grains est plus faible dans le substrat des murs fabriqués avec la seconde paramétrie. Ce résultat pourrait s'expliquer par la formation d'un bain de fusion très profond dans le substrat lors de l'utilisation de la seconde paramétrie (Figure 5.2b), et la formation de nouveaux grains plus fins que les grains initialement présents dans le substrat lors de la solidification.

Il y a également très peu d'évolution du rapport de forme des grains en fonction de la hauteur dans le mur et de la paramétrie, avec des valeurs toujours proches de 3, qui indiquent la formation de grains moyennement élancés au sein des murs. L'écart-type est cependant très important, proche de 2, ce qui prouve la présence également de grains équiaxes, et de grains plus élancés. La différence est nette avec le substrat, dont la valeur du rapport de forme est environ deux fois plus faible que dans le mur, confirmant la morphologie équiaxe des grains du substrat, même si certains de ces grains, issus de la solidification du bain formé dans le substrat lors de l'interaction avec le laser, sont plus élancés.

Il y a enfin peu d'évolution de l'angle moyen entre l'axe principal des grains dans les murs et l'axe horizontal \vec{x} , qui est proche de 90° quel que soit la position dans les murs ou la paramétrie employée. L'écart type mesuré est cependant très important, de 40° environ, ce qui témoigne d'une très grande dispersion, les grains observés sur les coupes transversales étant inclinés de chaque côté du mur vers l'intérieur. Le substrat, constitué majoritairement de grains équiaxes, ne présente quant à lui pas de directions préférentielles d'axes des grains, avec un écart type de 55° environ.

Tableau 5.1 : Caractéristiques morphologiques - diamètre équivalent, rapport de forme et angle d'orientation - des grains mesurés en coupes transversales pour chacune des paramétries et dans chacune des trois zones d'observation des murs fabriqués avec la poudre Praxair

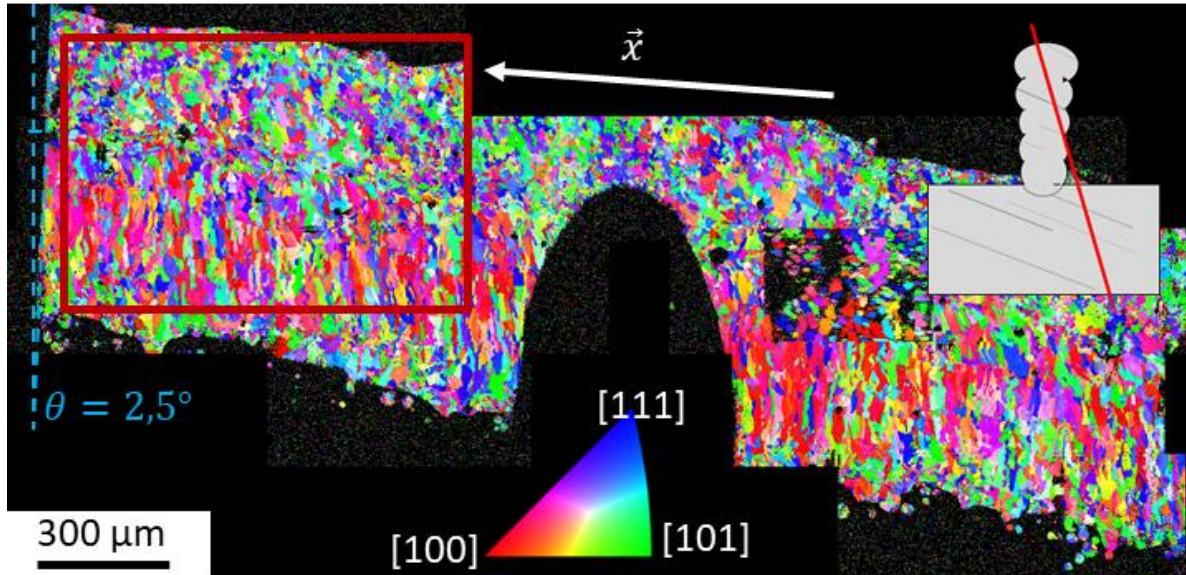
Paramétrie	(150 W, 100 mm/s)			(400 W, 200 mm/s)		
	Diamètre équivalent (μm)	Rapport de forme	Angle d'orientation ($^\circ$)	Diamètre équivalent (μm)	Rapport de forme	Angle d'orientation ($^\circ$)
Sommet du mur	$24,03 \pm 14,18$	$3,1 \pm 2,06$	$89,34 \pm 38,47$	$26,95 \pm 15,95$	$2,87 \pm 1,5$	$92,69 \pm 40,7$
Bas du mur	$21,92 \pm 12,8$	$2,95 \pm 1,93$	90 ± 35	$25 \pm 14,62$	$3,1 \pm 1,71$	$84,54 \pm 43,36$
Substrat	$26,24 \pm 9,22$	$1,7 \pm 0,7$	$110 \pm 56,04$	$15,94 \pm 8,8$	$1,61 \pm 0,3$	$100 \pm 54,82$

Ainsi, bien que les grains formés avec la poudre Praxair soient en majorité colonnaires et que leurs axes principaux soient orientés suivant la direction verticale, ils présentent un élancement plutôt limité, et cohabitent avec des grains équiaxes, ce qui appuie l'hypothèse d'une germination au sein du liquide, avancée dans la littérature pour expliquer les structures granulaires observées avec cette poudre [3] [78].

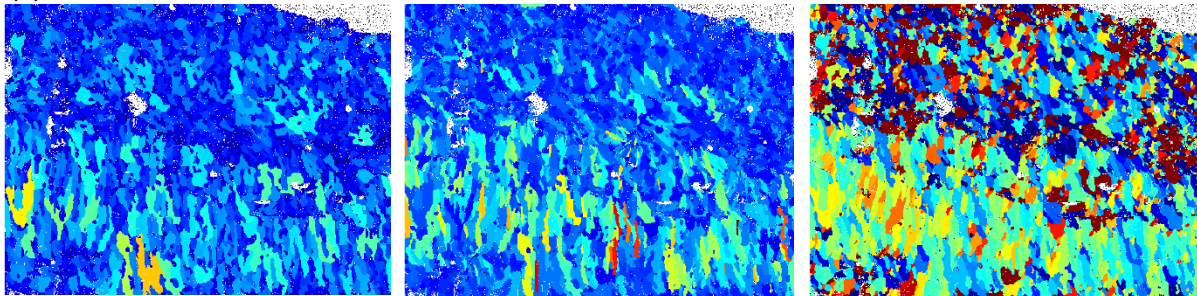
Des coupes longitudinales ont également été réalisées pour les murs fabriqués avec la paramétrie (150 W, 100 mm/s). Étant donnée la très faible épaisseur des murs, les plans de ces coupes sont toujours un peu inclinés par rapport au plan médian des murs, ce dont il faut tenir compte lors de l'interprétation. La Figure 5.3a présente une cartographie des orientations cristallographiques des grains dans une coupe longitudinale, accompagnée d'un schéma montrant l'orientation du plan de coupe. Des encoches ont préalablement été réalisées à la scie à fil diamantée pour repérer le centre du mur. L'une d'elles est visible au centre de l'image. En raison de l'inclinaison du plan de coupe, il est difficile de discuter des orientations cristallographiques des grains dans les coupes longitudinales.

Nous pouvons en revanche discuter de l'évolution de la morphologie des grains dans les différentes zones. Nous observons, sur la partie haute de la coupe, des grains fins et de formes équiaxes, sans orientation cristallographique particulière. Du fait de l'inclinaison du plan de coupe, les grains observés dans cette zone sont proches de la surface du mur. Il est alors possible que ces grains d'aspect équiaxe soient en réalité des grains ayant suivi une croissance colonnaire depuis la surface vers le centre du mur, comme nous pouvons l'observer sur les coupes transversales de la Figure 5.2, dont nous ne voyons que la section transversale. En dessous de cette zone se trouve une zone située au cœur de

l'épaisseur du mur, occupée par des grains colonnaires orientés dans la direction verticale, et légèrement inclinés dans la direction de lasage. Enfin, le bas de la coupe, correspondant à nouveau à une zone proche de la surface du mur, est occupée comme dans la partie supérieure par des grains de formes équiaxes, qui pourraient correspondre aux sections transversales de grains colonnaires orientés vers le centre des murs.



(a)



(b)

(c)

(d)

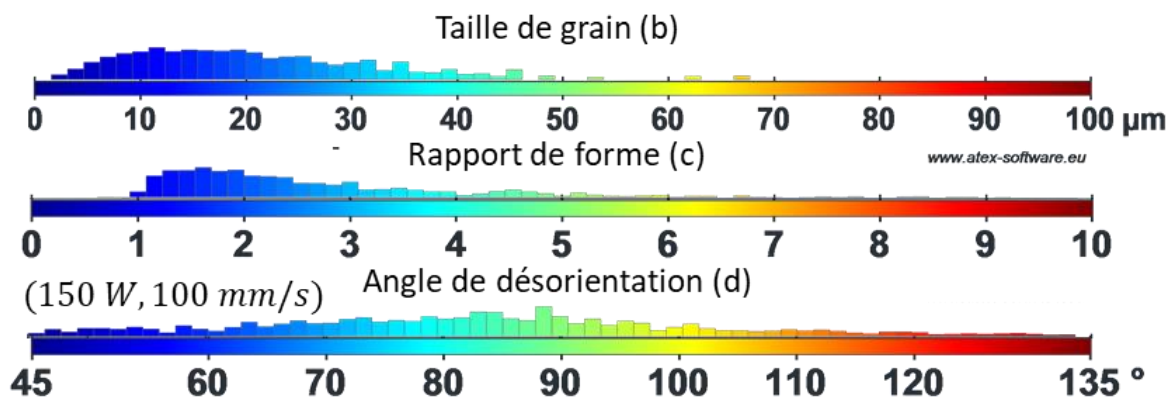


Figure 5.3 : Analyses d'une coupe longitudinale d'un mur fabriqué avec la paramètrie (150 W, 100 mm/s) et la poudre Praxair. (a) Cartographie EBSD d'orientations cristallographiques par rapport à l'axe \vec{y} , avec schéma montrant la position du plan d'observation, et cartographies dans la zone entourée en rouge, (b) des diamètres équivalents, (c) des rapports de forme, et (d) des orientations des axes principaux des grains par rapport à la direction horizontale

Bien que l'orientation du plan de coupe ne soit pas parfaitement connue, nous avons choisi de tout de même réaliser les analyses des caractéristiques morphologiques des grains sur la zone marquée en

rouge de la cartographie de la Figure 5.3a, en prenant en compte le fait que les grains ne se situent pas tous à la même distance du bord du mur. La Figure 5.3b montre ainsi la distribution de diamètres équivalents des grains, dont la moyenne est de $21,19 \mu\text{m}$, avec un écart-type de $12,21 \mu\text{m}$, valeurs très proches de celles mesurées en coupes transversales.

La Figure 5.3c correspond à la distribution des rapports de forme, dont la valeur moyenne est de $2,18$. Cette moyenne plus faible que celles mesurées dans les coupes transversales peut s'expliquer par la présence des grains d'aspect équiaxe dans la partie haute de la zone d'analyse.

Enfin, l'angle moyen entre la direction horizontale et l'axe principal des grains, dont la cartographie de distribution est présentée en Figure 5.3d, est de $96,66 \pm 38,14^\circ$.

I.3. Caractérisation de la texture cristallographique des murs

La Figure 5.4a montre les cartographies des orientations cristallographiques des grains en coupe transversale de murs fabriqués avec la paramétrie ($150 W, 100 \text{ mm/s}$), ainsi que les figures de pôles correspondant aux trois zones des échantillons : le substrat, le bas des murs et le haut des murs. Ces résultats confirment la texture particulière du substrat, déjà observée dans les murs fabriqués avec la poudre SLM Solutions, avec des directions cristallographiques $\langle 101 \rangle$ préférentiellement orientées selon l'axe vertical \vec{y} . En revanche, les murs ne montrent pas de texture particulière, avec des pics de densité faible, inférieure à 2, dans la partie basse comme dans la partie haute.

La Figure 5.4b montre les mêmes analyses réalisées dans deux murs fabriqués avec la paramétrie ($400 W, 200 \text{ mm/s}$). Nous retrouvons des résultats assez proches de ceux obtenus dans les murs fabriqués avec la première paramétrie, avec un substrat texturé, mais une absence de texture marquée dans les murs.

Nous pouvons toutefois observer sur la cartographie de gauche la présence de grains de morphologie colonnaire dans le substrat sous le mur, jusqu'à une grande profondeur. Cette présence témoigne de la formation d'un bain de fusion profond dans le substrat, qui pourrait être due à l'apparition d'un keyhole. Nous pouvons aussi constater sur la cartographie que ces grains colonnaires conservent en grande partie la texture du substrat.

Ces résultats montrent donc que les murs fabriqués avec la poudre Praxair sont très peu texturés, quel que soit la paramétrie utilisée, et que les grains colonnaires formés sont fins et assez peu élancés.

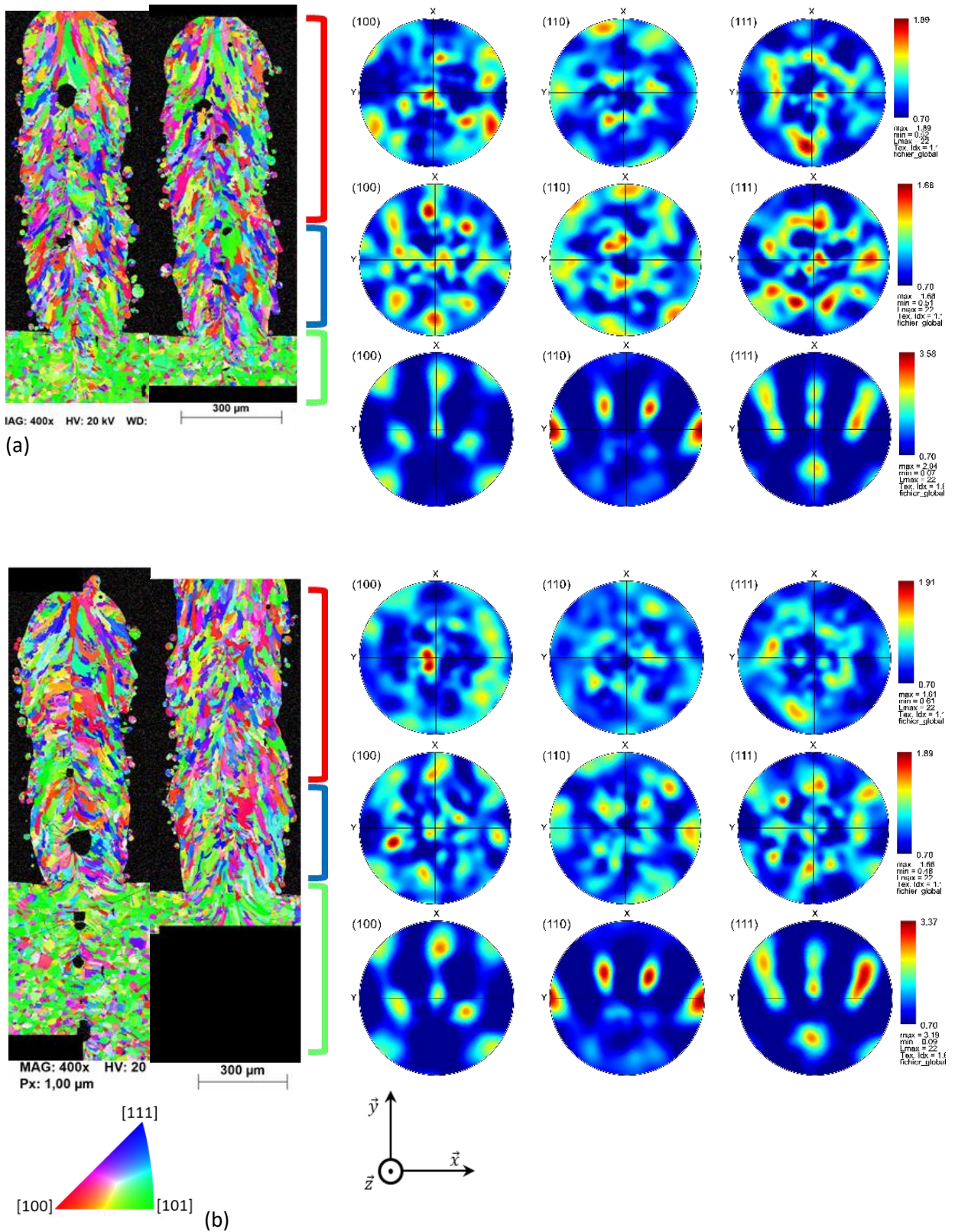


Figure 5.4 : Cartographies d'orientations cristallographiques par rapport à l'axe \vec{y} en coupes transversales de murs fabriqués avec la paramètre (a) (150 W, 100 mm/s) et (b) (400 W, 200 mm/s) et la poudre Praxair, et figures de pôles associées pour les trois zone d'intérêts : le substrat, le bas du mur et le haut du mur

I.4. Comparaison avec la poudre SLM Solutions

1.4.1. Caractéristiques générales des murs

La Figure 5.5 compare la morphologie de murs en coupes transversales fabriqués avec les poudres Praxair et SLM Solutions, et la paramétrie (400 W, 200 mm/s). Notons que le mur fabriqué avec la poudre SLM Solutions montré ici est plus haut, car il correspond à un empilement de 25 couches, contre 20 couches seulement pour le mur fabriqué avec la poudre Praxair.

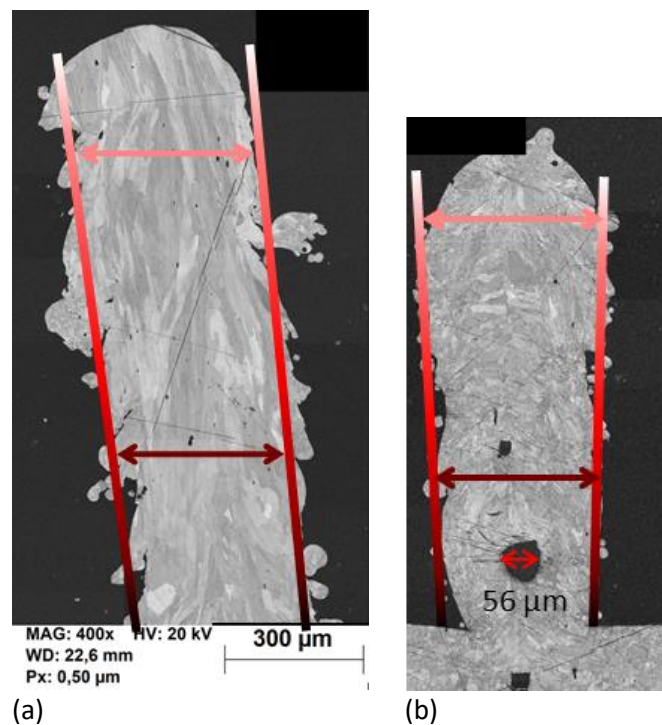


Figure 5.5 : Images MEB de coupes transversales de murs fabriqués avec la paramétrie (400 W, 200 mm/s), avec (a) la poudre SLM Solution et (b) la poudre Praxair

Nous pouvons observer que la surface des murs fabriqués avec la poudre Praxair est un peu plus régulière, ce qui semble en grande partie lié à la plus faible granulométrie de cette poudre. Les particules de poudre en surface des murs fabriqués avec la poudre SLM Solutions mesurent en effet 50 µm de diamètre en moyenne, alors qu'elles sont beaucoup plus fines, avec des diamètres moyens d'environ une dizaine de microns, pour les murs fabriqués avec la poudre Praxair.

Les largeurs moyennes des murs formés, dans les parties inférieure (correspondant aux cinq premières couches), et supérieure (correspondant aux cinq dernières couches) des coupes transversales, ont aussi été mesurées sur plusieurs murs fabriqués avec les deux poudres, et les valeurs moyennes sont comparées dans le Tableau 5.2.

Tableau 5.2 : Largeurs moyennes dans les parties haute et basse des murs pour chaque paramétrie et chaque poudre

	SLM Solutions		Praxair	
Largeur (µm) en :	(150 W, 100 mm/s)	(400 W, 200 mm/s)	(150 W, 100 mm/s)	(400 W, 200 mm/s)
- haut du mur	304,6	418,8	334,6	393,7
- bas du mur	298,8	415,3	317,8	360,9

Le Tableau 5.2 montre que les largeurs des murs augmentent légèrement entre les parties basse et haute des murs, mais que cette tendance est un peu plus marquée avec la poudre Praxair. Les largeurs moyennes des différentes zones des murs sont un peu différentes selon la poudre utilisée. Avec la première paramétrie, la poudre Praxair forme des murs un peu plus larges, alors qu'avec la seconde paramétrie, ils sont au contraire plus étroits. La différence de largeur des murs en fonction de la paramétrie utilisée est ainsi plus faible avec la poudre Praxair.

Presqu'aucune porosité n'a été observée dans les murs fabriqués avec la poudre SLM Solutions, hormis dans la première couche déposée, mais qui sont dues à un défaut de préparation de cette première couche, comme cela a été expliqué dans le précédent chapitre. En revanche, de larges porosités, dont le diamètre moyen est de $56\ \mu\text{m}$, sont observées au centre des murs fabriqués avec la poudre Praxair. Pour tenter de comprendre l'origine de ces différences de porosité, la forme des bains de fusion formés dans le substrat a été observée. Il est en effet possible de déterminer les limites de la zone fondue formée dans le substrat, car les grains formés depuis l'état liquide présentent une morphologie colonnaire caractéristique, contrairement aux grains du substrat non fondu, qui ont une morphologie équiaxe. La Figure 5.6 montre des cartographies EBSD montrant les grains formés en coupes transversales de murs fabriqués avec les deux poudres. Nous pouvons constater que pour la poudre SLM Solutions, le bain formé dans le substrat est très peu pénétrant, caractéristique du mode « conduction » du soudage laser, rencontré lorsque les densités de puissance ne sont pas trop élevées. En revanche, avec la poudre Praxair, le bain formé est très profond, et caractéristique de la formation d'un « keyhole » empli de vapeurs métalliques, observé lorsque le soudage laser est réalisé avec de fortes densités de puissance. Cette forme caractéristique de bain de fusion est observée avec les deux paramétries utilisées. Les paramètres énergétiques, comme la puissance, la vitesse et le diamètre focal du laser, sont pourtant identiques pour les deux poudres. Ces différences montrent donc des mécanismes d'interaction avec le laser différents avec les deux poudres. Il est ainsi possible qu'avec la poudre Praxair, plus fine, la réflexion du laser sur les facettes des particules de poudre favorise la concentration d'énergie, conduisant à des températures locales supérieures à la température de vaporisation du 316L. La présence de ces vapeurs métalliques, formant un « keyhole » profond et étroit, pourrait alors expliquer la formation des porosités, qui seraient créées par l'effondrement des parois de métal liquide entourant le keyhole, piégeant des poches de vapeur.

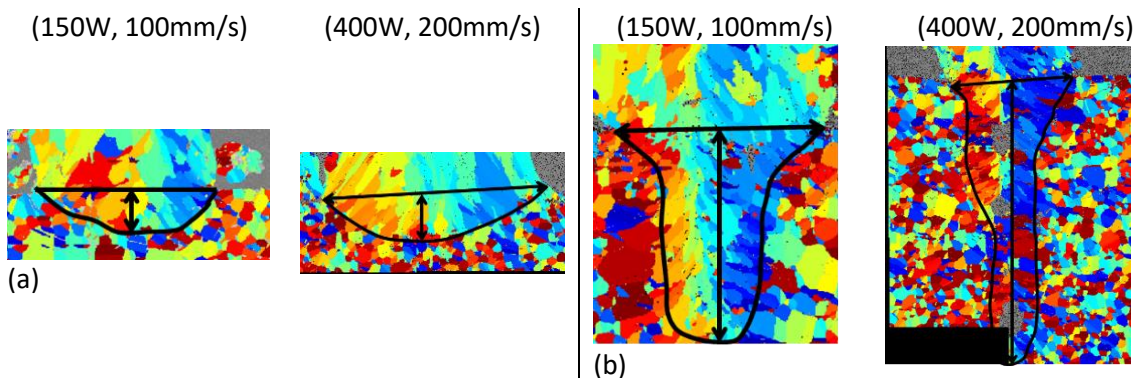


Figure 5.6 : Limites du bain de fusion formé dans le substrat pour les deux poudres utilisées, (a) poudre SLM Solutions, (b) poudre Praxair

Au niveau phases métallurgiques, la proportion en surface de coupes transversales des phases austénite, ferrite et phase sigma formées dans les murs fabriqués avec les deux poudres, mesurées à partir d'analyses EBSD, sont rassemblées dans le Tableau 5.3. Les résultats montrent que la phase austénite est très majoritaire dans les murs quel que soit la poudre utilisée, avec des pourcentages surfaciques de plus de 98%, et même 99% avec la poudre Praxair.

Tableau 5.3 : Pourcentage surfacique des phases détectées dans les coupes transversales des murs

Poudre	SLM Solutions	Praxair
Austénite	98,31	99,59
Ferrite	0,75	0,41
Sigma	0,94	-

1.4.2. Caractéristiques morphologiques des grains

La Figure 5.7 compare les cartographies d'orientations cristallographiques des grains par rapport à la direction verticale \vec{y} dans des coupes transversales des murs fabriqués avec la paramétrie (400 W, 200 mm/s) et les deux poudres.

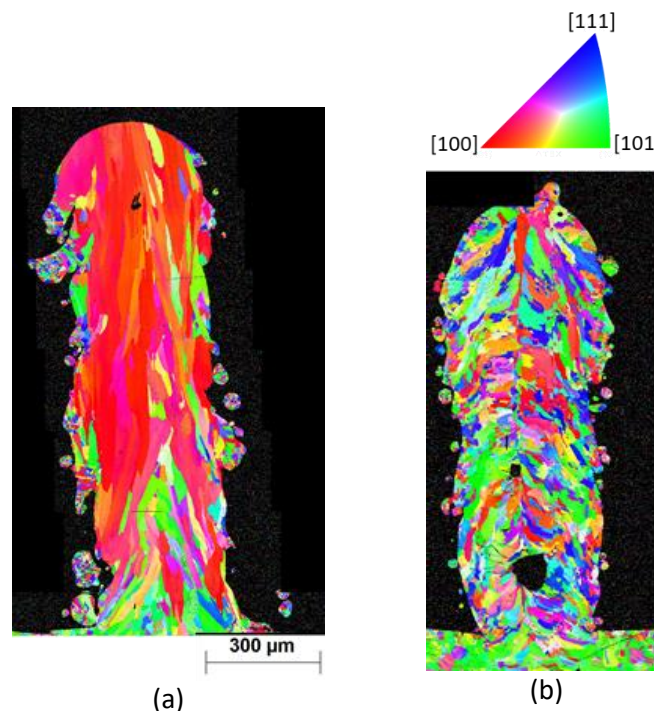


Figure 5.7 : cartographies d'orientations cristallographiques des grains par rapport à la direction \vec{y} dans des coupes transversales des murs fabriqués avec la paramétrie (400 W, 200 mm/s) avec (a) la poudre SLM Solutions et (b) la poudre Praxair

Nous pouvons voir sur la Figure 5.7a, correspondant à la poudre SLM Solutions, que les grains colonnaires formés sont très élancés et de grande taille, et leur axe principal est majoritairement alignées avec la direction de fabrication \vec{y} , qui correspond aussi à la direction du gradient thermique. Sur la Figure 5.7b, correspondant à la poudre Praxair, nous observons des grains colonnaires beaucoup plus fins, dont le grand axe est incliné depuis le bord vers le centre du mur. Cet affinement des grains semble lié à un phénomène de germination, produisant l'apparition de nouveaux grains, comme cela a déjà été discuté dans la littérature [3] [78]. Certains de ces grains ont des axes principaux qui sont orientés presque suivant l'axe horizontal, ce qui pourrait s'expliquer par la forme particulière du bain de fusion formé avec la poudre Praxair, en forme de keyhole (cf. Figure 5.6b). Ainsi, l'interface entre le bain liquide et la zone solidifiée est presque verticale dans la partie inférieure du bain, et le gradient thermique, qui détermine la direction de croissance des grains colonnaires, est alors presque horizontal.

Le Tableau 5.4 compare les caractéristiques morphologiques moyennes des grains, mesurées dans la partie supérieure des murs fabriqués avec les poudres Praxair et SLM Solutions.

Tableau 5.4 : Caractéristiques morphologiques - diamètre équivalent, rapport de forme et angle d'orientation - des grains mesurées en coupes transversales pour chacune des paramétries dans les parties hautes des murs fabriqués avec les deux poudres

Paramétrie	(150 W, 100 mm/s)			(400 W, 200 mm/s)		
	Diamètre équivalent (μm)	Rapport de forme	Angle d'orientation ($^\circ$)	Diamètre équivalent (μm)	Rapport de forme	Angle d'orientation ($^\circ$)
SLM Solutions	$59,72 \pm 38,82$	$5,42 \pm 3,54$	$87,48 \pm 19,53$	$85,83 \pm 50,05$	$5,24 \pm 3,53$	$88,33 \pm 16,48$
Praxair	$24,03 \pm 14,18$	$3,1 \pm 2,06$	$89,34 \pm 38,47$	$26,95 \pm 15,95$	$2,87 \pm 1,5$	$92,69 \pm 40,7$

Nous pouvons constater que les caractéristiques de la poudre utilisée n'ont pas d'influence sur l'orientation moyenne de l'axe principal des grains colonnaires formés, qui correspond à la direction verticale (angle de 90° par rapport à l'axe horizontal), bien que l'écart-type soit bien supérieur avec la poudre Praxair. Ce résultat confirme les observations précédemment effectuées sur la cartographie de la Figure 5.7b, qui montrait des grains colonnaires croissant depuis les deux bords du mur vers le centre, avec donc de grandes différences d'orientations des axes principaux des grains de part et d'autre du mur, mais une orientation moyenne proche de l'axe vertical.

Les valeurs indiquées dans le Tableau 5.4 confirment aussi que les caractéristiques de la poudre utilisée ont une forte influence sur la taille et la morphologie des grains. Ainsi, le diamètre équivalent moyen des grains formés avec la poudre Praxair est deux à trois fois inférieur à celui des grains obtenus avec la poudre SLM Solutions. Le rapport de forme moyen est quant à lui presque deux fois plus faible avec la poudre Praxair.

1.4.3. Textures cristallographiques

La cartographie d'orientations cristallographiques des grains par rapport à la direction verticale \vec{y} présentée sur la Figure 5.7a, correspondant à un mur fabriqué avec la poudre SLM Solutions, montre également que les grains colonnaires sont fortement texturés, avec des orientations $\langle 100 \rangle$ majoritairement alignées avec la direction de fabrication \vec{y} , direction du gradient thermique. La Figure 5.7b, correspondant à la poudre Praxair, montre en revanche que les grains colonnaires formés, plus fins, ne présentent pas d'orientation cristallographique préférentielle, ce qui confirme l'hypothèse d'une germination de nouveaux grains.

Pour confirmer ces analyses, les figures de pôles correspondant aux parties supérieures des coupes transversales des murs fabriqués avec les deux poudres et les deux paramétries sont présentées sur la Figure 5.8. Seules les figures de pôles associées aux directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ sont présentées ici.

Nous voyons très clairement sur ces figures que la poudre SLM Solutions permet d'obtenir dans les murs une texture cristallographique marquée, avec une forte proportion de grains ayant des directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ orientées principalement dans la direction de fabrication, mais aussi légèrement décalées dans la direction de lasage (axe \vec{z}).

Ces figures confirment également que la poudre Praxair ne présente pas de texture marquée, ce qui s'explique probablement, nous l'avons dit, par l'apparition d'un phénomène de germination au sein du bain liquide, qui limite la croissance sélective des grains colonnaires, responsable de la forte texture observée dans les murs fabriqués avec la poudre SLM Solutions.

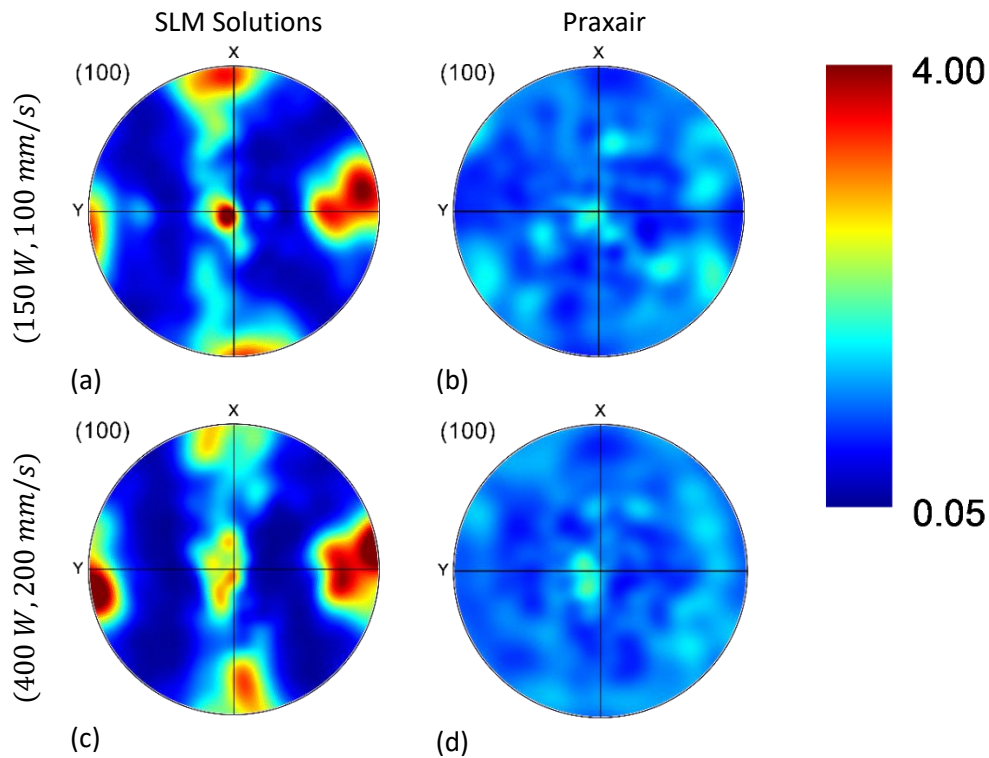


Figure 5.8 : Figures de pôles des parties hautes des coupes transversales des murs fabriqués avec les deux poudres et les deux paramètres

I.5. Joints de grain

Pour confirmer le rôle de la germination sur la formation des structures granulaires observées dans les murs fabriqués avec la poudre Praxair, nous avons analysé les désorientations intergranulaires. En effet, la littérature attribue la germination avec la poudre Praxair à la formation au sein du liquide en contact avec les pointes de dendrites de quasi-cristaux ordonnés formant une structure icosaédrique (ISRO, Icosaedral Short Range Order) [77] [78]. Les facettes de ces quasi-cristaux, dont les normales sont séparées par des angles de 60° , constituent alors les sites de germination pour les grains, qui présentent alors une relation d'orientation avec ces phases.

La Figure 5.9 montre les cartographies d'orientations cristallographiques des grains formés dans les murs fabriqués avec les deux poudres, ainsi que la distribution des valeurs de désorientations intergranulaires associées. Nous pouvons ainsi observer que dans les murs fabriqués avec la poudre SLM Solutions, la distribution d'angles de désorientation intergranulaire respecte relativement bien la distribution de Mackenzie correspondant à une répartition aléatoire d'orientations des grains. En revanche, avec la poudre Praxair, nous pouvons observer une proportion significative de désorientations intergranulaires correspondant à un angle de 60° , angle qui sépare deux grains voisins ayant germé sur les deux facettes d'un même quasi-cristal ISRO, ce qui validerait l'hypothèse que ce phénomène est bien responsable de la germination.

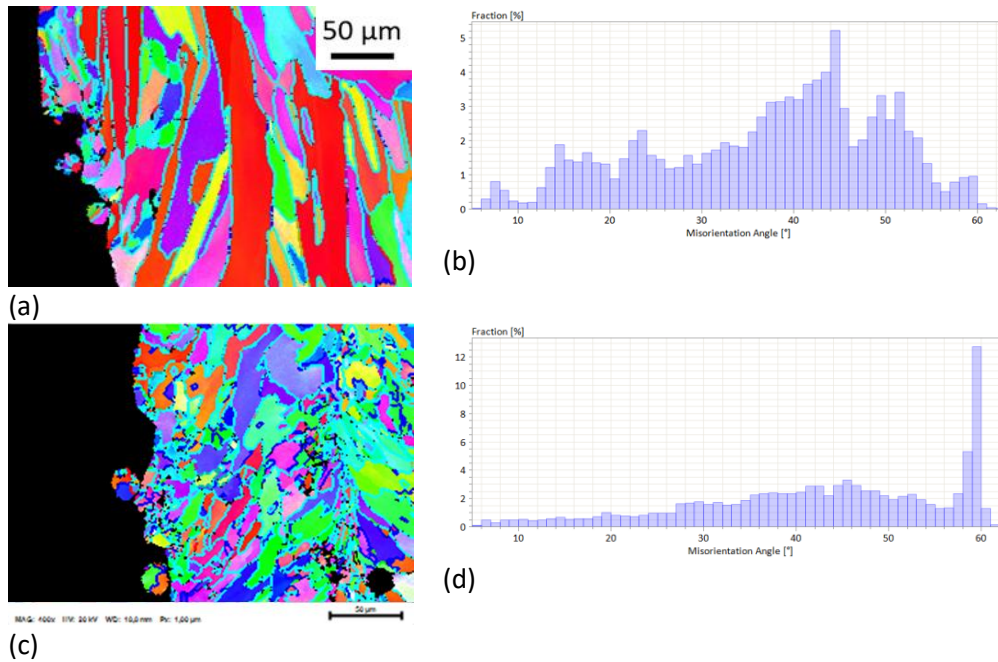


Figure 5.9: cartographies d’orientations cristallographiques des grains en coupes transversales de murs fabriqués avec (a) la poudre SLM Solutions et (c) la poudre Praxair par rapport à l’axe \vec{y} , et distributions des angles de désorientations intergranulaires associées, pour les poudres (b) SLM Solutions, et (d) Praxair

II – DESCRIPTION DU MODELE DE GERMINATION

Afin de simuler la formation des structures de grains dans les murs fabriqués avec la poudre Praxair, la modélisation CA-FE a été enrichie pour prendre en compte le phénomène de germination, qui semble jouer un rôle important lors de la solidification des bains formés avec la poudre Praxair. Pour cela, un module de germination a été ajouté au programme de solidification existant, et ses paramètres ont été ajustés à partir de la simulation d’un cas-test.

Dans cette partie, nous commencerons par rappeler le modèle de germination utilisé, puis nous présenterons le cas-test qui a permis de vérifier l’influence des différents paramètres du modèle sur les structures de grains formées, et enfin les paramètres finalement retenus.

II.1. Modélisation de la germination

Le modèle de germination utilisé dans cette étude, décrit dans le chapitre 2, est basé sur les travaux de Carozzani [134]. Un nombre de germe n_{germ} est introduit aléatoirement dans les cellules situées dans la zone liquide en surfusion, calculé à partir de la densité de germination et du volume de liquide en surfusion (Équation 5.1). Une **surfusion de germination** ΔT_{germ} est ensuite attribuée à chaque germe, au-delà de laquelle un grain pourra germer, ce qui conduit à un changement d’état de la cellule liquide concernée, qui devient pâteuse. Les surfusions de germination sont définies par une distribution qui suit une loi gaussienne. La surfusion de germination de chaque germe est alors définie en utilisant la relation donnée par l’Équation 5.2, par tirage aléatoire des deux nombres a_1 et a_2 :

$$\begin{cases} n_{germ} = V_{surf} \cdot d & \text{Équation 5.1} \\ \Delta T_{germ} = \Delta T_{moy} + \sqrt{-2 \ln(a_1)} \cos(2\pi a_2) \Delta T_{\sigma} & \text{Équation 5.2} \end{cases}$$

avec V_{surf} le volume de cellules en surfusion, a_1 et a_2 des nombres tirés aléatoirement et compris dans l'intervalle $[0,1]$, d la **densité de germes**, ΔT_{moy} la **surfusion de germination moyenne** et ΔT_σ l'**écart-type de la surfusion de germination**.

Le modèle de germination fait donc intervenir trois paramètres, d , ΔT_{moy} et ΔT_σ , qu'il faut choisir en fonction des caractéristiques du phénomène de germination qui doit être modélisé. La densité de germes d peut être fixée en fonction de la taille moyenne des grains formés dans les murs obtenus avec la poudre Praxair, qui est de 25 μm environ. La loi de croissance des grains que nous avons identifiée et décrite au chapitre 2 partie IV permet des surfusions maximales de l'ordre de 50°C pour les conditions de fabrication retenues. Les valeurs retenues pour les paramètres ΔT_{moy} et ΔT_σ seront choisies pour que les surfusions de germination associées à la majeure partie des germes ne dépassent pas cette valeur, afin que le phénomène de germination puisse se manifester.

Comme cela a été expliqué dans le chapitre bibliographique, le mécanisme de germination observé avec la poudre Praxair serait lié à la formation de quasi-cristaux dans la couche liquide au contact des pointes de dendrites, les facettes de ces quasi-cristaux constituant alors les sites de germination. La germination n'a donc pas lieu ici dans tout le volume de liquide en surfusion, mais uniquement dans une mince couche de liquide directement en contact avec la surface des dendrites. Pour modéliser ce phénomène, un second modèle de germination, que nous appellerons « surfacique », a aussi été introduit. Les germes sont alors affectés de manière aléatoire non plus dans l'ensemble du volume de liquide en surfusion V_{surf} , mais uniquement dans les cellules liquides en contact avec les cellules pâteuses de l'interface.

Afin de valider le choix des paramètres du modèle de germination, une étude paramétrique a tout d'abord été menée à partir d'un cas test.

II.2. Présentation du cas test

Les étapes du **cas-test** sont représentées sur la Figure 5.10. Il s'agit de simuler avec le programme CA-FE développé les évolutions de champs de températures et la formation des structures granulaires dans une plaque carrée composée de cellules, dont l'épaisseur correspond à la largeur d'une cellule, portée à 1456°C, température inférieure d'un degré à la température de liquidus. Les cellules occupant les quatre coins du domaine contiennent chacune un grain dont l'orientation cristallographique est choisie de manière aléatoire. Une condition limite de convection, avec un coefficient fixé à $h = 1000 \text{ W/m}^2$, est imposée sur les frontières du domaine, et la température à l'infini est fixée à $T_\infty = 20^\circ\text{C}$. Ainsi, un gradient de température apparaît durant le test, entre les bords qui se refroidissent, et le centre plus chaud, produisant la **croissance des quatre grains situés aux sommets du domaine**. Le coefficient d'échange h a été choisi pour produire des gradients proches de ceux observés près des frontières des bains de fusion formés au cours de la fabrication par L-PBF. Les quatre grains croissant à des vitesses différentes selon leur orientation cristallographique par rapport au gradient thermique, ce cas test permet d'observer le phénomène de croissance sélective, qui dépend de la loi de croissance introduite [1].

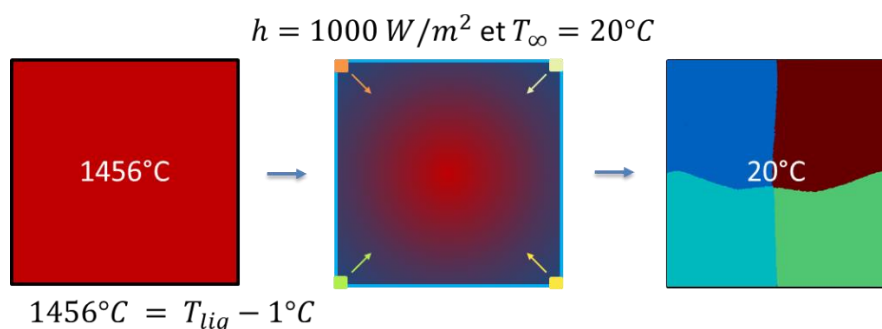


Figure 5.10 : Description des étapes du cas-test simulant la croissance de quatre grains placés aux coins d'une plaque refroidie par convection depuis les surfaces

Dans notre cas, nous avons utilisé ce cas-test pour réaliser une étude paramétrique de l'influence des paramètres du modèle de germination décrit plus haut, afin de tenter de valider le choix de ces paramètres, pour que les simulations réalisées reproduisent au mieux les caractéristiques de la structure granulaire observée dans les murs fabriqués avec la poudre Praxair.

La Figure 5.11 montre la taille de la boîte AC utilisée pour ce cas-test, qui mesure 3 mm de côté, pour une épaisseur égale à la taille d'une cellule.

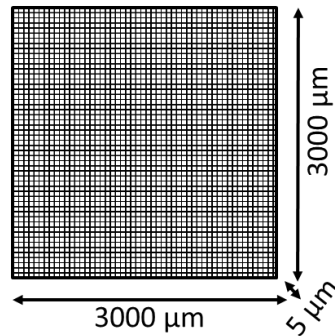


Figure 5.11 : dimensions de la boîte AC utilisée pour le cas-test

Les paramètres du modèle de germination ont été fixés aux valeurs indiquées dans le Tableau 5.5 pour les premiers cas-tests, puis certains ont été modifiés pour tester leur influence sur les caractéristiques des structures granulaires obtenues.

Tableau 5.5 : Paramètres initiaux du modèle de germination pour le cas-test

d	ΔT_{moy}	ΔT_{σ}
1E12	10°C	2°C

II.3. Influence de la taille des cellules

Dans le chapitre précédent, une taille de cellules de 5 µm de côté avait été choisie pour simuler la croissance des grains. Nous allons vérifier dans cette partie si cette taille est aussi adaptée pour simuler numériquement le phénomène de germination.

La Figure 5.12 montre les structures de grain formées sur une surface de 1000 µm de côté correspondant à la partie centrale des boîtes AC, composées de cellules de côté égal à 10, 5 et 2,5 µm. Nous pouvons observer que les grains sont fins et équiaxes, ce qui montre que la germination a bien été activée, et que la phase de croissance des grains n'est pas dirigée dans une direction particulière, sans doute du fait de faibles gradients thermiques dans cette zone centrale. Les nombres de grains mesurés dans la boîte AC de 3 mm de côtés, avec les trois tailles de cellules, sont très proches, avec des valeurs comprises entre 3910 et 3971, et un diamètre équivalent moyen des grains de 47 µm.

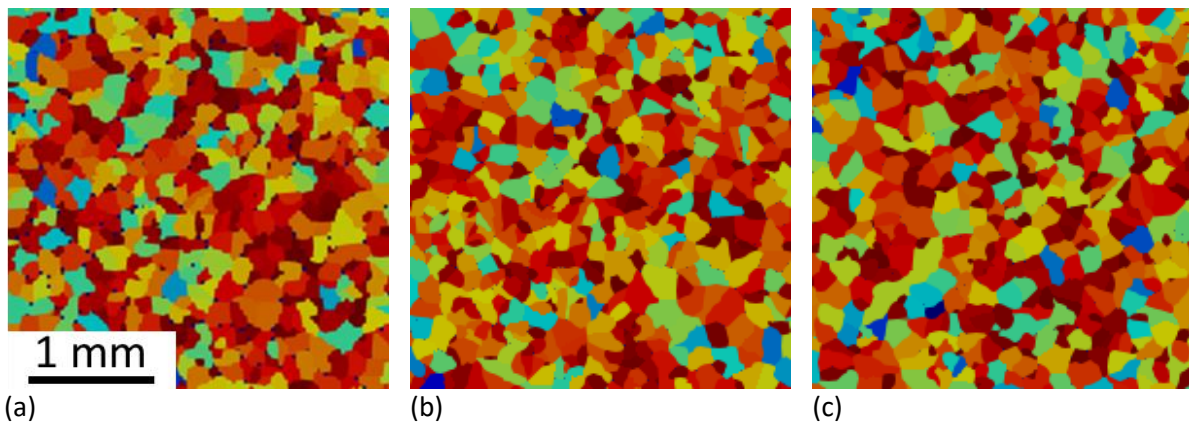


Figure 5.12 : Structures granulaires obtenues dans la partie centrale de la boîte AC du cas-test, pour trois tailles de cellules différentes : (a) 10 μm , (b) 5 μm , (c) 2,5 μm

La **taille des cellules n'a donc pas d'influence sur le nombre de grains formés**, pour les conditions de refroidissement du cas test, et pour les paramètres de germination retenus. En revanche, des cellules de 10 μm de côtés conduisent à la formation de grains moins bien définis qu'avec les cellules de 5 ou de 2,5 μm , ce qui peut devenir problématique pour des tailles de grains plus fines. Une taille de cellule de 5 μm est donc utilisée dans la suite.

II.4. Influence de la densité de germes

La Figure 5.13 montre les résultats de simulations du cas test obtenus sur l'ensemble de la boîte AC pour trois calculs réalisés avec des densités de germes de $1e11$, $1e12$ et $1e13$. Nous pouvons observer que la croissance des grains situés aux quatre coins de la boîte n'a pas eu lieu, stoppée par la germination de nouveaux grains. Les grains formés sont de morphologie équiaxe, alors que le gradient thermique sur les bords de la boîte AC est relativement important, ce qui semble montrer que le phénomène de germination est très rapide, formant des germes très rapprochés quel que soit la densité introduite, qui limitent ensuite la croissance dirigée dans la direction du gradient.

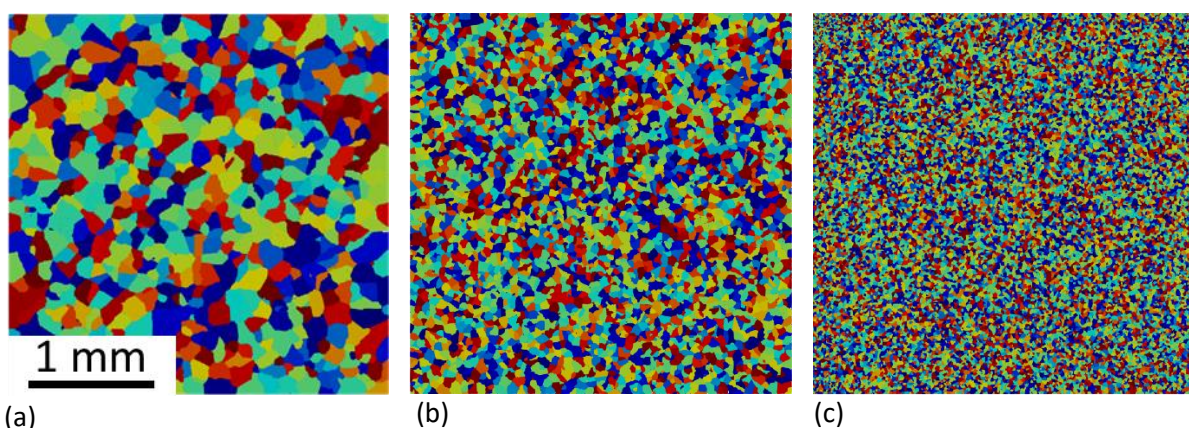


Figure 5.13 : Structures granulaires obtenues à partir de la simulation du cas-test pour trois densités de germes (a) $1e11$, (b) $1e12$, (c) $1e13$

Si nous comparons maintenant la **taille des grains formés**, nous constatons qu'elle est directement **liée à la densité de germes** introduite, ce qui confirme que le phénomène de germination est ici prépondérant par rapport à la phase de croissance. Ainsi, pour une densité de germes de $1e11$ (Figure 5.13a), 700 grains se sont formés, dont le diamètre équivalent moyen est de 113 μm . Pour une valeur de $1e12$ (Figure 5.13b), nous dénombrons 3927 grains de diamètre équivalent moyen de 47 μm , et pour une densité de $1e13$ (Figure 5.13c), 20268 grains sont formés, de diamètre équivalent moyen de

21 μm . Cette valeur se rapproche le plus des diamètres équivalents moyens de grains formés avec la poudre Praxair, et nous retiendrons pour la suite une densité de germes de $1^{\circ}13$.

II.5. Influence de la surfusion de germination moyenne

La Figure 5.14 montre les résultats obtenus avec trois valeurs de surfusion de germination moyenne, fixées à 2, 20 et 50°C, en conservant une valeur d'écart-type de 2°C.

Nous pouvons voir sur ces figures qu'il y a quand même compétition entre germination et croissance. Pour des très faibles valeurs de surfusion de germination moyenne, le nombre de germes formés devant le front de solidification semble plus important, bloquant la croissance des grains déjà formés, qui restent plus fins, ce qui augmente le nombre total de grains. Ainsi, le nombre de grains passe de 17737 à 24257 lorsque la surfusion de germination moyenne passe de 20°C à 2°C. Lorsque la surfusion de germination moyenne est augmentée à 50°C, le nombre total de grains formés tombe à 2401, et à seulement 13 pour une surfusion de germination moyenne de 60°C, non présentée sur la Figure 5.14. Nous constatons également que les grains deviennent plus colonnaires en périphérie de la boîte AC lorsque la surfusion de germination moyenne augmente, laissant plus de temps à la croissance dirigée de se poursuivre.

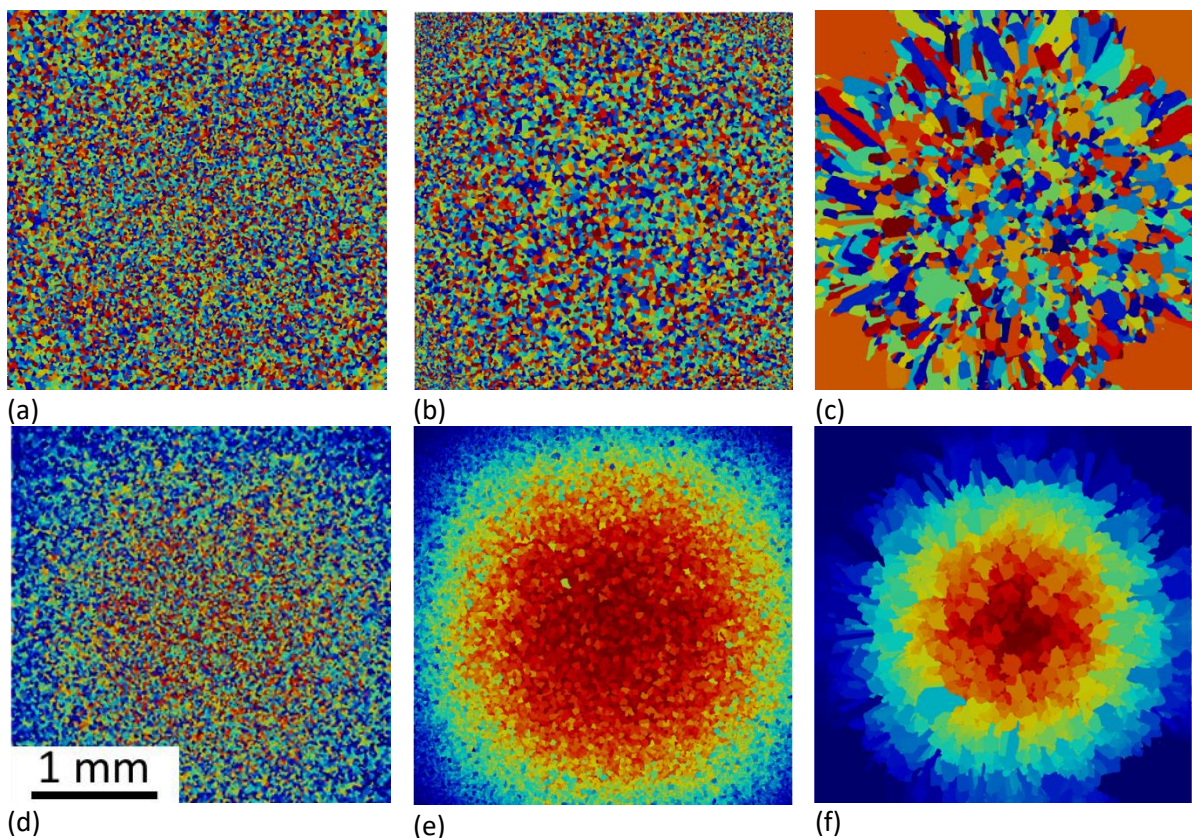


Figure 5.14 : Structures granulaires obtenues à partir de la simulation du cas-test pour trois valeurs de surfusion de germination moyenne, (a) 2°C, (b) 20 °C, (c) 50 °C, et (d,e,f) cartographies des instants d'apparition des grains (plus le grain est rouge, plus il est apparu tardivement)

Les Figure 5.14d à Figure 5.14e montrent des cartographies des instants d'apparition des grains, qui confirment cette analyse. Nous pouvons voir que **plus la surfusion de germination moyenne est faible, plus les germes apparaissent tôt** au centre de la boîte AC, bloquant ensuite la croissance des grains déjà formés.

II.6. Modèle de germination surfacique

Les calculs décrits dans les paragraphes précédents, utilisant un modèle de germination volumique avec lequel les germes peuvent apparaître dans tout le volume de liquide en surfusion, n'ont pas permis de reproduire la structure de grains fins et colonnaires orientés dans la direction du gradient thermique observée lors de la fabrication de murs avec la poudre Praxair. Le mécanisme supposé responsable de la germination avec cette poudre étant lié à la formation de quasi-cristaux constituant les sites de germination dans la couche de liquide au contact des dendrites, **un second modèle, appelé surfacique**, a été testé. Avec ce modèle de germination, seules les cellules liquides voisines de cellules pâteuses peuvent germer. La Figure 5.15 montre les résultats obtenus avec des densités de germes de $1e13$ et $1e14$, pour une surfusion de germination moyenne de 20°C et un écart-type de 2°C .

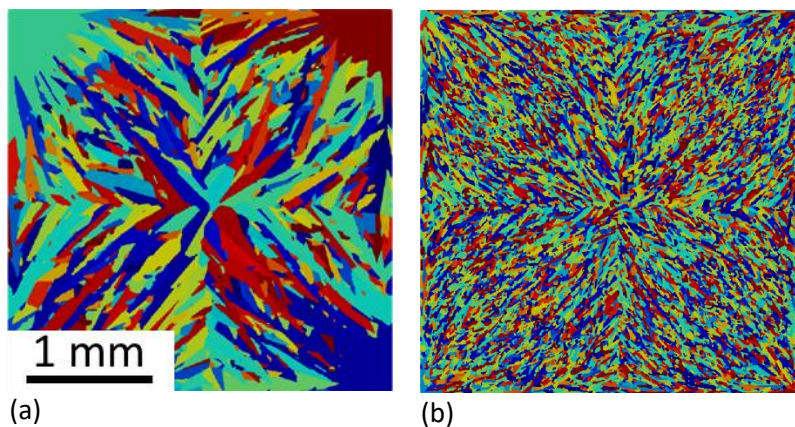


Figure 5.15 : Structures granulaires obtenues à partir de la simulation du cas-test avec un modèle de germination surfacique, pour deux densités de germes, (a) $1e13$, (b) $1e14$

Nous pouvons voir que **la morphologie des grains est colonnaire**, et qu'ils sont bien orientés dans la direction du gradient thermique, comme observé dans les murs fabriqués avec la poudre Praxair. L'augmentation de la densité de germes permet d'augmenter le nombre de grains, ce qui montre que le phénomène de germination en surface a bien lieu, sans toutefois modifier la morphologie colonnaire et l'orientation de l'axe des grains. Ce type de modèle semble donc plus adapté que le modèle de germination volumique pour simuler la formation des grains dans les murs fabriqués avec la poudre Praxair.

II.7. Paramètres du modèle de germination retenus

Les résultats précédents ont montré que le modèle de germination surfacique permettait d'obtenir des structures de grains colonnaires, dirigés selon le gradient de température, alors que le modèle de germination volumique conduisait à la formation de grains de morphologie majoritairement équiaxe. Nous avons donc retenu le modèle de germination surfacique pour simuler la formation des structures granulaires avec la poudre Praxair (des résultats utilisant uniquement le module de germination volumique sont présentés en Annexe J). Une densité de germes de $1.e13$ a été retenue, avec une surfusion de germination moyenne de 10°C et un écart-type de 1°C , de manière à faire germer toutes les cellules à des températures très proches, ce qui permet d'obtenir des grains de diamètre équivalent moyen de $25\ \mu\text{m}$ environ, taille très proche de celle observée dans les murs fabriqués avec la poudre Praxair.

III – RESULTATS DES SIMULATIONS NUMERIQUES DE FABRICATION DES MURS AVEC LA POUDRE PRAXAIR

Comme dans le chapitre précédent, nous allons dans cette partie présenter les résultats de simulations numériques de la fabrication de murs fabriqués avec la poudre Praxair. Cette fois-ci le phénomène de germination observé lors de l'utilisation de la poudre Praxair a été pris en compte. Cela a été fait en activant le module de germination du programme automates cellulaires décrit dans la partie 2 du chapitre. Les simulations numériques ont été réalisées pour les deux paramétries retenues.

Les caractéristiques générales des murs, ainsi que la morphologie et la texture cristallographique des structures granulaires obtenues en prenant en compte la germination dans la simulation numérique sont d'abord présentées. Les résultats sont ensuite comparés à ceux présentés dans le chapitre 4, afin de discuter de l'influence de la germination sur les structures granulaires formées. Enfin, les résultats des simulations sont comparés aux résultats expérimentaux présentés dans la première partie.

III.1. Caractéristiques générales des murs

La Figure 5.16 montre les résultats des simulations numériques CA-FE réalisées avec les deux paramétries. Y sont présentés les murs dans leur ensemble en affichant la couleur des grains en fonction d'un des angles d'Euler. Cela permet de visualiser le mur et les grains en 3D. En complément, deux cartographies des orientations cristallographiques des grains par rapport à la direction de fabrication dans des coupes transversales du mur sont présentées.

Dans les deux cas, nous pouvons observer la formation de grains colonnaires au centre des murs, et de grains plus fins et de morphologie plus équiaxe sur les bords des murs, formés à partir de particules de poudre non fondue. Nous pouvons aussi voir au centre des murs quelques très petits grains isolés, qui semblent être des grains issus du phénomène de germination, dont l'orientation cristallographique était moins favorable par rapport au gradient thermique, et dont la croissance a donc été stoppée par les grains mieux orientés. D'autres grains issus du même phénomène de germination ont pu croître au milieu des murs, et donner naissance à de fins grains colonnaires.

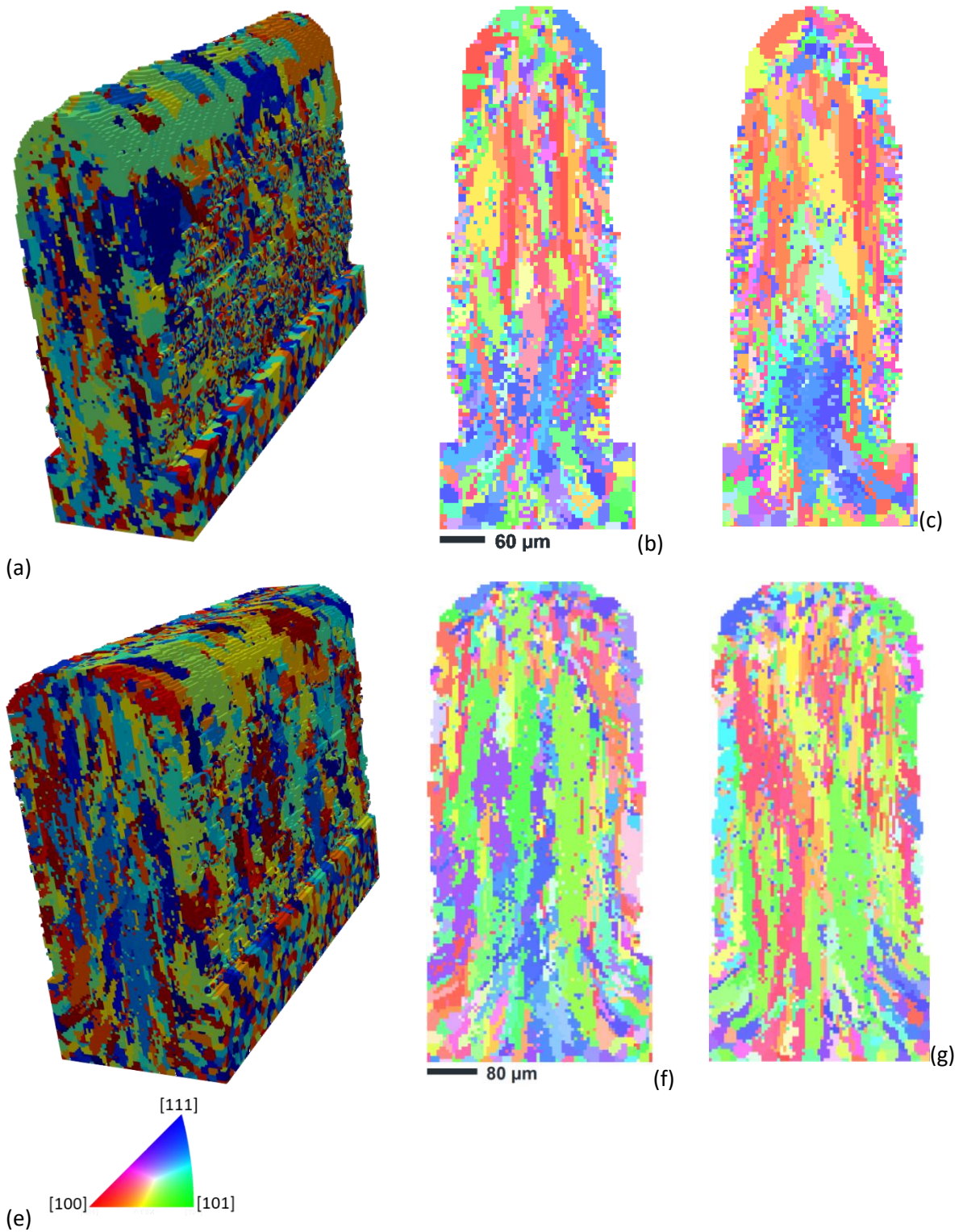


Figure 5.16 : Résultat des calculs de simulation de la formation des structures granulaires avec (a,b,c) la paramétrie (150 W, 100 mm/s) et (e,f,g) la paramétrie (400 W, 200 mm/s) et le module de germination, (a,e) représentation en 3D de la structure des grains, (b,c,f,g) cartographies d'orientations cristallographiques des grains par rapport à l'axe \vec{y} en coupe transversale

III.2. Caractéristiques morphologiques et texture cristallographique des grains

Les caractéristiques morphologiques et dimensionnelles des grains, ainsi que leur texture cristallographique, ont été analysées dans des coupes longitudinales.

Les Figure 5.17 et Figure 5.18 montrent les résultats obtenus avec la paramétrie (150 W, 100 mm/s).

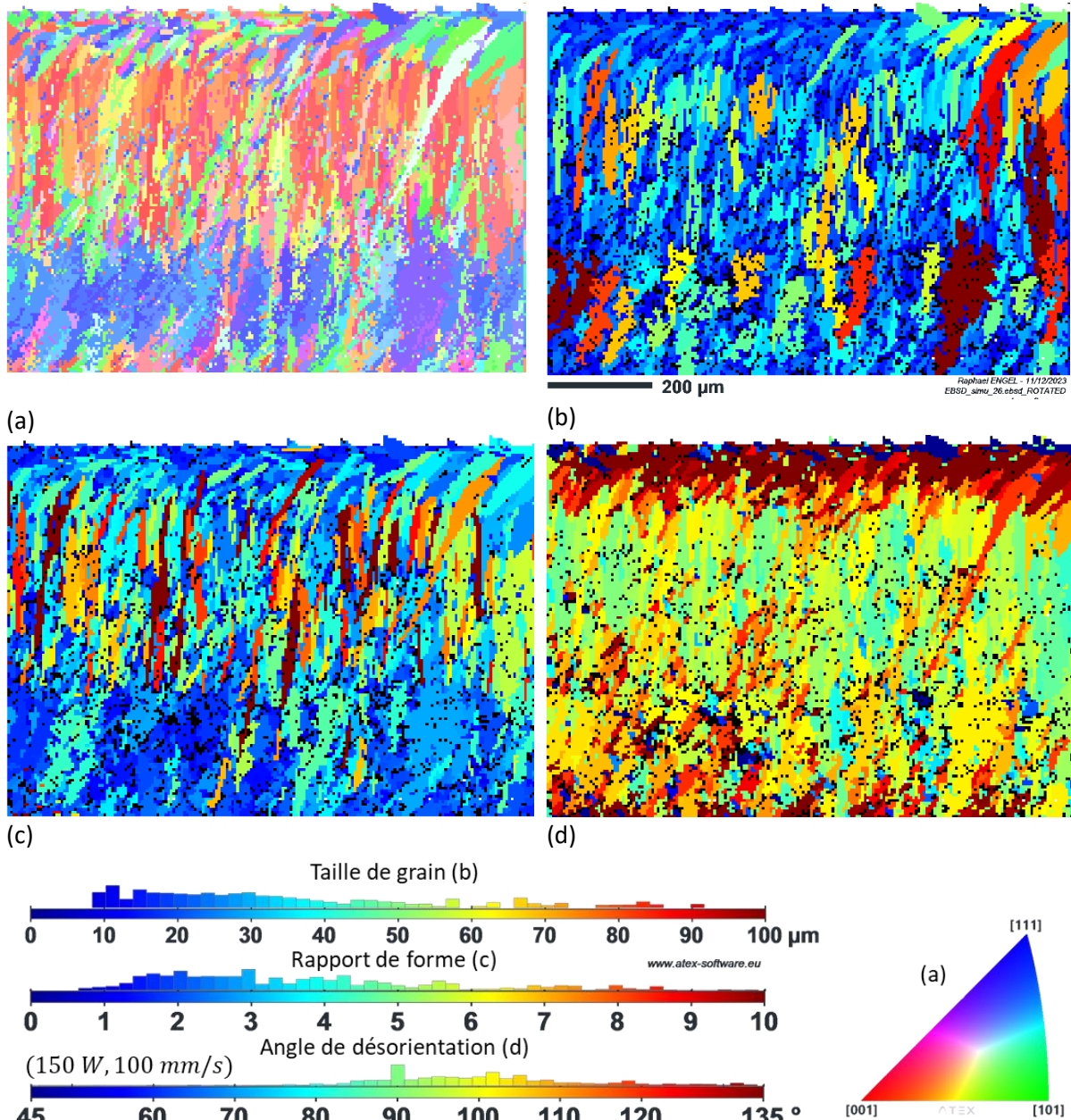


Figure 5.17 : Analyses d'une coupe longitudinale d'un mur simulé avec la paramétrie (150 W, 100 mm/s) et le module de germination. (a) Cartographie d'orientations cristallographiques des grains par rapport à l'axe \vec{y} , (b) cartographie des tailles de grains, (c) cartographie des rapports de forme et (d) cartographie des orientations des axes principaux des grains par rapport à la direction horizontale.

La Figure 5.17a montre une cartographie des orientations cristallographiques des grains par rapport à l'axe vertical \vec{y} . Nous pouvons voir une majorité de grains colonnaires dans les parties basse et centrale du mur, dont l'axe principal est légèrement incliné dans la direction de lasage. Nous voyons également que les grains colonnaires peuvent traverser plusieurs couches, mais pas toute la hauteur du mur. Les grains colonnaires formés en partie basse des murs ont des directions cristallographiques $\langle 111 \rangle$

majoritairement orientées selon l'axe vertical y , alors que les grains colonnaires formés dans la partie centrale des murs présentent quant à eux des directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ majoritairement orientées selon ce même axe. La partie haute des murs est occupée par des grains d'orientations cristallographiques plus aléatoires, et de morphologie plus équiaxe. Il s'agit vraisemblablement de grains ayant germé au niveau du front de solidification durant la fabrication des toutes dernières couches, et pour lesquels le phénomène de croissance sélective n'a pas encore agi.

La Figure 5.17b, qui représente la distribution des diamètres équivalents des grains, montre une grande dispersion des valeurs. Le diamètre équivalent moyen est de $35,5 \mu\text{m}$ avec un écart type très élevé, de $30 \mu\text{m}$. Cette cartographie confirme que les grains les plus petits sont situés dans la partie supérieure du mur, au niveau des dernières couches.

La distribution des valeurs des rapports de forme des grains est représentée sur la cartographie de la Figure 5.17c. La valeur médiane des rapports de forme est de 3 environ, indiquant la présence de grains assez peu élancés. Quelques petits grains présentent toutefois un fort élancement, avec des rapports de forme supérieurs à 7.

Enfin, la Figure 5.17d montre une cartographie des valeurs des angles entre l'axe horizontal correspondant ici à la direction de lasage, et les directions des axes principaux des grains. La valeur moyenne est de $93,8^\circ$, correspondant à une légère inclinaison de l'axe des grains dans la direction de lasage, mais avec un écart type très élevé également, de $37,5^\circ$. Cette dispersion importante pourrait s'expliquer par la présence de grains beaucoup plus inclinés vers la direction de lasage dans la partie basse, mais surtout la partie haute du mur.

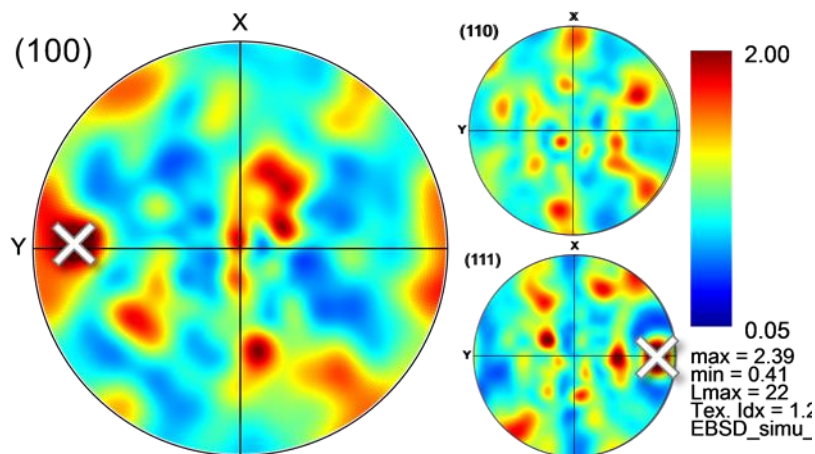


Figure 5.18 : Figures de pôles correspondant à la coupe longitudinale de la Figure 5.17

Les figures de pôles de la Figure 5.18 montrent une texture cristallographique assez peu prononcée, du fait de la formation, principalement en partie haute du mur, de grains d'orientations aléatoires. Nous voyons cependant qu'une proportion plus importante des grains ont des directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ ou $\langle 111 \rangle$ orientées selon l'axe vertical \vec{y} , correspondant respectivement aux grains des parties centrale et basse des murs, observés sur la cartographie de la Figure 5.17a.

La Figure 5.19 montre les cartographies obtenues pour la paramétrie (400 W, 200 mm/s), qui correspond à de plus grandes énergie linéique et vitesse de lasage.

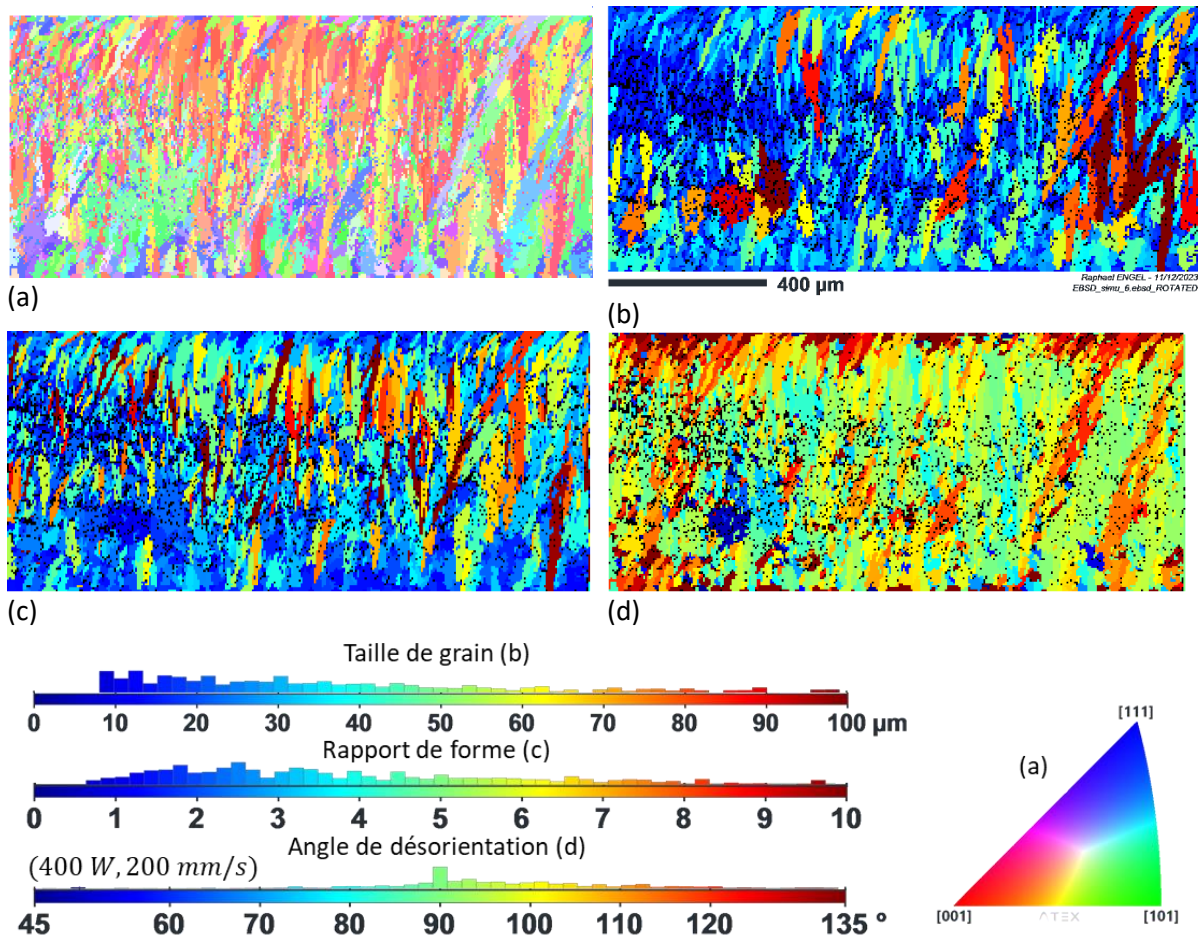


Figure 5.19 : Analyses d'une coupe longitudinale d'un mur simulé avec la paramétrie (400 W, 200 mm/s) et le module de germination. (a) Cartographie d'orientations cristallographiques des grains par rapport à l'axe \vec{y} , (b) cartographie des tailles de grains, (c) cartographie des rapports de forme et (d) cartographie des orientations des axes principaux des grains par rapport à la direction horizontale

La Figure 5.19b montre la distribution de tailles des grains, qui varie beaucoup comme pour la première paramétrie. Nous retrouvons ainsi de petits grains provenant de germes d'orientations cristallographiques défavorables, et d'autres plus gros et sans doute d'orientations cristallographiques plus favorables, ayant traversé plusieurs couches. Le diamètre équivalent moyen des grains est de 34 μm , très proche de la valeur calculée pour la première paramétrie.

La distribution de rapports de forme des grains est présentée sur la Figure 5.19c. La valeur médiane, de 3,19, est un peu plus élevée que celle relevée pour la première paramétrie, indiquant des grains un peu plus élancés.

Enfin, l'angle moyen caractérisant les directions des axes principaux des grains, représenté sur la Figure 5.19d, est ici de 90°, montrant que la plupart des grains colonnaires formés sont presque verticaux. Seuls les petits grains provenant de germes apparus dans la partie supérieure du mur sont plus inclinés dans la direction de lasage.

La Figure 5.19a, qui représente une cartographie des orientations cristallographiques des grains par rapport à la direction y , montre comme avec la première paramétrie une majorité de grains dont les orientations cristallographiques $\langle 100 \rangle$ sont dirigées suivant la direction de fabrication. En revanche, les grains formés dans la partie basse du mur n'ont pas d'orientations cristallographiques préférentielles, contrairement aux résultats observés avec la première paramétrie. Ces analyses sont confirmées par les figures de pôles représentées sur la Figure 5.20. Comme pour la première paramétrie, la texture cristallographique est assez peu marquée, mais nous retrouvons une assez forte proportion de grains dont les directions $\langle 100 \rangle$ sont alignées selon l'axe y .

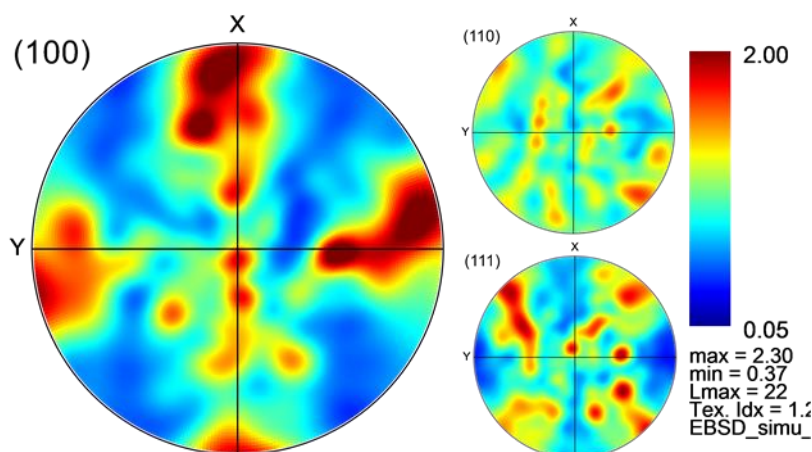


Figure 5.20 : Figures de pôles correspondant à la coupe longitudinale de la Figure 5.19

III.3. Influence de la germination sur les structures granulaires simulées

Le module de germination modifie significativement la structure granulaire simulée au sein des murs et cela pour les deux paramétries.

La Figure 5.21 compare les structures granulaires obtenues par simulation, avec et sans activation du module de germination pour la paramétrie (400 W, 200 mm/s) en coupes transversales. Nous pouvons observer que la germination diminue fortement la taille des grains.

Les caractéristiques morphologiques et dimensionnelles moyennes des grains issues des deux types de simulations, en coupe longitudinale cette fois, sont comparées dans le Tableau 5.6. Nous pouvons voir que le diamètre équivalent des grains est presque quatre fois plus faible lorsque le module de germination est activé. Le rapport de forme est également plus faible, passant de 4,5 environ à 3 en moyenne lorsque la germination est activée, conduisant ainsi à des grains moins élancés. Enfin, les grains formés avec le module de germination possèdent des axes principaux dont la direction moyenne est alignée avec la direction de fabrication (angle de 90° environ), alors que les grains colonnaires formés sans germination sont légèrement inclinés dans la direction de lasage.

Tableau 5.6 : Paramètres morphologiques - taille de grain, rapport de forme et orientation des axes principaux - des grains en coupes longitudinales, pour chacune des paramétries et avec ou sans le module de germination

	(150 W, 100 mm/s)		(400 W, 200 mm/s)	
	sans	avec	sans	avec
Diamètre équivalent (μm)	130 \pm 85,84	35,54 \pm 30,01	120 \pm 88,71	34,1 \pm 26,89
Rapport de forme	4,36	3,02	4,79	3,19
Orientation des axes principaux (°)	110 \pm 27	93,8 \pm 37,5	100 \pm 19,27	89,57 \pm 34,42

La Figure 5.21 montre aussi les orientations cristallographiques des grains par rapport à la direction de fabrication (axe vertical) \vec{y} . Les grains formés en l'absence de germination possèdent des orientations cristallographiques $\langle 100 \rangle$ ou $\langle 101 \rangle$ majoritairement orientées suivant la direction de fabrication. C'est également le cas pour les grains obtenus à partir de la simulation intégrant le phénomène de germination, mais nous observons aussi dans ce cas plus de grains présentant des orientations cristallographiques aléatoires, notamment dans la partie haute des murs. Nous voyons en effet dans cette zone des petits grains de forme équiaxe, qui sont probablement issus d'un phénomène de germination apparu en fin de solidification de la dernière couche. Ce mécanisme a dû se produire aussi

lors de la solidification des couches précédentes, mais les grains équiaxes formés ont été en grande partie refondus, et la croissance des grains restant les moins favorablement orientés par rapport au gradient a été stoppée par les grains mieux orientés. Ainsi, le phénomène de germination semble bien s'être développé à chacune des couches, mais seuls quelques grains à chaque fois peuvent croître à partir de ces germes, bloquant la croissance de certains grains formés dans les couches inférieures, limitant ainsi leur élancement, alors que d'autres de ces grains peuvent continuer de croître, traversant parfois plusieurs couches successives.

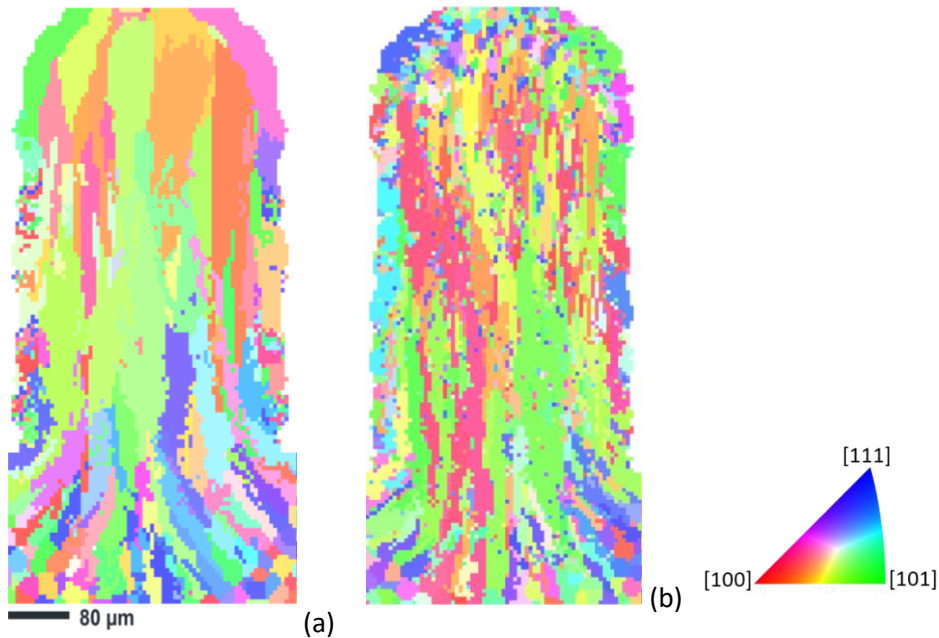


Figure 5.21 : Cartographie d'orientations cristallographiques des grains par rapport à la direction \vec{y} des murs simulés avec les paramètres (400 W, 200 mm/s) (a) sans le module de germination et (b) avec le module de germination

Les figures de pôles de la Figure 4.22 confirment la plus faible texturation cristallographique des grains formés lorsque le module de germination est activé. Nous retrouvons la texture déjà discutée dans le précédent chapitre dans les structures granulaires obtenues sans germination, avec des orientations cristallographiques $\langle 100 \rangle$ assez alignées avec la direction de construction. Les orientations cristallographiques des grains sont bien plus aléatoires lorsque le module de germination est activé, du fait de la germination de nouveaux grains d'orientations différentes lors de la solidification de chacune des couches, même si les directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ présentent toujours une légère tendance à s'aligner avec la direction de construction, le phénomène de croissance sélective continuant d'agir après la germination de nouveaux grains.

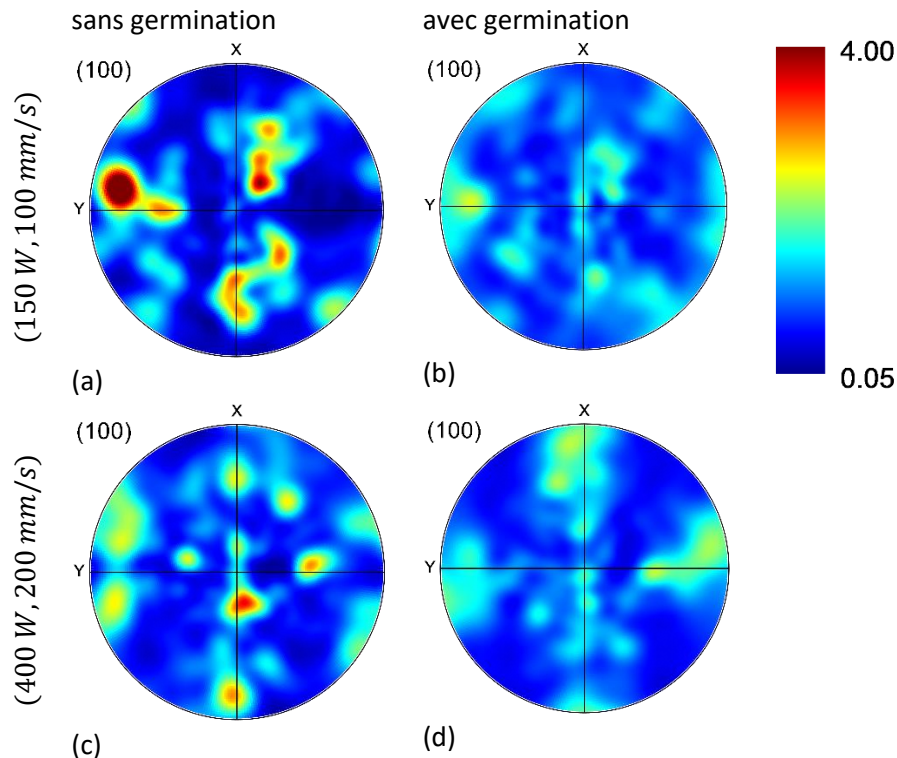


Figure 5.22 : Figures de pôles issues des coupes longitudinales des murs simulés avec ou sans le module de germination et les deux jeux de paramètres

IV – COMPARAISON AVEC LES RESULTATS EXPERIMENTAUX

Nous allons maintenant comparer dans cette partie les structures granulaires obtenues à partir des simulations avec germination avec les résultats obtenus dans les murs fabriqués avec la poudre Praxair, présentés dans la première partie de ce chapitre. Nous comparons d'abord les caractéristiques morphologiques des grains, mesurées à partir des analyses EBSD et issues de simulations numériques, puis les textures cristallographiques obtenues.

IV.1. Caractéristiques morphologiques des grains

La Figure 5.23 montre les cartographies d'orientations cristallographiques en coupe transversale des grains obtenues à partir des simulations et des analyses EBSD. Nous pouvons comparer sur ces figures les caractéristiques morphologiques des grains.

Nous pouvons constater que la simulation permet, grâce au module de germination qui a été intégré, de reproduire le phénomène d'affinement des grains observé avec la poudre Praxair, les grains conservant toutefois une morphologie colonnaire. Les grains obtenus par simulation présentent cependant des tailles et des orientations assez différentes de celles observées expérimentalement, et seule la dernière couche dans les simulations montre la formation de grains de taille sensiblement équivalente à celle mesurée expérimentalement.

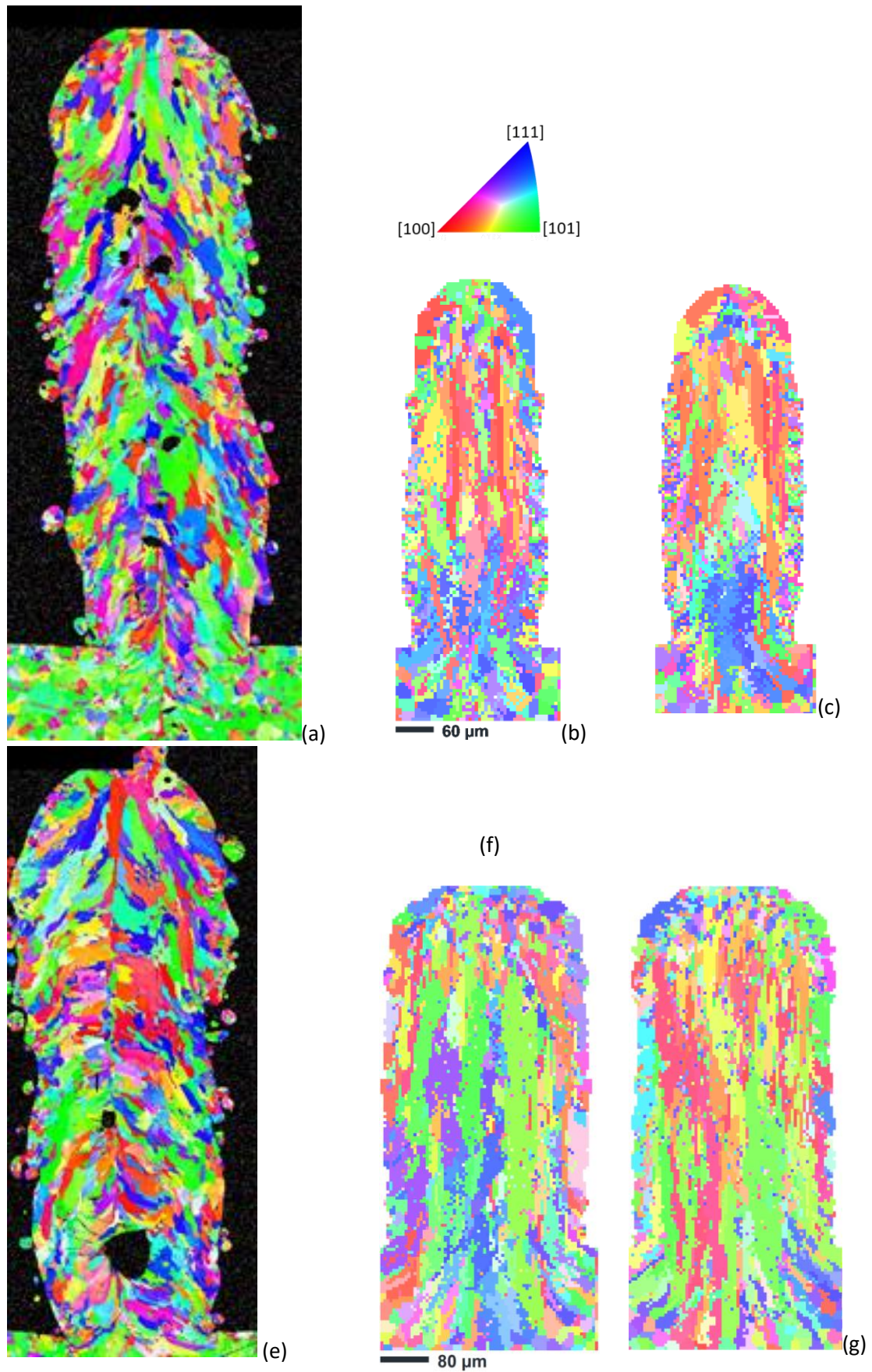


Figure 5.23 : Comparaison des cartographies d'orientations cristallographiques par rapport à \vec{y} en coupes transversales avec les paramètres (a,b,c) (150 W, 100 mm/s) et (e,f,g) (400 W, 200 mm/s), (a,e) observées dans les murs fabriqués avec la poudre Praxair et (b,c,f,g) issues des résultats des simulations numériques réalisées avec le module de germination

Afin de mieux analyser les différences entre simulation et expérience, les caractéristiques dimensionnelles et morphologiques ont été mesurées et comparées dans les coupes longitudinales, en faisant la distinction entre les parties centrale et haute des murs. Rappelons que ces caractéristiques, présentées dans la partie I.2, n'ont été mesurées que dans les murs fabriqués avec la première paramétrie avec la poudre Praxair. Très peu de différences ont cependant été observées sur les coupes transversales des murs fabriqués avec les deux paramétries, et nous pouvons alors supposer que les caractéristiques en coupes longitudinales sont également très proches.

Le Tableau 5.7 compare les diamètres équivalents moyens des grains. Nous pouvons observer que la taille de grain mesurée expérimentalement est bien inférieure à celle mesurée à partir des simulations. Même les grains formés dans la dernière couche des simulations, un peu plus petits que la moyenne des grains dans le mur, sont encore d'une taille significativement plus élevée que celle des grains réellement formés.

Tableau 5.7 : Comparaison des diamètres équivalents moyens des grains en coupes longitudinales mesurés expérimentalement et issus des simulations numériques

		(150 W, 100 mm/s)	(400 W, 200 mm/s)
Expérimental (μm)		21,19 \pm 12,21	/
Numérique (μm)	Mur entier	35,54 \pm 30,01	34,1 \pm 26,89
	Haut du mur	32,97 \pm 24,36	30,82 \pm 24,38

Nous pouvons également constater l'écart-type très important concernant le diamètre équivalent des grains simulés, qui montre la très grande dispersion de taille de grains simulés, avec de nombreux petits grains ayant germé mais n'ayant pas subi de croissance, et de très gros grains dont l'orientation cristallographique favorable a permis la croissance préférentielle.

Le rapport de forme des grains simulés est aussi bien plus élevé que celui mesuré à partir des analyses EBSD, les grains étant alors très peu élancés (Tableau 5.8). Ainsi, les comparaisons montrent que les grains simulés sont à la fois trop gros et trop élancés, ce qui semble encore une fois démontrer que le phénomène de croissance dirigée a encore trop de poids dans la modélisation développée, au détriment du phénomène de germination.

Tableau 5.8 : Comparaison des valeurs médianes des rapports de forme des grains en coupes longitudinales mesurés expérimentalement et issus des simulations numériques

		(150 W, 100 mm/s)	(400 W, 200 mm/s)
Expérimental		2,18	/
Numérique	Mur entier	3,02	3,19
	Haut du mur	3,79	3,52

Enfin, le Tableau 5.9 compare les directions des axes principaux des grains mesurés et simulés. Cette caractéristique est assez fidèlement reproduite par la simulation dans les coupes longitudinales, avec des valeurs toujours proches de 90°, les grains colonnaires formés étant très majoritairement orientés selon la direction verticale. Les écart-types sont toutefois importants, dans les simulations comme avec les mesures expérimentales. Cette dispersion semble en partie liée, dans le cas de la simulation, à la présence de grains plus inclinés dans la direction de lasage dans la dernière couche.

Tableau 5.9 : Comparaison des angles moyens entre l'axe principal des grains et la direction horizontale en coupes longitudinales, mesurés expérimentalement et issus des simulations numériques

		(150 W, 100 mm/s)	(400 W, 200 mm/s)
Expérimental (°)		96,66 \pm 38,14	/
Numérique (°)	Mur entier	93,8 \pm 37,5	89,57 \pm 34,42
	Haut du mur	96,6 \pm 35,49	88,19 \pm 34,04

IV.2. Texture cristallographique

Nous comparons pour finir les textures cristallographiques des structures de grains simulées avec le module de germination activé, avec celles observées à partir des analyses EBSD des murs fabriqués avec la poudre Praxair. La Figure 5.24 compare ainsi les figures de pôles correspondant aux directions $\langle 100 \rangle$ pour chaque type de résultat et chaque paramétrie.

Nous pouvons constater que la texture cristallographique, même si elle est peu prononcée, est plus marquée sur les structures granulaires simulées, les figures de pôles obtenues présentant des pics de densité de 4, alors qu'ils atteignent seulement 2 dans les figures de pôles expérimentales, correspondant à une texture presque isotrope. Ces différences semblent montrer que la simulation, malgré l'introduction du module de germination, favorise encore trop la croissance sélective, principale responsable de la texturation observée, et ne permet donc pas encore de reproduire fidèlement les structures granulaires obtenues avec la poudre Praxair.

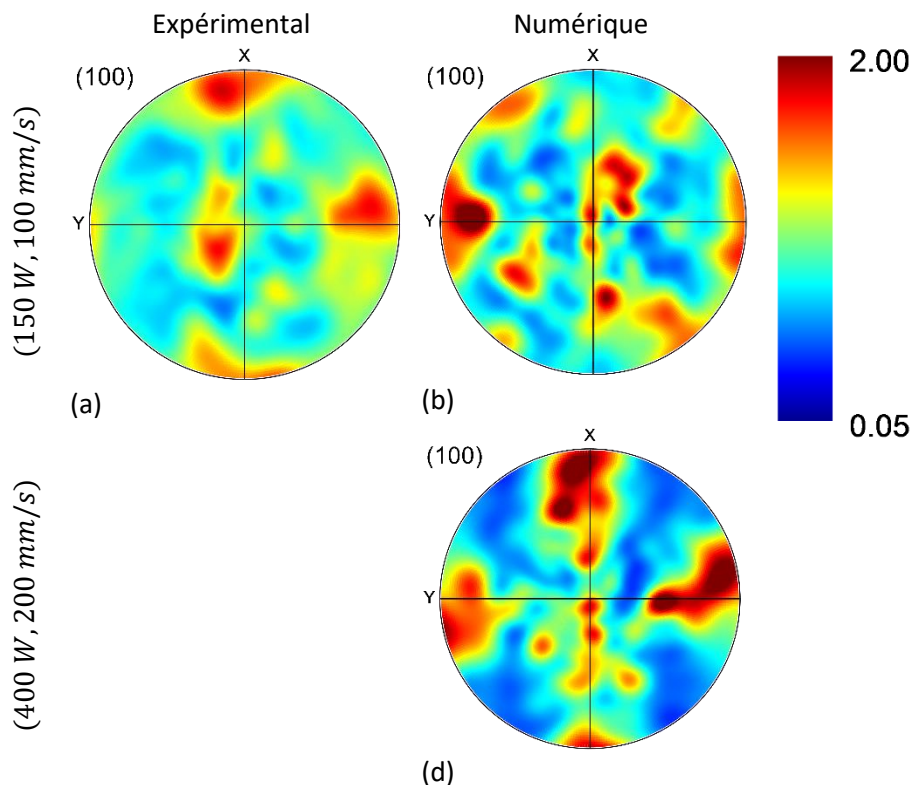


Figure 5.24 : Comparaison des figures de pôles correspondant aux directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ obtenues expérimentalement et à partir des simulations numériques, pour les deux paramétries

VI – CONCLUSION

Ce chapitre a permis de mettre en évidence l'influence de la composition de la poudre sur la microstructure d'un mur fabriqué par procédé L-PBF en utilisant deux jeux de paramètres, (150 W, 100 mm/s) et (400 W, 200 mm/s). Contrairement à la poudre SLM Solutions, la poudre Praxair provoque la formation de grains presque équiaxes, résultants d'un mécanisme de germination à partir des facettes de quasi-cristaux formés dans la couche de liquide immédiatement voisine des pointes de dendrites. Ce phénomène a été intégré dans la modélisation développée, en ajoutant un module de germination à la modélisation CA-FE. Afin d'identifier les paramètres du modèle de germination, une étude paramétrique a été menée à partir d'un cas-test. Celui-ci consiste à porter une plaque à la température du liquidus et à la refroidir en imposant un flux de convection sur ses bords,

créant ainsi un gradient thermique orienté vers le centre de la plaque, et à suivre la croissance de quatre grains localisés dans les quatre coins de la plaque, et des germes introduits par le modèle de germination. Un modèle de germination surfacique, avec lequel les seules cellules liquides pouvant germer sont celles voisines de cellules pâteuses, a finalement été retenu pour tenter de reproduire le phénomène de germination intervenant avec la poudre Praxair, qui a permis avec le cas test de former des grains dont le diamètre équivalent moyen, d'une vingtaine de micromètres, était proche des tailles mesurées sur les grains des murs fabriqués.

Le modèle a ensuite été utilisé pour simuler la fabrication de murs avec la poudre Praxair, et les structures granulaires obtenues ont été comparées aux résultats issus des simulations sans module de germination, montrant que ce module permet bien d'obtenir des grains plus fins et moins élancés.

Les résultats de simulation ont ensuite été comparés aux résultats issus des analyses EBSD des murs fabriqués avec la poudre Praxair. Les simulations conduisent à la formation de grains colonnaires plus fins, mais qui traversent encore pour nombre d'entre eux plusieurs couches. Leur taille et leur élancement sont toutefois plus faibles que ceux obtenus sans le module de germination. De petits grains sont aussi observés au sommet du mur, dans la dernière couche, dont la taille se rapproche un peu de celle observée sur les murs réels. Ces grains sont cependant de plus grande taille que les grains mesurés à partir des analyses EBSD, montrant que le module de germination introduit ne permet pas de réduire suffisamment le phénomène de croissance sélective, qui conduit de plus à une trop forte texturation des grains simulés.

Conclusion Générale

I – BILAN DES RESULTATS

L'objectif de la thèse était de développer un programme basé sur la méthode CA-FE interfacé avec le logiciel de calcul par éléments finis Cast3M permettant de simuler numériquement la formation des structures granulaires au cours de la fabrication par procédé L-PBF de montages multicordons en acier 316L. Ce type d'outil pourrait en effet être très utile pour prévoir les structures granulaires formées en fonction des paramètres procédé, qui ont une influence directe sur les tenues mécaniques des pièces fabriquées, et en particulier leur anisotropie de comportement en relation avec la texture cristallographique souvent observée dans ce type de fabrication. Ces développements s'appuient sur un travail initial réalisé dans le cadre de la thèse d'Anaïs Baumard, qui avait permis de simuler la formation de monocordons.

Avant de réaliser la simulation numérique du procédé, une campagne expérimentale a été menée dans le but d'identifier des plages de paramètres procédé permettant de fabriquer des montages constitués de « murs » de cordons présentant des géométries régulières. **Deux jeux de paramètres énergétiques ont alors été retenus**, correspondant à des niveaux d'énergies linéiques bien différents, mais tous deux situés dans la zone de « stabilité » permettant de réaliser des murs réguliers. Les valeurs des couples (puissance, vitesse d'avance du laser) suivants ont ainsi été retenus : $(150\text{ W}, 100\text{ mm/s})$, et $(400\text{ W}, 200\text{ mm/s})$. Dans les deux cas, une épaisseur de couche de poudre de $50\text{ }\mu\text{m}$ est déposée avant la fabrication de chaque nouveau cordon.

Les simulations thermiques de la fabrication des murs avec les deux paramétries sélectionnées ont été réalisées, en adaptant les paramètres du modèle de source de chaleur à chaque paramétrie. Les dimensions des bains de fusion simulés ont été comparées à celles des bains expérimentaux, observés grâce aux cratères formés au moment de la coupure du laser sur des montages en escalier. Avec les deux paramétries testées, **les bains de fusion simulés sont de plus en plus longs en fonction du numéro de couche**, comme observé expérimentalement. L'analyse des gradients thermiques et des vitesses de croissance à l'interface solide/liquide ont aussi permis de montrer que le mode de solidification attendu était de type colonnaire dendritique.

Les champs de températures obtenus à partir de la simulation thermique ont ensuite permis de simuler la formation des structures granulaires au cours de la solidification, en utilisant la méthode des automates cellulaires. Il a fallu pour cela identifier les paramètres d'une loi de croissance dendritique adaptée à l'acier 316L, à partir d'un modèle KGT tiré de la littérature. Les paramètres du modèle CA-FE ont également été optimisés pour que le programme permette de prédire les structures granulaires formées dans des murs de dix cordons de longueurs 3 mm dans un temps raisonnable. Les résultats ont pu être comparés à des cartographies issues d'analyses EBSD montrant l'orientation cristallographique de chaque grain, ainsi qu'à des figures de pôles. La simulation permet bien de reproduire la formation des **grains colonnaires grossiers, orientés dans la hauteur des murs**, observés à partir des analyses EBSD. **Les directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ des grains simulés sont de plus orientées dans la direction de fabrication**, comme cela a aussi été observé expérimentalement. La simulation fait aussi apparaître des grains formés sur les bords des murs, à partir de particules de poudre partiellement fondues, comme observé expérimentalement. **Le modèle CA-FE développé s'est donc avéré adapté pour simuler la formation des structures granulaires lors de la fabrication de murs de cordons.**

Des structures granulaires bien différentes, constituées de grains plus fins et équiaxes, ont été observées lors de la fabrication de murs avec une seconde poudre en acier 316L de composition un

peu différente. La texture cristallographique est alors beaucoup moins marquée. Pour simuler ce type de structure granulaire, un modèle de germination a été implanté dans le programme CA-FE, qui a permis d'obtenir des structures granulaires équivalentes à celles observées expérimentalement. **L'influence de la composition de la poudre sur la solidification peut ainsi être prise en compte dans le modèle CA-FE.**

II – DISCUSSION DES RESULTATS

Les résultats obtenus ont cependant aussi montré un certain nombre de limites de la simulation par la méthode CA-FE.

Concernant la simulation thermique, les formes des bains de fusion simulés sont assez différentes de celles observées expérimentalement, même si les dimensions sont assez proches. La **profondeur** des bains de fusion en particulier est parfois assez mal reproduite, notamment parce que la formation du keyhole, qui peut apparaître pour de fortes puissances, n'est pas prise en compte dans la modélisation. C'est aussi le cas pour la **largeur** des bains de fusion, la simulation numérique ne permettant pas de reproduire l'élargissement des cordons dans les premières couches observées expérimentalement. Cela pourrait s'expliquer par le fait que les phénomènes de convection présents dans le bain de fusion, qui sont parfois responsables de l'augmentation de largeur ou de profondeur des bains, ne sont pas pris en compte dans la modélisation. Enfin, la forme de l'interface liquide/solide à **l'arrière des bains** simulés est très différente de celle observée expérimentalement, comme le montre la Figure 1. Cette différence peut cependant s'expliquer par le fait que la frontière arrière du bain de fusion, qui correspond au front de solidification, n'est pas exactement située sur l'isotherme de liquidus, à cause du phénomène de surfusion. Les pointes des dendrites, qui délimitent la limite du bain de fusion, sont alors à des températures d'autant plus faibles que leur vitesse de croissance est rapide, ce que l'on peut observer sur les résultats de la simulation de la formation des grains, qui montre des bains de fusion plus allongés à l'arrière que ce que montre l'isotherme de liquidus.

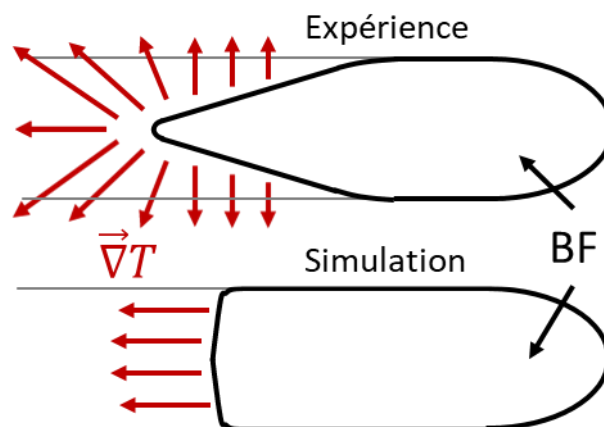


Figure 1 : Schémas montrant les formes des bains de fusion observés expérimentalement et par simulation numérique, en vue de dessus.

En ce qui concerne la modélisation de la formation des structures granulaires, la **loi de croissance** a une forte influence sur l'orientation de l'axe principal des grains colonnaires formés, comme le montre la Figure 2. En fonction de la loi de croissance utilisée, la surfusion en pointe de dendrites sera plus ou moins élevée, modifiant la position du front de solidification. Dans le cas où la vitesse de croissance des grains évolue selon une loi puissance en fonction de la surfusion, un exposant n de la loi plus faible conduit à une plus faible vitesse de croissance à surfusion équivalente, et par conséquent la surfusion à l'arrière du bain devient plus importante, produisant un bain plus allongé. Les grains sont alors plus

orientés dans la direction verticale de fabrication. Ce résultat montre l'importance de bien calibrer la loi de croissance. Malheureusement, pour un matériau multi composants comme l'acier 316L, des hypothèses doivent être retenues pour exprimer la surfusion, et par la suite le modèle de croissance des dendrites, qui peuvent donner des résultats bien différents selon les hypothèses retenues.

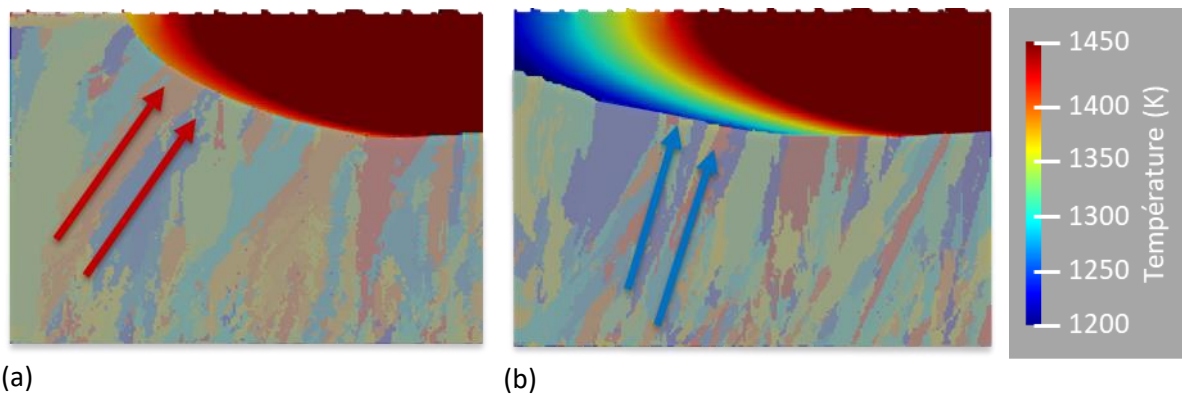


Figure 2 : Evolution des bains de fusion et des zones de surfusion en fonction de la loi de croissance dendritique (a) $n=4$, (b) $n=2$. Les flèches montrent les directions de croissance des grains colonnaires.

Pour pouvoir simuler les structures de grains plus fines et équiaxes observées lors de la fabrication de murs avec la poudre Praxair, un modèle de germination a dû être introduit, et ses paramètres ajustés pour que la taille et la forme des grains simulés correspondent à celles des grains observés expérimentalement avec la poudre Praxair. Le modèle retenu était basé sur l'hypothèse que la germination apparaissait à partir de sites de germination hétérogène constitués par les facettes de quasi-cristaux apparus au sein de la couche de liquide immédiatement voisine de l'interface avec les dendrites. Il existe cependant plusieurs hypothèses pouvant expliquer la formation de ces grains équiaxes :

- la présence d'**inoculants** sous forme de carbures formés au sein du bain de fusion, qui constituent des sites de germination hétérogène ;
- un mode de solidification en **ferrite δ** , qui se transforme ensuite en grains d'austénite lors du refroidissement. Ce mécanisme est cependant peu probable ici, car les relations d'orientations entre grains d'austénite qui en découleraient ne sont pas retrouvées dans le cas de la poudre Praxair.
- la formation de quasi-cristaux de structures **icosaédriques** au sein du liquide voisin de l'interface solide (ISRO), chaque face de ces quasi-cristaux constituant un site de germination pour la maille CFC du 316L.

Cette dernière hypothèse étant la plus probable, nous avons choisi de limiter la germination dans la couche de liquide immédiatement voisine de l'interface solide, ce qui a permis d'obtenir des grains de tailles et de morphologies représentatives de celles observées expérimentalement. Un mode de germination à partir de carbures pourrait cependant aussi intervenir, et dans ce cas le modèle de germination devrait être appliqué sur l'ensemble du volume de liquide en surfusion.

III – AMELIORATION DU PROGRAMME CA-FE

Plusieurs pistes d'amélioration du programme CA-FE pourraient être suivies, dans le but de le rendre **plus complet physiquement et plus performant**. Cela demande de travailler sur deux aspects différents du programme.

Sur le **plan physique**, il est difficile de prendre en compte tous les phénomènes d'un procédé aussi complexe que le L-PBF. Néanmoins différents couplages sont envisageables, comme l'utilisation de simulations multiphysiques des bains de fusion pour obtenir les positions précises des interfaces solide/liquide, ou encore l'implantation de nos résultats dans un programme de simulation de la tenue **mécanique** de pièces en fonction de leur microstructure.

À plus court terme, il serait intéressant d'améliorer la modélisation de la dénudation en la rendant dépendante des paramètres énergétiques du procédé, et de l'appliquer à la simulation de tapis de cordons. Des travaux ont déjà été engagés dans ce sens, et des tapis ont été fabriqués et simulés, montrant notamment que la taille du bain de fusion évoluait entre les différents cordons, mais ces résultats et les modélisations restent à compléter.

Pour valider ou optimiser les modèles de croissance des grains, il pourrait être intéressant de faire des essais sur des **substrats à gros grains**, qui constitueraient un cas test avec la formation de structures composées de deux ou trois grains seulement dans la largeur des cordons, mettant ainsi en évidence le phénomène de croissance sélective en fonction de l'orientation cristallographique des grains.

Enfin, concernant la simulation avec la poudre Praxair, il serait intéressant de prendre en compte les désorientations intergranulaires particulières observées expérimentalement, en attribuant par exemple à chaque site de germination plusieurs orientations cristallographiques.

Sur le **plan programmation**, les calculs sont encore à optimiser en utilisant la **parallélisation** et en faisant de l'**allocation dynamique**. La première permettrait de résoudre les calculs de croissance d'enveloppe de plusieurs grains en même temps, et la deuxième permettrait de limiter les calculs aux seules cellules pâteuses et liquides.

Il serait aussi intéressant pour limiter les temps de calcul de trouver une façon de générer des évolutions de champs de températures en fonction des paramètres de procédé, du numéro de couche, du matériau, ou de la forme des cordons, sans avoir à effectuer la simulation par éléments-finis. Dans le cas des murs, nous nous sommes en effet rendu compte qu'à partir d'un certain nombre de couches, les bains de fusion et donc les champs de températures ne changent plus.

Annexes

A – PREMIERE CAMPAGNE D'ESSAIS

Pour la première campagne d'essais, l'installation instrumentée de la Figure 2.2.a est utilisée. C'est un banc instrumenté à faisceau laser fixe installé dans une cabine d'essai sécurisée et une table mobile. Cette configuration permet d'utiliser la caméra rapide pour observer la zone fondue. Deux lasers sont disponibles : un laser Trumpf HI de 10kW (Yb-YAG) avec un faisceau de type « top-hat » de diamètre focal de 150 μm , et un faisceau à distribution de puissance gaussienne, d'un diamètre focal de 80 μm . L'avantage de ce banc est de pouvoir suivre précisément le bain de fusion à l'aide de la caméra rapide, celle-ci étant fixe et alignée avec le laser.

Lors de la première campagne d'essais, les bains de fusions sont filmés en cours de lasage à l'aide de la caméra rapide. Il s'agit d'une caméra *Photron Fastcam* équipée de capteurs CMOS à fréquence de capture variable ; elle est utilisée à 10 kHz dans notre cas. L'éclairage est réalisé par une lampe halogène et par une diode laser synchronisée avec la caméra *via* un système *Cavilux*. La caméra est aussi synchronisée avec le laser principal ; lorsqu'il se met en marche, la caméra enregistre et se coupe en même temps que le laser. Pour les tapis, la caméra ne filme que la fabrication des cordons, et s'arrête durant les temps d'extinction du laser entre la fabrication de deux cordons d'une même couche.

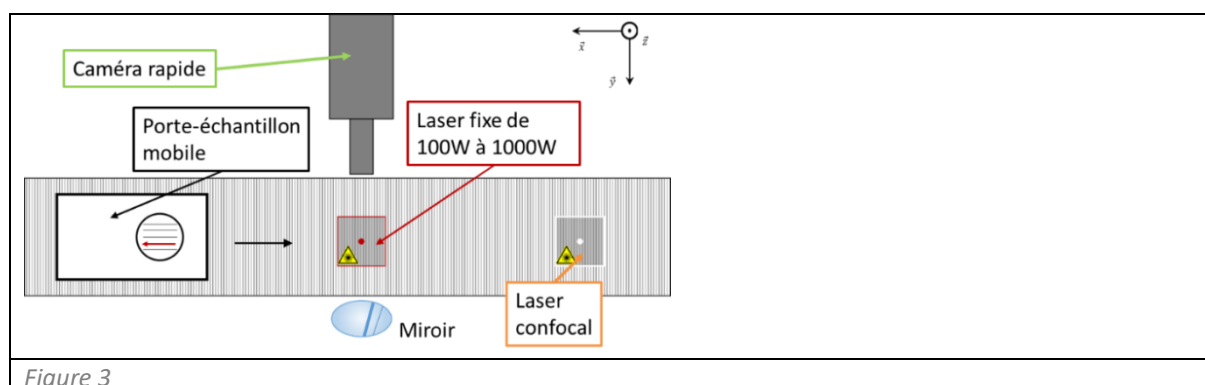


Figure 3

B – MESURES DES BAINS DE FUSION A LA COUPURE

L'analyse des bains de fusion est très utile car elle permet de donner des informations importantes sur la température en donnant la position du front de solidification à une température comprise entre la température de liquidus et celle de solidus. En premier lieu, des vidéos ont été réalisées à la caméra rapide lors de la fabrication des échantillons au PIMM. Elles suivent le bain de fusion tout le long de la fabrication. Cependant, nous nous sommes vite rendu compte de la difficulté d'un tel suivi lorsqu'une grande quantité de poudre est autour du cordon. C'était le cas lors des expériences car l'ajout de poudre se faisait manuellement avec une lame de rasoir comme racleur et que les déplacements en \vec{z} n'était pas précis. Ces deux événements ont imposé d'ajouter des grandes épaisseurs de couches. Cette méthode fonctionne toutefois pour des montages en tapis car la poudre se raréfie à cause du phénomène de dénudation et la fabrication de cordons se fait en grande partie sur le substrat.

Une autre méthode d'observation a ensuite été mise en place. C'est l'observation des bains de fusion à la coupure sur des montages en escalier comme cela a été expliqué dans la partie méthodologie. Nous avons ainsi dû valider la méthode en comparant des résultats avec des tapis. Pour cela, nous avons d'abord choisis trois paramétries, (200,400), (100,200) et (200,600) (W et mm/s respectivement). L'utilisation de plusieurs jeux permet d'obtenir des bains de fusion de tailles variées. Pour l'analyse des bains de fusion à l'aides des vidéos, nous avons moyenné les images pour chaque cordon crée d'un tapis. Pour la première paramétrie, nous obtenons les résultats présentés dans la *Figure 4.a*. Pour les deux premiers cordons, les bains de fusions ne sont pas visibles, alors qu'au-delà, on discerne bien une zone plus sombre qui reste de même longueur et largeur pour les cordons suivants. C'est cette zone qui semble être le bain de fusion. De plus, il est possible de voir un disque plus lumineux à son avant, correspondant au spot laser.

Ensuite les bains de fusions à la coupure du laser, donc en fin de cordon a été réalisé en observant les extrémités des cordons au microscope optique en utilisant le zoom x5, comme le montre la *Figure 4.b*. Tout d'abord, la direction de fabrication des cordons est retrouvée en observant les chevrons formés par les bains. C'est l'opposé à la direction montré par le point de ces chevrons. Ensuite le bain de fusion est détourné grâce au logiciel de post-traitement du microscope. Il faut partir du bout du cordon et prendre le bord puis suivre la première ligne crée par un chevron. Enfin, la longueur et la largeur du cordon est mesurée à partir du contour formé.

La méthode d'observation des bains de fusion est comparée à la méthode d'analyse des vidéos rapide en mesurant les longueurs de bain mesurés. Nous considérons que la largeur du bain correspond à la largeur du cordon final. Ainsi, la mesure de largeur des cordons au microscope permet de calibrer l'échelle pour l'analyse des images des bains en cours de fabrication. Les résultats sont montrés dans la Table 1 pour les trois paramétries.

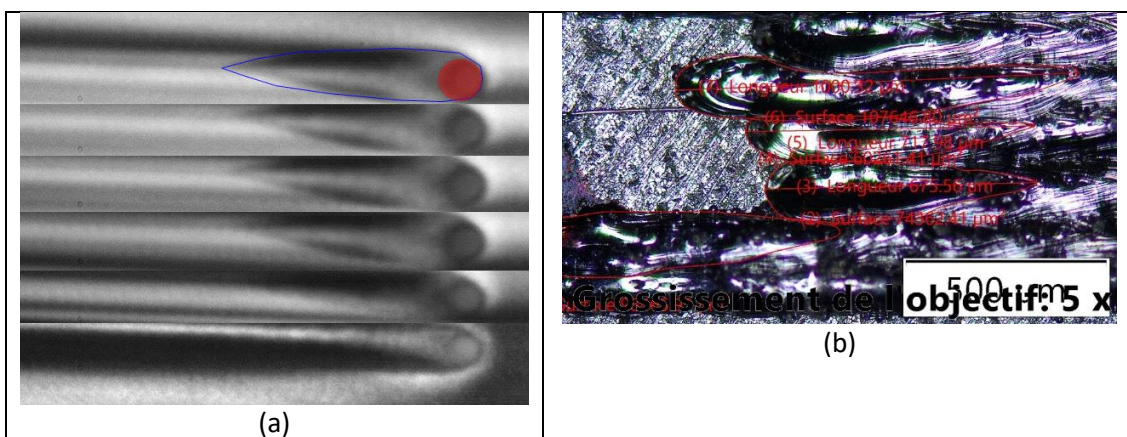


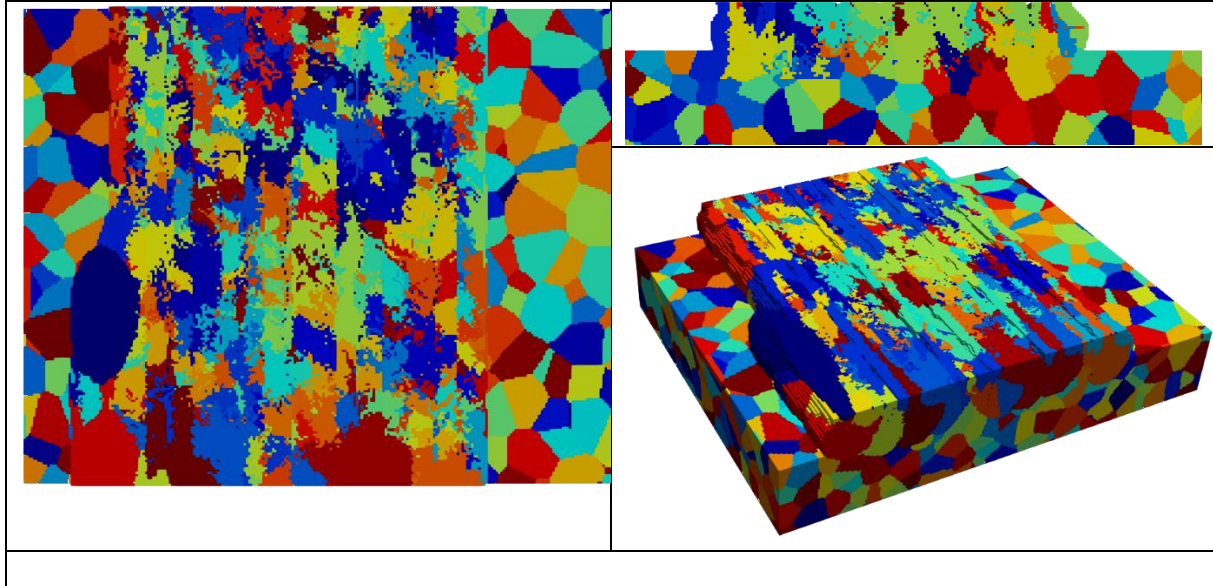
Figure 4 : Validation de la méthode d'analyse des bains de fusion à la coupure du laser. (a) image prise de vidéo à la caméra rapide et empilement d'image pour en déduire une taille de bain, en bleu se trouve

le bain de fusion et en rouge, le spot laser. (b) image de bain de fusion visible grâce au montage en escalier


Table 1 : Comparatif des longueur de bain de fusion pour différents tapis entre méthode d'analyse d'image et mesure à la coupure.

Paramétrics	200W 400mms	100W 200mms	200W 600mms
BF à la coupure (μm)	758 ± 73	246 ± 26	688 ± 31
BF à la caméra rapide (μm)	778 ± 56	229 ± 20	709 ± 32
largeur	193	144	144

C – MICROSTRUCTURE DES TAPIS



D – PROPRIETES DU SUBSTRAT DE 316L

		A04 MILL CERTIFICATE BS EN 10204/3.1 CERTIFICAT DE RECEPTION NF EN 10204/3.1 ABNAHMEPRUEFZEUGNIS DIN EN 10204/3.1		N-Nr-N 2110680894-01 V01 A03																																																																																				
Aparam - Stainless France Aparam Industrie 62330 Isbergues FRANCE		A02 Ausgestellt im Elveverlehen mit dem TÜV SÜD - Auf Gegenzeichnung wird verzichtet Issued in accordance with TÜV SÜD - Verification is not required Etabli en accord avec le TÜV SÜD - Dispense de contre-signature AD 2000 Merkblatt W0 - DED 2014/08 EU Annex 1,Point 4,3		COMPTOIR GENERAL DES METAUX Client : ETM N° Cde : 06-07519/21 PA013756 Quantité : A2106-0094 Lot CGM : A2106-0094 N° BL : A21-11375.1 TK																																																																																				
A01 ISO 9001:2015 - IATF 16949:2016 - ISO 14001:2015		A05		COPIE CERTIFIEE CONFORME																																																																																				
A06 Manufacturer's works order number N° de la commande usine productrice Werksauftragsnummer 81691959 /01-20641/3		A07 Surveyor's mark Cachet de l'expert Stempel des Werkssachverständigen UI2 293		A08 Purchaser's order number N° de commande client Kundenbestellnummer 104163423																																																																																				
A09 Product - Produit - Erzeugnis COLD-ROLLED COIL BOUVINE LAMINEE A FROID KALTGEWALZTES BAND		A10 Customer article number Numéro article client Artikelnummer des Kunden ART954006		A11 Product delivery condition Etat de livraison du produit - Lieferzustand 1040 C MINI																																																																																				
A12 Steel designation Désignation de l'acier Stahlbezeichnung EN 10228-7 / 16 - W2-W10 - L4404 - L4401 EN 10088-2 / 14 - L4404 - L4401 ASTM A 240 / 20 - TYPE 316L - TYPE 316 ASME SA 240 / 19 - TYPE 316L - TYPE 316 EN 10088-4 / 09 - L4404 - L4401		A13 Finish Présentation Ausführung 2B 2B 2B 2B		A14 Steelmaking process Méthode d'élaboration de l'acier - Stahlherstellungsvorgänge Procédure: Electric arc furnace - VOD/AOD - Continuous casting Procédure: Four à arc - VOD/AOD - Coulée continue Fertigungsverfahren: Elektro-Ofen - VOD/AOD - Stranggießanlage																																																																																				
A15 CURR. TEST:ASTM A 240-6: OK / ASTM A490 / A490M - ASME SA 490SA 490M /NACE MR 0155 / ISO 15156-1 / ISO 15156-2 -NACE MR 0103 / ISO 17817 / ASME-C ODE SECT.2 PART.4 / CORROSION INTERGRANULAIRE SELON ISO 3652 : OK /		A16 Any supplementary requirements Prescriptions supplémentaires - Zusätzliche Anforderungen		A17 Farced Air Air forcé - Gebläse Luft																																																																																				
A18 Identification of the product Identification du produit - Identifizierung des Erzeugnisses MELTED IN BELGIUM, MADE IN FRANCE		A19 Dimensions Dimensions - Abmessungen Thickness - Epaisseur - Stärke 3.000 mm Width - Largeur - Breite 1500,00 mm		A20 Number of pieces Nbre de pièces - Stückzahl 1 Net weight Poids net - schein Gewicht 22730 KGS																																																																																				
CHEMICAL ANALYSIS - ANALYSE CHIMIQUE - CHEMISCHE ZUSAMMENSETZUNG																																																																																								
<table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>C</th> <th>Si</th> <th>Mn</th> <th>Ni</th> <th>Cr</th> <th>Mo</th> <th>Ti</th> <th>N</th> <th>S</th> <th>P</th> <th></th> <th></th> <th></th> <th></th> <th></th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Required - Exigé - Norm Anforderung</td> <td>0,030</td> <td>0,75</td> <td>2,00</td> <td>10,00 13,00</td> <td>16,50 18,60</td> <td>2,000 2,500</td> <td></td> <td>0,100</td> <td>0,0150</td> <td>0,045</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Case Analysis Analyse usinée Analyse Schmelz</td> <td>0,034</td> <td>0,54</td> <td>1,33</td> <td>10,02</td> <td>16,56</td> <td>2,040</td> <td></td> <td>0,033</td> <td>0,0030</td> <td>0,036</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td>C71</td> <td>C72</td> <td>C73</td> <td>C74</td> <td>C75</td> <td>C76</td> <td>C77</td> <td>C78</td> <td>C79</td> <td>C80</td> <td>C81</td> <td>C82</td> <td>C83</td> <td>C84</td> <td>C85</td> <td>C86</td> </tr> </tbody> </table>							C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Ti	N	S	P							Required - Exigé - Norm Anforderung	0,030	0,75	2,00	10,00 13,00	16,50 18,60	2,000 2,500		0,100	0,0150	0,045							Case Analysis Analyse usinée Analyse Schmelz	0,034	0,54	1,33	10,02	16,56	2,040		0,033	0,0030	0,036								C71	C72	C73	C74	C75	C76	C77	C78	C79	C80	C81	C82	C83	C84	C85	C86															
	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Ti	N	S	P																																																																														
Required - Exigé - Norm Anforderung	0,030	0,75	2,00	10,00 13,00	16,50 18,60	2,000 2,500		0,100	0,0150	0,045																																																																														
Case Analysis Analyse usinée Analyse Schmelz	0,034	0,54	1,33	10,02	16,56	2,040		0,033	0,0030	0,036																																																																														
	C71	C72	C73	C74	C75	C76	C77	C78	C79	C80	C81	C82	C83	C84	C85	C86																																																																								
A21 Positive material identification control ok : OK Tests de vérification de la conformité de la qualité fournie : OK Verwechslungsprüfung wurde durchgeführt : OK																																																																																								
A22 Location (1) MECHANICAL PROPERTIES - PROPRIETES MECANIQUES - MECHANISCHE WERTE ISO 6892-1 B / A-SA 370																																																																																								
<table border="1"> <thead> <tr> <th rowspan="2">Direction (2)</th> <th colspan="6">Room temperature - Température ambiante - Raumtemperatur</th> <th colspan="6">Test temperature (°C) :</th> </tr> <tr> <th colspan="2">Yield or proof strength Limite d'élasticité Dehngrenze MPa</th> <th colspan="2">Tensile Strength Résistance à la traction Zugfestigkeit MPa</th> <th colspan="2">Elongation after fracture Allongement après rupt. Bruchdehnung %</th> <th colspan="2">Hardness Dureté Haarte</th> <th colspan="2">Yield or proof strength Limite d'élasticité Dehngrenze MPa</th> <th colspan="2">Tensile str. Résist. MPa Zugfestigkeit</th> <th colspan="2">Elongation Allongement Bruchdehnung</th> </tr> <tr> <th>Required Exigé Anforderung</th> <th>Rp0.2%</th> <th>Rp1%</th> <th>Rm</th> <th>Rm</th> <th>5,65</th> <th>40mm</th> <th>HRBW</th> <th>Rp0.2%</th> <th>Rp1%</th> <th>Rm</th> <th>Rm</th> <th>Rm</th> <th>Rm</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>240</td> <td>278</td> <td>530 580</td> <td>530 580</td> <td>40</td> <td>40</td> <td>55</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>305</td> <td>327</td> <td>639</td> <td>639</td> <td>52</td> <td>50</td> <td>62</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td>C11</td> <td>C14</td> <td></td> <td>C12</td> <td>C13</td> <td>C15</td> <td>C16</td> <td>C17</td> <td>C18</td> <td>C19</td> <td>C20</td> <td>C21</td> </tr> </tbody> </table>						Direction (2)	Room temperature - Température ambiante - Raumtemperatur						Test temperature (°C) :						Yield or proof strength Limite d'élasticité Dehngrenze MPa		Tensile Strength Résistance à la traction Zugfestigkeit MPa		Elongation after fracture Allongement après rupt. Bruchdehnung %		Hardness Dureté Haarte		Yield or proof strength Limite d'élasticité Dehngrenze MPa		Tensile str. Résist. MPa Zugfestigkeit		Elongation Allongement Bruchdehnung		Required Exigé Anforderung	Rp0.2%	Rp1%	Rm	Rm	5,65	40mm	HRBW	Rp0.2%	Rp1%	Rm	Rm	Rm	Rm	1	240	278	530 580	530 580	40	40	55							2	305	327	639	639	52	50	62									C11	C14		C12	C13	C15	C16	C17	C18	C19	C20	C21
Direction (2)	Room temperature - Température ambiante - Raumtemperatur						Test temperature (°C) :																																																																																	
	Yield or proof strength Limite d'élasticité Dehngrenze MPa		Tensile Strength Résistance à la traction Zugfestigkeit MPa		Elongation after fracture Allongement après rupt. Bruchdehnung %		Hardness Dureté Haarte		Yield or proof strength Limite d'élasticité Dehngrenze MPa		Tensile str. Résist. MPa Zugfestigkeit		Elongation Allongement Bruchdehnung																																																																											
Required Exigé Anforderung	Rp0.2%	Rp1%	Rm	Rm	5,65	40mm	HRBW	Rp0.2%	Rp1%	Rm	Rm	Rm	Rm																																																																											
1	240	278	530 580	530 580	40	40	55																																																																																	
2	305	327	639	639	52	50	62																																																																																	
		C11	C14		C12	C13	C15	C16	C17	C18	C19	C20	C21																																																																											
A23 Impact strength test Essai de résilience Kerbschlagzähigkeitstest																																																																																								
A24 Corrosion test Test de corrosion Korrosionstest EN ISO 3651-2 :OK																																																																																								
A25 Location of the sample (1) Emplacements de l'échantillon Lage des Probenbehaltnisses 1. Front - Début - Anfang 2. Back - Fin - Ende 3. Middle - Milieu - Mitte																																																																																								
A26 The delivery is in accordance with the order La fourniture est conforme aux exigences de la commande Die Lieferung entspricht den Bestellbedingungen																																																																																								
A27 Packing list Avis expédition Lieferscheinnummer 210428102654-100676																																																																																								
A28 Direction of the test pieces (2) Orientation des éprouvettes Probenrichtung T. Transverse - Transvers - Quer L. Longitudinal - Long - Längs																																																																																								
A29 Marking, inspection and measurement - without objection Contrôle des marquages, d'aspect et de dimensions - sans objection Prüfung der Stempelung, des Aussehens und der Abmessungen - ohne Beanstandung																																																																																								
A30 Organizational inspection Organisme eslu service contrôle Überwachungsstelle Quality Control 28/04/2021 Laurent DUBOIS																																																																																								
A31 The inspector Le responsable Der Werkssachverständige																																																																																								

E – FICHE MATIERE DE LA POUDRE DE 316L

Analysis Certificate

Powder Material

Material

Material: 316L / 1.4404 / A276
 Batch No.: 2016000712

Flowability^[1,2]

Powder Temp.: 22,0 °C
 71,6 F
 Air Humidity: 59,0 %RH
 Relative Humidity: 7,0 %RH

Chemical Analysis^[3]

Element	Minimum [wt%]	Actual [wt%]	Maximum [wt%]
Fe	Balance	Balance	Balance
C	-	0.02	0.030
Si	-	0.54	1.00
Mn	-	1.24	2.00
P	-	<0.005	0.045
S	-	0.004	0.030
Cr	16.00	16.72	18.00
Ni	10.00	12.14	14.00
Mo	2.00	2.38	3.00
N	-	0.0	0.10

Atomize Gas: -
 Particle Shape: Spherical
 Particle Size: 10 - 45 µm
 Apparent Density: 4,47 g/cm³

Weight: 253,0 g
 0,6 lb
 Processing Time: 34,0 s
 Filter Hopper SN: I06-PM-SLM-QM

Grain Shape^[4]

Fig. Grain shape with 100x-magnification [10xM]

Fig. Grain shape with 200x-magnification [20xM]

SLM SOLUTIONS GmbH | Telephone: +49(0)41 18822-0 | Dornstraße 40 | D-22926 Lütbeck | Germany

Analysis Certificate

Powder Material

Particle Size distribution^[5]

Sample ref.: 2016000712_3	Ultrasound: 0,00 s
Material: 316L	Obscuration: 17 %
Lierant: 8	Diameter at 10%: 17,78 µm
Comments: -	Diameter at 50%: 31,70 µm
Liquid: Isopropanol	Diameter at 90%: 55,54 µm
Dispensing agent: None	Mean diameter: 34,62 µm
Operator: TW	Fraunhofer: -
Company: SLM Solutions	DensityFactor: -
Location: Lütbeck	Specific surface: -
Date: 16.09.2016	Automatic dilution: No / No
Time: 08:50:23	Mass/Frns: 300/50/3
Index meas.: 1645	SOP name: 99GL 5.00 Grob
Database name: ClasDB1	

Customer defined classes		in volume / undersize											
X	Q3	0.20	0.50	1.00	2.00	3.20	4.00	5.00	6.00	8.00	10.00		
		0.00	0.03	0.25	0.36	0.36	0.36	0.45	0.57	0.66	0.66		
X	Q3	15.00	20.00	32.00	45.00	63.00	112.00	224.00	315.00	400.00	500.00		
		4.46	15.17	50.83	76.63	94.48	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00		

x : diameter / µm Q3 : cumulative value / % q3 : density distribution

in volume / undersize

Q3 (Cumulative values) / %

x (Diameter) / µm

SLM SOLUTIONS GmbH | Telephone: +49(0)41 18822-0 | Dornstraße 40 | D-22926 Lütbeck | Germany

Analysis Certificate

Powder Material

Storage recommendations

- Storage in sealed container
- Store dry
- Use hygroscopic device
- Protect against variations in temperature
- Use antistatic containers
- Use gastight containers

Process recommendations

- Use Nitrogen as shielding gas with aluminum alloys for the SLM process

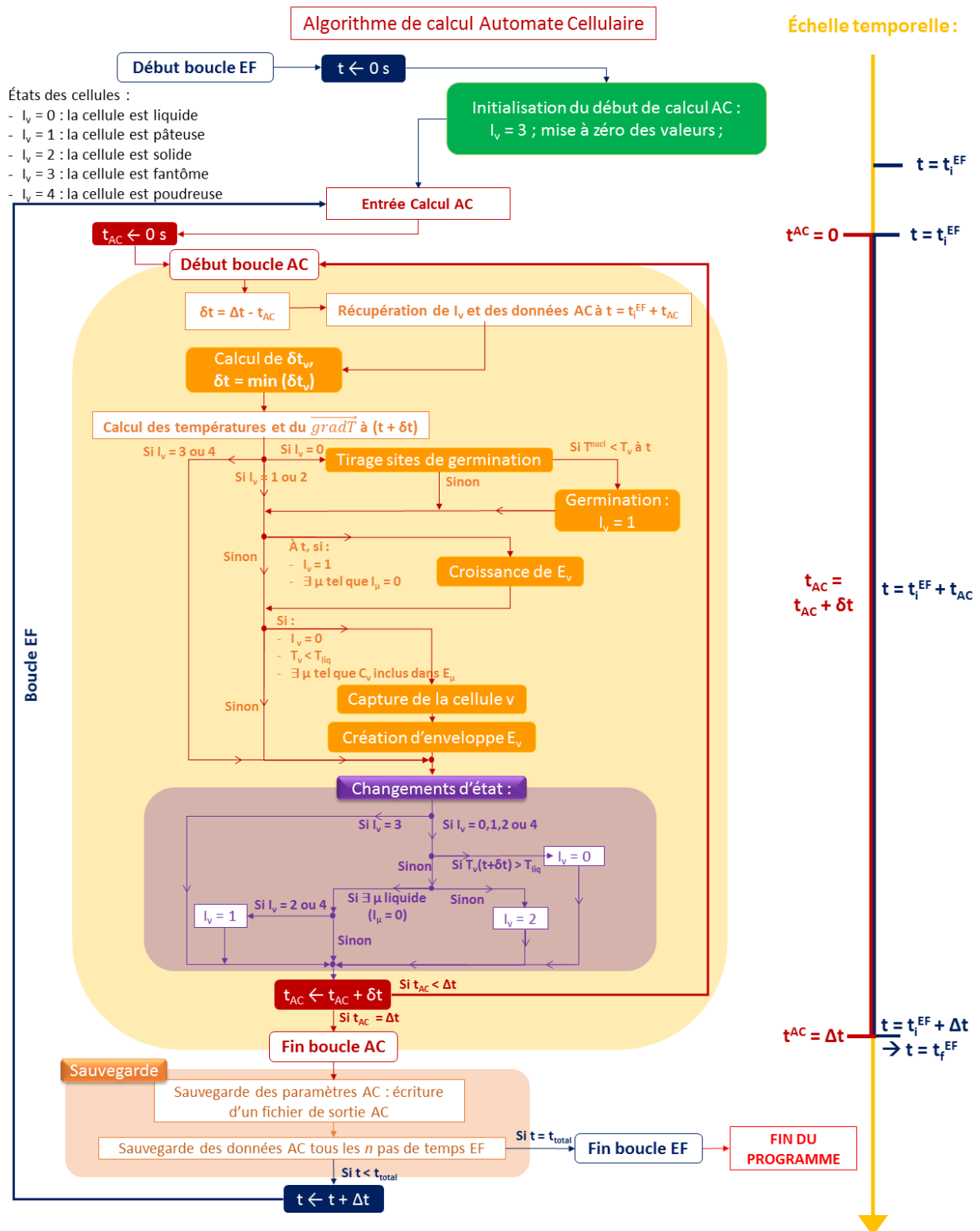
Lütbeck, 15.09.2016

[1] Measuring device: HY11-40G 48008d
 [2] Measuring device: SLM Hall-Flow-Meter 106-PM-SLM-QM
 [3] Regarding to powder material
 [4] optical determination by light microscopy
 [5] Grain size - Clas 990 L

LA. Signature

SLM SOLUTIONS GmbH | Telephone: +49(0)41 18822-0 | Dornstraße 40 | D-22926 Lütbeck | Germany

F – ALGORITHME DE CALCUL AC [1]



G – PROPRIETES D'UN ACIER 316L UTILES POUR LA SIMULATION

Paramètre	Température	Depradeux			
masse volumique ρ (kg/m ³)	-1000	8.00E+03	2.00E+01	8.00E+03	
	20	8.00E+03	2.27E+02	7.77E+03	
	200	7.93E+03	3.27E+02	7.71E+03	
	400	7.84E+03	4.27E+02	7.66E+03	
	600	7.75E+03	5.27E+02	7.60E+03	
	800	7.65E+03	6.27E+02	7.54E+03	
	1000	7.55E+03	7.27E+02	7.49E+03	
	1200	7.45E+03	8.27E+02	7.43E+03	
	1400	7.35E+03	9.27E+02	7.38E+03	
	1500	7.30E+03	1.03E+03	7.32E+03	
	10000	7.30E+03	1.13E+03	7.26E+03	
	Conductivité thermique k (W/m/K)	20	14.7	1.23E+03	7.21E+03
100		15.8	1.33E+03	7.15E+03	
200		17.2	1.43E+03	6.96E+03	
300		18.6	1.53E+03	6.86E+03	
400		20	1.63E+03	6.79E+03	
500		21.2	1.73E+03	6.73E+03	
600		22.2	1.83E+03	6.66E+03	
700		23.2	1.93E+03	6.59E+03	
800		24.1	2.03E+03	6.53E+03	
900		24.8	2.13E+03	6.46E+03	
1000		25.5	2.23E+03	6.40E+03	
1200		26.9	2.33E+03	6.33E+03	
1400		40	2.43E+03	6.26E+03	
10000		40	2.53E+03	6.20E+03	
Capacité calorifique Cp (J/kg/K)		-1000	450	1.00E+04	6.20E+03
		20	450	-272	5.60E-02
		100	490	-269	2.48E-01
	200	525	-263	7.13E-01	
	300	545	-253	1.63E+00	
	400	560	-243	2.69E+00	
	600	580	-233	3.87E+00	
	800	625	-223	5.01E+00	
	1000	660	-213	6.03E+00	
	1200	670	-203	6.88E+00	
	1500	690	-193	7.55E+00	
	10000	690	-183	8.10E+00	
			-173	8.54E+00	
			-123	1.03E+01	
			-73	1.15E+01	
			-23	1.25E+01	
			0	1.30E+01	
		20	1.33E+01		
		27	1.34E+01		
		77	1.43E+01		
		127	1.52E+01		
		227	1.68E+01		
		327	1.84E+01		
		427	1.99E+01		
		527	2.14E+01		
		627	2.28E+01		
		727	2.42E+01		
		827	2.55E+01		
		927	2.67E+01		
		1027	2.80E+01		
		1127	2.93E+01		
		1227	3.06E+01		
		1327	3.19E+01		
		1371	3.24E+01		
		1399	2.69E+01		
		1427	2.72E+01		
		1600	3.00E+01		
		3000	3.00E+01		
		27	498.4944		
		127	511.8768		
		227	525.2592		
		327	538.2234		
		427	551.6058		
		527	564.9882		
		627	578.3706		
		727	591.3348		
		827	604.7172		
		927	618.0996		
		1027	631.482		
		1127	644.4462		
		1227	657.8286		
		1327	671.211		
		1426	684.5934		
		1427	769.488		
		1527	769.488		
		1627	769.488		
		1727	769.488		
		1827	769.488		
		1927	769.488		
		2027	769.488		
		2127	769.488		
		2227	769.488		
		2327	769.488		
		2427	769.488		
		2527	769.488		
		2627	769.488		
		2727	769.488		

H – REGLES DE CAPTURE D'AC [1]

Capture

Au cours de la croissance de l'enveloppe, l'octaèdre est amené à englober le centre d'une cellule voisine μ (Figure 2.3 (c)). Dans le cas où cette cellule est liquide ($I_\mu = 0$), on parle de « capture ». Cet étape est cruciale dans la modélisation de la croissance granulaire puisqu'elle permet la transmission de l'information cristallographique aux cellules situées dans le voisinage, permettant ainsi de modéliser la formation d'un grain. En effet, l'ensemble des cellules ayant la même orientation cristallographique et le même indice de grain constitue un grain. Pour être candidate à la capture au cours d'un pas de temps AC δt , la cellule μ doit remplir trois conditions :

- être liquide au début du pas de temps AC ($I_\mu^t = 0$) ;
- avoir une température inférieure à celle de liquidus après δt ($T_\mu^{t+\delta t} < T_{liq}$) ;
- avoir au moins une cellule voisine v à l'état pâteux ($I_v = 1$).

Si ces conditions sont remplies, la position du centre de la cellule μ , C_μ à la fin du pas de temps AC étudiée vis-à-vis de la position de l'enveloppe de sa voisine v (Figure 2.3 (c)). Pour cela, coordonnées de C_μ sont étudiées dans le repère octaédrique local associé à l'enveloppe de v utilisant la matrice de rotation de Bunge [Bunge 1982], qui permet le passage du repère global repère de l'octaèdre. Elle est définie telle que :

$$g_v = \begin{pmatrix} \cos\varphi_1 \cos\varphi_2 - \sin\varphi_1 \sin\varphi_2 \cos\phi & \sin\varphi_1 \cos\varphi_2 + \cos\varphi_1 \sin\varphi_2 \cos\phi & \sin\varphi_2 \sin\phi \\ -\cos\varphi_1 \sin\varphi_2 - \sin\varphi_1 \cos\varphi_2 \cos\phi & -\sin\varphi_1 \sin\varphi_2 + \cos\varphi_1 \cos\varphi_2 \cos\phi & \cos\varphi_2 \sin\phi \\ \sin\varphi_1 \sin\phi & -\cos\varphi_1 \sin\phi & \cos\phi \end{pmatrix} \quad (1)$$

où (φ_1, φ_2) sont les trois angles d'Euler associés au grain auquel est rattachée l'enveloppe. Coordonnées de C_μ dans le repère de l'enveloppe sont alors calculées comme suit :

$$\begin{pmatrix} x_\mu^v \\ y_\mu^v \\ z_\mu^v \end{pmatrix} \Leftrightarrow \begin{pmatrix} x(C_\mu) \\ y(C_\mu) \\ z(C_\mu) \end{pmatrix}_{B_v} = g_v \begin{pmatrix} x(C_\mu) - x(C_v^{t+\delta t}) \\ y(C_\mu) - y(C_v^{t+\delta t}) \\ z(C_\mu) - z(C_v^{t+\delta t}) \end{pmatrix} \quad (2)$$

avec $C_v^{t+\delta t}$ le centre de l'enveloppe de la cellule v et B_v la base associée à cette enveloppe. Une fois coordonnées locales connues, la condition pour que C_μ ait été englobé au cours du pas de temps donnée par la relation suivante :

$$|x_\mu^v| + |y_\mu^v| + |z_\mu^v| \leq R_v^{t+\delta t} \quad (3)$$

Les conditions de capture sont résumées dans le Tableau 2.4. Dans le cas où la cellule aurait capturée par plusieurs de ses voisines, nous conservons en tant que cellule capturante celle qui capt en 1^{er} la cellule.

Tableau 2.4. Règles de transition liées à la croissance d'une cellule d'indice v voisine d'une cellule d'indice μ et à la capture de cette dernière

Etat initial de la cellule	Conditions de transition	Etat final de la cellule
$I_\mu = 0$	$T_\mu^{t+\delta t} < T_{liq}$ $\exists I_v = 1$ tel que $ x_\mu^v + y_\mu^v + z_\mu^v \leq R_v^{t+\delta t}$	$I_\mu = 1$
$I_v = 1$	\exists voisin μ tel que $I_\mu = 0$	$I_v = 2$

Transmission des caractéristiques du grain

Une fois capturée, la cellule initialement liquide devient une cellule capable de croître appartenant même grain que la cellule capturante (avec le même indice de grain). Par conséquent, les changements suivants sont effectués :

$$I_\mu = 1 \quad (4)$$

$$(\varphi_1, \varphi_2)_\mu = (\varphi_1, \varphi_2)_v \quad (5)$$

$$n_{gr}^\mu = n_{gr}^v \quad (6)$$

Par ailleurs, afin que la cellule puisse à son tour contribuer à la croissance du grain, une enveloppe est attribuée. La création d'une enveloppe dans le cas d'une cellule capturée diffère de celle d'une cellule ayant germé (cf. paragraphe 2.3.3.2). Les principales étapes de construction de l'enveloppe sont illustrées sur la Figure 2.6 et détaillées ci-après :

- Identification de la face capturante de l'octaèdre, F_{cap} , en comparant les signes c coordonnées de C_μ dans la base B_v avec ceux des octants de l'octaèdre.
- Identification de S_A , sommet de l'enveloppe le plus proche de C_μ . Pour cela, considérant \vec{n}^i la normale à F_{cap} et S_i ($i = 1, m, n$) ses sommets, le poids de chacun des trois sommets est calculé de la façon suivante :

$$\begin{cases} (S_m C_\mu \wedge S_n C_\mu) \cdot \vec{n}^{cap} = B_i \\ (S_n C_\mu \wedge S_i C_\mu) \cdot \vec{n}^{cap} = B_m \\ (S_i C_\mu \wedge S_m C_\mu) \cdot \vec{n}^{cap} = B_n \end{cases} \quad (7)$$

La plus grande valeur de B_i correspond au sommet le plus proche. Dans la suite développement, ce sommet sera noté S_A (Figure 2.6(a)).

- Calcul des coordonnées de H_μ , projeté orthogonal de C_μ sur F_{cap}

$$C_v^{t+\delta t} H_\mu = \frac{B_i}{B_T} C_v^{t+\delta t} S_i + \frac{B_m}{B_T} C_v^{t+\delta t} S_m + \frac{B_n}{B_T} C_v^{t+\delta t} S_n \quad (8)$$

où $B_T = B_i + B_m + B_n$.

- Calcul du rayon initial de l'enveloppe de la cellule μ , $R_\mu^{t_0}$, donné par la relation :

$$R_\mu^{t_0} = \frac{1}{\sqrt{6}} \max(L_i, L_j) \quad (9)$$

avec L_i et L_j calculées comme suit :

$$\begin{cases} L_i = \min(IS_A, \sqrt{3}I_{CA}) + \min(IS_B, \sqrt{3}I_{CA}) \\ L_j = \min(JS_A, \sqrt{3}I_{CA}) + \min(JS_C, \sqrt{3}I_{CA}) \end{cases} \quad (10)$$

avec I_{CA} la longueur d'une cellule et I et J projetés orthogonaux de H_μ sur les segments $[S_A S_B]$ et $[S_A S_C]$ respectivement. Les longueurs IS_A , JS_A , IS_B et JS_C sont données par les relations suivantes :

$$\begin{cases} IS_A = \frac{|S_A H_\mu \cdot \vec{d}_{AB}}{\|\vec{d}_{AB}\|} \\ JS_A = \frac{|S_A H_\mu \cdot \vec{d}_{AC}}{\|\vec{d}_{AC}\|} \\ IS_B = \sqrt{2} \cdot R_v^{t+\delta t} - IS_A \\ JS_C = \sqrt{2} \cdot R_v^{t+\delta t} - JS_A \end{cases} \quad (11)$$

où \vec{d}_{AB} et \vec{d}_{AC} sont les vecteurs directeurs des segments $[S_A S_B]$ et $[S_A S_C]$ (Figure 2.6(a)) et $R_v^{t+\delta t}$ le rayon de la cellule capturante v .

- Enfin, le centre de la nouvelle enveloppe $C_\mu^{t+\delta t}$ est positionné et converti dans le système de coordonnées globales (Figure 2.6(b)) :

$$C_\mu^{t+\delta t} = (R_v^{t+\delta t} - R_\mu^{t_0}) \frac{C_v^{t+\delta t} S_A}{\|C_v^{t+\delta t} S_A\|} \quad (12)$$

$$\begin{pmatrix} x_{C_\mu^{t+\delta t}} \\ y_{C_\mu^{t+\delta t}} \\ z_{C_\mu^{t+\delta t}} \end{pmatrix} \Leftrightarrow \begin{pmatrix} x(C_\mu^{t+\delta t}) \\ y(C_\mu^{t+\delta t}) \\ z(C_\mu^{t+\delta t}) \end{pmatrix} = g_v^{-1} \cdot \begin{pmatrix} x_{C_\mu^{t+\delta t}} \\ y_{C_\mu^{t+\delta t}} \\ z_{C_\mu^{t+\delta t}} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} x(C_v^{t+\delta t}) \\ y(C_v^{t+\delta t}) \\ z(C_v^{t+\delta t}) \end{pmatrix} \quad (13)$$

où g_v^{-1} est la matrice de rotation inverse, c'est-à-dire la transposée de g_v .

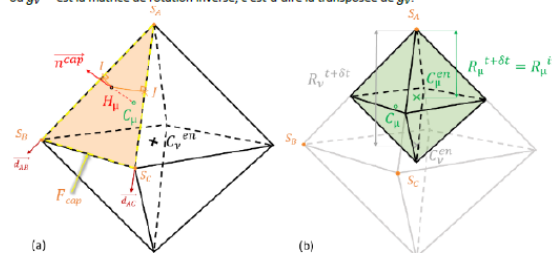


Figure 2.6. Représentation schématique : (a) de l'arrêt de croissance de l'enveloppe de la cellule v suite à la capture de la cellule voisine μ et (b) de la formation de l'enveloppe de la cellule μ après capture par la cellule v

Une cellule pâteuse arrête de croître dans deux configurations :

- Elle n'a plus de voisin liquide et ne peut donc plus transmettre son orientation cristallographique (Tableau 2.3) ;
- Le rayon de son enveloppe atteint une valeur critique fixée à deux fois la distance du voisin le plus éloigné soit une longueur de $2\sqrt{3}I_{CA}$, où I_{CA} est la longueur d'une cellule.

Dans ces deux cas, son état évolue de pâteux à solide (Tableau 2.4). Par ailleurs, son enveloppe est repositionnée au centre de la cellule et son rayon est de nouveau nul.

I – LOI DE CROISSANCE A PARAMETRES THERMO DEPENDANTS POUR UN MATERIAU TERNAIRE

Dans la loi de croissance précédemment identifiée, les coefficients de partition et de diffusion sont supposés constants, et ne prennent en compte que l'élément de soluté majoritaire dans l'alliage (le chrome). Il est possible d'adapter cette modélisation aux alliages ternaires, voire quaternaires ou plus, et de prendre en compte les évolutions des coefficients de partition et de diffusion avec la température $k(v, D)$ et $D(T)$.

Pour cela, nous avons utilisé la fonction *fsolve* du répertoire *Scipy*. Cette fonction permet de résoudre des systèmes d'équations non linéaires. Ainsi, les équations permettant de trouver le nombre de Peclet solutal $Pe_c(v, T_{tip})$ et la température au niveau du front de solidification $T_{tip}(v, Pe_c)$ constituent le système à résoudre et permettent d'obtenir $T_{tip}(v)$. Pour valider le programme, nous avons utilisé les résultats de M. Rappaz, S.A. David, J.M. Vitek, L.A. Boatner [96] [97] (figure 10.a). Nous retrouvons les mêmes résultats pour l'alliage 316L en considérant ses teneurs en éléments Cr et Ni, en termes de vitesses limites et de différence entre la température au niveau du front de solidification et la température de liquidus, ce qui permet de valider ces données.

L'évolution de la vitesse de croissance en fonction de la surfusion a alors été tracée avec ces nouveaux résultats (Figure 5.b). La différence majeure avec les résultats obtenus en considérant un système binaire et des coefficients indépendants de la température est la présence de deux extrema qui délimitent l'intervalle de surfusion possible.

Pour modéliser ces évolutions à travers une loi de croissance, nous avons choisi d'utiliser une loi par morceaux de la fonction $v(\Delta T)$. La partie centrale de cette évolution peut ainsi être modélisée par la loi puissance $v = 10^{-5,40} \Delta T^{4,52}$. Avec ce modèle de croissance, la vitesse augmente bien plus vite avec la surfusion, et la valeur maximale de surfusion est très faible, $\Delta T_{max} = 7,34K$.

La méthode de résolution présentée plus haut a aussi été testée en considérant l'alliage quaternaire, et en prenant ainsi en compte la présence du molybdène en plus du chrome et du nickel. L'évolution de la vitesse de croissance en fonction de la surfusion est alors très proche du cas d'un matériau ternaire, la prise en compte du molybdène ne changeant que très peu la vitesse de croissance.

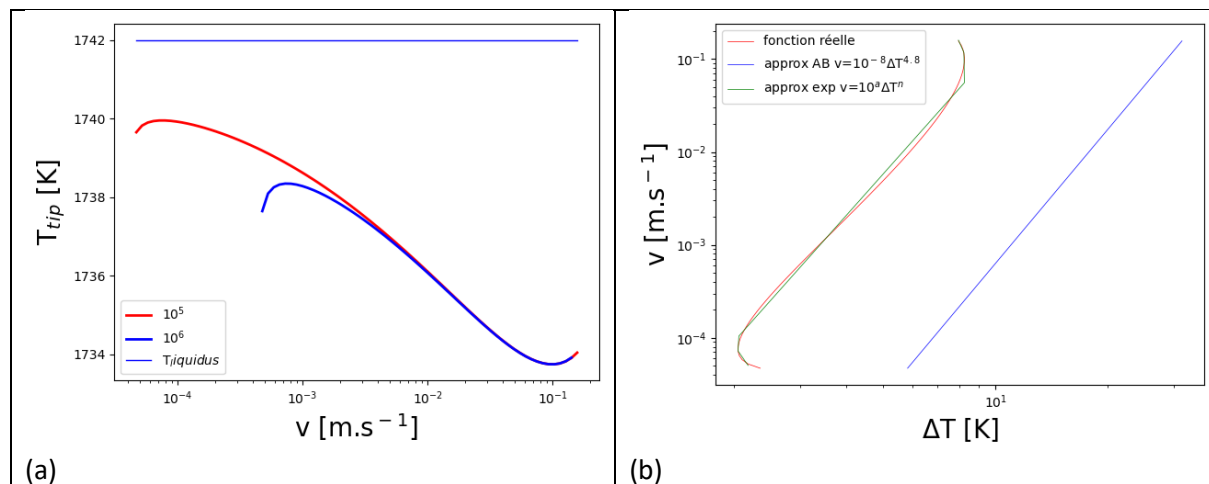
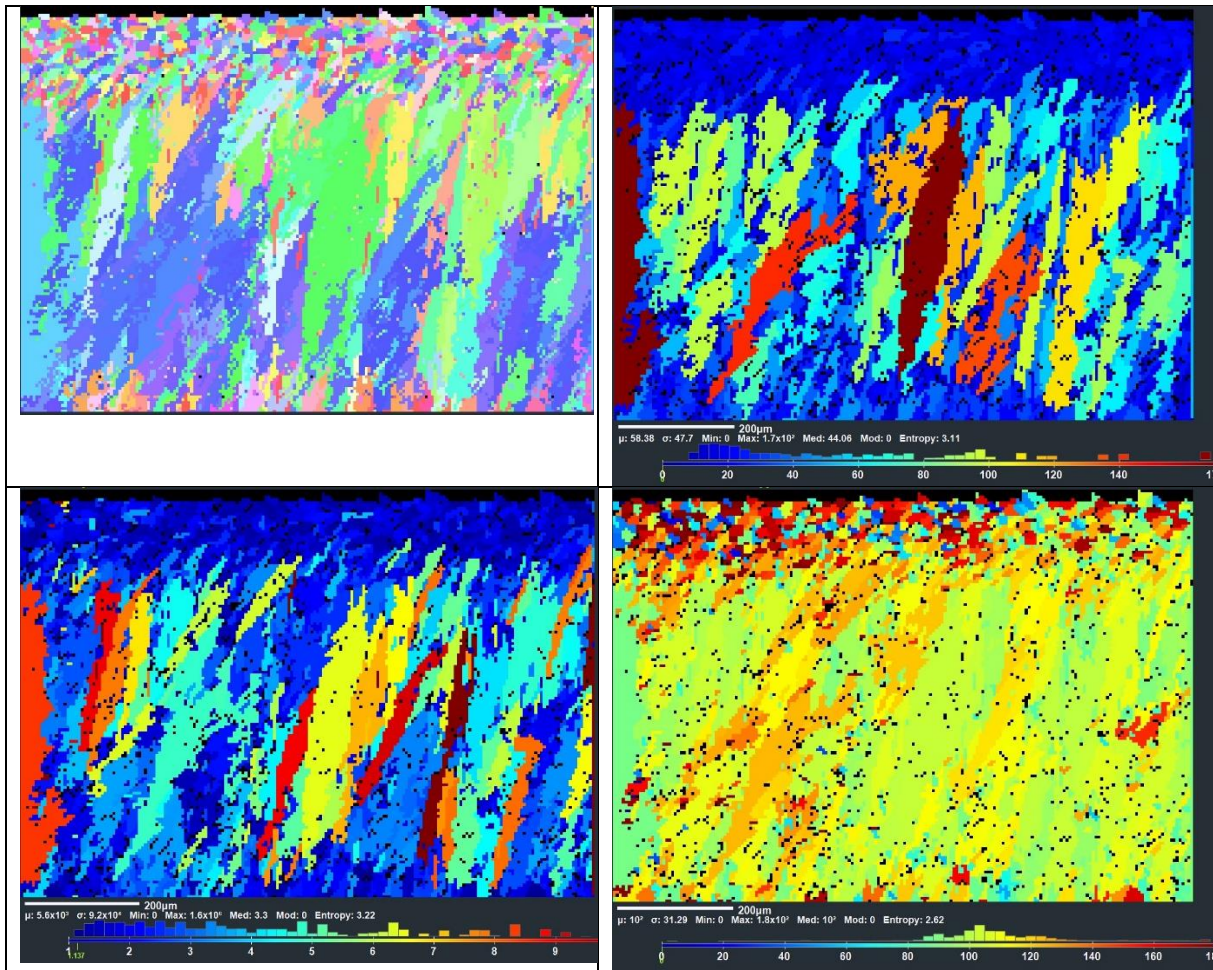


Figure 5 : évolution de la température au niveau du front de solidification en fonction de la vitesse de croissance, avec les contributions des surfusions de courbure et de composition, en considérant l'alliage ternaire et en tenant compte de l'influence de la température sur les coefficients k et D (a). Cette courbe permet de tracer l'évolution de la vitesse de croissance en fonction de la surfusion totale, qui est ensuite approximée par des fonctions puissance (en vert) et comparée à l'approximation d'A. Baumard [1] (b).

J – SIMULATION DES MURS AVEC LE MODULE DE GERMINATION VOLUMIQUE



Bibliographie

- [1] A. Baumard, «Prédiction des structures de grains d'un composant en acier 316L élaboré par fabrication additive fusion laser sur lit de poudre,» Thèse de doctorat, 2020.
- [2] C.-A. Gandin, «A coupled finite element-cellular automaton model for the prediction of dendritic grain structures in solidification processes,» *Acta metallurgy materialia*, vol. 42, n° 17, pp. 2233-2246, 1994.
- [3] A. Chniouel, «Etude de l'élaboration de l'acier inoxydable 316L par fusion laser sélective sur lit de poudre : influence des paramètres du procédé, des caractéristiques de la poudre, et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques,» Thèse de doctorat, 2019.
- [4] T. D. Ngoa, A. Kashania, G. Imbalzano, K. T. Q. Nguyena et D. Huib, «Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges,» *Composites Part B*, vol. 143, pp. 172-196, 2018.
- [5] A. Kouzani, Z., S. Adams, R. Oliver, Y. Y. Nguwi, B. Hemsley et S. Balandin, «3D Printing of a Pavlova,» chez *Proceedings of the International Conference*, 2016.
- [6] S. R. Narasimharaju, W. Zeng, T. Long See, Z. Zhu, P. Scott, X. Jiang et S. Lou, «A comprehensive review on laser powder bed fusion of steels: Processing, microstructure, defects and control methods, mechanical properties, current challenges and future trends,» *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 75, pp. 375-414, 2022.
- [7] P. C. Priarone, V. Lunetto, E. Atzeni et A. Salmi, «Laser powder bed fusion (L-PBF) additive manufacturing: On the correlation between design choices and process sustainability,» chez *6th CIRP Global Web Conference*, 2018.
- [8] T. Zakrzewski, J. Kozak, M. Witt et M. Debowska-Wasak, «Dimensional analysis of the effect of SLM parameters on surface roughness and material density,» *Procedia CIRP*, vol. 95, pp. 115-120, 2020.
- [9] S. Tekumalla, B. Selvarajou, S. Raman, S. Gao et M. Seita, «The role of the solidification structure on orientation-dependent hardness in stainless steel 316L produced by laser powder bed fusion,» *Materials Science & Engineering A*, vol. 833, 2022.
- [10] E. O. Olakanmi, R. F. Cochrane et K. W. Dalgarno, «A review on selective laser sintering/melting (SLS/LBM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties,» *Progress in Materials Science*, vol. 74, p. 401–477, 2015.
- [11] W. King, A. T. Anderson, R. Ferencz, N. E. Hodge, C. Kamath, S. Khairallah et A. Rubenchik, «Laser powder bed fusion additive manufacturing of metals; physics, computational, and materials challenges,» *Applied Physics. Reviews* 2, 2015.
- [12] A. Raj, D. Huang, B. Stegman, H. Abdel-Khalik, X. Zhang et J. W. Sutherland, «Modeling spatial variations in co-axial melt pool monitoring signals in laser powder bed fusion,» *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 89, pp. 24-38, 2023.
- [13] D. Dai et D. Gu, «Thermal behavior and densification mechanism during selective laser melting of copper matrix composites: Simulation and experiments.,» *Materials and Design*, vol. 55, pp. 482-491, 2014.

- [14] Y. Liu, Y. Yang, S. Mai, D. Wang et C. Song, «Investigation into spatter behavior during selective laser melting of AISI 316L stainless steel powder,» *Materials and Design*, vol. 87, pp. 797-806, 2015.
- [15] X. Su et Y. Yang, «Research on track overlapping during Selective Laser Melting of powders,» *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 212, pp. 2074-2079, 2012.
- [16] T. Mukherjee, «Heat and fluid flow in additive manufacturing – Part II: Powder bed fusion of stainless steel, and titanium, nickel and aluminum base alloys,» *Computational Materials Science*, vol. 150, pp. 369-380, 2018.
- [17] K. Guan, «Effects of processing parameters on tensile properties of selective laser melted 304 stainless steel,» *Materials and Design*, vol. 50, pp. 581-586, 2013.
- [18] Z. Luo et Y. Zhao, «Efficient thermal finite element modeling of selective laser melting of Inconel 718,» *Computational Mechanics*, vol. 65, p. 63–787, 2020.
- [19] T. DebRoy, H. L. Wei, J. S. Zuback, T. Mukherjee, J. Elmer, J. O. Milewski, A. M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De et W. Zhang, «Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties,» *Progress in Materials Science*, vol. 92, pp. 112-224, 2018.
- [20] N. T. Aboulkhair, «Additive manufacture of an aluminium alloy: processing, microstructure, and mechanical properties,» Thèse de doctorat, 2015.
- [21] M. Balbaa, A. Ghasemi, E. Fereiduni, M. Elbestawi, S. Jadhav et J.-P. Kruth, «Role of powder particle size on laser powder bed fusion processability of AISi10mg alloy,» *Additive Manufacturing*, n° 137, 2021.
- [22] S. Traore, M. Schneider, I. Koutiri, F. Coste, R. Fabbro, C. Charpentier, P. Lefebvre et P. Peyre, «Influence of gas atmosphere (Ar or He) on the laser powder bed fusion of a Ni-based alloy,» *Journal of Materials Processing Tech.*, vol. 288, 2021.
- [23] X. Xiao et Y. Zhang, «Numerical Simulation of Direct Metal Laser Sintering of Single-Component Powder on Top of Sintered Layers,» *J. Manuf. Sci. Eng.*, vol. 130, n° 14, 2008.
- [24] V. Lindstrom, G. Lupo, J. Yang, V. Turlo et C. Leinenbach, «A simple scaling model for balling defect formation during laser powder bed fusion,» *Additive Manufacturing*, vol. 63, 2023.
- [25] B. Cox, M. Ghayoor, R. P. Doyle, S. Pasebani et J. Gess, «Numerical model of heat transfer during laser powder bed fusion of 316L stainless steel,» *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 119, pp. 5715-5725, 2022.
- [26] B. Lane, I. Zhirnov, S. Mekhontsev, S. Grantham, R. Ricker, S. Rauniyar et K. Chou, «Transient Laser Energy Absorption, Co-axial Melt Pool Monitoring, and Relationship to Melt Pool Morphology,» *Additive Manufacturing*, vol. 36, 2020.
- [27] M. Ansari, D.-S. Nguyen et H. Park, «Investigation of SLM Process in Terms of Temperature Distribution and Melting Pool Size: Modeling and Experimental Approaches,» *Materials*, vol. 12, n° 11272, 2019.
- [28] B. Cheng, J. Lydon, K. Cooper, V. Cole, P. Northrop et K. Chou, «Melt pool sensing and size analysis in laser powder-bed metal additive manufacturing,» *Journal of Manufacturing Processes*, n° 132, pp. 744-753, 2018.
- [29] N. Chandrasekhar, M. Ragavendran et M. Vasudevan, «Finite element modeling and optimization of hybrid laser–TIG welding of type 316L(N) austenitic stainless steel,» *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, vol. 42, p. 533, 2020.

- [30] I. Yadroitsev, A. Gusarov, I. Yadroitsava et I. Smurov, «Single track formation in selective laser melting of metal powders,» *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 210, pp. 1624-1631, 2010.
- [31] S. Grigoriev, «Powder bed surface relief formation and denudation in selective laser melting,» *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 123, pp. 543-558, 2022.
- [32] V. Gunenthiram, «Compréhension de la formation de porosités en fabrication additive (LBM). Analyse expérimentale de l'interaction laser – lit de poudre – bain liquide.,» Thèse de doctorat, 2018.
- [33] M. Matthews, «Denudation of metal powder layers in laser powder bed fusion process,» *Acta Materialia*, vol. 114, pp. 33-42, 2016.
- [34] M. Gisclon, «A propos de l'équation de la chaleur et de l'analyse de Fourier,» *Le journal de maths des élèves*, vol. 1, pp. 190-197, 1998.
- [35] V. Manvatkar, A. De et T. DebRoy, «Spatial variation of melt pool geometry, peak temperature and solidification parameters during laser assisted additive manufacturing process,» *Materials Science and Technology*, vol. 31, n° %18, pp. 924-930, 2015.
- [36] S. Kolossov, E. Boillat, R. Glardon, P. Fischer et M. Locher, «3D FE simulation for temperature evolution in the selective laser sintering process,» *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, vol. 44, p. 117–123, 2004.
- [37] V. A. Karkhin, A. S. Ilin, H. J. Pesch, A. A. Prikhodovsky, V. V. Plochikhine, M. V. Makhutin et H.-W. Zoch, «Effects of latent heat of fusion on thermal proceses in laser welding of aluminium alloys,» *Science and Technology of Welding & Joining*, vol. 10, n° %11, 2005.
- [38] T. Mukherjee, H. L. Wei, A. De et T. DebRoy, «Heat and fluid flow in additive manufacturing— Part I: Modeling of powder bed fusion,» *Computational Materials Science*, vol. 150, pp. 304-313, 2018.
- [39] A. Mojtabi, «Trasnfert de chaleur dans les milieux poreux - Conduction, convection, rayonnement,» *Techniques de l'ingénieur*, pp. 1-36, 2019.
- [40] D. A. G. Bruggeman, «Berechnung verschiedener physikalischer Konstanten von heterogenen Substanzen,» *Annalen Der Physik*, vol. 5, n° %124, pp. 636-665, 1935.
- [41] M. Rombouts, L. Froyen et A. V. Gusarov, «Photopyroelectric measurements of thermal conductivity of metallic powders,» *Journal of Applied Physic*, vol. 97, 2005.
- [42] Y. Zhang et A. Faghri, «Melting and Resolidification of a Subcooled Mixed Powder Bed With Moving Gaussian Heat Source,» *Journal of Heat Transfer*, vol. 120, pp. 883-891, 1998.
- [43] B. Cox, «Numerical model of heat transfer during laser powder bed fusion of 316L stainless steel,» *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 119, pp. 5715-5725, 2022.
- [44] A. V. Gurasov et I. Smurov, «Modeling the interaction of laser radiation with powder bed at selective laser melting,» *Physics Procedia*, vol. 5, pp. 381-394, 2010.
- [45] A. V. Gusarov, I. Yadroitsev, P. Bertrand et I. Smurov, «Heat transfer modelling and stability analysis of selective laser melting,» *Applied Surface Science*, vol. 254, pp. 975-979, 2007.
- [46] X. C. Wang, T. Laoui, J. Bonse, J. P. Kruth, B. Lauwers et L. Froyen, «Direct Selective Laser Sintering of Hard Metal Powders: Experimental Study and Simulation,» *Advanced Manufacturing Technology*, vol. 19, pp. 351-357, 2002.

- [47] K.-H. Leitz, P. Singer, A. Plankensteiner, B. Tabernig, H. Kestler et L. S. Sigl, «Thermo-Fluidodynamical Modelling of Laser Beam-Matter Interaction in Selective Laser Melting,» chez *COMSOL Conference*, Munich, 2016.
- [48] S. A. Khairallah, A. T. Anderson, A. Rubenchik et W. E. King, «Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones,» *Applied Surface Science*, vol. 254, pp. 975-979, 2007.
- [49] Y. Li, Y. Feng, X. Zhang et C. Wu, «An evolutionary keyhole-mode heat transfer model in continuous plasma arc welding,» *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 117, pp. 1188-1198, 2018.
- [50] J. Goldak, «A New Finite Element Model for Welding Heat Sources,» *Metallurgical Transactions*, vol. 15B, pp. 299-305, 1984.
- [51] J. Akram, P. Chalavadi, D. Pal et B. Stucker, «Understanding grain evolution in additive manufacturing through modeling,» *Additive Manufacturing*, vol. 21, pp. 255-268, 2018.
- [52] O. Zinovieva, «Three-dimensional modeling of the microstructure evolution during metal additive manufacturing,» *Computational Materials Science*, vol. 141, pp. 207-220, 2018.
- [53] A. Rai, H. Helmer et C. Körner, «Simulation of grain structure evolution during powder bed based additive manufacturing,» *Additive Manufacturing*, vol. 13, pp. 124-134, 2017.
- [54] M. Bayat, A. Thanki, S. Mohanty, A. Witvrouw, S. Yang, J. Thorborg, N. S. Tiedje et J. H. Hattel, «Keyhole-induced porosities in Laser-based Powder Bed Fusion (L-PBF) of Ti6Al4V: High-fidelity modelling and experimental validation,» *Additive Manufacturing*, vol. 30, 2019.
- [55] A. Baumard, «Numerical prediction of grain structure formation during laser powder bed fusion of 316 L stainless steel,» *Materials and Design*, vol. 199, p. 109434, 2021.
- [56] D. Grange, A. Queva, G. Guillemot, M. Bellet, J.-D. Bartout et C. Colin, «Effect of processing parameters during the laser beam melting of Inconel 738: Comparison between simulated and experimental melt pool shape,» *Journal of Materials Processing Tech.*, vol. 289, 2021.
- [57] M. Afrasiabi, C. Luthi, M. Bambach et K. Wegener, «Process, Smoothed Particle Hydrodynamics Modeling of the Multi-layer Laser Powder Bed Fusion,» chez *55th CIRP Conference on Manufacturing Systems*, 2022.
- [58] P. Bidare, I. Bitharas, R. Ward, M. M. Attallah et A. Moore, «Fluid and particle dynamics in laser powder bed fusion,» *Acta Materialia*, vol. 142, pp. 107-120, 2018.
- [59] E. Mezger, «Loi de variation de la tension superficielle avec la température,» *J. Phys. Radium*, vol. 7, n° 110, pp. 303-309, 1946.
- [60] A. Kidess, S. Kenjeres et C. R. Kleijn, «The influence of surfactants on thermocapillary flow instabilities in low Prandtl melting pools,» *Phys. Fluids*, vol. 28, 2016.
- [61] J. Wang, R. Zhu, Y. Liu et L. Zhang, «Understanding melt pool characteristics in laser powder bed fusion: An overview of single- and multi-track melt pools for process optimization,» *Advanced Powder Materials*, vol. 2, 2023.
- [62] K. Q. Le, C. Tang et C. H. Wong, «On the study of keyhole-mode melting in selective laser melting process,» *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 145, 2019.
- [63] M. Dal et R. Fabbro, «An overview of the state of art in laser welding simulation,» *Optics & Laser Technology*, vol. 78, pp. 2-14, 2015.

- [64] S. Cao, Y. Zou, C. Lim et X. Wu, «Review of laser powder bed fusion (LPBF) fabricated Ti-6Al-4V: process, post-process treatment, microstructure, and property,» *Light: Advanced Manufacturing*, vol. 2, n° 120, 2021.
- [65] H. Chen, «Spattering and denudation in laser powder bed fusion process: Multiphase flow modelling,» *Acta Materialia*, vol. 196, pp. 154-167, 2020.
- [66] J. N. Israelachvili, *Intermolecular and Surface Forces*, Livre, 2011.
- [67] V. Gunenthiram, «Experimental analysis of spatter generation and melt-pool behavior during the powder bed laser beam melting process,» *Journal of Materials Processing Tech.*, vol. 251, pp. 376-386, 2018.
- [68] H. Chen, «Experimental and computational study on thermal and fluid behaviours of powder layer during selective laser melting additive manufacturing,» *Additive Manufacturing*, vol. 52, 2022.
- [69] J. Li, «Grain boundary engineering during the laser powder bed fusion of TiC/316L stainless steel composites: New mechanism for forming TiC-induced special grain boundaries,» *Acta Materialia*, vol. 226, 2022.
- [70] W. Tan et Y. C. Shin, «Multi-scale modeling of solidification and microstructure development in laser keyhole welding process for austenitic stainless steel,» *Computational Materials Science*, vol. 98, pp. 446-458, 2015.
- [71] J. Yang, H. Yu, H. Yang, F. Li, Z. Wang et X. Zeng, «Prediction of microstructure in selective laser melted Ti6Al4V alloy by cellular automaton,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 748, pp. 281-290, 2018.
- [72] H. L. Wei, J. Mazumder et T. DebRoy, «Evolution of solidification texture during additive manufacturing,» *Scientific Reports*, 2015.
- [73] G. Dinda, A. Dasgupta et J. Mazumder, «Texture control during laser deposition of nickel-based superalloy,» *Scripta Materialia*, vol. 67, pp. 503-506, 2012.
- [74] Y. Miyata, M. Okugawa, Y. Koizumi et T. Nakano, «Inverse Columnar-Equiaxed Transition (CET) in 304 and 316L Stainless Steels Melted by Electron Beam for Additive Manufacturing (AM),» *Crystals*, vol. 11, n° 1856, 2021.
- [75] W. Kurz, «Dendrite growth at the limit of stability : tip radius and spacing,» *Acta Metallurgica*, vol. 29, pp. 11-20, 1981.
- [76] J. A. Dantzig et M. Rappaz, *Solidification*, EPFL Press, 2009.
- [77] M. Rappaz, P. Jarry, G. Kurtuldu et J. Zollinger, «Solidification of Metallic Alloys: Does the Structure of the Liquid Matter?,» *Metallurgical and Materials Transactions*, vol. 51, pp. 2651-2664, 2020.
- [78] L. Monier, B. M., M. Veron, J.-J. Blandin, G. Martin, F. Villaret, Y. Shen, B. Yrieix, C. Ernould, J. Guyon et A. Despres, «On the origin of grain refinement and twin boundaries in as-fabricated austenitic stainless steels produced by laser powder bed fusion,» *Additive Manufacturing*, vol. 61, 2023.
- [79] T. Schenk, D. Holland-Moritz, V. Simonet, R. Bellissent et D. M. Herlach, «Icosahedral Short-Range Order in Deeply Undercooled Metallic Melts,» *Physical review letters*, vol. 89, n° 17, 2002.

- [80] I. Cazic, J. Zollinger, M. Engstler, J. Ghanbaja, T. Schenk, M. El Kandaoui et B. Appolaire, «Nucleation burst in additively manufactured Inconel 718: 3D characterization of ISRO-induced equiaxed microstructure,» *Additive Manufacturing*, 2023.
- [81] G. Kurtuldu, A. Sicco et M. Rappaz, «Icosahedral quasicrystal-enhanced nucleation of the fcc phase in liquid gold alloys,» *Acta Materialia*, vol. 70, pp. 240-248, 2014.
- [82] S. Sarker, D. Isheim et G. King, «Icosahedra clustering and short range order in Ni-Nb-Zr amorphous membranes,» *Scientific Reports*, 2018.
- [83] G. Kurtuldu, P. Jarry et M. Rappaz, «Influence of Minor Cr-Additions to the Growth of Columnar Dendrites in Al-Zn Alloys: Influence of Icosahedral Short Range Order in the Liquid,» *Metallurgical and Materials Transactions*, vol. 51, pp. 279-288, 2020.
- [84] W. Kurz, B. Giovanola et R. Trivedi, «Theory of microstructural development during rapid solidification,» *Acta materialia*, vol. 34, n° 15, pp. 823-830, 1986.
- [85] J. Lipton, M. E. Glicksman et W. Kurz, «Equiaxed Dendrite Growth in Alloys at Small Supercooling,» *Metallurgical Transactions*, vol. 18, pp. 341-345, 1987.
- [86] J. Lipton, M. E. Glicksman et W. Kurz, «Dendritic Growth into Undercooled Alloy Melts,» *Materials Science and Engineering*, vol. 65, pp. 57-63, 1984.
- [87] W. W. Mullins et R. F. Sekerka, «Stability of a Planar Interface During Solidification of a Dilute Binary Alloy,» *Journal of Applied Physics*, vol. 35, pp. 444-451, 1964.
- [88] G. Reinhart, «Dynamique de formation de la microstructure de solidification d'alliages métalliques : caractérisation par imagerie X Synchrotron,» Thèse de doctorat, 2006.
- [89] J. S. Langer et H. Müller-Krumbhaar, «Stability effects in dendritic crystal growth,» *Journal of Crystal Growth*, vol. 42, pp. 11-14, 1977.
- [90] D. J. Fisher et W. Kurz, «A theory of branching limited growth of irregular eutectics,» *Acta Metallurgica*, vol. 28, pp. 777-794, 1980.
- [91] W. Kurz et D. J. Fisher, «Dendrite growth at the limit of stability : tip radius and spacing,» *Acta Metallurgica*, vol. 29, pp. 11-20, 1981.
- [92] G. P. Ivantsov, «Doklady Akademii Nauk SSSR,» vol. 58:567, 1947.
- [93] S. McFadden et D. J. Browne, «generalized version of an Ivantsov-based dendrite growth model incorporating a facility for solute measurement ahead of the tip,» *Computational Materials Science*, vol. 55, pp. 245-254, 2012.
- [94] X. Tong et C. Beckermann, «Technical Note Integral solutions of diffusion controlled dendrite tip growth,» *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 41, pp. 4025-4029, 1998.
- [95] M. Bobadilla, J. Lacaze et G. Lesoult, «Influence des conditions de solidification sur le déroulement de la solidification des aciers inoxydables austénitiques,» *Journal of Crystal Growth*, vol. 89, pp. 531-544, 1988).
- [96] M. Rappaz, S. A. David, J. M. Vitek et L. A. Boatner, «Analysis of Solidification Microstructures in Fe-Ni-Cr Single-Crystal Welds,» *Metallurgical Transactions*, vol. 21A, pp. 1764-1782, 1989.
- [97] M. Rappaz, S. A. David, J. M. Vitek et L. A. Boatner, «Development of Microstructures in Fe-15Ni-15Cr Single Crystal Electron Beam Welds,» *METALLURGICAL TRANSACTIONS*, vol. 20, pp. 1125-1138, 1989.

- [98] G. Guillemot et C.-A. Gandin, «Morphological stability of spherical particles - Extension of the Mullins-Sekerka criteria to multi-component alloys under a non-stationary diffusive regime,» *Acta Materialia*, vol. 205, 2021.
- [99] S. J. Rothman, L. J. Nowicki et G. E. Murch, «Self-diffusion in austenitic Fe-Cr-Ni alloys,» *J. Phys. F: Met. Phys.*, vol. 10, pp. 382-398, 1980.
- [100] K.-Y. Tsai, M.-H. Tsai et J.-W. Yeh, «Sluggish diffusion in Co–Cr–Fe–Mn–Ni high-entropy alloys,» *Acta Materialia*, vol. 61, pp. 4887-4897, 2013.
- [101] C. P. Heijwegen, «Diffusion in the binary systems of molybdenum with nickel, iron and cobalt,» Thèse de doctorat, 1973.
- [102] C.-A. Gandin, G. Guillemot, B. Appolaire et T. Niane, «Boundary layer correlation for dendrite tip growth with fluid flow,» *Materials Science and Engineering*, vol. 342, pp. 44-50, 2003.
- [103] P.-1. Geslin, C.-H. Chen, A. M. Tabrizi et A. Karma, «Dendritic needle network modeling of the Columnar-to-Equiaxed transition. Part I: two dimensional formulation and comparison with theory,» *Acta Materialia*, vol. 202, pp. 42-54, 2021.
- [104] M. Yang, L. Wang et W. Yan, «Phase-field modeling of grain evolution in additive manufacturing with addition of reinforcing particles,» *Additive Manufacturing*, vol. 47, 2021.
- [105] S. M. Elahi, R. Tavakoli, I. Romero et D. Tournet, «Grain growth competition during melt pool solidification — Comparing phase-field and cellular automaton models,» *Computational Materials Science*, vol. 216, 2023.
- [106] C.-A. Gandin, «A three-dimensional Cellular Automaton–Finite Element model for the prediction of solidification grain structures,» *Metallurgical and Materials Transactions*, vol. 30A, pp. 3153-3165, 1999.
- [107] S. Chen, «Three dimensional Cellular Automaton-Finite Element (CAFE) modeling for the grain structures development in Gas Tungsten / Metal Arc Welding processes,» Thèse de doctorat, 2014.
- [108] T. Carozzani, H. Dignonnet et C.-A. Gandin, «3D CAFE modeling of grain structures: application to primary dendritic and secondary eutectic solidification,» *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, vol. 20, 2012.
- [109] L. Cao, «Mesoscopic-scale numerical investigation including the influence of scanning strategy on selective laser melting process,» *Computational Materials Science*, vol. 189, 2021.
- [110] Z. Wu, S. P. Narra et A. Rollett, «Exploring the fabrication limits of thin-wall structures in a laser powder bed fusion process,» *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 110, p. 191–207, 2020.
- [111] B. Nijhuis, H. Geijselaers et A. van den Boogaard, «Efficient thermal simulation of large-scale metal additive manufacturing using hot element addition,» *Computers and Structures*, vol. 245, 2021.
- [112] Y. Liu, «Numerical and experimental investigation into the subsequent thermal cycling during selective laser melting of multi-layer 316L stainless steel,» *Optics and Laser Technology*, vol. 98, pp. 23-32, 2018.
- [113] S. I. Shahabad, U. Usman Ali, Z. Zhang, A. Keshavarzkermani, R. Esmailizadeh, A. Bonakdar et E. Toyserkani, «On the effect of thin-wall thickness on melt pool dimensions in laser powder-

- bed fusion of Hastelloy X: Numerical modeling and experimental validation,» *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 75, pp. 435-449, 2022.
- [114] F. Cao, H. Zhang, H. Zhou, Y. Han, S. Li, Y. Ran, J. Zhang, K. Miao, Z. Lu et D. Li, «The Effect of Scanning Strategies on FeCrAl Nuclear Thin-Wall Cladding Manufacturing Accuracy by Laser Powder Bed Fusion,» *Crystals*, vol. 12, 2022.
- [115] X. Wang, J. Muñoz-Lerma, O. Sanchez-Mata, M. Attarian Shandiz, N. Brodusch, R. Gauvin et M. Brochu, «Characterization of single crystalline austenitic stainless steel thin struts processed by laser powder bed fusion,» *Scripta Materialia*, vol. 163, pp. 51-56, 2019.
- [116] I. Yadroitsev et I. Smurov, «Surface Morphology in Selective Laser Melting of Metal Powders,» *Physics Procedia*, vol. 12, pp. 264-270, 2011.
- [117] Y. Bai, C. Zhao, D. Wang et H. Wang, «Evolution mechanism of surface morphology and internal hole defect of 18Ni300 maraging steel fabricated by selective laser melting,» *Journal of Materials Processing Tech.*, vol. 299, 2022.
- [118] S. Joshi, J. Hildebrand, A. S. Aloraier et T. Rabczuk, «Characterization of material properties and heat source parameters in welding simulation of two overlapping beads on a substrate plate,» *Computational Materials Science*, vol. 69, pp. 559-565, 2013.
- [119] F. Cabanettes, «Topography of as built surfaces generated in metal additive manufacturing: A multi scale analysis from form to roughness,» *Precision Engineering*, vol. 52, pp. 249-265, 2018.
- [120] N. Nadammal, S. Cabeza, T. Mishurova, T. Thiede, A. Kromm, C. Seyfert, L. Farahbod, C. Haberland, J. A. Schneider, P. D. Portella et G. Bruno, «Effect of hatch length on the development of microstructure, texture and residual stresses in selective laser melted superalloy Inconel 718,» *Materials and Design*, vol. 134, pp. 139-150, 2017.
- [121] J. A. Koepf, M. R. Gotterbarm, M. Markl et C. Körner, «3D multi-layer grain structure simulation of powder bed fusion additive manufacturing,» *Acta Materialia*, vol. 152, pp. 119-126, 2018.
- [122] B. Liu, B.-Q. Li et Z. Li, «Selective laser remelting of an additive layer manufacturing process on AlSi10Mg,» *Results in Physics*, vol. 12, pp. 982-988, 2019.
- [123] L. Depradeux, «Simulation numérique du soudage-acier 316L : validation sur cas tests de complexité croissante, Thèse de doctorat,» 2004.
- [124] P. Pichler, «Measurements of thermophysical properties of solid and liquid NIST SRM 316L stainless steel,» *Journal of materials science*, vol. 55, pp. 4081-4093, 2020.
- [125] C. S. Kim, «Thermophysical properties of stainless steels,» 1975.
- [126] C. Y. Ho, «Electrical resistivity and thermal conductivity of nine selected AISI stainless steels,» 1977.
- [127] T. Charras et F. D. Paola, «La procédure PASAPAS,» 2011.
- [128] M. Rappaz et C.-A. Gandin, «Probabilistic modelling of microstructure formation in solidification processes,» *Acta metall. mater.*, vol. 41, n° 12, pp. 345-360, 1993.
- [129] H. W. Hesselbarth, «Simulation of recrystallization by cellular automata,» *Acta metallurgica materialia*, vol. 39, n° 19, pp. 2135-2143, 1991.
- [130] G. Guillemot, O. Senninger, C. A. Hareland et P. W. Voorhees, «Thermodynamic coupling in the computation of dendrite growth kinetics for multicomponent alloys,» *Calphad*, n° 177, 2022.

- [131] S. R. Chang, J. M. Kim et C. P. Hong, «Numerical Simulation of Microstructure Evolution of Al Alloys in Centrifugal Casting,» *ISIJ International*, vol. 41, n° 17, pp. 738-747, 2001.
- [132] W. S. Ping, L. D. Rong, G. J. Jie, L. C. Yun, S. Y. Qing et F. H. Zhi, «Numerical simulation of microstructure evolution of Ti-6Al-4V alloy in vertical centrifugal casting,» *Materials Science and Engineering*, vol. 426, pp. 240-249, 2006.
- [133] P. Thèvoz, J. L. Desbiolles et M. Rappze, «Modeling of Equiaxed Microstructure Formation in Casting,» *Metallurgical Transactions*, vol. 20, pp. 311-322, 1989.
- [134] T. Carozzani, «Développement d'un modèle 3D Automate Cellulaires-Eléments Finis (CAFE) parallèle pour la prédiction de structures de grains lors de la solidification d'alliages métalliques,» Thèse de doctorat, 2012.
- [135] S. Kikuchi et S. Nishikawa, «Diffraction of Cathode Rays by Mica,» *Nature*, vol. 121, n° 13061, pp. 1019-1020, 1928.
- [136] A. Rollett, *Grain Boundary Engineering & Coincident Site Lattice (CSL) Theory*, 2016.
- [137] Y.-C. Xia, X.-M. Chen, Y.-C. Lin et X.-Z. Lu, «Evolution of Annealing Twins in a Hot Deformed Nickel-Based Superalloy,» *Materials*, vol. 15, n° 17, 2022.
- [138] L. Priester, «Structures et défauts de structure des joints de grains,» *PlastOx 2007*, p. 45-55, 2009.
- [139] S. Li, B. Cai, R. Duan, L. Tang, Z. Song, D. White, O. V. Magdysyuk et M. M. Attallah, «Synchrotron Characterisation of Ultra-Fine Grain TiB₂/Al-Cu Composite Fabricated by Laser Powder Bed Fusion,» *Acta Metallurgica Sinica*, vol. 35, pp. 78-92, 2022.
- [140] F. Li, Z. Li, C. Tang, L. Zhang, Q. Tan, C. Chen, M. Zhang et K. Zhou, «Design high-strength Al-Mg-Si alloy fabricated by laser powder bed fusion: Cracking suppression and strengthening mechanism,» *Materials Science & Engineering*, vol. 864, 2023.
- [141] J. K. Mackenzie, «Second Paper On Statistics Associated with the random Disorientation of Cubes,» *Biometrika*, vol. 45, 1958.
- [142] J. Pauza et A. Rollett, «Simulation Study of Hatch Spacing and Layer Thickness Effects on Microstructure in Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing using a Texture-Aware Solidification Potts Model,» *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 30, n° 19, 2021.
- [143] T. Baudin, «Analyse EBSD - Principe et cartographies d'orientations,» *Techniques de l'ingénieur*, 2010.
- [144] C. Tang, K. Le et C. H. Wong, «Physics of humping formation in laser powder bed fusion,» *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 149, 2020.
- [145] D. Gu, M. Xia et D. Dai, «On the role of powder flow behavior in fluid thermodynamics and laser processability of Ni-based composites by selective laser melting,» *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 137, pp. 67-78, 2019.
- [146] M. C. Nguyen, «Modélisation et simulation multiphysique du bain de fusion en soudage à l'arc TIG,» Thèse de doctorat, 2016.
- [147] A. Bin Anwar et Q.-C. Pham, «Selective laser melting of AlSi10Mg: Effects of scan direction, partplacement and inert gas flow velocity on tensile strength,» *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 240, pp. 388-396, 2017.

- [148] M. Rombouts, «Photopyroelectric measurements of thermal conductivity of metallic powders,» *Journal of Applied Physic*, vol. 97, 2005.
- [149] P. Mohammadpour et A. B. Phillion, «Solidification microstructure selection maps for laser powder bed fusion of multicomponent alloys,» chez *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng*, 2020.

Résumé :

Le modèle de simulation numérique appelé CA-FE, permet de simuler la structure de grains obtenue lors du procédé de fabrication additive par fusion laser sur lit de poudre (L-PBF). Le modèle CA-FE chaîne deux calculs : la simulation des champs de températures au cours du procédé par Éléments Finis (FE : Finite Element), puis de la solidification des grains cristallographiques par Automates Cellulaires (CA : Cellular Automaton). Des résultats expérimentaux réalisés avec une poudre en acier 316L viennent en parallèle enrichir le programme et valider les résultats obtenus. Le programme développé est ainsi capable de simuler différents montages multicordons en acier 316L. Il a été testé pour simuler la fabrication de montages en « murs », fabriqués par la superposition de monocordons réalisés dans les différentes couches de poudre déposées. L'objectif est d'observer l'influence sur la microstructure de paramètres du procédé : les paramètres du laser (puissance, vitesse), et les paramètres géométriques (épaisseur de couche, nombre de cordons). Des montages ont été fabriqués à l'ENSAM/PIMM lors d'une campagne d'essai et ont été simulés en utilisant les mêmes paramètres. La comparaison expérimental/numérique révèle des résultats assez proches, les grains cristallographiques croissent de manière colonnaire et sont orientés dans la direction de fabrication. Nous observons aussi un grossissement des grains avec le nombre de couches. Il est donc possible de valider le programme pour des cas simples de murs.

En parallèle, l'influence de la poudre a été étudiée en utilisant une seconde poudre en 316L fabriquée par la société PRAXAIR, poudre atomisée à l'argon dont la composition change légèrement par rapport à la première poudre utilisée. Des montages en « murs » ont été réalisés dans les mêmes conditions que ci-dessus. Des structures de grains équiaxes ont été observées sur ces murs. Pour pouvoir simuler les structures granulaires obtenues avec cette seconde poudre, un modèle de germination a été ajouté dans le programme CA-FE. Les murs alors obtenus par simulation ont des structures de grains proches de l'équiaxe.

Abstract :

A numerical simulation model named CA-FE, allows simulating grain structure obtained during the additive manufacturing process call laser powder bed fusion (L-PBF). The CA-FE model links two calculus: temperature field simulation during the process with Finite Elements (FE), then crystallographic grain solidification with Cellular Automaton (CA). Experimental results run in parallel to enrich the program and validate the obtained results. The developed program is thus able to simulate different multi-layer arrangements. It has been tested to simulate manufacturing of "wall" arrangements obtained by the superposition of monocords made in the different layers of deposited powder. The goal is to observe influence of process parameters on microstructure: laser parameters (power, speed), and geometrical parameters (layer thickness, number of ropes). The walls samples were manufactured at ENSAM/PIMM, and were simulated using the same parameters. Experimental/numerical comparison revealed similar results, with grains growing in a columnar way and oriented along the building direction. We observe also an enlargement of grains with number of layers. It is possible to validate the program for simple wall cases.

Simultaneously, the influence of the powder was studied using a second 316L powder manufactured by the company PRAXAIR, an argon-atomized 316L powder with varying composition compared to the first powder. Walls samples were manufactured under the same conditions as mentioned above. Equiaxed grains structures were observed on these walls. To be able to simulate the granular structures obtained with this second powder, a germination model was added to the CA-FE program. The resulting walls obtained by simulation exhibit grain structures close to equiaxed.