

**« Conférence MATERIAUX 2018 » – 19-23 novembre 2018 – Strasbourg**  
**Conférences du Cetim sur la fabrication additive**

**Corrélation microstructure / comportement en corrosion de l'acier 17-4 PH élaboré par fusion laser sur lit de poudre**

Adrien Barroux\*<sup>1,2</sup>, Nadège Ducommun<sup>2</sup>, Eric Nivet<sup>2</sup>, Lydia Laffont<sup>1</sup>, Jean-Michel Sobrino<sup>3</sup>, Christine Blanc<sup>1</sup>

<sup>1</sup>CIRIMAT, Université de Toulouse, CNRS, ENSIACET, 4 allée Emile Monso, BP 44362, 31030 Toulouse, <sup>2</sup>CETIM, Pôle matériaux métallique et surface, 74, route de la Jonelière CS 82617, 44326 Nantes, <sup>3</sup>CETIM, Pôle matériaux métallique et surface, 52 Avenue Félix Louat, CS 80067, 60304 Senlis, France

Ces dernières années, la fabrication additive s'est imposée comme un procédé de fabrication innovant et offrant une alternative aux procédés de fabrication conventionnels utilisés dans de nombreux secteurs industriels. En effet, la fabrication additive présente de nombreux atouts comme la possibilité de faire des pièces à géométrie complexe, avec un temps de fabrication très court qui permet un prototypage rapide. Les pièces issues de la fabrication additive, et notamment du procédé de fusion laser sur lit de poudre, sont de plus en plus utilisées par les industriels avec l'objectif de remplacer les pièces issues de la métallurgie conventionnelle par une seule pièce adaptée issue de la fabrication additive. Mais la spécificité des microstructures générées par ce nouveau procédé, avec en particulier des défauts hérités de la fabrication, peut impacter grandement les propriétés et la durabilité du matériau en particulier son comportement en corrosion.

Les travaux présentés ici concernent l'acier inoxydable martensitique 17-4 PH, élaboré par fusion laser sur lit de poudre. Son comportement en corrosion est ici comparé à celui d'un acier 17-4 PH issu de la métallurgie conventionnelle. Pour cela, diverses méthodes électrochimiques globales comme des suivis du potentiel de corrosion, le tracé de courbes de polarisation et des mesures d'impédance électrochimique ont été mises en œuvre et combinées à des mesures plus locales réalisées via un microscope électrochimique à balayage. L'acier issu de la métallurgie conventionnelle et celui issu de la fabrication additive ont été étudiés à l'état brut de réception mais aussi à l'état H900, qui correspond à un traitement de mise en solution à 1040 °C, suivi d'une trempe et d'un revenu d'1h à 480 °C. Les microstructures générées ont été caractérisées sur la base d'observations par microscopie à différentes échelles et d'analyses par diffraction des électrons rétrodiffusés. Le traitement H900 a servi de référence pour évaluer l'impact du procédé de fabrication sur les caractéristiques microstructurales et électrochimiques de l'acier.

Les premiers résultats montrent qu'à l'état brut de lasage, le comportement en corrosion de pièces issues de la fabrication additive est différent selon le plan exposé au milieu agressif en accord avec l'anisotropie microstructurale de ces pièces. De plus, bien que générant une homogénéisation de la microstructure, les traitements thermiques appliqués aux éprouvettes issues de la fabrication additive dégradent leur comportement en corrosion par comparaison à l'acier conventionnel. Ainsi, à traitement thermique équivalent, le procédé de fusion laser semble entraîner une diminution de la résistance à la corrosion du matériau surtout au niveau du contour des éprouvettes qui présente une microstructure particulière.

## Etude de la sensibilité à la corrosion sous contrainte d'un acier inoxydable martensitique obtenu par fabrication additive

Nizar Guennouni\* 1, 2, Eric Andrieu<sup>1</sup>, Dominique Poquillon<sup>1</sup>, Jean-Michel Sobrino<sup>3</sup>, Daniel Maisonnette<sup>2</sup>, José Bolivar<sup>2</sup>, Christine Blanc<sup>1</sup>

1CIRIMAT, Université de Toulouse, CNRS, ENSIACET, 4 allée Emile Monso, BP 44362, 31030 Toulouse cedex 04, 2CETIM, Pôle Matériaux Métalliques et Surfaces, 7 Rue de la Presse, 42000, Saint-Étienne, 3CETIM, Pôle Matériaux Métalliques et Surfaces, 52 Avenue Félix Louat, 60300, Senlis, France

Dans le contexte industriel actuel, la fabrication additive est un procédé qui répond à différentes attentes, telles que la réduction de la perte matière, la possibilité de réaliser des pièces à géométrie complexe, la promesse d'élaborer des pièces *net shape*... Néanmoins, ce procédé génère des contraintes résiduelles, des porosités et une microstructure hétérogène... ces paramètres microstructuraux devant être contrôlés pour maîtriser la durabilité du matériau.

Cette étude porte sur la sensibilité à la corrosion sous contrainte (CSC) de l'acier inoxydable martensitique 17-4 PH, durci par précipitation de cuivre, obtenu par fabrication additive (fusion laser). De façon à évaluer l'impact du procédé de fusion laser sur les propriétés de l'acier 17-4 PH, les résultats obtenus pour le matériau issu de la fusion laser ont été comparés à ceux du matériau obtenu par voie conventionnelle qui servira de référence. Ces deux matériaux ont été étudiés à leur état « brut de réception » ainsi que pour un état métallurgique de référence très employé pour le 17-4 PH, le traitement H900 qui correspond à une mise en solution à 1040 °C, suivie d'une trempe puis d'un revenu à 480 °C pendant 1 h. De surcroît, le matériau obtenu par fabrication additive a subi 4 traitements exploratoires supplémentaires, qui sont des variantes du traitement H900, pour étudier leur impact sur les propriétés du matériau. Les différentes microstructures générées ont été caractérisées en mettant en œuvre des outils variés comme la microscopie optique, les microscopies électroniques à balayage et en transmission. Des essais de CSC ont été réalisés dans un milieu NaCl 3,5% massique : il s'agit notamment d'essais à déformation imposée ( $80\% \sigma_e$ ) interrompus avant rupture de l'éprouvette et suivis d'un essai de traction pour mesurer les propriétés mécaniques résiduelles. Ces essais ont été couplés à des observations des faciès de rupture. Certaines éprouvettes ont été laissées à leur potentiel de corrosion, tandis que d'autres ont été polarisées en cours d'essai.

Les premiers résultats mettent en évidence l'hétérogénéité de la microstructure obtenue en fabrication additive, notamment avec des tailles de grains allant de quelques micromètres à une centaine de micromètres. Après le traitement de référence, la microstructure devient plus proche de ce qui est observé en métallurgie conventionnelle. Cependant, l'influence du procédé n'est pas complètement effacée. Pour ce qui concerne le comportement en CSC, les résultats montrent que les propriétés mécaniques résiduelles (après essai de CSC) des échantillons issus de la fabrication additive sont plus faibles que celles des matériaux conventionnels, pour les mêmes conditions d'essai.

## **Durabilité de l'acier AISI 316L issu de fabrication additive : influence de la microstructure brute et de la surface brute sur la résistance à la corrosion**

Tiphaine Schott<sup>1</sup>, Romaric Maillard<sup>1</sup>, Christophe Grosjean<sup>2</sup>, Jérôme Thabourey<sup>1</sup>, Françoise Liautaud<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Cetim Grand Est, 21 rue de Chemnitz, 68068 Mulhouse Cedex, France

<sup>2</sup>Cetim, 7 rue de la Presse, 42000 Saint-Etienne, France

Les techniques de fabrication additive (FA) doivent devenir à terme un mode important d'obtention de pièces polymères et métalliques. Un des freins actuels de leur utilisation plus conséquente est une mauvaise connaissance des propriétés liées à la durabilité des pièces. Même pour l'acier inoxydable AISI 316L (EN 1.4404), qui est pourtant largement utilisé dans les secteurs du transport ou de l'énergie, peu d'études ont été effectuées sur les pièces issues de FA, et des résultats contradictoires concernant leur tenue à la corrosion ont été rapportés. Il est donc aujourd'hui nécessaire de mieux comprendre les liens entre ce procédé de fabrication et la résistance à la corrosion des pièces obtenues.

Dans ce but, le comportement du 316L issu du procédé SLM (Selective Laser Melting) a été étudié à différents états de surface en solution saline à 25°C via des techniques électrochimiques (suivi du potentiel, polarisation, impédance). Des essais comparatifs sur un 316L issu de fabrication conventionnelle (barre corroyée, tôle) ont également été menés pour évaluer leur résistance à la corrosion dans les mêmes conditions. Toutes les électrodes ont été caractérisées avant et après essais pour évaluer l'impact de leurs propriétés sur le type de corrosion et sa sévérité.

Nous avons ainsi observé qu'à état de surface équivalent, la microstructure du 316L issu de FA est plus résistante à la corrosion localisée que celle obtenue par les méthodes conventionnelles. En particulier, en milieu peu concentré (0.3 g/l NaCl), la différence de potentiel de dépassivation dépasse 200 mV entre les deux types de microstructures, et aucune piqûre n'a pu être décelée après polarisation en surface ou dans les pores du matériau obtenu par FA. Dans une solution de 9 g/l NaCl en revanche, des piqûres sont développées sur ce matériau. Elles ne sont néanmoins pas systématiquement amorcées dans les porosités, contrairement à ce qui était attendu. À microstructure équivalente, la surface brute de FA est moins résistante à la corrosion qu'une surface polie de FA, quelle que soit la concentration en sel. En effet, la poudre partiellement fondue présente sur la surface brute est particulièrement sensible à la corrosion et la topographie de surface favorise la corrosion caverneuse.

Ces résultats seront complétés par l'étude de l'influence des post-traitements, des paramètres et du procédé de FA, afin d'établir une base de données comparative et de mieux connaître la relation entre les conditions de fabrication et les phénomènes de corrosion.

## Traitements thermiques et essais de corrosion sur un alliage de cobalt au chrome Co-Cr réalisé en fabrication additive LBM

Christophe REYNAUD<sup>1</sup>, Benoit VERQUIN<sup>1</sup>, Simon FRAPPART\*<sup>2</sup>, Guillaume RUCKERT<sup>2</sup>, Valérie GUNENTHIRAM<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Pôle PPI, CETIM, Saint-Etienne, <sup>2</sup>CESMAN, Naval Group, Bouguenais, France

Le Cetim s'est intéressé au développement d'un alliage Co-Cr-Mo obtenu par fusion laser sur lit de poudre (LBM) initialement pour des applications d'implants orthopédiques. Des traitements thermiques d'optimisation de microstructure ont été effectués pour répondre à leurs besoins fonctionnels. Ceux-ci ont conduit à des propriétés tribologiques accrues et des propriétés mécaniques supérieures aux mêmes alliages mis en forme par fonderie. Cet alliage est maintenant utilisé en production pour la fabrication d'implants. Suite à ces essais, une évaluation des performances de ce matériau pour des applications navales a été engagée. Les travaux réalisés par Naval Group montrent une tenue à la corrosion élevée, même comparativement aux alliages base nickel utilisés classiquement pour des circuits d'eau de mer. Pour cette étude, des éprouvettes en alliage de Co-Cr (selon ASTM F75) ont été fabriquées en LBM. Ce procédé permet d'obtenir une microstructure fine avec moins de précipités et des propriétés mécaniques supérieures à celles observées en fonderie. A l'état brut de fabrication, la microstructure est constituée de grains colonnaires, de liserés de phases intermétalliques ou carbures qui conduisent à des propriétés fortement anisotropes et également à un allongement à la rupture faible. Pour résoudre ces problèmes liés à la microstructure, différentes gammes de traitement thermique ont été développées en combinant traitement de détente, re-densification par CIC, homogénéisation suivie d'une trempe gaz. Le traitement thermique retenu permet d'obtenir une microstructure constituée essentiellement de grains équiaxes de phase cubique à faces centrées avec quelques précipités aux joints de grains. Celle-ci s'apparente à celle observée sur des produits forgés traités thermiquement tout en maintenant des propriétés isotropes et une ductilité élevée. Pour les applications orthopédiques, cette solution a été validée par des essais de tribo-corrosion bille-plan en sérum de bovin. Le matériau LBM présente comparativement au matériau de fonderie F75: (1) un coefficient de frottement supérieur, (2) une plus faible usure et (3) une aptitude moindre à la dépassivation; donc plus résistant à la corrosion, au final. Pour les applications navales, une immersion en eau de mer naturelle pendant 6 mois montre que le potentiel libre tend vers de + 300 mV/ECS, valeur caractéristique du développement d'un biofilm sur un alliage inoxydable. Des essais de corrosion caverneuse spécialement développés pour répondre à un besoin de tenue en eau de mer naturelle ont également été menés. Ces tests ont mis en évidence l'absence de corrosion en contact métal/métal à 80 °C ce qui, comparativement à des alliages base nickel de type A625 ou des alliages inoxydables super-austénitiques, est intéressant pour des applications potentielles en contact avec l'eau de mer.