



**HAL**  
open science

## Oxydation à haute température d'échantillons en Inconel 718 réalisés par fabrication additive : influence de l'état de surface et de la microstructure

Tom Sanviemvongsak, Daniel Monceau, Bruno Macquaire

### ► To cite this version:

Tom Sanviemvongsak, Daniel Monceau, Bruno Macquaire. Oxydation à haute température d'échantillons en Inconel 718 réalisés par fabrication additive : influence de l'état de surface et de la microstructure. *Traitements & Matériaux*, 2019, 458, pp.43-48. hal-02363308

**HAL Id: hal-02363308**

**<https://hal.science/hal-02363308>**

Submitted on 14 Nov 2019

**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.





## Open Archive Toulouse Archive Ouverte (OATAO)

OATAO is an open access repository that collects the work of Toulouse researchers and makes it freely available over the web where possible

This is an author's version published in: <http://oatao.univ-toulouse.fr/25081>

**To cite this version:**

Sanviemvongsak, Tom  and Monceau, Daniel  and Macquaire, Bruno  
*Oxydation à haute température d'échantillons en Inconel 718 réalisés par fabrication additive : influence de l'état de surface et de la microstructure.*  
(2019) *Traitements & Matériaux*, 458. 43-48. ISSN 2108-2804

Any correspondence concerning this service should be sent  
to the repository administrator: [tech-oatao@listes-diff.inp-toulouse.fr](mailto:tech-oatao@listes-diff.inp-toulouse.fr)

# Oxydation à haute température d'échantillons en Inconel 718 réalisés par fabrication additive : influence de l'état de surface et de la microstructure

Tom Sanviemvongsak<sup>a,b,\*</sup>, Daniel Monceau<sup>b</sup>, Bruno Macquaire<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Safran Tech, Magny-les-Hameaux, <sup>b</sup> Cirimat, Toulouse

Les matériaux issus de la fabrication additive sont-ils aussi performants que leurs homologues forgés ou coulés, en termes de résistance à l'oxydation ? Le comportement d'échantillons en IN 718 produits par fusion laser et faisceau d'électrons, est comparé à celui d'un alliage de référence forgé-traité.

**A**utrefois réservés uniquement au prototypage et à la fabrication d'outillages, les procédés de Fabrication Additive (FA) permettent désormais de produire en petites séries des pièces métalliques et céramiques au design complexe. Aujourd'hui des pièces fabriquées par des procédés conventionnels (fonderie, forgeage ou laminage) sont amenées à être remplacées par des pièces issues de la FA dans le but d'optimiser le design fonctionnel des composants tout en diminuant la quantité de matière perdue. Quelques exemples de pièces fabriquées par Fusion Sélective par Laser (SLM) sont présentés **figure 1**, les injecteurs et tourbillonneurs du moteur Arrano de Safran Helicopter Engines et le distributeur du groupe auxiliaire de puissance de Safran Power Units. Les pièces fonctionnant à haute température sont sujettes à l'oxydation au contact de l'air et à la corrosion à chaud au contact des gaz de combustion et des vapeurs d'eau salée [1]. Il est important de s'assurer que ces nouveaux matériaux imprimés sont aussi durables que leurs homologues issus des procédés conventionnels : coulés, forgés ou laminés.

Ces travaux de recherche ont donné lieu à une publication en 2018 [2]. Cet article résume les résultats publiés sur l'impact de l'état de surface sur la cinétique d'oxydation isotherme et présente quelques résultats sur l'oxydation

intergranulaire. Le comportement en oxydation à haute température des alliages 718 produits par fusion laser sélective (SLM, Selective Laser Melting) et fusion par faisceau d'électrons (EBM, Electron Beam Melting), est comparé à celui d'un échantillon de référence 718 forgé et traité (AMS 5662). Les essais d'oxydation isotherme sous air du laboratoire ont été réalisés à 850 °C afin de comparer les résultats obtenus à ceux de la littérature et accentuer les phénomènes d'oxydation. Cet article se focalise sur l'impact de l'état de surface et de la microstructure des échantillons fabriqués par FA, sur leur résistance à l'oxydation à haute température. Une corrélation quantitative entre l'état de surface et les cinétiques d'oxydation a été déterminée.

## Inconel 718 : microstructures et états de surface

L'Inconel 718 (NiCr19Fe19Nb5Mo3), élaboré en 1959, est un superalliage à base de nickel. Il est

employé dans l'aéronautique et le nucléaire pour ses propriétés mécaniques et sa résistance aux environnements oxydant et corrosif jusqu'à une température pouvant atteindre 700 °C [3]. Au-delà de cette température, il perd ses bonnes propriétés mécaniques. Il est conçu pour résister au fluage et à la fatigue, et dans une moindre mesure à la corrosion à chaud. Sa matrice austénitique  $\gamma$ -Ni, est durcie par solution solide, par insertion du chrome et du molybdène, et durcie par précipitation des phases  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>(Al,Ti) (cubique),  $\gamma''$ -Ni<sub>3</sub>Nb (tétragonal) et  $\delta$ -Ni<sub>3</sub>Nb (orthorhombique). Après un traitement thermique optimal (Ho+R<sub>2</sub>), la fraction volumique de  $\gamma'$ - $\gamma''$  atteint 15-17 %, avec une fraction volumique de  $\gamma''$  4 fois plus importante que  $\gamma'$  [4]. Il est constitué de 19 %m. de chrome, ce qui fait de lui un chromino-formeur (Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), et lui confère une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion à haute température.

Les matériaux issus de la FA ont été élaborés à SafranTech (Magny-les-Hameaux) et ont été étudiés dans leur état brut de fabrication. Ils ont été réalisés suivant les paramètres recommandés par les fabricants de machines. Les échantillons SLM ont été conçus avec une

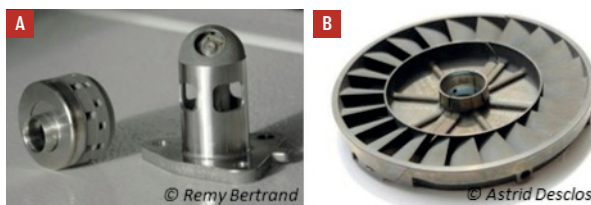


FIGURE 1 : (a) Injecteur et tourbillonneur du moteur Arrano de Safran Helicopter Engines, (b) Distributeur du groupe auxiliaire de puissance de Safran Power Units.

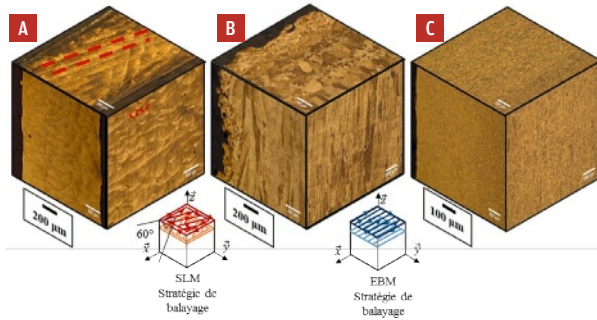


FIGURE 2 : Micrographie optique des microstructures initiales des alliages IN 718 attaquées à l'acide Kalling n°2 et observées suivant les trois plans de construction : (a) SLM brut de fabrication, (b) EBM brut de fabrication, (c) Forgé-traité (AMS 5662) d'après [2].

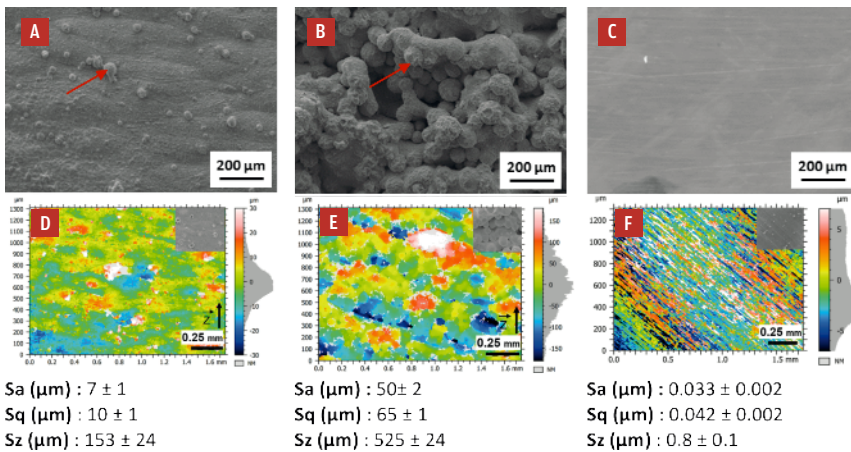


FIGURE 3 : Micrographies MEB des surfaces brutes oxydées 1 000 h à 850 °C : (a) SLM, (b) EBM, (c) Forgé-traité (AMS 5662) et leurs cartographies de rugosité respectives prises au microscope interférométrique (MAG 10X, ± 1 nm de résolution verticale) à variation de focus (MAG 10X, ± 1 µm de résolution verticale) sur le plan (XZ) parallèle au sens de construction pour les échantillons FA : (d), (e), (f), d'après [2].

machine EOS M290 tandis que les échantillons EBM ont été conçus avec une machine ARCAM A2X. Le détail des paramètres et des poudres utilisées est décrit ailleurs [2]. Les échantillons de FA ont été comparés à une référence forgé/traité (AMS 5662) d'Aubert et Duval. La figure 2 (a) présente la microstructure typique de ces matériaux fabriqués par procédé SLM. A savoir, une microstructure qui présente des pointes des bords de fusion en forme de gaussiennes visibles sur les plans (XZ) et (YZ) de l'échantillon SLM, ainsi que les passes du faisceau laser qui sont visibles sur le plan (XY) perpendiculaire aux sens de construction. Sur l'échantillon EBM, figure 2 (b), on observe des grains equiaxes proches de la surface, et colonnaires au cœur du matériau. La présence de ces grains colonnaires est due au gradient thermique provoqué par la fabrication

couche par couche. Contrairement aux échantillons de FA, l'échantillon forgé-traité présente une microstructure homogène avec de petits grains visibles sur la figure 2 (c). Ces différences de microstructure ont un impact sur la résistance mécanique [5]. Pour se rapprocher au mieux des propriétés mécaniques d'un échantillon forgé, il est parfois nécessaire d'établir trois étapes de post traitement. Le recuit de détente est réalisé en sortie de chambre de fabrication directement avec le plateau de construction. Il est utilisé pour réduire les contraintes résiduelles. Il est très souvent suivi d'une compression isostatique à chaud, utilisée pour refermer les éventuels pores présents au cœur du matériau. Enfin, il est parfois nécessaire d'effectuer les traitements thermiques standards (homogénéisation et revenu) pour reprecipiter ou remettre

en solution les phases souhaitées, et ainsi s'approcher de la microstructure et des propriétés mécaniques de l'alliage de référence [6]. L'état de surface des échantillons a été caractérisé au microscope interférométrique à variation de focus. L'une des particularités des procédés de FA est leur grande rugosité, surtout sur les plans (XZ) et (YZ), parallèles à la direction de fabrication. En effet, dans notre cas, l'échantillon SLM dévoile quelques particules de matière isolées frittées à la surface et présente une rugosité arithmétique<sup>(1)</sup> (Sa) d'environ 7 µm, figure 3 (a) (d). Tandis que l'échantillon EBM, observé figure 3 (b) (e), dévoile une surface entièrement recouverte de particules de poudre, et présente une rugosité de 50 µm, quasiment 10 fois plus élevée que l'échantillon LBM. Ces fortes rugosités de surface sont directement liées aux « paramètres laser » (contour, motifs, puissance laser etc.) et aux « paramètres procédé » (épaisseur du lit de poudre, inclinaison, préchauffage des poudres etc.). Il existe un effet dit « escalier », qui est dû à la fabrication couche par couche et qui est directement lié à l'épaisseur du lit de poudre. Les défauts apparaissent alors sous forme de renflements d'une épaisseur proche de celle du lit de poudre fusionné. Ce défaut est d'avantage amplifié avec la courbure et l'inclinaison des surfaces [7] et a une conséquence sur les profils d'ondulation. Dans notre cas, la forte rugosité de l'échantillon 718 EBM (Sa 50 µm) est principalement due à la poudre frittée à la surface, un défaut appelé effet « grattons » directement lié au procédé. En effet, au cours du procédé EBM, le lit de poudre est entièrement préchauffé à une température atteignant 1 000 °C, soit environ 0.8 fois la température de fusion (K) de l'IN 718, dans le but de fritter le lit de poudre et éviter les phénomènes de répulsion électrostatique des poudres [8, 9]. Tandis que sur l'échantillon SLM (Sa 7 µm), les particules de matière isolées seraient essentiellement dues à « l'effet balling », la matière fusionnée et projetée en dehors du bain de fusion sous forme de gouttelettes, très souvent avec une taille plus petite que les particules de poudre utilisées [7]. Ainsi, en fabrication additive, il est possible de minimiser la rugosité en jouant sur les paramètres procédé et laser mais seulement jusqu'à un certain point. Aujourd'hui, avec les moyens actuels, il est impossible d'atteindre l'état de surface d'une pièce moulée ou usinée. De plus, la rugosité de l'échantillon EBM est étroitement liée à la taille des particules de poudre utilisées

(1) Sa, Sq, Sz : Respectivement paramètres de rugosité arithmétique, quadratique et hauteur maximale d'un profil 3D (équivalent aux paramètres Ra, Rq et Rz d'un profil 2D).

et sera toujours supérieure à celle d'un échantillon SLM notamment à cause du préfrittage du lit poudre, ce qui pourrait limiter l'utilisation de cette machine de fabrication.

## Cinétiques d'oxydation et impact de l'état de surface

Les essais d'oxydation isotherme des trois alliages 718 (SLM, EBM et forgé) ont été réalisés à 850 °C sous air dans un four à moufle sans circulation forcée d'air pour une durée de 1000 h. Concernant les échantillons de FA, deux lots d'échantillons ont été étudiés. Des échantillons avec leurs surfaces brutes et des échantillons entièrement polis au papier SiC au grade P600. Les échantillons forgés ont été entièrement polis au papier SiC au grade P600 ou P80. Ces essais ont été réalisés sur des échantillons (15 × 10 × 2 mm) prélevés sur des plaques de FA et forgé. Par conséquent toutes les faces des échantillons ne sont pas brutes de fabrication. Ainsi, les faces issues de la découpe ont été polies et la proportion de surface brute a été mesurée. La **figure 4 (a)** présente les cinétiques d'oxydation. Après 1000 h d'oxydation, l'ensemble des échantillons présente un faible gain de masse compris entre 0.4 mg.cm<sup>-2</sup> pour les échantillons EBM est poli et forgé poli, et 1.2 mg.cm<sup>-2</sup> pour les échantillons EBM avec surface brute. Ces deniers présentent un gain de masse entre 3 et 4 fois plus élevé que les échantillons SLM ou forgé. Mais on observe qu'une fois l'échantillon EBM poli, il se comporte aussi bien qu'un forgé-traité poli. De plus, aucun impact de l'état de surface sur l'échantillon SLM n'a été observé, contrairement à l'échantillon EBM. On observe **figure 4(b)** que l'ensemble des cinétiques d'oxydation suivent une loi parabolique. Par conséquent, les réactions d'oxydation sont contrôlées par les phénomènes de diffusion atomique, la cinétique d'oxydation peut être décrite par une loi parabolique du type <sup>[10]</sup> :

$$\frac{m}{s} = \sqrt{k_p} \times \sqrt{t} + \text{Constante} \quad (1)$$

où Δm (mg) est la variation de masse mesurée, s (cm<sup>2</sup>) est l'aire de la surface de l'échantillon, t (s) le temps d'oxydation et k<sub>p</sub> (mg<sup>2</sup>.cm<sup>-4</sup>.s<sup>-1</sup>) la constante parabolique d'oxydation déterminée à partir de la pente de la fonction linéaire ( $\frac{\Delta m}{s} = f(\sqrt{t})$ ). Le **tableau 1** présente les k<sub>p</sub> compris entre

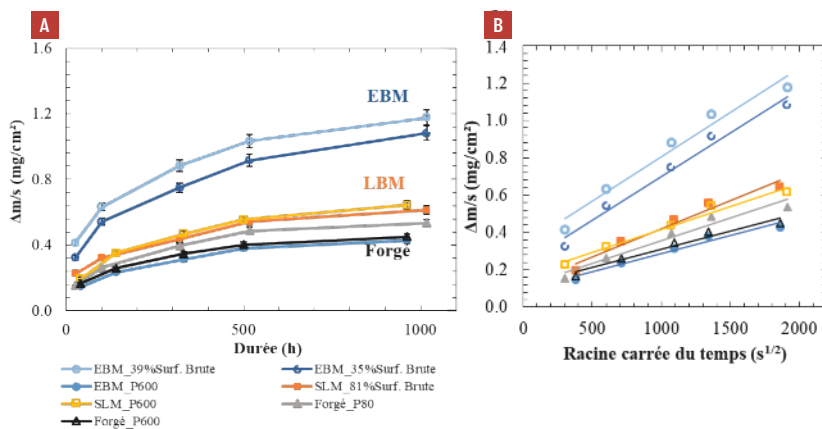


FIGURE 4 : Cinétiques d'oxydation isotherme des trois alliages 718 (LBM, EBM et forgé) à 850 °C sous air durant 1000 h d'après [2].

Procédés	Surface	k <sub>p</sub> (mg <sup>2</sup> .cm <sup>-4</sup> .s <sup>-1</sup> )	Épaisseur couche d'oxyde mesurée (μm)
SLM	P600	0.98 × 10 <sup>-7</sup>	3.7 ± 0.1
SLM	81 % Surf. brute	0.63 × 10 <sup>-7</sup>	3.6 ± 0.5
EBM	P600	0.41 × 10 <sup>-7</sup>	2.6 ± 0.2
EBM	35 % Surf. brute	2.3 × 10 <sup>-7</sup>	3.0 ± 0.5
EBM	39 % Surf. brute	2.4 × 10 <sup>-7</sup>	-
Forgé	P600	0.42 × 10 <sup>-7</sup>	3.4 ± 0.6
Forgé	P80	0.66 × 10 <sup>-7</sup>	-

TABLEAU 1 : Constantes parabolique d'oxydation pour des essais isothermes sous air à 850 °C durant 1000 h.

0.4 × 10<sup>-7</sup> mg<sup>2</sup>.cm<sup>-4</sup>.s<sup>-1</sup> pour les échantillons EBM poli et forgé poli, et 2.7 × 10<sup>-7</sup> mg<sup>2</sup>.cm<sup>-4</sup>.s<sup>-1</sup> pour un échantillon EBM avec surface brute. Pour résumer, les compositions chimiques initiales ainsi que la nature des oxydes formés analysés ailleurs <sup>[2]</sup>, sont quasiment identiques, les épaisseurs d'oxyde mesurées sont quasiment identiques, donc ces facteurs n'expliquent pas l'écart de cinétique d'oxydation entre un échantillon avec surface brute et polie. De plus, en coupe, de l'oxydation intergranulaire a été observée et quantifiée sur les différents matériaux. Les résultats ne montrent pas de différence significative en termes de quantité d'oxydation intergranulaire. Il faut noter que le gain de masse correspondant à l'oxydation intergranulaire est petit devant celui associé à la formation de la couche d'oxyde externe <sup>[2]</sup>. Le dernier facteur qui pourrait être la cause de cet écart dans les prises de masse, est l'état de surface qui n'est pas pris en compte dans la détermination des cinétiques d'oxydation et le calcul des

constantes paraboliques d'oxydation. En effet, les surfaces brutes et polies ont été mesurées au pied à coulisse, avec une précision de ± 0.02mm, et correspondent tous deux à une surface projetée. La suite de cet article présente une méthode pour estimer l'aire réelle de la surface des échantillons. On définit et calcule un facteur de correction de surface Ψ, le ratio entre une surface développée et une surface projetée.

## Modélisation de surface développée à partir des paramètres de rugosité

La **figure 5** présente les profils de rugosité 2D les surfaces brutes des échantillons SLM et EBM. En faisant l'hypothèse que les profils de rugosité peuvent être assimilés à une sinusoïde, il est possible d'extraire une valeur d'amplitude ainsi qu'une valeur de période. D'après la norme ISO 4287, il existe un paramètre noté R<sub>c</sub>, décrit comme étant la moyenne des hauteurs successives entre un pic et une vallée (Z<sub>t</sub>). Ce paramètre est



traduit par l'équation (2) et peut être assimilé à une amplitude moyenne.

$$R_c, W_c = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m Zt_i \quad (2)$$

Le second paramètre RSm, est un indicateur spatial qui correspond à la distance moyenne entre un pic et la vallée successive (Xsi). Ce paramètre peut être assimilé à la période moyenne de la sinusoïdale.

$$RS_m, WS_m = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m Xs_i \quad (3)$$

À partir de ces paramètres d'amplitude (Rc, A) et de période (RSm,  $\vec{\lambda}$  B) et (Rsm,  $\vec{\nu}$ , C), il est possible de représenter les surfaces par un modèle sinusoïdal (équation (4)) ou en créneaux. C'est à partir de ces modèles (équations (5)(6)) que  $\Psi$  (sans unité), est déterminé **tableau 3**. Pour

la surface SLM, le ratio de surface calculé  $\Psi_{EBM}$  est compris entre 1.3 et 2.0, contre  $\Psi_{ELM}$  compris entre 2.9 et 4.6 pour l'échantillon EBM. Les résultats ne sont pas aberrants lorsque l'on sait que le ratio de surface d'une sphère sur son plan projeté est de 4.1. De plus, ces ratios ont été comparés avec ceux déterminés par une autre méthode établie à partir des  $k_p$  [2]. Si on fait l'hypothèse que les différences de gain de masse des échantillons bruts et polis ne sont dues qu'à leur aire de surface, on peut estimer l'aire des échantillons bruts à partir de la racine carrée du ratio des  $k_p$  mesurés. On trouve que  $\Psi_{kp,SLM} = 1.4$  et  $\Psi_{kp,EBM} = 4.1$  [2]. Ainsi la surface brute d'un échantillon SLM serait sous-estimée d'un facteur inférieur à 2, qui n'impacterait pas de façon considérable la cinétique d'oxydation. Alors qu'une surface brute EBM serait sous-estimée d'un facteur 4, ce qui aurait une conséquence directe sur les cinétiques d'oxydation et la détermination de la constante parabolique d'oxydation à partir des gains de masse.

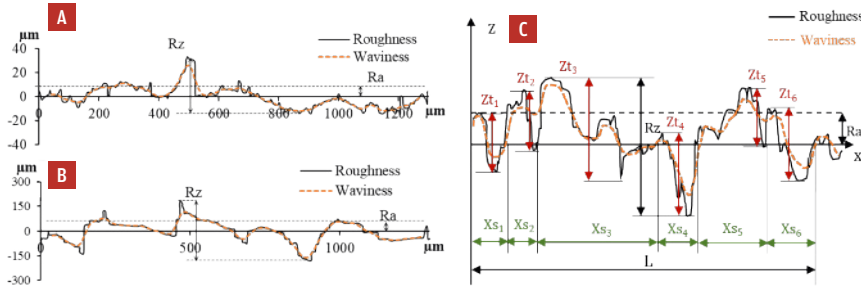


FIGURE 5 : (a) Profil de rugosité 2D d'une surface SLM brute mesuré microscope à variation de focus, (b) Profil de rugosité 2D d'une surface SLM brute mesuré microscope à variation de focus, (c) Description des paramètres de rugosité ISO 4287, d'après [2].

Surface sinusoïdale =

$$f(x,y) = \frac{A}{2} \left( \sin\left(\frac{2\pi}{B} \cdot x\right) + \sin\left(\frac{2\pi}{C} \cdot y\right) \right) \quad (4)$$

;  $0 \leq x \leq B$ ;  $0 \leq y \leq C$

$\Psi$  Surface sinusoïdale =

$$\frac{\int_0^B \int_0^C \sqrt{1 + \left(\frac{\partial f(x,y)}{\partial x}\right)^2 + \left(\frac{\partial f(x,y)}{\partial y}\right)^2} dx dy}{B \times C} \quad (5)$$

$\Psi$  Surface créneaux =

$$1 + 2A \left( \frac{1}{B} + \frac{1}{C} \right) \quad (6)$$

Par conséquent, si l'on souhaite introduire ce facteur correction de ratio de surface, la loi parabolique d'oxydation peut être écrite :

$$\frac{\Delta m}{\Psi \times S} = \sqrt{k_p} \times \sqrt{t} \text{ avec } \Psi = \frac{S_{\text{réelle}}}{S_{\text{projetée}}} \quad (7)$$

### Impact de la microstructure

Bien que la quantité d'oxyde intergranulaire soit limitée, les échantillons issus de la FA ont montré des différences de profondeur et d'épaisseur d'oxyde intergranulaire. La **figure 6** montre les coupes transverses des échantillons SLM, EBM et forgés oxydés à 850 °C sous air durant 3000 h. La nature de la couche d'oxyde a été caractérisée [2], elle est principalement composée d'une couche de chromine (Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). On

	SLM surface brute	EBM surface brute
Sa (µm)	7 ± 1	50 ± 2
A : Rc (µm)	17 ± 3	181 ± 32
B : RSm (// dir. de fab.) (µm)	54 ± 7	234 ± 21
C : RSm (Ødir. de fab.) (µm)	93 ± 18	174 ± 12

TABLEAU 2 : Mesure des paramètres de rugosité Rc et RSm, ISO 4287

Ratio des surfaces :			
	Sinusoïdal	Créneaux	Sphérique
LBM	1.3	2.0	
EBM	2.9	4.6	4.1

TABLEAU 3 : Ratios de surface estimés à partir des différents modèles numériques

trouve également des précipités  $\delta$ -Ni<sub>3</sub>Nb à l'interface métal/oxyde et de l'alumine ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dans les joints de grains. Suivant le procédé, la phase  $\delta$  se présente sous différentes formes. Sur l'ensemble des trois échantillons, on la retrouve globulaire ou sous forme de plaquettes dans les joints de grains. Cependant dans les grains, on note des différences. L'échantillon EBM présente de la phase  $\delta$  aciculaire plus grande que dans l'échantillon SLM. Cette différence est certainement due au fait que cette phase était déjà présente dans les échantillons EBM bruts de fabrication contrairement à ceux issus du procédé SLM [11], pour lequel ce serait la phase  $\gamma''$  qui se stabiliserait en phase  $\delta$ , donc de plus petite taille. Mais dans l'échantillon forgé, très peu de précipités  $\delta$  sont visibles dans les grains. Les procédés de déformation à chaud limitent la croissance de la phase  $\delta$  aciculaire dans les grains [12].

L'oxydation intergranulaire a été quantifiée, **figure 7**. Les images MEB ainsi que l'analyse quantitative montrent des joints de

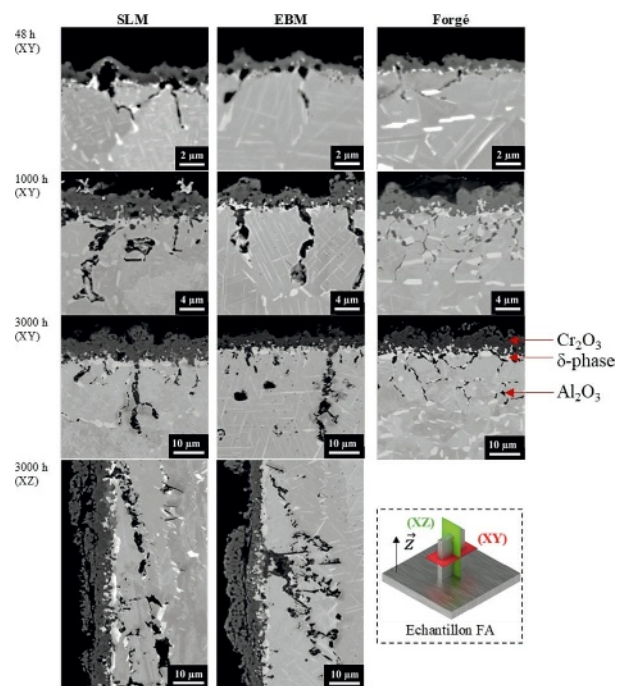
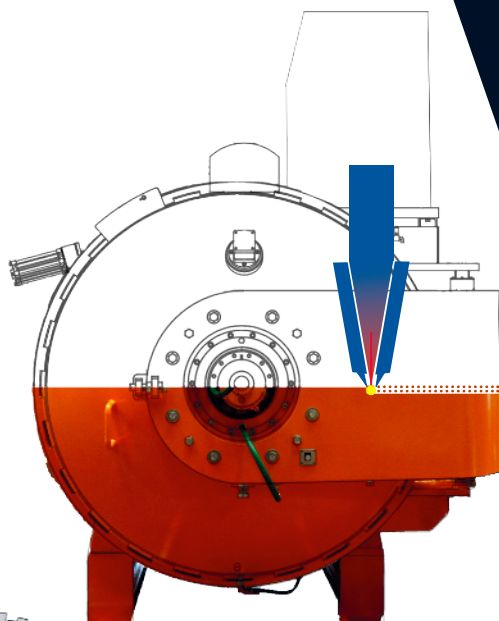


FIGURE 6 : Images MEB-rétrodiffusées des coupes transverses des échantillons SLM, EBM et forgés, tous polis P600 oxydés sous air à 850 °C.

## Impression 3D en cours...

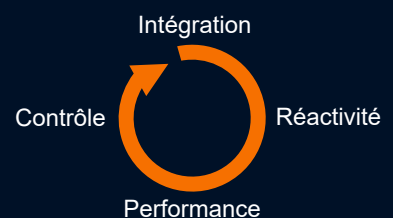


Fabricant de fours sous vide depuis 1947.

## Maîtrisez vos processus

Fours de traitement thermique pour les post-traitements de pièces métalliques issues de fabrication additive.

- Détensionnement
- Mise en solution
- Trempe
- Revenu
- Vieillessement



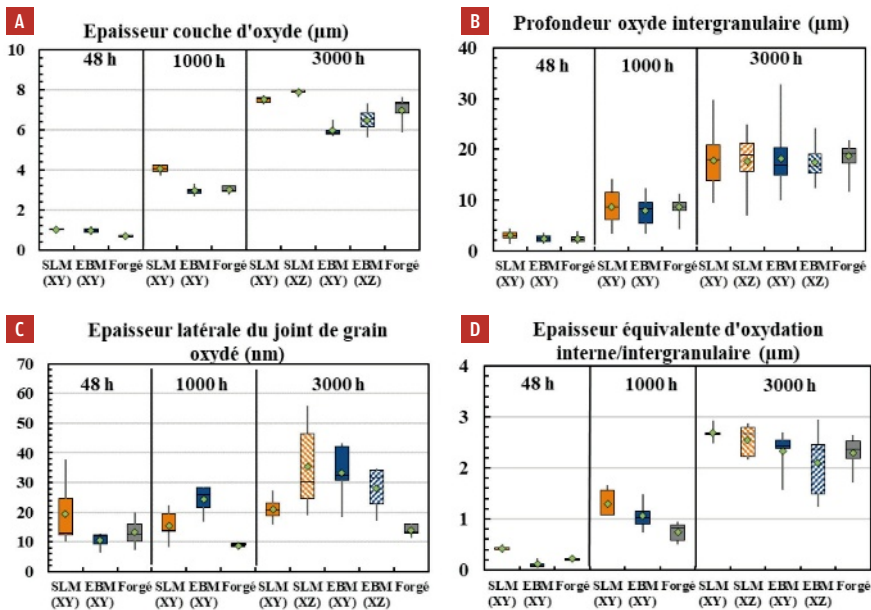
### IMPRESSION 3D MÉTAL



- Aéronautique
- Energie
- Médical
- Sports automobiles
- Prototypage, R&D...

B.M.I. Fours Industriels  
65, rue du Ruisseau  
F - 38297 Saint-Quentin-Fallavier

T: +33 4 74 94 34 44  
F: +33 4 74 94 10 06  
www.bmi-fours.com



**FIGURE 7 :** Quantification de l'oxydation externe et intergranulaire des échantillons SLM, EBM et forgé, tous polis au papier SIC au grade P600, oxydés à 850 °C sous air durant 3000 h.

grains oxydés plus épais et plus profonds sur les échantillons issus de la FA, comparés à ceux de l'échantillon forgé qui présente des joints de grains oxydés plus fins et un front d'avancement d'oxyde plus homogène. Des analyses EBSD pour mesurer la désorientation entre deux grains, la texture cristallographique du matériau ou encore identifier la nature des joints de grain sont en cours,

afin de comprendre les différences d'oxydation intergranulaire observées.

## Conclusion

La nature et la morphologie des couches d'oxyde formées sur les échantillons d'alliage 718 issus de différents procédés de fabrication et avec différents états de surface, sont globalement similaires quel que

soit le procédé d'élaboration. Mais des différences de cinétiques d'oxydation exprimées en gains de masse ont été mises en évidence. Ces écarts sont principalement dus à la présence de particules de poudre frittées à la surface des échantillons élaborés par EBM. L'effet de rugosité sur les cinétiques d'oxydation a été quantitativement évalué. Les échantillons élaborés par FA pour ces essais ont montré un comportement en oxydation isotherme à 850 °C compétitif face à des échantillons forgés. Les échantillons bruts produits par EBM sont les plus rugueux et présentent des gains de masse supérieurs aux échantillons SLM ou forgé. Mais cette différence est seulement due à leur surface réelle qui est supérieure. Les épaisseurs de couche d'oxyde sont similaires pour tous les échantillons. Ces essais montrent que la microstructure est les défauts possibles de fabrication n'ont qu'une importance limitée vis-à-vis de la résistance à l'oxydation isotherme.

Cependant, tous les échantillons ont présenté de l'oxydation intergranulaire susceptible d'affecter leur comportement mécanique. Une analyse quantitative des cinétiques d'oxydation intergranulaire montre que les échantillons LBM et EBM présentent des joints de grains plus sensibles à l'oxydation comparés aux échantillons forgés. La taille des grains, leurs orientations cristallographiques ainsi que la nature des joints de grains peuvent être à l'origine de ces différences. Cette étude sur l'oxydation intergranulaire de l'IN 718 fait actuellement l'objet d'une étude complémentaire.

## Bibliographie

- [1] D.J. Young, High temperature oxidation and corrosion of metals, Elsevier, Amsterdam, 2008.
- [2] T. Sanviemvongsak, D. Monceau, B. Macquaire, High temperature oxidation of IN 718 manufactured by laser beam melting and electron beam melting: Effect of surface topography, Corrosion Science, 141 (2018) 127-145.
- [3] H.L. Eiselstein, Metallurgy of a columbium-hardened nickel-chromium-iron alloy, ASTM STP, (1965) 62-79.
- [4] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, S. Banerjee, Precipitation of the delta Ni<sub>3</sub>Nb phase in two nickel base superalloys, Metallurgical Transactions A, 19 (1988) 453-465.
- [5] D. Zhang, W. Niu, X. Cao, Z. Liu, Effect of standard heat treatment on the microstructure and mechanical properties of selective laser melting manufactured Inconel 718 superalloy, Materials Science and Engineering: A, 644 (2015) 32-40.
- [6] G.A. Rao, M. Kumar, M. Srinivas, D.S. Sarma, Effect of standard heat treatment on the microstructure and mechanical properties of hot isostatically pressed superalloy inconel 718, Materials Science and Engineering: A, 355 (2003) 114-125.
- [7] A. Boschetto, L. Bottini, F. Veniali, Roughness modeling of AlSi10Mg parts fabricated by selective laser melting, Journal of Materials Processing Technology, 241 (2017) 154-163.
- [8] N. Ahmed, B.M. Abdo, S. Darwish, K. Moiduddin, S. Pervaiz, A.M. Alahmari, M. Naveed, Electron beam melting of titanium alloy and surface finish improvement through rotary ultrasonic machining, The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 92 (2017) 3349-3361.
- [9] A. Safdar, H.Z. He, L.Y. Wei, A. Snis, L.E.C.d. Paz, Effect of process parameters settings and thickness on surface roughness of EBM produced Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V, Rapid Prototyping Journal, 18 (2012) 401-408.
- [10] B. Pieraggi, Calculations of parabolic rate constants, Oxidation of Metals, 27 (1987) 177-185.
- [11] K.A. Unocic, L.M. Kolbus, R.R. Dehoff, S.N. Dryepondt, B.A. Pint, High-Temperature Performance of UNS N07718 Processed by Additive Manufacturing, Corrosion 2014, (2014).
- [12] H.M. Lalvani, M.A. Rist, J.W. Brooks, Effect of Delta Phase on the Hot Deformation Behaviour and Microstructural Evolution of Inconel 718, Advanced Materials Research, 89-91 (2010) 313-318.