



**D R P I**

Direction Recherche  
Partenariats Innovation

## PROPOSITION DE SUJET POUR UN CONTRAT DOCTORAL

### Laboratoire

LaSIE

### École doctorale EUCLIDE

### Sujet de thèse

#### ***Intitulé scientifique***

*Influence de l'oxydation et du décapage sur la tenue mécanique d'alliages élaborés à partir de poudres par fabrication additive.*

#### ***Intitulé vulgarisé (explicite pour un non spécialiste)***

*Etude de la résistance et de la durabilité d'alliages métalliques fabriqués par impression 3D confrontés en service à des conditions environnementales agressives.*

### Direction de la thèse *Identité du/de la/des directeur·trice·s (grade, HDR) et des éventuels co-encadrant·e·s*

- 1) G. Bonnet (Professeur, directeur)
- 2) G. Boissonnet (MCF, coencadrant)

### Descriptif du sujet

*Éléments d'explication du sujet (enjeux scientifiques, applicatifs, sociétaux...)*

La génération et le stockage d'une énergie « zéro carbone » représentent deux défis majeurs de notre société. Une possibilité pour apporter une réponse est de mettre en œuvre l'élément hydrogène comme vecteur énergétique. La présence d'hydrogène et/ou de vapeur d'eau (contenant l'élément hydrogène) au sein des infrastructures est alors inéluctable mais, sous forme atomique, cationique ou moléculaire, l'hydrogène, plus petit élément chimique connu, s'avère capable de diffuser à travers les matériaux métalliques et les couches d'oxyde, provoquant des ruptures mécaniques fatales.

Concernant ce phénomène de diffusion de l'hydrogène dans les matériaux métalliques, le laboratoire LaSIE possède déjà une très grande expérience (thématique « relations microstructure et propriétés des matériaux »). En particulier, l'étude de S. Puydebois (thèse U. Grenoble-Alpes, 2019), co-dirigée par X. Feaugas, a permis de démontrer la forte corrélation entre la tenue mécanique d'un nouveau matériau (IN718) élaboré par fabrication additive et les changements microstructuraux (joints de grains, hétérogénéités microstructurales) observés par rapport à son homologue forgé [1]. Sur ce même matériau, la première étude publiée au niveau mondial, à l'issue du stage de M2 de C. Juillet (La Rochelle Univ, 2017), a également montré que le matériau issu de la fabrication additive réagit, en oxydation sous air, de manière opposée à celui élaboré par forgeage : une fois la couche d'oxyde développée, cette dernière devient imperméable à la pénétration de l'hydrogène (thématique « ingénierie des surfaces à haute température ») [2]. Ces observations ouvrent donc une **première piste d'étude** portant sur le rôle de la croissance des couches d'oxydes vis-à-vis de la perméation de l'hydrogène, qu'il convient maintenant

d'approfondir, à la fois pour des raisons scientifiques, applicatives et stratégiques du laboratoire (pôle hydrogène/haute température). La **deuxième piste principale du sujet de thèse** proposé consistera à établir des corrélations entre les propriétés de surfaces « parachevées » et la perméation d'hydrogène. En effet, la fabrication additive implique une étape de fusion des poudres (soudure), qui, à la fin du procédé, confère à la surface un aspect partiellement fondu. Il faut alors rectifier cette surface pour obtenir une rugosité superficielle maîtrisée. L'enlèvement mécanique est toutefois à proscrire lorsque les pièces sont de petite dimension ou d'épaisseur très faible. Nous proposons donc de mettre en œuvre des méthodes de décapage électrochimique [3] susceptibles de modifier l'état de surface tout en les passivant simultanément, en vue de réduire la pénétration de l'hydrogène dans le matériau métallique.

Les matériaux d'étude seront un superalliage à base nickel (ex. N18) et un acier typiquement utilisé dans les piles à combustible (FeCrAl ODS), élaborés dans le cadre des projets Européens H2020 « TOP-AM » et ERA-NET « REPOPART » à partir de poudres issues du recyclage.

La démarche consistera à combiner des approches thermodynamiques, de réactivité et de diffusion pour préciser les mécanismes mis en jeu selon les différents environnements envisagés (gaz, solution électrolytique). Une caractérisation microstructurale approfondie (MEB, FIB, MET, EDS, EBSD) devra être réalisée pour déterminer la métallurgie, la cristallographie et la composition des matériaux à échelle fine.

### Références bibliographiques :

- [1] S. Puydebois. Thèse doctorale : Fragilisation par l'hydrogène en fatigue oligocyclique de l'Inconel 718 issu d'un procédé de fabrication additive (LBM). Université de Grenoble-Alpes, 2019.
- [2] C. Juillet, A. Oudriss, J. Balmain, X. Feaugas, F. Pedraza, "Characterization and oxidation resistance of additive manufactured and forged IN718 Ni-based superalloys", Corrosion Science, 142 (2018), 266-276.
- [3] W. Power, F. Pedraza Diaz, B. Bouchaud: « Electrolytic stripping » EP2679705B1 (2015).

### Travail demandé au doctorant

*Préciser les tâches qui seront confiées au doctorant (programme de travail)*

Ce travail de thèse de déclinera en plusieurs tâches ou Works Package (WPs) :

- **WP1** - Etude bibliographique : état des avancées sur l'impact du procédé de fabrication additive sur les propriétés fonctionnelles des alliages base-nickel et aciers.
- **WP2** - Caractérisation métallurgiques des deux matériaux de l'étude.
- **WP3** - Oxydations à hautes températures selon différentes conditions. Caractérisations physico-chimiques et mécaniques des oxydes et des substrats.
- **WP4** - Etude de l'impact des conditions de décapage électrochimique sur les caractéristiques fonctionnelles des substrats, et de leur apport en hydrogène.
- **WP5** - Etude de la perméabilité à l'hydrogène des oxydes et surfaces passivées, et de leur éventuelle influence sur les caractéristiques mécaniques de l'alliage.

Ce travail se déroulera sur une période de 36 mois et sera réparti comme suit :

WPs	année 1	année 2	année 3
WP1	Etat de l'art	Livrable 1	
WP2	Caractérisation métallurgiques	Livrable 2	
WP3	Impact des conditions environnementales sur l'oxydation		
WP4	Influence du décapage électrochimique		
WP5	Etude de la perméabilité des oxydes à l'hydrogène		Livrable 3

- **Livrable 1 (T0+12)** : Rapport de 1<sup>ère</sup> année (étude bibliographique + caractérisations métallurgiques), faisant suite à un rapport intermédiaire à 6 mois.
- **Livrable 2 (T0+24)** : Rapport 2<sup>ème</sup> année (Impact des conditions environnementales sur l'oxydation et les caractéristiques mécaniques + décapage électrochimique), faisant suite à un rapport intermédiaire à 18 mois, + 1<sup>ère</sup> publication.
- **Livrable 3 (T0+36)** : mémoire de thèse + 2<sup>ème</sup> publication.

### Profil recherché :

Etudiant(e) titulaire d'un Master 2 ou équivalent en Sciences et génie des matériaux/métallurgie. Un (ou plusieurs) stage(s) effectué(s) dans des laboratoires de recherche spécialisés dans le domaine des revêtements, alliages métalliques, analyses métallurgiques, structurales et physico-chimiques constituera(ont) un atout supplémentaire. Le(la) candidat(e) devra en outre posséder de bonnes qualités rédactionnelles ainsi qu'un goût prononcé pour l'expérimentation.

Enfin, la capacité à travailler en équipe ainsi que l'aptitude à respecter un programme de travail seront des compétences particulièrement appréciées. Le(la) candidat(e) devra aussi être prêt(e) à effectuer des déplacements en France et à l'étranger.

**Langues** : Excellente maîtrise du français et de l'anglais (écrit et oral).

Student holding a Master 2 or equivalent in Materials Science /metallurgy with an internship in a research laboratory specialized in coatings, metal alloys, metallurgical analyses, material structure, physics, and chemistry. The candidate should possess good writing skills as well as a strong taste for experimentation.

Moreover, good teamwork capacities and the ability to respect work programmes are expected. A good availability is also required for travels in France and other foreign countries.

**Languages**: Excellent command of French and English (written and spoken)

### Modalités de candidature :

Le ou la candidate devra envoyer, **avant le 15 mai 2021**, CV et lettre de motivation à :  
[gbonnet@univ-lr.fr](mailto:gbonnet@univ-lr.fr) & [germain.boissonnet@univ-lr.fr](mailto:germain.boissonnet@univ-lr.fr)

Après examen des dossiers, les candidats retenus feront l'objet d'un entretien (éventuellement en visioconférence (via Zoom), selon le contexte).