



école doctorale **sciences pour l'ingénieur et microtechniques**

Titre de la thèse : Etude des mécanismes de formation de nanoprécipités d'oxydes dans l'acier inoxydable 316 L élaboré par procédés à solidification rapide : atomisation gazeuse et Fusion LASER sur Lit de Poudre (FLLP) / impact sur la résistance à la rupture

Laboratoire d'accueil : Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne UMR CNRS 6303, Univ. Bourgogne Franche Comté (UBFC), UTBM - Département PMDM-LERMPS, Site de Sévenans, 90010 Belfort cedex.

Spécialité du doctorat préparé : Sciences Pour l'Ingénieur et Microtechniques, option Matériaux

Mots-clefs : Solidification rapide, nanoprécipités, atomisation, SLM, résistance mécanique

Descriptif détaillé de la thèse :

Les procédés de fabrication additive (FA) liés à la métallurgie des poudres tels que la Fusion Laser sur Lit de Poudre (FLLP), la compression isostatique à chaud (CIC) ou la projection à froid ont été l'objet de nombreuses études et d'un développement important durant la dernière décennie. Ces procédés innovants permettent la conception de pièces alliant des formes complexes, optimisées pour l'allègement des structures, et des propriétés mécaniques adaptées aux applications finales. Cependant les caractéristiques mécaniques principalement étudiées sont les propriétés liées à la résistance à la traction et la dureté. La résistance aux chocs, à la rupture voire à la fatigue n'est que très rarement évaluée pour les pièces issues de fabrication additive. Les fabricants et fournisseurs de machines de FLLP notamment, qui garantissent un certain nombre de propriétés vis à vis des matériaux pouvant être élaborés sur leurs équipements, ne précisent jamais la résistance à la rupture. Cette évaluation incomplète des propriétés tend à être corrigée du fait principalement de l'industrie du nucléaire qui s'est tournée récemment vers les technologies de FA et qui nécessite des tenues à la rupture d'au minimum 100 J.

De récentes études concernant la résistance à la rupture de matériaux issus de FA ont démontré que ces derniers présentaient une ténacité inférieure à ceux élaborés par des procédés conventionnels (coulée, forgeage). L'origine de ce manque de tenue aux chocs semble avoir été identifiée mais nécessite de nouvelles études. La présence de nanoprécipités d'oxydes a en effet été détectée dans les procédés basés sur la métallurgie des poudres et semble fragiliser la structure des matériaux. L'influence réelle de ces oxydes dans la fragilisation des matériaux nécessite encore des recherches, leurs mécanismes de formation n'a pas encore été complètement et parfaitement identifiés et une solution pour diminuer leur impact ou les éliminer n'a pas été trouvée.

La thèse proposée par l'équipe Procédés Métallurgiques, Durabilité, Matériaux (PMDM) de Sévenans du laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne (ICB) repose sur l'étude de la formation des nanoprécipités d'oxydes observés lors de l'élaboration des matériaux, et en particulier de l'acier inoxydable 316L, par des procédés à solidification rapide (atomisation gazeuse et FLLP) en lien avec leur impact sur la résistance à la rupture. Cette thèse pourra s'appuyer sur un premier doctorat conduit au sein de l'équipe qui a étudié le lien entre les poudres et les propriétés des pièces élaborées par CIC (B.FLEISCHMANN « Influences du procédé d'atomisation et du matériau précurseur sur les mécanismes de compaction et les propriétés métallurgiques de pièces élaborées par CIC », Thèse Cifre ICB-MANOIR/SETTFORGE à soutenir 07/2022) et qui a permis d'identifier la présence des nanoprécipités d'oxydes aussi bien en surface des particules qu'au cœur des pièces élaborées par CIC. Ce nouveau projet de thèse a pour objectifs de poursuivre et élargir les investigations afin de:

- Caractériser les nanoprécipités d'oxydes aussi bien à la surface des particules que dans les pièces élaborées par FLLP
- Identifier les mécanismes de ségrégations des éléments avides d'oxygène lors de l'atomisation et lors de l'élaboration des pièces FLLP
- Comprendre les mécanismes de formation des nanoprécipités (poudre / FLLP)
- Confirmer l'influence de ces nanoprécipités sur la diminution de la résistance aux chocs
- Développer des solutions pour empêcher la formation des nanoprécipités et/ou réduire leur impact sur la résistance à la rupture

Références bibliographiques :

B. Fleischmann, J.Ph. Chateau-Cornu, L. Dembinski, O. Gyss, R. Bigot, Y. Danlos, J. Ghanbaja. Influence of particle size on surface oxide of 316L stainless steel powders for Hot Isostatic Pressing. *Materialia*. 2022, Vol. Online.

A. J. Cooper, N. I. Cooper, A. Bell, J. Dhers, A. H. Sherry. A Microstructural Study on the Observed Differences in Charpy Impact Behavior Between Hot Isostatically Pressed and Forged 304L and 316L Austenitic Stainless Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2015, Vol. 46.

A.J. Cooper, N.I. Cooper, J. Dhers, A.H. Sherry. Effect of Oxygen Content Upon the Microstructural and Mechanical Properties of Type 316L Austenitic Stainless Steel Manufactured by Hot Isostatic Pressing. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2016, Vol. 47.

Profil demandé :

Cette thèse s'adresse aux étudiants en fin de cursus d'Ingénieur ou Master, le candidat possèdera une formation scientifique solide en mécanique et/ou matériaux, avec un goût pour l'expérimentation. Les qualités souhaitées sont : la curiosité, la logique, le sérieux, la rigueur ainsi que l'honnêteté scientifique/intellectuelle. La capacité à travailler en équipe est également importante. Une expérience dans l'analyse par des techniques expérimentales de pointe ainsi que la compréhension des relations microstructures et propriétés mécaniques seront des atouts importants et très appréciés. Être capable de bien communiquer à l'écrit et à l'oral **en français** et en anglais est une qualité indispensable pour la sélection.

Financement : Contrat doctoral MESRI établissement, activités d'enseignement possibles si intérêt

Direction / codirection de la thèse :

Mme Cécile LANGLADE : cecile.langlade@utbm.fr , tél : +33 3 84 58 31 50

Mr Yoann DANLOS: yoann.danlos@utbm.fr

Mr Christophe VERDY: Christophe.verdy@utbm.fr

Candidatures :

Les dossiers de candidatures (CV+ relevés de notes + lettres de candidature) sont à envoyer à l'équipe encadrante.

Ouverture des candidatures : 15/04/2022.

Début du contrat : 10/2022



école doctorale **sciences pour l'ingénieur et microtechniques**

PhD title: Development of smart material design methods using 4D printing for highly productive manufacturing: thermal and thermomechanical effects

Host laboratory: Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne UMR CNRS 6303, Univ. Bourgogne Franche Comté (UBFC), UTBM - Département COMM, Site de Sévenans, 90010 Belfort Cedex.

Speciality of PhD: Sciences Pour l'Ingénieur et Microtechniques, option Mécanique Energétique.

Keywords: 3D-4D additive manufacturing, smart materials, thermal, thermo-mechanics, characterization, numerical modeling.

Job description:

Additive Manufacturing (AM) is now considered as a mechanical manufacturing process that can be used in the same way as conventional manufacturing processes (machining, injection molding, thermoforming, forging, etc.). For example, parts obtained by FA can be found in aircraft structures, satellites, etc.

This evolution of AM is mainly due to the freedom of shape allowed by the process itself. The development of various techniques based on the principle of layer-by-layer manufacturing and the improvement of the materials that can be shaped have been the driving forces for this evolution.

Many other techniques and materials dedicated to AF continue to be developed. In the wake of AF (commonly known as 3D printing), another manufacturing method has emerged: 4D printing, which is the result of the interaction between "smart materials", "additive manufacturing techniques" and "transformation principles" (change of morphology, shape, color, mechanical properties, phases, etc.).

Smart materials are materials whose state changes according to a stimulus. This is the case, for example, of thermochromic materials whose color changes in response to heat, or hydrogels that can contract according to the pH or temperature of an aqueous medium or light. The objects thus obtained have, in addition to an initial form (3D), the capacity to change state according to the stimuli to which the intelligent materials, which compose it, are sensitive.

The introduction of these new materials in many industrial systems, whether mechanical, thermal, electrical, ..., brings a certain originality on the way to study their behavior. Indeed, it would be possible to control and optimize many major parts of a system by using the appropriate material at the appropriate location and by adapting its properties to the expected operating conditions. These materials, described as intelligent, reactive and sensitive (e.g. polymers, shape memory alloys (e.g. NiTi, CuNiAl, ...)), are known for their reaction to the variations in physical quantities such as temperature, humidity, pressure or light, and have the ability to change properties, shape and behavior within a system.

The objective of the proposed work will be to continue the research initiated in the ICB-COMM laboratory on this topic of development and forming of intelligent materials, by analyzing their behavior to thermal, thermomechanical and hygrometric effects, and by adapting their functionality at the level of their macro and micro structures. The study and optimization of the behavior of these materials under the influence of, for example, thermal and/or hygrometric variations defined previously, will allow to add an additional and important dimension in the functioning of certain main parts within many systems. The applications are numerous, we can note for example:

- The aerospace field, where the use of smart materials could allow the opening or closing of satellite solar panel support bars according to the applied thermal conditions.
- The medical industry, where the shape-memory polymers could, for example, be inserted into the body and react to changes in its temperature to release, for example, antibiotics according to a predefined pattern.
- The building field where the combination of traditional building materials with smart materials could be an excellent solution to obtain structures able to change and adapt quickly enough to their environment.

- The building field where the combination of traditional building materials with smart materials could be an excellent solution to obtain structures able to change and adapt quickly enough to their environment. Other sectors such as energy production, automotive or aeronautics also offer an interesting opportunity for these new materials (4D AM).

Required work:

The expected objectives of this work of thesis are summarized by the following points:

- To study and understand the physical phenomena involved in these materials when they are subjected to changes in physical quantities such as temperature, humidity and pressure,
- Design new "intelligent" materials and carry out experimental tests to analyze their behavior and/or their form under the action of various physical conditions (thermal, hygrometric, etc.)
- Model physically the observed phenomena,
- Characterize the physical properties (thermal, mechanical, ...) required for the numerical modeling of the process.
- Validate the numerical and experimental results.
- Optimize the process based on an example of operation of these materials within a practical application.

References:

- [1] J.M. Jafferson, Debdutta Chatterjee. A review on polymeric materials in additive manufacturing. March 2021 Materials Today: Proceedings. DOI: 10.1016/j.matpr.2021.02.485
- [2] Yuxuan Wang, Yonghui Zhou, Lanying Lin, Jorge Corker, Mizi Fan. Overview of 3D additive manufacturing (AM) and corresponding AM composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Volume 139, December 2020, 106114.
- [3] Kirstie R. Ryan, Michael P. Down, Craig E. Banks. Future of additive manufacturing: Overview of 4D and 3D printed smart and advanced materials and their applications. Chemical Engineering Journal, Volume 403, 1 January 2021.
- [4] Florent Le Bourhis, Olivier Kerbrat, Jean-Yves Hascoët, Pascal Mognol. Sustainable manufacturing: evaluation and modeling of environmental impacts in additive manufacturing. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, Springer Verlag, 2013, pp.1-12. ff10.1007/s00170-013-5151-2ff. fhal-00881866.
- [5] Florence Pilate, Antoniya Toncheva, Philippe Dubois, Jean-Marie Raquez. Shape-memory polymers for multiple applications in the materials world. European Polymer Journal, Volume 80, July 2016, Pages 268-294
- [6] Carmen M. González-Henríquez, Mauricio A. Sarabia-Vallejos, Juan Rodríguez-Hernandez. Polymers for additive manufacturing and 4D-printing: Materials, methodologies, and biomedical applications. Progress in Polymer Science, Volume 94, July 2019, Pages 57-116.
- [7] Xiin Li, Jianzhong Shang, Zhuo Wang. Intelligent materials: A review of applications in 4D printing, April 2017, Assembly Automation 37(2):170-185 DOI:10.1108/AA-11-2015-093.
- [8] Kundakcioglu, E., Lazoglu, I. & Rawal, S. Transient thermal modeling of laser-based additive manufacturing for 3D freeform structures. *Int J Adv Manuf Technol* 85, 493–501 (2016).
- [9] M. Aghahadi, E. Padayodi, S. Abboudi, S.A. Bahrani. Physical modeling of heat and moisture transfer in wet bio-sourced insulating materials. Review of Scientific Instruments 2018, 89 (10), 104902.
- [10] G. Sossou, F. Demoly, H. Belkebir, H. J. Qi, S. Gomes, Gh. Montavon, Design for 4D printing: Modeling and computation of smart materials distributions, Materials & Design, Volume 181, 2019, 108074.
- [11] Yuze Li, Antonio Olmedilla, Miha Založnik, Julien Zollinger, Lucas Dembinski, et al.. Solidification microstructure during selective laser melting of Ni based superalloy: experiment and mesoscopic modelling. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, IOP Publishing, 2019, 529, pp.012004.

Candidate Profile:

The candidate must:

- Have competence in physical and numerical modelling of heat transfer phenomena and thermomechanical couplings,
- Have skills in metallic materials and metallurgy,
- Have some knowledge on 3D and 4D additive manufacturing design,

- Have a pronounced interest in experimentation and analysis of observed phenomena.
Some knowledge of experimental designs would be appreciated.

Financing Institution:

Application deadline:

Start of contract: october 2021

Supervisor(s) :

M. Saïd ABBOUDI: said.abboudi@utbm.fr, phone : +33 3 84 58 30 36

M. Lucas DEMBINSKI: lucas.dembinski@utbm.fr, phone : +33 3 84 58 32 06