



www.onera.fr

### PROPOSITION DE SUJET DE THESE

Intitulé: Mitigation of hydrogen embrittlement of the Inconel 718 produced by additive manufacturing using shot peening

Référence : **MAS-DMAS-2025-08** (à rappeler dans toute correspondance)

Début de la thèse : janvier 2026 Date limite de candidature : 15 avril 2025

Mots clés: additive manufacturing, Inconel 718, hydrogen transport, shot peening, mitigation,

fatigue

### Profil et compétences recherchées

Continuum mechanics, mechanical testing, hydrogen-material interactions, fatigue

### Présentation du projet doctoral, contexte et objectif

Hydrogen has been experimentally observed to alter the mechanical properties of metals and earlier failures when compared to hydrogen free environment. The term hydrogen embrittlement (HE) comes from the widely accepted view that hydrogen exposure causes the metal fracture surface to change from a ductile to a brittle appearance. It usually describes the decrease in fracture properties of metals resulting from the interplay of the material's microstructure, mechanical loading, and the hydrogen environment, which can originate from internal sources (forming processes) or external sources (gas or liquid contact). Recently, research on HE of additive manufacturing (AM) material has significantly increased since the resulting microstructure has no equivalent in conventional metals, which therefore may modify the underlying HE mechanisms. AM is a process in which parts are created by adding materials layer by layer. One key benefit of AM lies in its ability to fabricate intricate structures that would otherwise be unfeasible using conventional manufacturing techniques. For instance, the development of new generations of reusable rocket engines as well as decarbonizing power systems produced by additive manufacturing is under active investigations.

Shot peening is a surface treatment that can significantly increase the fatigue life of ductile metals. In fact, shot peening introduces beneficial (biaxial) compressive residual stress and cold hardening, but it also detrimentally increases surface roughness for conventional metals. However, in as-built AM metal parts that contain undesirable high surface roughness, shot peening reduces the surface roughness, leading to a beneficial effect on fatigue life compared to machined parts [1]. Remarkably, shot peening has been shown to mitigate and even eliminate HE of steel and aluminium alloys tested under monotonic loading [2,3]. In the project herein, we propose to study the effect of shot peening on HE under cyclic loading by examining the interplay between the beneficial compressive stresses in the near-surface regions and the increase of plastic deformation, which in turn increase the H-trapping sites by the dislocations. **To what extent shot peening can decrease HE and increase fatigue life is a question this thesis aims to address.** To align with the mentioned industrial application this project centers on the HE of the nickel-iron-based superalloy Inconel 718 (IN718) produced using the laser powder bed fusion (LPBF) AM method.

This thesis is conducted in partnership with École Polytechnique Montréal. As a result, the candidate will divide their time between Montréal and ONERA Châtillon, starting in Montréal.

[1] C. Bianchetti, M.G. Tsoutsouva, L. Toualbi, P. Kanouté, Surface treatment impact on fatigue life at 550 °C of the as-built Inconel 718 manufactured by laser-powder bed fusion, Mater.

Charact. 206 (2023) 113386. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2023.113386.

- Y. Wang, H. Xie, Z. Zhou, X. Li, W. Wu, J. Gong, Effect of shot peening coverage on hydrogen embrittlement of a ferrite-pearlite steel, Int. J. Hydrogen Energy. 45 (2020) 7169–7184. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2020.01.021.
- [3] M. Safyari, M. Moshtaghi, Role of Ultrasonic Shot Peening in Environmental Hydrogen Embrittlement Behavior of 7075-T6 Alloy, Hydrogen. 2 (2021) 377–385. https://doi.org/10.3390/hydrogen2030020.

Collaborations envisagées : Myriam Brochu (Polytechnique Montréal), Aurélien Vattré, Vincent Bonnand

#### Laboratoire d'accueil à l'ONERA

Département : Matériaux et Structures Lieu (centre ONERA) : Châtillon

Contact : Charles Bianchetti/Vincent Bonnand/Aurélien Vattré

Tél.: 0146734664 Email: <u>charles.bianchetti@onera.fr</u> aurelien.vattre@onera.fr / vincent.bonnand@onera.fr

### Directeur de thèse

Nom : Myriam Brochu / Aurélien Vattré Laboratoire : Polytechnique Montréal /

**ONERA** 

Tél.: (514) 340 4711 – poste 4614 Email: myriam.brochu@polymtl.ca

Pour plus d'informations : https://www.onera.fr/rejoindre-onera/la-formation-par-la-recherche

### NOTA:

La proposition de sujet de thèse est destinée à être publiée et doit être rédigée à destination des candidats. Eviter les acronymes et le jargon technique. Mettre en avant les compétences qui seront acquises au cours de la thèse.

La motivation de la proposition de sujet et les compléments à destination de la DSG sont à renseigner ci-dessous.

Le sujet doit impérativement être validé par le département du proposant et diffusé à la DSG par l'intermédiaire de l'Adjoint Scientifique.

### PARTIE DESTINEE EXCLUSIVEMENT A LA DSG

Les rubriques suivantes doivent être dûment renseignées :

## 1. Domaine et thématique scientifique, défi et feuille de route adressés

Domaine scientifique principal (MAS / MFE / PHY / SNA / TIS):

Thématique scientifique principale (liste <u>ici</u>) : Modélisation et caractérisation multi-échelle et multi-physique des matériaux

Défi du PSS (liste ici) : 06- Matériaux aérospatiaux stratégiques

Feuille(s) de route (liste <u>ici</u>): 01.X - Nouvelle génération d'aéronefs: autres activités (50%) / 08.01 - Conception de lanceurs innovants, économiques et réutilisables (50%)

### 2. Objet de la thèse

Cette thèse s'inscrit dans le cadre d'une demande de projet ERC (*European Research Council*) qui sera déposée le 14/10/2024 pour un  $T_0$  août 2025 si accepté. La thématique de ce projet ERC est la caractérisation et la modélisation de la fragilisation par hydrogène de l'inconel 718 de fabrication additive. Ce projet contient 3 thèses et 1 post-doctorat. La présente thèse se trouve à cheval entre un work package expérimental et un work package numérique du projet ERC.

Ce projet de thèse s'intéresse à la fragilisation par hydrogène d'un alliage inconel 718 fabriqué par fusion sur lit de poudre puis grenaillé.

L'hydrogène est utilisé par les lanceurs comme moyen de propulsion. L'une des problématiques majeures de l'hydrogène est sa capacité à s'insérer dans la matière qui le contient, et à la fragiliser [4,5]. Ceci se traduit par une perte des propriétés mécaniques au fil de temps, ce qui est d'autant plus préjudiciable dans le cadre des lanceurs réutilisables.

La fabrication additive est notamment utilisée dans l'industrie aérospatiale pour produire des pièces qui sont disposées dans les moteurs de fusées, comme celui du Vulcain 2 [6]. La fabrication additive possède de nombreux avantages par rapport aux fabrications traditionnelles, comme l'optimisation de formes géométriques, la rapidité de production et la diminution des coûts de production. Dans les moteurs de fusées, la proportion entre les pièces obtenues par fabrication additive et par voies d'élaboration conventionnelles devrait augmenter dans les années à venir. Il apparaît donc primordial de pouvoir adresser des sujets de recherche sur la tenue en service des matériaux issus de la fabrication additive dès aujourd'hui, afin d'être compétitif dans le futur. L'inconel 718 de fabrication additive est l'un des matériaux les plus utilisés dans les systèmes de propulsion aérospatiaux, et est ainsi le matériau proposé pour l'étude.

Le grenaillage est un procédé de traitement de surface utilisé dans l'industrie aéronautique afin d'augmenter les propriétés mécaniques de fatigue des matériaux métalliques [1,7–9]. Le grenaillage consiste à propulser des microbilles à la surface du matériau, afin de le déformer plastiquement sur une couche de quelques centaines de microns. Le grenaillage introduit des contraintes résiduelles de compression ainsi que de l'écrouissage, lesquels permettent d'augmenter les propriétés GEN-F160-11 (GEN-SCI-029)

mécaniques de fatigue du matériau cible. Bien que moins utilisé dans l'industrie aérospatiale, l'avènement des lanceurs réutilisables pourrait rendre son utilisation incontournable.

## 3. Descriptif de la thèse

a. Quels sont les problèmes qui se posent ?

Compréhension du phénomène de piégeage de l'hydrogène en présence de contraintes résiduelles de compression et d'écrouissage en extrême surface induit par le grenaillage.

Impact de la présence d'hydrogène dans un matériau grenaillé sur la réponse mécanique du matériau sous chargement monotone et cyclique. À cette fin, les évolutions de la diffusion/piégeage de l'hydrogène, de la relaxation des contraintes résiduelles et de l'écrouissage au cours du chargement mécanique seront caractérisées.

Modélisation du piégeage de l'hydrogène et les conséquences sur la réponse mécanique du matériau.

Caractérisation et modélisation de l'interaction hydrogène, grenaillage et phénomène de fatigue.

b. Quel est l'état de l'art ?

Certains auteurs [2,3] ont montré par des travaux expérimentaux récents que le grenaillage pouvait diminuer l'impact de la fragilisation par hydrogène, pour des alliages d'aluminium et d'acier. Ceci reste encore à être démontré pour des superalliages base nickel comme l'inconel 718 issu de fabrication additive. De plus, les auteurs précités ne se sont intéressés qu'à la fragilisation par hydrogène dans le cadre d'essais de traction monotone. En conséquence, il reste à identifier si le grenaillage peut protéger de la fragilisation par hydrogène dans le cas de chargements cycliques.

c. Quels sont les objectifs généraux et les perspectives au-delà de la thèse proprement dite ?

L'objectif principal de ce projet est d'étudier l'effet du grenaillage sur la fragilisation par hydrogène de l'inconel 718 de fabrication additive pour des cas d'applications sous chargement monotone et cyclique. La modélisation des phénomènes physiques mis en jeu est aussi prévue. En effet, la modélisation permettra d'optimiser l'impact du grenaillage sur la fragilisation par hydrogène sans repasser par de dispendieuses campagnes d'essais. Plus particulièrement, des modélisations à l'échelle des dislocations, tenant compte des changements microstructuraux introduit par le grenaillage comme les contraintes résiduelles et l'écrouissage [10], ainsi que leur interaction avec les phénomènes de piégeage d'hydrogène et de fatigue sont prévues.

### 4. Programme de la thèse

a. Quelles sont les questions scientifiques traitées ?

Quelle est le meilleur compromis entre la diminution de la fragilisation par hydrogène induit par le grenaillage et l'augmentation des propriétés en fatigue ?

Comment le grenaillage et l'hydrogène interagissent ?

Comment modéliser l'interaction grenaillage-hydrogène-fatigue

b. Quelles sont les approches scientifiques proposées : point de départ des travaux, démarches envisagées, moyens mis en œuvre ou expérimentations prévues ?

Cette thèse débutera à Polytechnique Montréal, où un examen pré-doctoral avec des cours en parallèle est obligatoire la première année. Cet examen a pour but de réaliser une revue de littérature complète suivi de la méthodologie de la thèse et d'exposer des résultats préliminaires. Un premier code de durée de vie basé sur le modèle de Navarro-Rios est espéré ressortir des résultats préliminaires.

A la suite de cette première étape, l'étudiant viendra à l'ONERA Châtillon afin de réaliser ses premiers essais, et développera en parallèle une nouvelle formulation du modèle de Navarro-Rios afin d'y introduire l'effet de l'hydrogène. En effet, ce modèle physique repose sur la théorie infinitésimale des dislocations et permet ainsi d'introduire des couplages physiques. Ce modèle a déjà été étendu pour l'application grenaillage en introduisant les valeurs des profils de contraintes résiduelles et d'écrouissage. Je pense que le formalisme peut être modifié pour y introduire les effets de l'hydrogène sur la propagation de fissures courtes.

### c. Programme prévu

Le programme de travail prévu est décrit par le Gantt à la Figure 1. La première étape consistera à réaliser une revue de la littérature sur le sujet de thèse, avec une première implémentation du modèle de Navarro-Rios sans l'effet de l'hydrogène. L'étudiant travaillera sur la reformulation de ce modèle tout au long de thèse afin d'y introduire l'effet de l'hydrogène. A la suite de cela des pions en IN718 de fabrication additive seront d'abord grenaillés puis chargés en hydrogène dans des conditions similaires aux essais mécaniques, et des mesures par spectroscopie de désorption thermique seront sous-traitées afin d'estimer les propriétés d'absorption, de diffusion et de piégeage de l'hydrogène. Ces mesures seront comparées avec celles réalisées dans le cadre d'une autre thèse sur des pions non grenaillés. Le but est d'identifier l'influence du grenaillage sur les mécanismes de piégeage de l'hydrogène.

A la suite de cela, des essais de traction à l'air et sous hydrogène d'éprouvettes grenaillées seront réalisés afin de caractériser le comportement elasto-visco-plastique du matériau grenaillé et sa sensibilité à la fragilisation par hydrogène. Ces données seront aussi comparées avec celles d'essais réalisées dans le cadre d'une autre thèse sur des échantillons non grenaillés.

Dans le but d'alimenter et de valider le modèle de Navarro-Rios, plusieurs essais mécaniques sont prévus. Tout d'abord, des essais de propagation de fissures longues seront réalisés à l'air sur des éprouvettes chargées et non chargées en hydrogène. A la suite de quoi des essais en fatigue à deux niveaux de contraintes seront réalisés sur des éprouvettes grenaillées et non grenaillées, ainsi que chargées et non chargées en hydrogène. Finalement, des essais interrompus seront réalisés afin d'obtenir des informations en 2D sur la propagation de fissures. La méthode des répliques pourra être utilisée, ou encore des aller-retours entre le MEB et la machine d'essai mécanique.

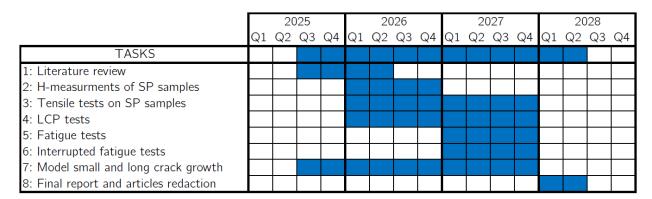


Figure 1. Tableau de Gantt du programme prévu

### d. Résultats attendus

- Données expérimentales en propagation de fissures et en fatigue sur la fragilisation par hydrogène
- Compréhension de l'interaction entre la durée de vie en fatigue, le grenaillage, et l'hydrogène
- Développent d'un nouveau formalisme sur l'interaction fissures courtes et hydrogène

Publications d'articles et présentations à des conférences

#### 5. Références

- [1] C. Bianchetti, M.G. Tsoutsouva, L. Toualbi, P. Kanouté, Surface treatment impact on fatigue life at 550 °C of the as-built Inconel 718 manufactured by laser-powder bed fusion, Mater. Charact. 206 (2023) 113386. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2023.113386.
- [2] Y. Wang, H. Xie, Z. Zhou, X. Li, W. Wu, J. Gong, Effect of shot peening coverage on hydrogen embrittlement of a ferrite-pearlite steel, Int. J. Hydrogen Energy. 45 (2020) 7169–7184. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2020.01.021.
- [3] M. Safyari, M. Moshtaghi, Role of Ultrasonic Shot Peening in Environmental Hydrogen Embrittlement Behavior of 7075-T6 Alloy, Hydrogen. 2 (2021) 377–385. https://doi.org/10.3390/hydrogen2030020.
- [4] L. Liu, K. Tanaka, A. Hirose, K.F. Kobayashi, Effects of precipitation phases on the hydrogen embrittlement sensitivity of inconel 718, Sci. Technol. Adv. Mater. 3 (2002). https://doi.org/10.1016/S1468-6996(02)00039-6.
- [5] X. Li, J. Zhang, E. Akiyama, Q. Fu, Q. Li, Hydrogen embrittlement behavior of Inconel 718 alloy at room temperature, J. Mater. Sci. Technol. 35 (2019). https://doi.org/10.1016/j.jmst.2018.10.002.
- [6] S. Puydebois, A. Oudriss, P. Bernard, L. Briottet, X. Feaugas, Hydrogen effect on the fatigue behavior of LBM Inconel 718, MATEC Web Conf. 165 (2018) 02010. https://doi.org/10.1051/matecconf/201816502010.
- [7] T. Klotz, D. Delbergue, P. Bocher, M. Lévesque, M. Brochu, Surface characteristics and fatigue behavior of shot peened Inconel 718, Int. J. Fatigue. 110 (2018) 10–21. https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.01.005.
- [8] C. Bianchetti, M. Lévesque, M. Brochu, Probabilistic analysis of the effect of shot peening on the high and low cycle fatigue behaviors of AA 7050-T7451, Int. J. Fatigue. 111 (2018). https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.02.029.
- [9] A. Bag, D. Delbergue, J. Ajaja, P. Bocher, M. Lévesque, M. Brochu, Effect of different shot peening conditions on the fatigue life of 300 M steel submitted to high stress amplitudes, Int. J. Fatigue. 130 (2020) 105274. https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.105274.
- [10] C. Bianchetti, D. Delbergue, P. Bocher, M. Lévesque, M. Brochu, Analytical fatigue life prediction of shot peened AA 7050-T7451, Int. J. Fatigue. 118 (2019). https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.07.007.

# 6. Compléments

- a. Personnes participant à l'encadrement en plus des (co)directeur(s) de thèse
- Personnes impliquées ONERA : Vincent Bonnand, Aurélien Vattré et Charles Bianchetti
- Personnes impliquées extérieures : Myriam Brochu (expertise expérimentale : grenaillage, fatigue, hydrogène)
- b. Liens avec des projets de recherche et/ou avec d'autres thèses menées à l'ONERA

Deux autres thèses dans le cadre de la demande du projet ERC seront lancées en parallèle. Une sur la fragilisation par hydrogène de paroi mince et une seconde sur des essais en fatigue au synchrotron sous hydrogène.

Cette thèse s'inscrit dans le cadre d'un partenariat avec M. Brochu autour du grenaillage, de la fatigue, et de l'hydrogène. Nous avons cette année fait une demande de bourse d'Alembert délivrée par Paris-Saclay, afin qu'elle puisse venir à l'ONERA en tant que chercheure détachée.

Nous n'avons pas eu la bourse cette année, mais nous prévoyons d'y postuler l'année prochaine. A cet effet, une demande de RGC sera réalisée cette année afin d'avoir des heures de travail dans le cas où l'ERC ne sera pas acceptée afin de consolider cette collaboration autour de cette thèse.

- c. Verrous scientifiques ou techniques, risques potentiels
  - Risque faible : Désorption de l'hydrogène trop rapide
  - Risque faible : Effet du grenaillage et/ou de l'hydrogène faible sous chargement monotone voire cyclique.
  - Verrous : La reformulation du modèle de Navarro-Rios pour y intégrer l'hydrogène.

## d. Objectif de valorisation des travaux

Ces travaux seront valorisés au moyen de publications scientifiques et de conférences. De plus, ces travaux permettront de développer des outils numériques prédisant la durée de vie en fatigue d'éprouvettes grenaillées et soumises à un environnement sous hydrogène.

## 7. Financement envisagé

Cocher dans la colonne de droite

Type de bourse	
ONERA	
DGA	
CNES	
Région	
CIFRE (préciser ci-dessous le financeur et éventuellement le candidat envisagé)	
Contrat doctoral (préciser ci-dessous le % de financement extérieur attendu)	
Autre (préciser ci-dessous le financeur et le % de financement extérieur attendu)	$\boxtimes$

Précisions sur le financement : thèse financé à 100% par European Research Council

Candidat éventuel : aucun