

Sujet de post-doc :

High temperature oxidation of sintered complex concentrated alloys and their assemblies.

Contexte

Contrairement aux alliages « classiques » composés à partir d'un élément prédominant, les CCAs (Complex Concentrated Alloys) contiennent au moins 5 éléments métalliques, dont la proportion est comprise entre 5 et 35 % at. Le « désordre » présent dans l'organisation atomique, dû à la présence de plusieurs éléments aux propriétés atomiques proches ou très proches, confère aux CCAs des propriétés mécaniques et électriques hors du commun, bien au-delà des valeurs connues [1]. En parallèle, les CCAs possèdent des excellentes propriétés mécaniques, comparables à celles des verres métalliques, mais grâce à leur structure cristalline, ils possèdent une ductilité supérieure [2]. Enfin, les CCAs sont aussi caractérisés par une bonne tenue à haute température (> 600 °C) [3] et des propriétés électromagnétiques intéressantes [4]. Depuis 2017, le laboratoire ICB étudie, entre autres, la famille AlCoCrFeNi. Ces CCAs sont élaborés par métallurgie des poudres et plus particulièrement par densification par SPS (Spark Plasma Sintering) de poudres co-broyées ou atomisées par voie gazeuse. Depuis deux ans, leur soudabilité par laser est aussi investiguée (projet EUR EIPHI COCASSE, 2021-2024).

Le travail postdoctoral qui s'inscrit dans ce contexte général, a pour objectif l'étude de la tenue à l'oxydation à haute température ($\geq 800^\circ\text{C}$) de la famille d'alliages AlCoCrFeNi élaborés par frittage SPS. Le comportement envers l'oxydation à haute température de la famille d'alliages AlCoCrFeNi élaborés via des méthodes de fusion conventionnelles (fusion à l'arc, torche plasma, etc.) est documenté dans la littérature [5, 6]. Cependant, la durabilité à haute température de cette famille d'alliages élaborés par frittage SPS n'a jamais été reportée, ce qui représente un premier point de rupture significatif par rapport à l'état de l'art. Le projet postdoctoral portera, dans un premier temps, sur l'étude de l'oxydation à haute température des alliages $\text{Al}_7\text{Co}_{23,25}\text{Cr}_{23,25}\text{Fe}_{23,25}\text{Ni}_{23,25}$ et $\text{Al}_{20}\text{Co}_{20}\text{Cr}_{20}\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{20}$ élaborés par SPS à partir de poudre atomisée et sera étendue ensuite aux mêmes alliages élaborés à partir de poudres co-broyées. Compte tenu des applications envisagées pour ce type de matériaux, les tests d'oxydation seront réalisés sous air sec et sous air enrichi en vapeur d'eau. Des essais de courte durée (i.e. 50 heures) seront effectués au début, avant de passer à des essais de plus longue durée, de l'ordre de la centaine, voire du millier d'heures. Les résultats issus des tests de courte durée permettront d'établir une première corrélation entre procédé/paramètres d'élaboration, microstructure et mécanismes de dégradation à haute température et permettront d'orienter le choix des durées d'oxydation successives à tester. En fonction des résultats obtenus, la composition de l'alliage (notamment le pourcentage d'aluminium) pourra également être optimisée. Les échantillons oxydés seront examinés par MEB-EDX et DRX ; des caractérisations plus poussées (SIMS, XPS, MET-EDX, etc.) pour l'étude des mécanismes d'oxydation seront envisagées pour la complète compréhension des phénomènes de diffusion. Afin d'étendre les applications des CCAs, leur assemblage [7, 8] dans des systèmes constitués de matériaux similaires ou différents représente un enjeu majeur et fait l'objet d'investigations au sein du laboratoire ICB depuis 2021, dans le cadre d'une thèse EUR EIPHI en cours. Plus particulièrement, la soudabilité par laser est étudiée. Le travail postdoctoral s'intéressera également à l'étude du comportement à haute température sous atmosphère oxydante de la surface des cordons de soudure obtenus par soudage laser

(zone fondue, ZAT) et ce, afin d'évaluer l'impact potentiel du changement microstructural provoqué par la fusion sur les mécanismes d'oxydation. L'approche sera la même que celle des alliages non assemblés : des essais d'oxydation de courte durée seront effectués dans un premier temps, avant d'envisager des essais de plus longue durée. Les produits d'oxydation seront caractérisés à l'aide des techniques décrites auparavant : MEB-EDX, DRX, etc.

Le travail postdoctoral sera mené au sein du Laboratoire ICB, essentiellement sur le site de Dijon (élaboration CCAs par frittage SPS, tests d'oxydation et caractérisations) et ponctuellement sur le site du Creusot (élaboration des cordons de soudure).

Personnel impliqué :

- Maria-Rosa Ardigo-Besnard (MCF), Ioana Popa (MCF-HDR), Virgil Optasanu (MCF) : oxydation à haute température (site de Dijon, équipe M4OXE) ;
- Sophie le Gallet (MCF) : frittage SPS (site de Dijon, équipe MaNaPI) ;
- Pierre Sallamand (Pr.) : soudage laser (site du Creusot, équipe LTm).

Profil du candidat : bonnes connaissances en physico-chimie des matériaux métalliques, des mécanismes de diffusion et des outils de caractérisation chimique et microstructurale. Le candidat devra avoir moins de 3 ans d'expériences après la soutenance de sa thèse.

Durée du contrat : 12 mois (début prévu : septembre-octobre 2024).

Rémunération : 2271 € bruts/mois.

Pièces constitutives du dossier de candidature : CV, lettre de motivation, noms et coordonnées des référents à contacter.

Date limite de candidature : 10 juin 2024

Contact : Maria-Rosa Ardigo-Besnard (maria-rosa.ardigo-besnard@u-bourgogne.fr)

English version

Context

Unlike "classic" alloys composed predominantly of one element, CCAs (Complex Concentrated Alloys) contain at least 5 metallic elements, with proportions ranging from 5 to 35 atomic percent. The "disorder" present in the atomic arrangement, due to the presence of multiple elements with similar or very close atomic properties, gives CCAs extraordinary mechanical and electrical properties, far beyond known values [1]. Additionally, CCAs exhibit excellent mechanical properties comparable to metallic glasses, but due to their crystalline structure, they possess superior ductility [2]. Furthermore, CCAs are characterized by good high-temperature resistance (> 600 °C) [3] and interesting electromagnetic properties [4]. Since 2017, the ICB laboratory has been studying, among others, the AlCoCrFeNi alloy family. These CCAs are developed by powder metallurgy, particularly via Spark Plasma Sintering (SPS) of co-milled or gas-atomized powders. Over the past two years, their laser weldability has also been investigated (EUR EIPHI COCASSE project, 2021-2024).

The postdoctoral work, which falls within this general context, aims to study the high temperature oxidation resistance ($\geq 800^\circ\text{C}$) of the AlCoCrFeNi alloy family elaborated by SPS. The high temperature oxidation behavior of the AlCoCrFeNi alloy family fabricated by conventional melting methods (arc melting, plasma torch, etc.) is documented in the literature [5, 6]. However, the high temperature durability of this alloy family fabricated by SPS has never been reported, representing a significant breakthrough compared to the state of the art. The postdoctoral project will initially focus on the high temperature oxidation investigation of $\text{Al}_7\text{Co}_{23,25}\text{Cr}_{23,25}\text{Fe}_{23,25}\text{Ni}_{23,25}$ and $\text{Al}_{20}\text{Co}_{20}\text{Cr}_{20}\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{20}$ alloys fabricated by SPS from atomized powder and will subsequently be extended to the same alloys fabricated from co-milled powders. Considering the envisaged applications for such materials, oxidation tests will be conducted under dry and H_2O -enriched air. Short-time tests (i.e., 50 hours) will be performed initially before moving on to longer-term tests, ranging from hundreds to thousands of hours. The results from short-term tests will establish an initial correlation between processing/fabrication parameters, microstructure, and high-temperature degradation mechanisms, guiding the choice of successive oxidation durations to be tested. Depending on the results obtained, the alloy composition (especially the aluminum percentage) may also be optimized. The oxidized samples will be examined using SEM-EDX and XRD; more advanced characterizations (SIMS, XPS, TEM-EDX, etc.) for the study of oxidation mechanisms will be considered for a complete understanding of diffusion phenomena.

To expand the applications of CCAs, their assembly [7, 8] into systems consisting of similar or different materials represents a major challenge and is under investigation at the ICB laboratory since 2021, as part of an ongoing EUR EIPHI thesis. Specifically, laser weldability is being studied. The postdoctoral work will also focus on studying the high-temperature behavior under oxidizing atmosphere of the weld bead surface obtained by laser welding (melt zone, HAZ), in order to assess the potential impact of microstructural changes caused by fusion on oxidation mechanisms. The approach will be similar to that of unassembled alloys: short-term oxidation tests will be conducted initially, before considering longer-term tests. The oxidation products will be characterized using the previously described techniques: SEM-EDX, XRD, etc.

The postdoctoral work will be conducted at the ICB Laboratory, primarily in Dijon site (sintering of CCAs, oxidation tests, and characterizations), and occasionally in the Creusot site (weld beads elaboration).

Staff involved:

- Maria-Rosa Ardigo-Besnard (associate professor), Ioana Popa (associate professor), Virgil Optasanu (associate professor): high temperature oxidation (ICB Dijon, M4OXE team);
- Sophie le Gallet (associate professor): SPS (ICB Dijon, MaNaPI team);
- Pierre Sallamand (professor): laser welding (ICB Le Creusot, LTm team).

Candidate profile: good knowledge in physical-chemistry of metallic materials, diffusion mechanisms, and tools for chemical and microstructural characterization. The candidate should have less than 3 years of experience after defending the thesis.

Contract duration: 12 months (start date: September-October 2024).

Salary: 2271 € gross/month

Documents to be submitted for application: CV, cover letter, names and contact of referees to be contacted.

Application deadline: June 10, 2024

Contact: Maria-Rosa Ardigo-Besnard (maria-rosa.ardigo-besnard@u-bourgogne.fr)

References

- [1] Y.F. Ye et al., High-entropy alloy: challenges and prospects, *Mater. Today* 19 [6] (2016) 349-362.
- [2] Y. Zhang et al., Microstructures and properties of high-entropy alloys, *Prog. Mater. Sci.* 61 (2014) 1-93.
- [3] A. Amiri et al., Recent progress of high-entropy materials for energy storage and conversion, *J. Mater. Chem. A* 9 (2021) 782-823
- [4] W.-H. Wu et al., Industrial development of high-entropy alloys, *Ann. Chim. Sci. Mat.* 31 (2006) 737-747.
- [5] J. Zhu et al., High-Temperature Oxidation Behaviours of AlCoCrFeNi High-Entropy Alloy at 1073-1273 K, *Oxid. Met.* 94 (2020) 265-28.
- [6] T. M. Butler, The effect of annealing on the microstructures and oxidation behaviors of AlCoCrFeNi complex concentrated alloys, *J. Alloys Comp.* 956 (2023) 17039.
- [7] J. Guo et al., Welding of High Entropy Alloys - A Review, *Entropy* 21 (2019) 43.
- [8] H. Nam et al., Effect of post weld heat treatment on weldability of high entropy alloy welds, *Sci. Technol. Weld. Join.*, 23 (5) (2018) 420-427.