



**UNIVERSITY:** LILLE, Faculty of Sciences and Technologies

**Scientific field:** Materials Science, Metallurgy

**Title of the thesis:** Investigation of high temperature liquid Pb-Bi embrittlement of FCC metallic materials:  
**microscale interactions study**

**Supervisor:** Proriot Serre Ingrid, CNRS researcher, [ingrid.proriot-serre@univ-lille.fr](mailto:ingrid.proriot-serre@univ-lille.fr)

**Co-supervisor:** Rolland Manon, Associate Professor ULille, [manon.rolland@univ-lille.fr](mailto:manon.rolland@univ-lille.fr) et Béclin Franck, Associate Professor ULille, [franck.beclin@univ-lille.fr](mailto:franck.beclin@univ-lille.fr)

**Laboratory:** Unité Matériaux et Transformations (UMET, UMR 8207 CNRS)

**Expected/obtained funding:** Full 3-year PhD grant

### **ABSTRACT**

A metallic alloy that is ductile when exposed to air can become brittle if stressed in a liquid metal, this is called Liquid Metal Embrittlement (LME). This phenomenon can be observed in any system involving a contact between a liquid metal and a solid metal. In particular, one of the challenges in developing 4<sup>th</sup> generation nuclear reactors, that would use liquid Pb or liquid Pb-Bi, is the materials capability to undergo high temperatures, irradiation and to be submitted to mechanical stresses in the presence of liquid Pb or liquid Pb-Bi. Therefore, the susceptibility to LME of the structural materials in contact with the liquid metal in this equipment is of major importance. It is known that Body-Centered Cubic (BCC) alloys are more susceptible to LME at temperatures lower than 450°C because of their low ductility while Face-Centered Cubic (FCC) alloys are more susceptible at temperatures higher than 500°C. FCC alloys exhibit intergranular cracks when exposed to liquid metal that cannot be explained based on the lower temperature mechanisms. It is more likely a mechanism based on the grain boundaries wetting when subjected to an external stress that could explain LME of FCC alloys.

The thesis objective will be to investigate and understand how LME is triggered in FCC alloys at high temperature and exposed to liquid Pb-Bi. The different parameters driving LME (alloy composition and microstructures, oxide layer, mechanical stresses, temperature, strain rate) will be considered through mechanical testing, corrosion testing and wetting experiments but also thanks to microstructural characterization (SEM-EDS-EBSD, ToF-SIMS, TEM...). The mechanical damage will be investigated at the microscale with an emphasis on interfaces in order to identify the physical mechanisms involved. This experimental approach will be coupled to a modelling approach that would both give insights to guide the experimental setup and allow to validate the suggested LME mechanisms. Thermodynamic-based calculations will be performed to properly map the phase space as predicted by equilibrium as a function of the nominal composition, of the temperature but also in presence of the liquid Pb or Pb-Bi. Interdiffusion phenomena in between the relevant phases together with possible phase transformations will be simulated including kinetic databases through, first, the usage of the Dictra module from Thermo-Calc. The mechanical stresses will be accounted by modifying diffusion in a force field. Finally, all experimental and modelling information will be combined and used to suggest the key mechanisms leading to LME.



## Ecole Doctorale - 104

Sciences de la Matière, du Rayonnement  
et de l'Environnement

EDSMRE

**Planned recruitment date:** October 2022

**Contact (e-mail address):** [ingrid.proriol-serre@univ-lille.fr](mailto:ingrid.proriol-serre@univ-lille.fr)

**Additional remarks/comments:** The candidate should have a background in materials science and more particularly in metallurgy. The person will have skills and willingness to carry out not only experimental work in metallurgy (mechanical and immersion tests in liquid metal, study of microstructures and damage), but also a simulation approach (thermodynamics, diffusion, ...).

The applications will be examined by the 3 supervisors, and further discussions will be carried out by videoconference or by an on-site meeting in Lille. Moreover, the applicants will also have to fill an administrative application, to be returned to the Doctoral School before the 20th of may 2022.



## Ecole Doctorale - 104

Sciences de la Matière, du Rayonnement  
et de l'Environnement

**UNIVERSITE, Faculté** : Lille, Faculté des Sciences et Technologies

**Domaine scientifique, Spécialité** : « Science des Matériaux – Métallurgie »

**Titre de la thèse** : Etude de la fragilisation par Pb-Bi liquide de matériaux métalliques CFC à haute température : étude des interactions à l'échelle de la microstructure.

**Direction de thèse** : Proriot Serre Ingrid, chargée de recherche CNRS HDR, [ingrid.proriot-serre@univ-lille.fr](mailto:ingrid.proriot-serre@univ-lille.fr)

**Co-encadrement** : Rolland Manon, Maître de conférences ULille, [manon.rolland@univ-lille.fr](mailto:manon.rolland@univ-lille.fr) et Béclin Franck, Maître de conférences ULille, [franck.beclin@univ-lille.fr](mailto:franck.beclin@univ-lille.fr)

**Laboratoire de Rattachement** : Unité Matériaux et Transformations (UMET, UMR 8207 CNRS)

**Co-financements envisagés (en cours/obtenu)** : 50% ULille / 50% Fonds propres

### SUJET DE THESE

Un alliage métallique ayant un comportement ductile à l'air peut devenir fragile lorsqu'il est sollicité en présence d'un métal liquide, c'est le phénomène de fragilisation par les métaux liquides (FML). Ce phénomène peut être présent dans tous les systèmes pour lesquels un alliage métallique est en contact avec un métal liquide. En particulier, un des challenges dans le développement des réacteurs nucléaires de 4<sup>ième</sup> génération qui utiliseraient le Pb ou le Pb-Bi liquide est la tenue des matériaux de structure en service notamment aux températures de fonctionnement, sous irradiation, sous contrainte mécanique et donc en présence de Pb ou Pb-Bi liquide. Ainsi, la sensibilité à la FML de ces matériaux métalliques de structure en contact avec le métal liquide est un des points majeurs à évaluer. Si les alliages métalliques de structure cubique centrée sont plus sensibles à la FML à des températures inférieures à 450°C, du fait d'une ductilité réduite, les alliages métalliques cubique à faces centrées (CFC) le sont à haute température (supérieure à 500 °C). Ces derniers présentent une rupture intergranulaire en présence de métal liquide, qui ne peut être expliquée par les mécanismes mis en jeu à plus basse température, mais pourrait être due à un mécanisme de mouillage aux joints de grains ou phases sous contrainte mécanique.

Ainsi, l'objectif de la thèse est d'étudier et de comprendre l'apparition de la FML pour des alliages métalliques de structure cubique centrée à haute température en présence de Pb-Bi liquide. Afin de mener cette étude, les différents paramètres qui influencent la FML (composition et microstructure de l'alliage, présence d'une couche d'oxyde, contrainte mécanique, température, vitesse de déformation) seront pris en compte à travers des essais mécaniques, de corrosion et de mouillage et l'analyse des microstructures et des différentes interfaces (MEB-EDX-EBSD, ToF-SIMS, MET ...). L'analyse de l'endommagement effectuée à l'échelle de la microstructure et aux échelles pertinentes, notamment au niveau des joints de grains, permettra de déterminer les mécanismes mis en jeu. Cette approche expérimentale sera couplée à une approche de modélisation qui doit permettre non seulement d'expliquer et d'orienter l'approche expérimentale mais aussi de valider les mécanismes expliquant la FML. Des calculs basés sur la thermodynamique seront réalisés pour correctement apprécier l'espace des phases prévues par l'équilibre en fonction de la composition nominale de l'alliage, de la température mais aussi en présence de Pb et/ou de Bi. Les mécanismes d'interdiffusion entre les phases d'intérêt et les potentielles transformations de phases seront alors modélisées en couplant à des simulations faisant intervenir la cinétique grâce, en premier lieu, au logiciel Dictra de Thermo-Calc. L'effet de la contrainte mécanique sera pris en compte



## Ecole Doctorale - 104

Sciences de la Matière, du Rayonnement  
et de l'Environnement

en modélisant la diffusion sous un champ de force. Finalement, les informations microstructurales, obtenues par la modélisation et par l'expérience, seront combinées et utilisées pour comprendre les mécanismes menant à la FML.

**Date de recrutement envisagée : 1<sup>er</sup> Octobre 2022**

**Contact (adresse e-mail) :** [ingrid.proriol-serre@univ-lille.fr](mailto:ingrid.proriol-serre@univ-lille.fr)

**Remarques/commentaires supplémentaires :** Ce travail de thèse s'adresse à une personne ayant une formation en sciences des matériaux et plus particulièrement en métallurgie. La personne devra avoir des aptitudes et la volonté de mener à la fois un travail expérimental en métallurgie (essais mécaniques et d'immersion en métal liquide, étude des microstructures et de l'endommagement), mais aussi une approche par simulation (thermodynamique, diffusion, ...).

Les candidatures seront examinées par les 3 encadrants. Un entretien par visioconférence ou sur place vous sera proposé. De plus, les candidatures devront par ailleurs suivre la procédure de l'Ecole Doctorale SMRE de l'Université de Lille avec un dossier à retourner pour le 20 mai 2022.