

Etude de l'effet de l'hydrogène sur les propriétés de fatigue d'alliage métalliques à basse température

Doctorant : Romain Chochoy (PPRIME)

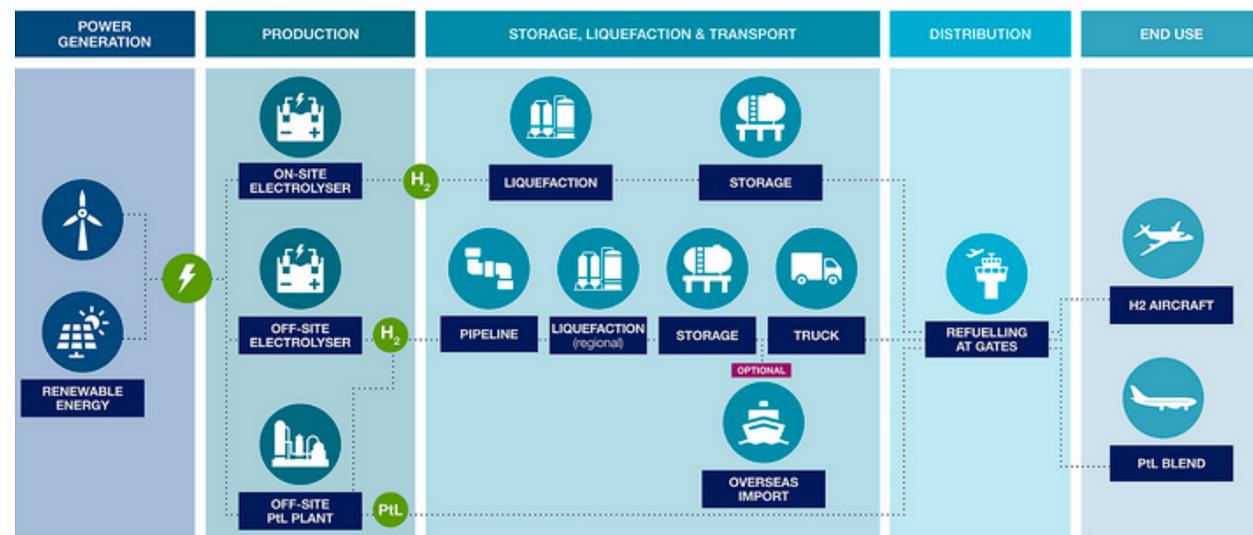
Equipe d'encadrement : Gilbert Hénaff (PPRIME), Denis Bertheau (PPRIME), Guillaume Benoît (PPRIME), Pierre Osmond (CETIM)

- I. Contexte et objectifs
- II. Etat de l'art
 - 1) La fragilisation par l'hydrogène
 - 2) Cas des aciers inoxydables austénitiques
 - 3) La FPH en fatigue
- III. Programme d'essais
- IV. Conclusion

Contexte & objectifs

- Décarbonation de l'industrie et du transport
 - ⇒ Palier l'intermittence des EnR
 - ⇒ Diminuer la pollution engendrer par la combustion d'énergie fossile
- Utilisation de l'hydrogène liquéfié
 - ⇒ Plus grande capacité de stockage que l'hydrogène sous pression
 - ⇒ Température de liquéfaction de l'hydrogène : 20K
- Dimensionnement des structures de stockage et de transport
 - ⇒ Garantir l'intégrité des structures sur le long terme (plusieurs dizaines d'années)

The green hydrogen ecosystem for aviation



AIRBUS

- Aciers inoxydables austénitiques
 - Meilleur rapport coût, performance, sécurité
 - Phase austénitique moins sensible à la FPH que les phases ferritiques (T_{amb})
 - $\Rightarrow D_{acier\ austénitique} = 10^{-16} m^{-2} s^{-1}$
 - $\Rightarrow D_{acier\ ferritique} = 10^{-12} m^{-2} s^{-1}$
 - Matériau de l'étude :
 - 316L
 - 304L
- \Rightarrow Le 304L est plus sensible aux changements de phases microstructuraux

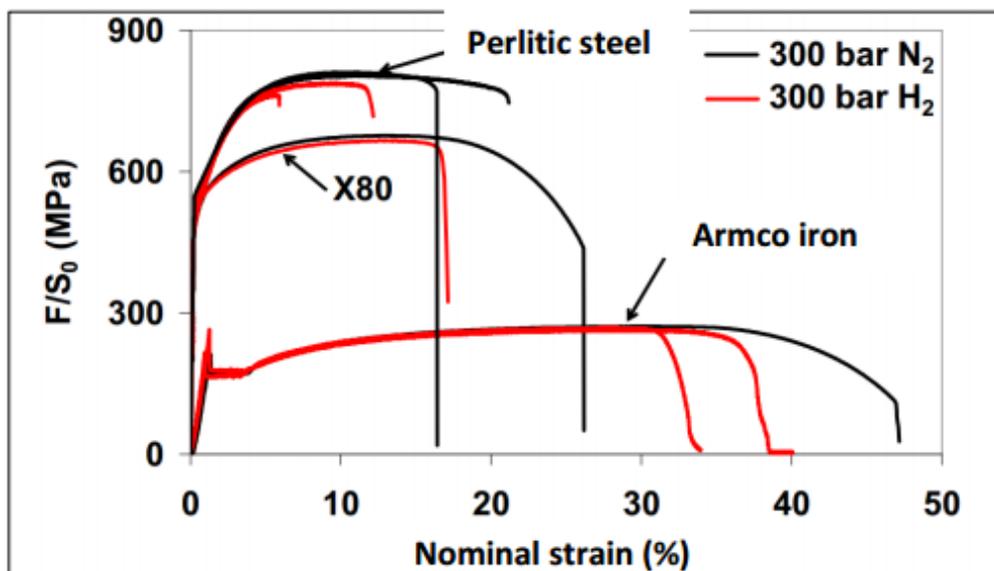
Material	Strength ratio, H_u/H_e		Unnotched ductility			
	Notched ^a	Unnotched	Elongation, %		Reduction of Area, %	
			H_e	H_u	H_e	H_u
Extremely embrittled						
18Ni-250 Maraging Steel	0.12	0.68	8.2	0.2	55	2.5
410 Stainless Steel	.22	.70	15	1.3	60	12
1042 Steel (quenched and tempered)	.22	----	----	----	----	----
17-7 pH Stainless Steel	.23	.92	17	1.7	45	2.5
Fe-9Ni-4Co-0.20C	.24	.86	15	.5	67	15
H-11	.25	.57	8.8	0	30	0
René 41	.27	.84	21	4.3	29	11
Electro-Formed Nickel	.31	----	----	----	----	----
4140	.40	.96	14	2.6	48	9
Inconel 718	.46	.93	17	1.5	26	1
440C	.50	.40	----	----	3.2	0
Severely embrittled						
Ti-6Al-4V (STA)	0.58	----	----	----	----	----
430F	.68	----	22	14	64	37
Nickel 270	.70	----	56	52	89	67
A515	.73	----	42	29	67	35
HY-100	.73	----	20	18	76	63
A372 (class IV)	.74	----	20	10	53	18
1042 (normalized)	.75	----	----	----	59	27
A533-B	.78	----	----	----	66	33
Ti-6Al-4V (annealed)	.79	----	----	----	----	----
AISI 1020	.79	----	----	----	68	45
HY-50	.80	----	----	----	70	60
Ti-5Al-2.5Sn (ELI)	.81	----	----	----	45	39
Armco Iron	.86	----	----	----	83	50
Slightly embrittled						
304 ELC Stainless Steel	0.87	----	----	----	78	71
305 Stainless Steel	0.89	----	----	----	78	75
Be-Cu Alloy 25	0.93	----	----	----	72	71
Titanium	0.95	----	----	----	61	61
Negligibly embrittled						
310 Stainless Steel	0.93	----	----	----	64	62
A286	.97	----	----	----	44	43
7075-T73 Aluminum Alloy	.98	----	----	----	37	35
316 Stainless Steel	1.00	----	----	----	72	75
OFHC Copper	1.00	----	----	----	94	94
NARloy-Z ^c	1.10	----	----	----	24	22
6061-T6 Aluminum Alloy	1.10	----	----	----	61	66
1100 aluminum	1.40	----	----	----	93	93

- Carbon and low-alloy steels
- γ -stainless steel
- α - or α' -stainless steels
- Aluminum, Copper, and so on

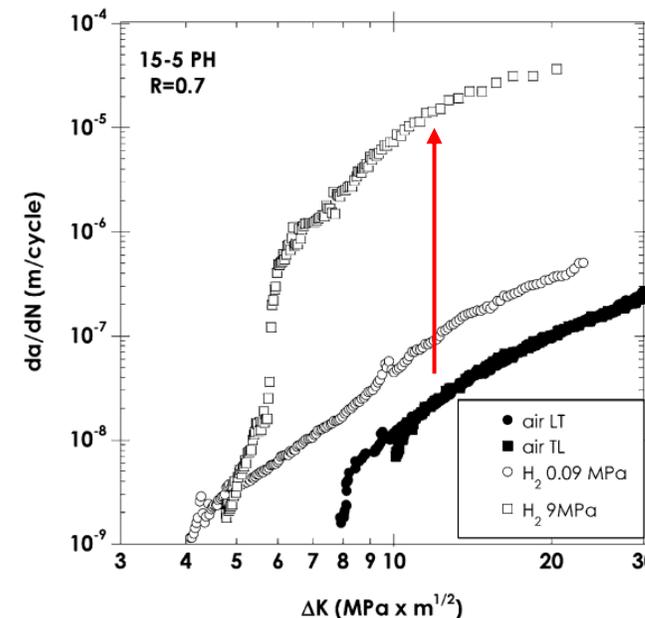
- Evaluer la nécessité de conduire des essais en LH_2 pour identifier les facteurs critiques
 - ⇒ Coût élevé
 - ⇒ Problématique de sécurité
- Caractérisation à basse température en présence d'hydrogène
 - ⇒ Caractérisation de la tenue en fatigue en ambiance hydrogène
 - ⇒ Identification des mécanismes d'endommagements et interaction avec l'environnement

Etat de l'art

- Comportement en traction simple
 - ⇒ Comportement élasto-plastique similaire
 - ⇒ Perte de ductilité



- Augmentation de la vitesse de propagation en environnement hydrogène

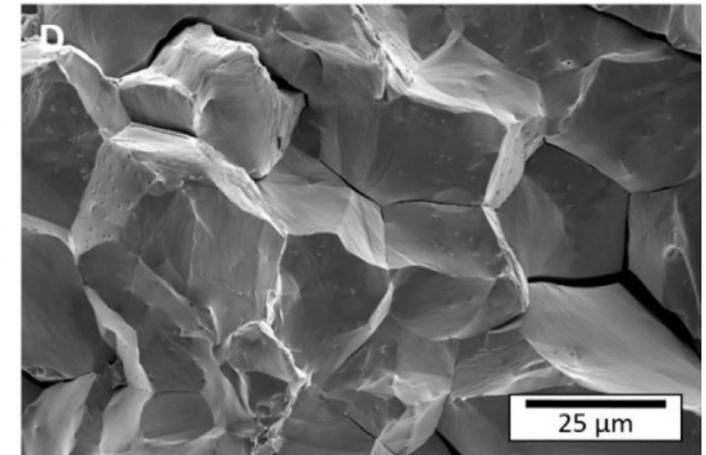
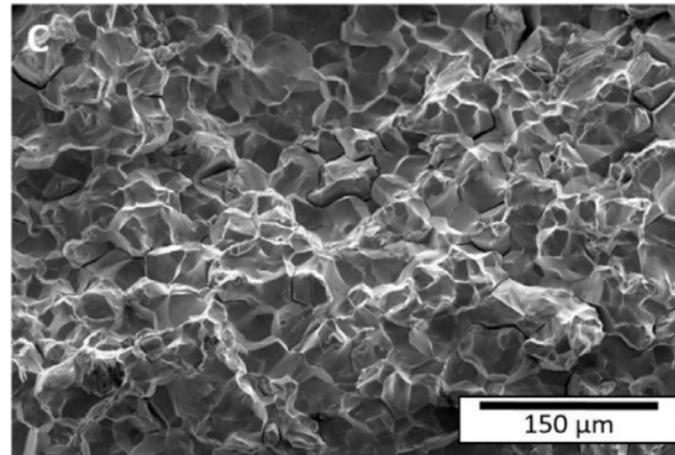
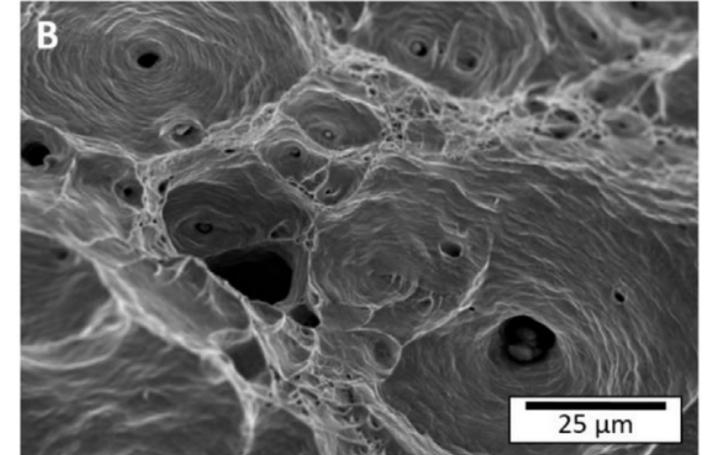
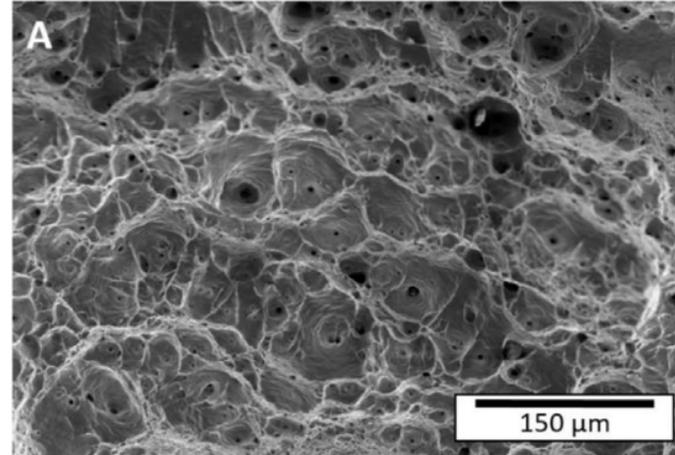


- Manque de données pour des durées de vie élevé sous H_2 (courbe de Wöhler)

I. Moro, "Fragilisation par l'oxygène gazeux d'un acier ferrito-perlitique de grade API X80," PhD thesis of Université de Toulouse, 2009

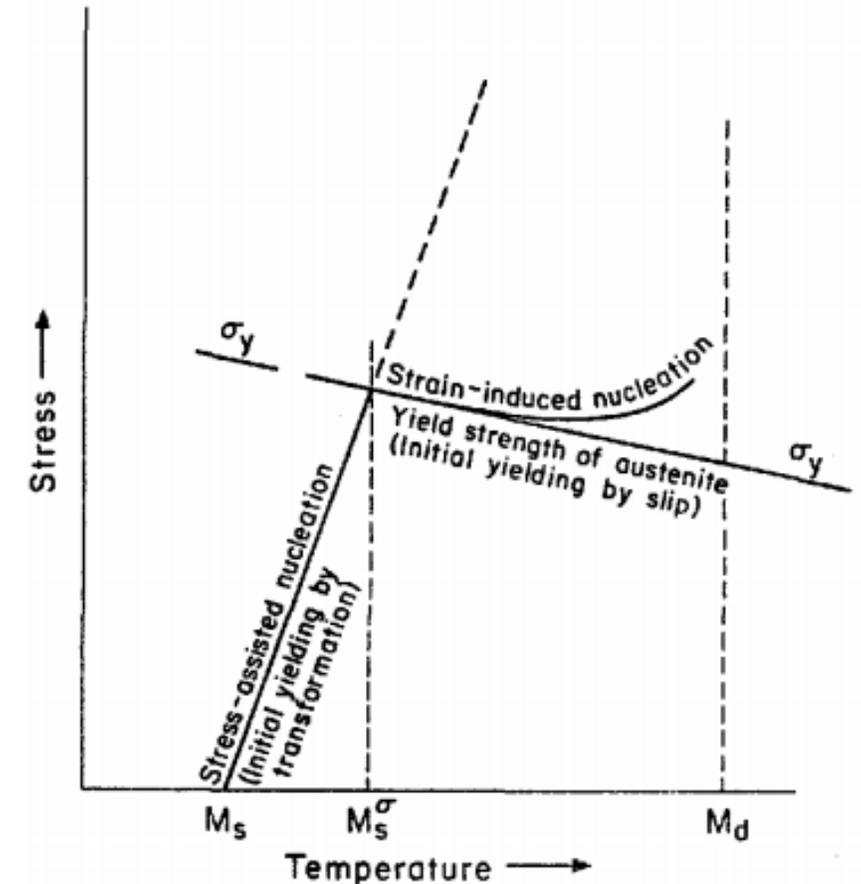
Z. Sun et al. « Fatigue crack propagation under gaseous hydrogen in a precipitation-hardened martensitic stainless steel », Int. J. Hydrog. Energy, vol. 36, n°14, p. 8641-8644, juill. 2011

- Non chargé (A et B):
 - ⇒ Présence de cupule et d'inclusion
 - ⇒ Propagation de type transgranulaire
 - ⇒ Rupture de type ductile
- Chargé (C et D):
 - ⇒ Rupture de type fragile
 - ⇒ Propagation de type intergranulaire
 - ⇒ Rupture de type fragile par décohésion



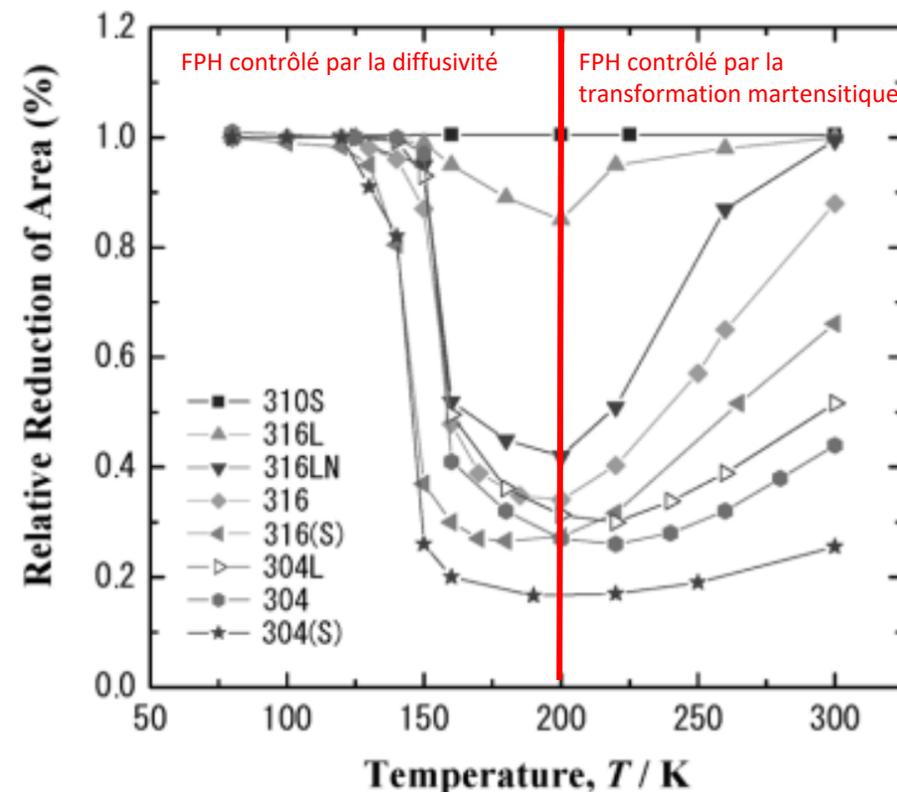
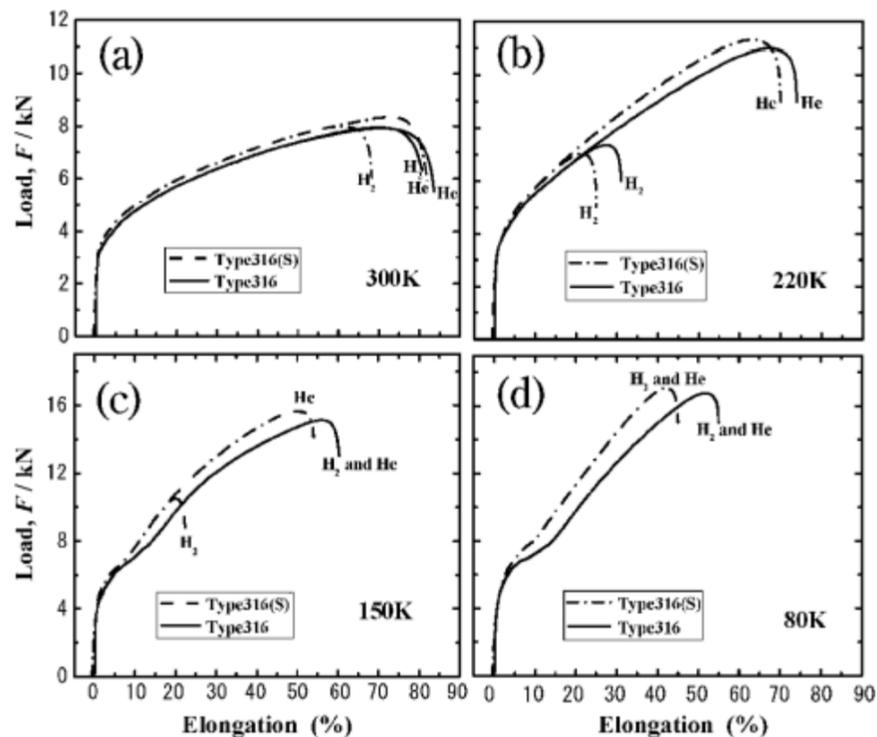
Fractographie après essais de traction simple de Ni-210 non chargé (A, B) et chargé (C,D) à température ambiante

- Transformation de phase spontanée en dessous d'une certaine température (dépendant de la composition)
⇒ Pour les nuances retenues, $M_s \approx -120^\circ\text{C}$
- Phase plus sensible à la FPH
⇒ L'hydrogène est beaucoup plus diffusible dans la martensite que dans l'austénite
- Entre M_s et M_d transformation thermomécaniquement activée



- Allongement à rupture plus faible lorsque T diminue
- Maximum d'effet fragilisant entre 150K et 200K
- Pas d'effet de fragilisation notable à 80K

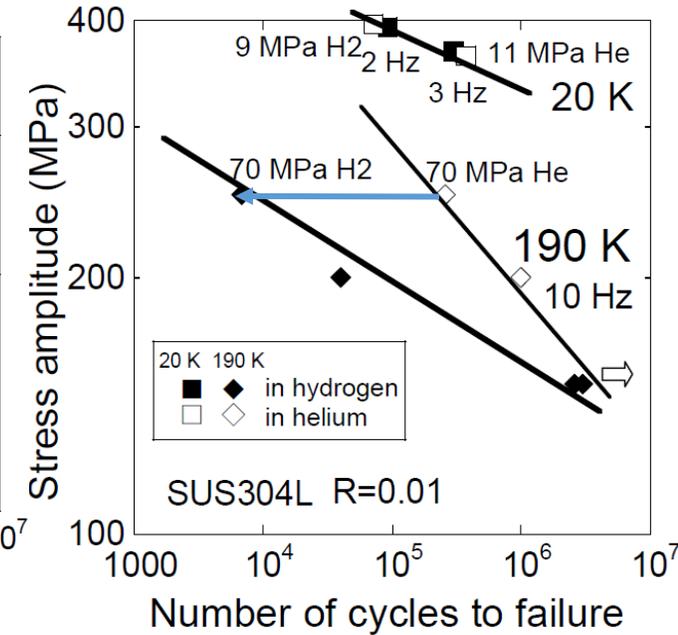
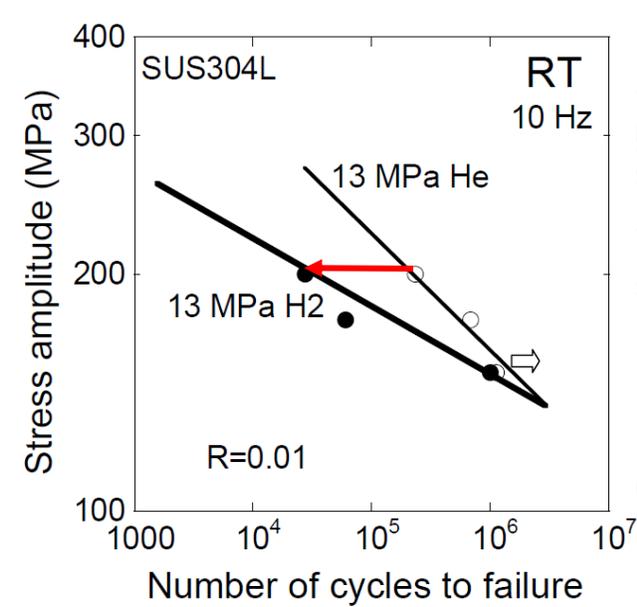
- Au dessus de $T_{\text{fragilisation max}}$:
 ⇒ FPH contrôlé par la transformation martensitique
- En dessous de $T_{\text{fragilisation max}}$
 ⇒ FPH contrôlé par la diffusivité



S. Fukuyama, *et al.*, "Effect of temperature on hydrogen environment embrittlement of type 316 series austenitic stainless steels at low temperatures", Journal of the Japan Institute of Metals 67 (2003) 456-459.

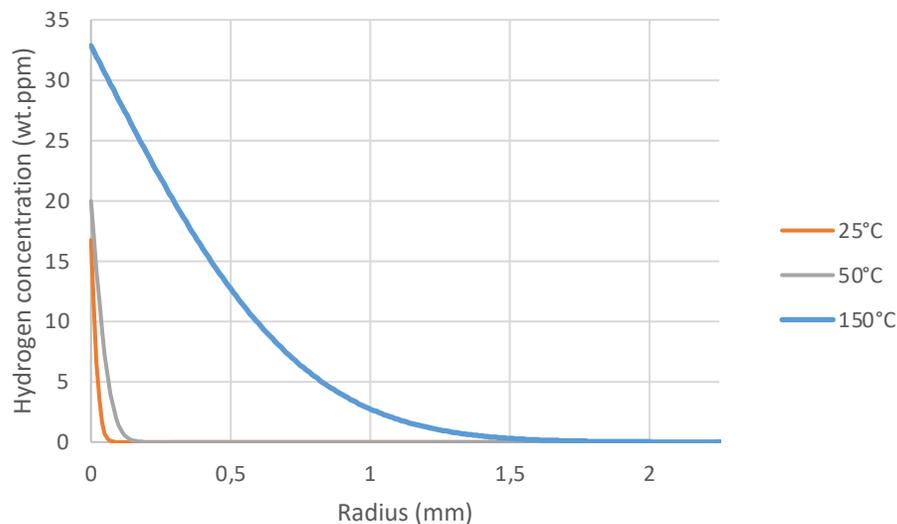
- Durées de vie en fatigue sous H₂ réduitent
 - A T = 190K, Diminution d'un facteur 4 des durées de vie sous hydrogène

$$\Rightarrow \frac{N_{H/He190K} \text{ (flèche rouge)}}{N_{H/HeRT} \text{ (flèche bleu)}} = 4$$
 - Absence d'effet à 20K
- A petit nombre de cycles, effet de l'hydrogène marqué
 - ⇒ Peut être lié à la propagation
- A très grand nombre de cycles, absence d'effet de fragilisation
 - ⇒ Potentiellement lié à l'amorçage de fissure
 - ⇒ Lien potentiel avec la couche d'oxyde native (barrière à la pénétration d'hydrogène)
- Matériaux potentiellement sollicités à un cyclage thermique varié (à haute T puis à basse T)
 - ⇒ Etape de chargement en hydrogène



- Intérêt :
 - Evaluer l'impact de l'hydrogène dissous sur la FPH aux basses températures ;
 - Comparer essais ex-situ (préchargement + essais fatigue)/in-situ (H_2 sous pression + essais fatigue).
- Beaucoup de résultat de chargement en hydrogène par voie cathodique
 - ⇒ Effectuer un chargement par voie gazeuse
 - ⇒ À plus haute température (150 – 400°C);
 - ⇒ À plus haute pression (40 MPa).

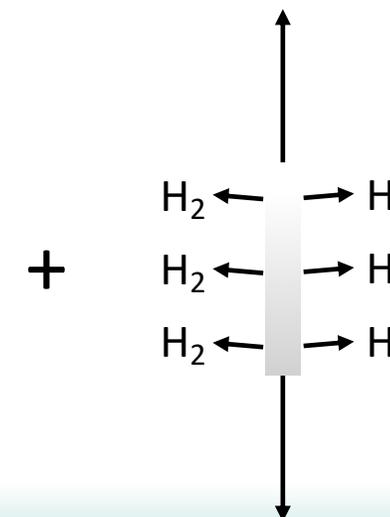
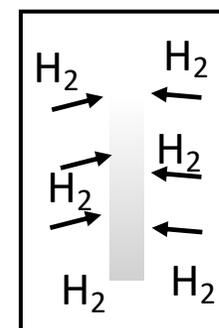
Chargement mécanique sur éprouvettes préchargées



Chargement en H_2

- Gazeux (P, T)
- Cathodique

+ Essai sous air (ou environnement inerte)



- Contribution du changement de phase austénite – martensite:
 - ⇒ Deux nuances d’aciers ont été retenues ;
 - ⇒ Le 304L, plus sensible à la transformation martensitique que le 316L ;
 - ⇒ Evaluation de la contribution de la phase martensite sur la fragilisation par l’hydrogène à 150K.

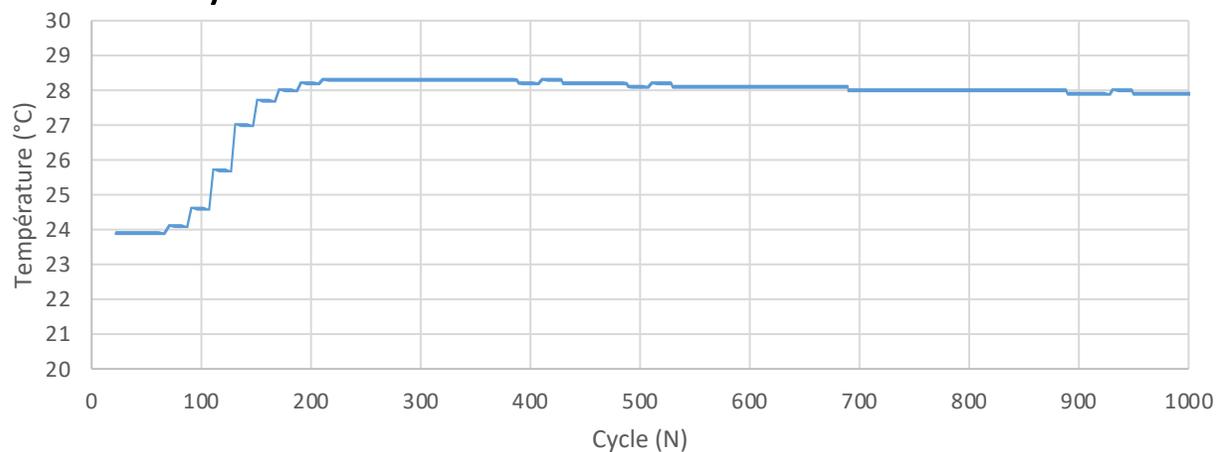
- Impact de la diffusion d’hydrogène
 - ⇒ Etudes antérieures essentiellement menés à T_{amb} , besoin de données à basse température;
 - ⇒ Mener des essais sous hydrogène gazeux (in-situ) à basses températures.

 - ⇒ Possibilité d’un cyclage thermique.
 - ⇒ Essais avec des éprouvettes préchargées en hydrogène par voie gazeuse pour évaluer l’impact de l’hydrogène dissous (ex-situ).

Programme d'essais

- 1^{ère} phase (en cours):
 - Etude préliminaire de l'auto-échauffement et de l'effet de Rochet ;
 - Caractérisation les nuances en fatigue à T_{amb} , sous air (courbe de Wöhler de référence) ;
 - Essais similaires sous hydrogène.
- 2nd phase :
 - Essais de fatigue sur éprouvette préchargée, sous air à T_{amb} .
- 3^{ème} phase :
 - Essais de fatigue à basse température ($-30^{\circ}\text{C} > T_{essais} > -120^{\circ}\text{C}$), sous air ;
 - Essais de fatigue à basse température ($-30^{\circ}\text{C} > T_{essais} > -120^{\circ}\text{C}$), sous hydrogène ;
 - Comparaison avec résultats sur éprouvettes préchargées.

- Essais auto-échauffement
 - ⇒ Augmentation limitée de température ;
 - ⇒ Possibilité de faire des essais sous 10Hz.
- Caractérisation de l'effet de Rochet :
 - ⇒ Statuer sur la géométrie d'éprouvette (entaillé ou non) ;
 - ⇒ Analyse encore en cours.

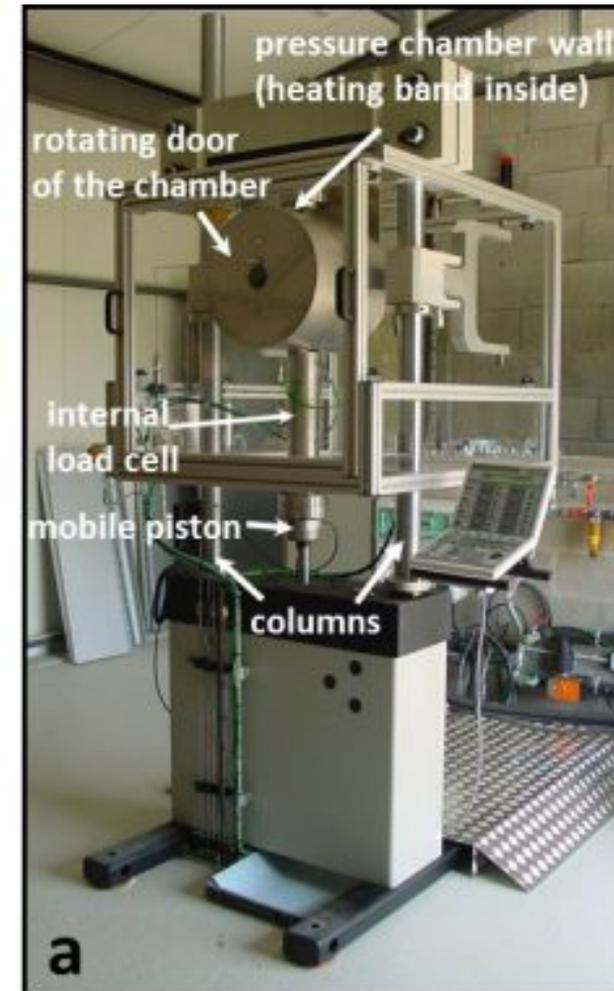


$$\frac{\Delta\sigma}{2}_{304L} = 210 \text{ MPa}$$



Plateforme HYCOMAT :

- Traction ondulé avec $R > 0$;
- Fréquence possible jusqu'à 20 Hz ;
- Charge maximale 10 kN ;
- Pression de H_2 jusqu'à 40 MPa ;
- Température allant de $-30^{\circ}C$ à $400^{\circ}C$.



Conclusion

- Au vu de la littérature :
 - ⇒ Les paramètres d'influence de la FPH sur les aciers étudiés sont :
 - ⇒ La transformation martensitique en relation avec la composition ;
 - ⇒ La température d'exposition ;
 - ⇒ La pression d'hydrogène.

 - ⇒ A grand nombre de cycles, à basse température et sous hydrogène, il n'y a pas d'effet notable :
 - ⇒ A confirmer sur les 2 nuances ;
 - ⇒ Comparaison des résultats in-situ/ex-situ (effet de l'hydrogène dissous).

 - ⇒ Pas d'effet notable de fragilisation par l'hydrogène à 20K
- Un plan d'essais a été mis en place pour répondre à ces questionnements
 - ⇒ Première phase d'expérimentation en cours