

## Proposition de thèse CIFRE CETIM/Institut P'

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

#### 1. CONTEXTE GENERAL

En réponse aux problèmes environnementaux globaux liés aux émissions de gaz à effet de serre, l'utilisation de l'hydrogène comme vecteur d'énergie de nouvelle génération attire l'attention de nombreuses compagnies mécaniciennes. Dans ce cadre, les caractéristiques de résistance à la fatigue sont particulièrement importantes dans la conception et la fabrication d'équipements soumis à la fatigue dans un environnement en hydrogène liquide ou gazeux.

La volonté du CETIM est d'accompagner les industriels sur cette thématique de la fatigue sous environnement hydrogéné en renforçant ses connaissances et en s'équipant de moyens adaptés. Ce projet s'intègre parfaitement dans la stratégie R&D du Cetim et dans le Grand Projet Structurant H<sub>2</sub> en cours de montage. Ces problématiques sont d'actualité avec les développements en cours dans les secteurs industriels comme le transport et le stockage de l'hydrogène liquide. Ces développements doivent aussi servir de base à cette thèse en privilégiant les travaux en lien avec les besoins industriels en matière d'utilisation de l'hydrogène pour la décarbonation de l'industrie et la transition écologique. De son côté, l'Institut Pprime a acquis depuis plusieurs années des compétences sur la tenue en fatigue et la résistance à la fissuration des alliages métalliques exposés à des hautes pressions d'hydrogène. Un des objectifs de l'étude est de s'appuyer sur les savoir-faire et les connaissances des deux équipes pour développer une expertise sur la fatigue-hydrogène en ambiance cryogénique.

#### 2. ETAT DE L'ART ET SUJET DE THESE

Il est bien établi que l'absorption d'hydrogène est susceptible d'affecter les performances mécaniques de nombreux métaux, notamment autour de la température ambiante. Cette perte de propriétés généralement désignée comme « Fragilisation Par l'Hydrogène » (FPH) résulte d'interactions complexes entre les atomes d'hydrogène et les défauts initialement présents au sein de la structure ou créés sous l'action de sollicitations mécaniques. La question de l'effet de l'hydrogène se pose donc de façon cruciale dans la mesure où la plupart des données utilisées pour la conception et le dimensionnement des composants sont généralement établies dans des conditions environnementales faiblement agressives.

Cependant, en lien avec la problématique industrielle, il apparaît que l'influence de l'hydrogène sur la tenue en fatigue à température cryogénique est un sujet peu exploré à ce jour. De manière générale, l'analyse de la tenue en fatigue à température cryogénique est complexe (Grinberg et al., 1982, Grinberg et al., 1993, Verkin et al., 1983) car elle nécessite notamment de décorrélérer l'évolution des effets d'environnement des effets intrinsèques de la température sur la plasticité cyclique et les processus d'endommagement, alors que les parts respectives d'amorçage et de propagation dans la durée de vie peuvent varier de façon antagoniste. Pour ce qui concerne plus spécifiquement la problématique FPH, si à basse température la cinétique d'absorption est plus lente, la plasticité est également réduite et la résistance est plus élevée. Des résultats de la littérature sur un acier inoxydable austénitique (Ogata, 2010) suggèrent que, si à température cryogénique la résistance à la fatigue est supérieure à celle observée à température ambiante, l'exposition à l'hydrogène n'induit pas de perte de résistance contrairement à ce qui est noté à température ambiante. Ces effets dépendent en outre de la contrainte appliquée, notamment vis-à-vis de la barrière à l'absorption d'hydrogène



que constitue le film d'oxyde natif. Enfin, on ne peut exclure l'introduction d'une concentration significative d'hydrogène à un point de fonctionnement « haute température » au cours du cycle de fonctionnement dont il convient d'évaluer l'impact lorsque le matériau est ensuite sollicité à basse température. La thèse proposée aura donc pour objectif d'apporter des éléments de réponse permettant d'évaluer les risques pour certaines solutions technologiques.

### 3. DETAIL DU SUJET ET PROGRAMME D'ETUDE

Afin de mieux appréhender l'influence de l'hydrogène sur la tenue en fatigue des métaux à température cryogénique, le projet de thèse aura pour objectif de répondre à un certain nombre de questions. A ce stade, deux points critiques susceptibles de contrôler l'impact de l'hydrogène sur la tenue en fatigue à température cryogénique ont été identifiés :

- La plasticité réduite, qui modifierait notamment les interactions hydrogène/dislocations qui prévalent à température ambiante;
- La cinétique d'absorption d'hydrogène.

Parmi les points qui seront abordés on peut citer :

- Identification des mécanismes d'endommagement en fatigue en fonction de la température en l'absence d'hydrogène ;
- Evaluation de l'effet de l'hydrogène sur la tenue en fatigue en fonction de la température ;
- Evaluation de l'influence de l'hydrogène piégé et/ou diffusible sur les mécanismes d'endommagement par fatigue autour de la température ambiante et à température cryogénique

A ce stade, plusieurs matériaux sont à l'étude. Cette étude se concentrera a priori sur un alliage d'aluminium et un ou deux autres alliages de nature différentes (acier inoxydable austénitique ou acier faiblement allié par exemple) qui sont déjà utilisés dans la construction d'applications pour hydrogène gazeux ou liquide.

Les essais de fatigue envisagés sont :

- essais sur éprouvettes préchargées en hydrogène ou non ;
- Finition : avec ou sans couche d'oxyde ;
- Type de sollicitation : traction / compression ;
- Environnement : avec et sans hydrogène ;
- Pression hydrogène : de l'ordre de quelques bars ;
- Températures d'essai : HT (50 ou 100°C), RT, CT ( -30°C ; -70°C ; -170°C) ;
- Fréquence et forme du signal à préciser.

On s'intéresse ici principalement au domaine de l'endurance et à la limite de fatigue à  $2 \times 10^6$  cycles. Ces essais seront à répartir entre Pprime et Cetim en fonction des capacités d'essais de chacun et des charges associées et des essais de recouplement seront inclus dans la matrice.

Le programme d'étude proposé se décompose donc comme suit :

- Etude bibliographique en focalisant sur les travaux japonais en avance dans le domaine de l'influence de l'hydrogène sur la résistance à la fatigue, notamment afin de sélectionner les 2-3 nuances pertinentes et de préciser les conditions d'essais ;
- Définition d'une matrice d'essais de fatigue en prenant en compte les besoins industriels et les moyens d'essai adéquats et des protocoles expérimentaux associés ;
- Développement d'un moyen d'essai de fatigue à température cryogénique ;

- Détermination de la cinétique d'absorption en fonction de la température pour les alliages d'étude ;
- Etablissement des données de référence, i. e. en l'absence d'effet de l'hydrogène ;
- Réalisation et analyse des essais (dépouillement, analyse microfractographique, dosage en hydrogène, observations de sous-structures de déformation...) ;
- Proposition d'interprétation de l'effet de l'hydrogène sur les mécanismes de fatigue aux différentes températures et des possibles interactions, et identification de domaines de fonctionnement « sûrs ».

Des essais interrompus pourront également être conduits afin de mieux caractériser le développement de l'endommagement au cours de la durée de vie.

**Profil du candidat** : Le candidat doit être titulaire d'un Master ou d'un diplôme d'Ingénieur, idéalement en mécanique des matériaux. Une connaissance des alliages métalliques et de leur durabilité (notamment fatigue et/ou FPH) constituerait un atout. Un très bon niveau d'anglais est en outre requis.

**Financement** : CIFRE (36 mois)

**Début de la thèse** : Décembre 2021/Janvier 2022 (en fonction de l'instruction du dossier)

**Personnes à contacter** : envoyer CV + lettre de motivation à

- CETIM : Olivier Bardou (Olivier.Bardou@cetim.fr) Tel : 06 77 07 92 99
- P': Gilbert Hénaff ([gilbert.henaff@isae-ensma.fr](mailto:gilbert.henaff@isae-ensma.fr)) Tel : 05 49 49 82 33

## Références

Grinberg, N. M., Aleksenko, E. N., Yushchenko, K. A. and Kulikova, L. G., 1982. THE INFLUENCE OF MICROSTRUCTURE ON FATIGUE FRACTURE OF AUSTENITIC STEEL AT 293-K AND 11-K. Cryogenics, 22, 348-353.

Grinberg, N. M., Serdyuk, V. A., Gavriyako, A. M., Fridlyander, I. N., Drita, A. M., Krymova, T. V. and Zhegina, I. P., 1993. FATIGUE LIFE AND CRACK RESISTANCE OF SHEET AL-LI 1460 ALLOY AT 293-K TO 4-K. International Journal of Fatigue, 15, 393-400.

Ogata, T., 2010. HYDROGEN ENVIRONMENT EMBRITTLEMENT EVALUATION IN FATIGUE PROPERTIES OF STAINLESS STEEL SUS304L AT CRYOGENIC TEMPERATURES In Balachandran, U. (Eds), Advances in Cryogenic Engineering, Vol. 1219, pp. 25-32.

Verkin, B. I., Grinberg, N. M., Serdyuk, V. A. and Yakovenko, L. F., 1983. LOW-TEMPERATURE FATIGUE FRACTURE OF METALS AND ALLOYS. Materials Science and Engineering, 58, 145-168.