

A contribution to the understanding of hydrogen diffusion and embrittlement in metallic materials based on SKPFM measurements and mechanical testing.

Jeudi 17 octobre 2019 à 10h à l'École, Espace Fauriel, Amphi A0.22.

Le jury de thèse sera composé de :

Xavier Feaugas, Professeur, Université de La Rochelle (Examineur)

Kim Verbeken, Professeur, Ghent University (Rapporteur)

Laurent Briottet, Chercheur, CEA Grenoble (Rapporteur)

Denis Bechet, Ingénieur / Chercheur, Eramet / Aubert-et-Duval (Examineur)

Krzysztof Wolski, Directeur de recherche, Mines Saint-Etienne (Directeur de thèse)

Frédéric Christien, Professeur, Mines Saint-Etienne (Co-Directeur de thèse)

Cédric Bosch, Chargé de recherche, Mines Saint-Etienne (Co-encadrant)

Vincent Barnier, Ingénieur de recherche, CNRS-Mines Saint-Etienne (Co-encadrant)

Elia TOHMÉ

Résumé

Cette étude contribue à une meilleure compréhension du phénomène de fragilisation par l'hydrogène des aciers.

La première partie du manuscrit est consacrée à l'évaluation d'une méthode récemment développée pour étudier la diffusion de l'hydrogène, basée sur la détection de la variation du travail de sortie en surface par microscopie à force atomique et sa sonde de Kelvin (SKPFM). Un acier Duplex a été utilisé pour cette étude de manière à avoir deux phases ayant chacune des caractéristiques liées à l'hydrogène (diffusivité, solubilité) différentes. Une couche de palladium a été déposée sur la surface d'observation, qui se comporte comme un collecteur d'hydrogène. Une simulation par éléments finis de la diffusion d'hydrogène dans un système multiphasé a été développée afin d'interpréter les observations expérimentales. Il est démontré que la technique de SKPFM doit être considérée comme un moyen de suivre localement la désorption de l'hydrogène dans la couche de palladium, plutôt qu'un moyen de cartographier la concentration en hydrogène dans la microstructure du matériau.

La deuxième partie traite de la fragilisation par l'hydrogène d'un acier maraging sous chargement cathodique au regard des propriétés de diffusion et de piégeage de l'hydrogène. Des essais mécaniques dynamiques et statiques ont été utilisés, tandis que différentes conditions d'entrée d'hydrogène ont été explorées, correspondant à un chargement cathodique direct de l'hydrogène, ou via un trajet de diffusion dans le matériau en protégeant la pointe de l'entaille de l'environnement. L'étape d'initiation de la fissure dépend du transport et de l'accumulation de l'hydrogène par diffusion accélérée selon des chemins préférentiels. Un régime sous-critique de propagation de fissure est identifié. Il correspond à un mode de fissuration mixte intergranulaire (IG) / transgranulaire (TG), le mode IG faisant référence aux anciens joints de grain et le mode TG à des interfaces de fortes désorientations dans la martensite. Cette étape est dépendante de la diffusion de l'hydrogène ; elle correspond à des vitesses de propagation de fissure relativement stables en fonction du facteur d'intensité des contraintes. La rupture finale à une valeur critique de K_{IH} dépend de la teneur en hydrogène dans le matériau et correspond à un mode de fissuration transgranulaire.

Abstract

This study contributes to a better understanding of the hydrogen embrittlement phenomenon of steels. The first part of this manuscript is devoted to the assessment of a recently developed method to study hydrogen diffusion based on the detection of the variation of the work function of the surface by Scanning Kelvin Probe Microscopy (SKPFM). A Duplex stainless steel was used in this study, due to its two different phases having different hydrogen-related characteristics (diffusivity, solubility).

A palladium layer was deposited on the observation surface and behaved as a hydrogen collector. A finite element simulation of hydrogen diffusion in a multiphase system was developed to explain the experimental observations. It is shown that SKPFM should be considered as a way to monitor locally the release of hydrogen into the palladium layer, rather than a way to map the hydrogen concentration in the material microstructure.

The second part of the manuscript deals with the hydrogen embrittlement of a maraging steel under cathodic charging with regard to hydrogen diffusion and trapping properties. Dynamic and static mechanical testing were used, while various conditions of hydrogen ingress were explored corresponding to a direct cathodic hydrogen charging, or via a diffusion path in the material by protecting the notch tip from the environment. Crack initiation stage is dependent on the hydrogen transport, and accumulation, by accelerated diffusion along preferential paths. A sub-critical regime of crack propagation is identified.

It corresponds to a mixed intergranular/transgranular mode of cracking, the IG mode referring to prior γ -grain boundaries and TG mode to high-angle misorientation interfaces of the martensite. This stage is hydrogen diffusion-dependent; it corresponds to a steady state crack growth rate vs stress intensity factor.

The final fracture at a critical K_{IH} value is dependent on hydrogen content in the material and refers to TG mode of cracking.