

## FRAGILISATION À L'HYDROGÈNE

PAR PETER WITZKE, RESPONSABLE DE L'ÉQUIPE D'EXPERTS DE BOSSARD

### INTRODUCTION

La fragilisation à l'hydrogène est un problème grave qui dégrade mécaniquement plusieurs matériaux structurels. Même s'il a été détecté pour la première fois il y a plus de cent ans (1875) et si le phénomène a suscité de nombreuses études approfondies pendant des décennies, il subsiste encore de nombreux doutes à son sujet.

La fragilisation à l'hydrogène peut être classée en deux types : Le premier est le type environnemental où le défaut de fragilisation à l'hydrogène dû à l'entrée d'hydrogène provenant de l'environnement, normalement par la corrosion. Le second, plus courant, est le défaut de fragilisation à l'hydrogène dû à l'entrée d'hydrogène provenant des opérations de fabrication. Ce type est appelé fragilisation à l'hydrogène interne.

La complexité des fractures par fragilisation à l'hydrogène est bien supérieure à celle des fractures normales et tous les métaux et les alliages ne sont pas concernés. Les matériaux les plus vulnérables sont les aciers très résistants et les alliages de titane et d'aluminium. L'entrée d'hydrogène dans les métaux et les alliages est bien sûr un élément important de la fragilisation à l'hydrogène. Ce processus est en lui-même un processus assez compliqué et la vitesse de pénétration de l'hydrogène dépend de plusieurs variables. L'hydrogène peut provenir de sources autres que la corrosion, par exemple des processus de fabrication de l'acier, de certains lubrifiants non adaptés, d'atmosphères de traitement par la chaleur, de soudage à l'arc et également de l'usinage dans des environnements humides. Néanmoins la grande majorité des risques de fragilisation pendant les processus de fabrication provient des traitements de surface électrochimiques comme le nettoyage à l'acide et l'électroplacage.

### LES BASES DE LA FRAGILISATION À L'HYDROGÈNE

La fragilisation à l'hydrogène des éléments de fixation est généralement associée avec des aciers au carbone et des alliages mais, comme nous l'avons dit ci-dessus, d'autres métaux et alliages peuvent être également touchés. La dureté de la fixation est un paramètre essentiel. La plupart des normes portant sur le phénomène de la fragilisation à l'hydrogène indique que le risque démarre avec des duretés supérieures à 320 HV. Certains experts signalent que la dureté au-delà de 360 HV est le seuil au-delà duquel il est nécessaire de gérer le risque de fragilisation à l'hydrogène et de récentes recherches et exemples pratiques soutiennent cette affirmation.

Une fixation touchée par la fragilisation à l'hydrogène entraîne une cassure par fragilité à terme. La fracture ne survient qu'après l'installation et uniquement pour les pièces de fixation exposées aux efforts de traction (une rare exception à cette règle est constituée par certaines pièces à ressort avec des efforts de traction résiduels venant du formage à froid qui peuvent casser sans installation). Le niveau d'effort de traction dans la pièce de fixation est un paramètre capital puisque la fixation sera d'autant plus sensible à la fragilisation à l'hydrogène que les charges seront importantes. La fracture peut néanmoins survenir même pour des fixations exposées à des charges de tension inférieure à la résistance à la tension. La fracture survient quelque temps après le montage de la fixation. Généralement une fixation est installée pendant le montage et détectée cassée quelques heures plus tard ou dans les deux jours qui suivent. Elle ne survient que très rarement quelques secondes après le montage, et ne met généralement pas plus de quelques mois à se produire mais lorsqu'elle survient, elle est subite et ne présente aucun signe ni symptôme avant de survenir. Les cassures

survenant en cours de travail sont souvent coûteuses et parfois même catastrophiques.

Un contrôle visuel de la fracture montre une zone sans ductilité, néanmoins une autre partie peut présenter une fracture ductile provenant de la cassure finale de la fixation où la zone transversale restante ne pouvait plus résister à la charge. La fracture par fragilisation a une apparence très similaire à celle des fractures intergranulaires provenant d'autres causes. Les examens doivent être réalisés par des ingénieurs de matériaux expérimentés à l'aide d'un microscope à balayage électronique pour identifier sans erreur la fragilisation à l'hydrogène dans l'analyse du défaut.

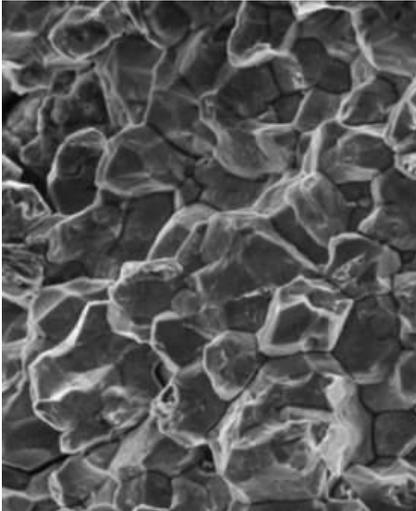


Fig. 1 Fracture intergranulaire provenant de la fragilisation à l'hydrogène dans un boulon.

Les processus suivants peuvent se produire en cas de fragilisation à l'hydrogène.

1. La pénétration de l'hydrogène dans la fixation
2. La diffusion de l'hydrogène dans les zones très sollicitées par la traction dans la fixation
3. La séparation de l'hydrogène dans les joints de grain, les inclusions, les dislocations et autres poches
4. La détection de valeurs critiques de concentration d'hydrogène
5. Développement de la fissure

Les points 2 à 5 se poursuivront jusqu'à ce que la fixation ne puisse plus résister à la charge et se casse finalement.

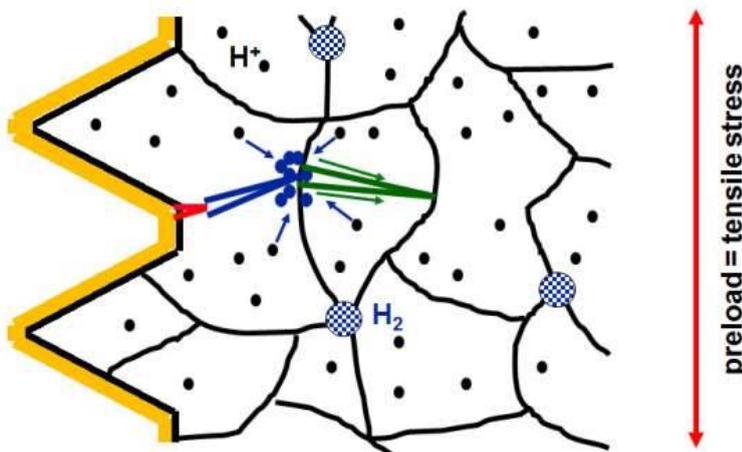


Fig. 2 Développement de la fissure dans une pièce de fixation.  
 Preload = tensile press : Précontrainte = effort de traction

## LA PÉNÉTRATION DE L'HYDROGÈNE DANS LA FIXATION

Comme nous l'avons déjà mentionné, l'hydrogène peut provenir de plusieurs sources. Dans la plupart des cas où la fracture par fragilisation à l'hydrogène est découverte dans des fixations, l'hydrogène provient des processus de fabrication en rapport avec le nettoyage à l'acide et l'électroplacage suivant. Les électrolytes utilisés pour le placage ont été optimisés pour une meilleure efficacité ces dernières années, ce qui a réduit la production d'hydrogène. Il n'y a néanmoins aucune garantie qu'une grande efficacité n'aboutira pas sur une fragilisation.

Avant l'électroplacage, les fixations doivent avoir une surface active et doivent être propres au niveau chimique. Le processus de nettoyage généralement est un dégraissage alcalin suivi d'un nettoyage à l'acide pour éliminer les échelles de traitement thermique, la rouille et autres films d'oxyde. Le nettoyage alcalin et mécanique doit être utilisé pour les pièces avec de grandes résistance mais sont des processus lents et chers.

Le nettoyage à l'acide produit une quantité considérable d'atomes d'hydrogène à l'état naissant (H) qui se forment sur la surface de la fixation. La durée d'immersion dépend de la condition de la surface en l'état de livraison, elle doit être minimale et l'immersion doit toujours comporter des inhibiteurs. Certains des atomes d'hydrogène se rejoignent et forment une molécule H<sub>2</sub> qui apparaît sous forme de bulles dans l'acide. Une partie de l'hydrogène à l'état naissant sera absorbée par l'acier. La quantité totale d'hydrogène absorbée par la fixation est influencée par la durée du nettoyage à l'acide et la composition chimique de l'acide.

L'étape suivante est l'électroplacage où le matériau de protection (par ex. Zn, Ni ou Cr) sous forme d'ions est déposé sur la fixation par une réaction cathodique dans un électrolyte. Ce processus produit également de l'hydrogène qui peut être absorbé par la fixation. La norme ISO 4042 « Fixations - Revêtements électrolytiques » est la norme de référence et fournit des instructions pour éviter la fragilisation à l'hydrogène.

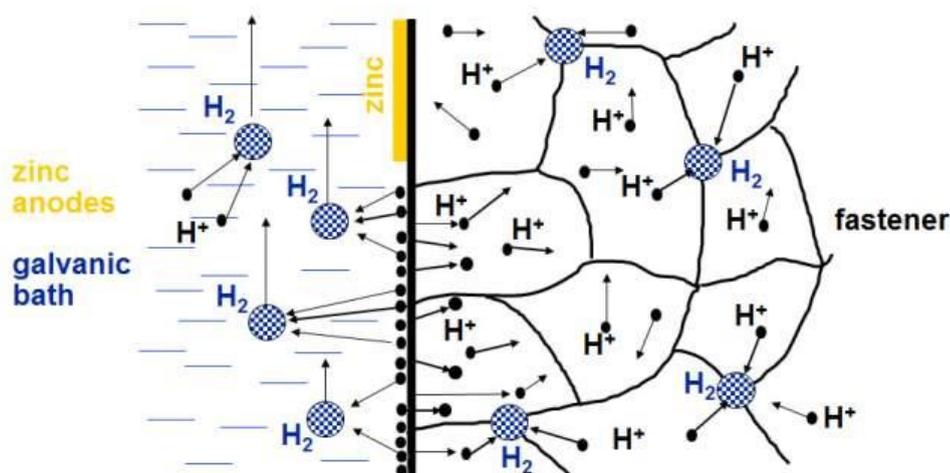


Fig. 3 : électroplacage  
 zinc anodes = anodes de zinc  
 zinc = zinc

fastener = élément de fixation  
 galvanic bath = bain galvanique

## LA DIFFUSION DE L'HYDROGÈNE DANS LES ZONES TRÈS SOLLICITÉES PAR LA

## TRACTION DANS LA FIXATION

L'hydrogène se dissout dans la fixation en acier sous forme d'atomes d'hydrogène (H). Les atomes d'hydrogène absorbés sont très mobiles et peuvent se diffuser dans le matériau de la fixation sur des distances considérables. Dans la fixation, l'atome d'hydrogène a tendance à se séparer dans des zones avec des de forts efforts de traction et dans le temps la concentration en hydrogène augmente dans ces zones. Si deux atomes adjacents se recombinent pour former une l'hydrogène moléculaire (H<sub>2</sub>) dans une poche, la tension appliquée pour provoquer le mouvement est supérieure et la molécule sera bloquée à cet endroit. La séparation de l'hydrogène dans les joints de grain, les inclusions, les dislocations et autres poches

Les fractions citées provoquées par la fragilisation à l'hydrogène sont intergranulaires. À l'intérieur de la fixation l'hydrogène a tendance à se séparer dans les joints de grain, les inclusions, les dislocations et autres poches. Avec le temps, au fur et à mesure de la diffusion de l'hydrogène dans la fixation, la ségrégation dans ces poches augmente.

## LA DÉTECTION DE VALEURS CRITIQUES DE CONCENTRATION D'HYDROGÈNE

Une plus grande concentration en hydrogène entraîne une tension critique inférieure à laquelle l'erreur peut survenir et une concentration en hydrogène inférieure se traduit par une tension critique supérieure à laquelle la cassure peut se produire. Les atomes d'hydrogène mobiles se sépareront sur les défauts de surface, les inclusions, les dislocations et autres défauts où les efforts de traction sont élevés ; la conséquence de cette séparation est un affaiblissement de ces zones. Lorsque la combinaison de concentration d'hydrogène et la quantité de l'effort atteint le point critique, la fracture se produit et ce processus peut se poursuivre jusqu'à la cassure finale de la fixation. La fissure initiale apparaît généralement à l'intérieur d'un grain et se développe jusqu'à ce qu'elle atteigne le joint de grain. À partir de là elle se développera le long des joints de grain jusqu'à la cassure finale de la fixation.

## LA PRÉVENTION ET L'ÉVACUATION D'HYDROGÈNE

La fragilisation à l'hydrogène est très imprévisible et tous les efforts pour l'éviter doivent être faits pendant la phase de design où les fonctions des pièces sont définies et pendant la fabrication ultérieure.

En évitant les processus de fabrication qui implique de la production d'hydrogène et de l'absorption d'hydrogène dans les fixations, il est possible d'éviter le risque de cassures dû à la fragilisation à l'hydrogène provenant de la fabrication. Le type environnemental causé par la corrosion peut être évité grâce à la sélection d'un traitement de surface adéquat qui ne produise pas d'hydrogène pendant le processus d'électrolyse.

Parmi les solutions possibles, nous pouvons citer :

- Plaquage mécanique au zinc
- Dacromet
- Geomet
- Delta Protekt
- Xylan 1014/1400/1424
- Magni 565

La fragilisation à l'hydrogène ne se produit sur les fixations haute résistance. Si les applications admettent des fixations avec une dureté inférieure à 320 HV, elles devront être sélectionnées sur la méthode de fabrication ne peut exclure l'hydrogène.

Il convient d'éliminer le nettoyage à l'acide, si possible, et, dans le cas contraire, de prévoir une durée d'immersion pendant le dérochage à l'acide la plus courte possible. L'acide doit toujours contenir des inhibiteurs. Si des fixations très haute résistance sont nécessaires et si le processus de fabrication ne permet pas l'élimination totale de la production d'hydrogène et son absorption dans la fixation, par exemple par nettoyage à l'acide et électroplacage, il est critique de minimiser les risques par un processus de cuisson ultérieure appelé décharge d'hydrogène.

La cuisson est indiquée dans l'ISO 4042 à une température de 200°C à 230°C pendant deux à 24 heures. Les pièces doivent être cuites dans les quatre heures suivant le placage, de préférence une heure après puisque la concentration d'hydrogène immédiatement après le nettoyage à l'acide et le placage est très forte juste au-dessous de la surface de l'acier. Il est important de remarquer que la durée de cuisson aux températures données doit être basée sur la température du noyau de la fixation.

Spécialement pour les fixations avec des tensions résiduelles, la durée de cuisson est critique puisque les tensions résiduelles dans les fixations provoque la séparation de l'hydrogène à proximité de la surface dans les régions avec des tensions associée avec des défauts de surface, des inclusions, des dislocations et peut provoquer une fragilisation.

L'objectif de la cuisson est d'évacuer autant d'hydrogène que possible et de redistribuer le reste dans toute la fixation. Cela réduira la quantité d'hydrogène mobile qui provoque la fragilisation. Des études ont montré que la durée de cuisson est cruciale, plus elle est proche de 24 heures et meilleure elle est. Une cuisson de moins de 5-6 heures a prouvé n'avoir que très peu d'effet.

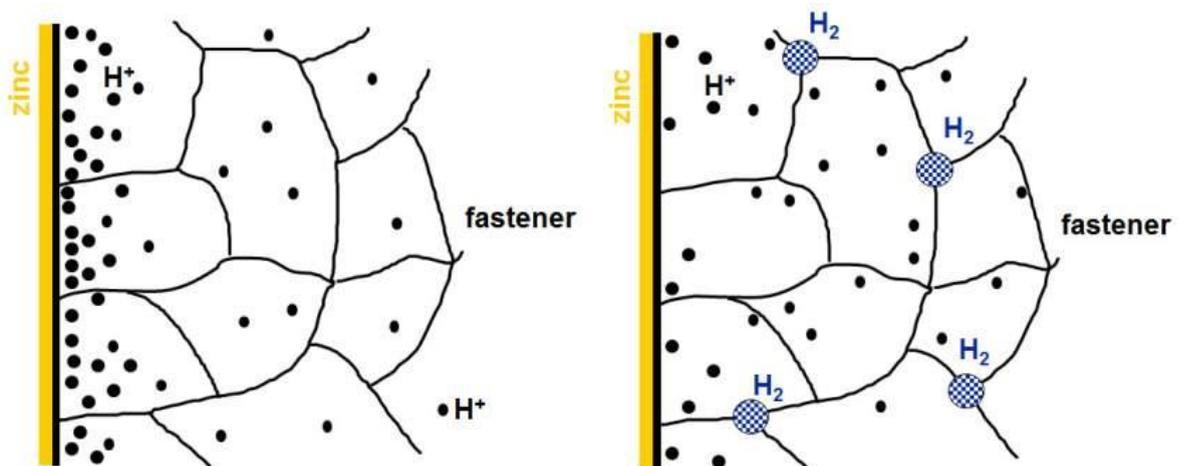


Fig. 4 : répartition de l'hydrogène avant (gauche) et après la cuisson (droite).

zinc = zinc

fastener = élément de fixation

## PROCÉDURE POUR DÉTECTER LA FRAGILISATION À L'HYDROGÈNE DANS LES FIXATIONS

Lorsque des défauts de fragilisation surviennent, toutes les fixations dans un lot sont rarement touchées. En fait, normalement seul un petit pourcentage des fixations présente une fragilisation lorsqu'elles sont exposées à des charges de tension. Une inspection peut être faite mais même un grand nombre de tests peut ne pas détecter les pièces touchées même si la méthode de test est très efficace.

Le contrôle des fixations est défini par ISO 15330 « Essai de précharge pour la détection de la fragilisation par l'hydrogène - Méthode des plaques parallèles » Pendant le test, les éléments de fixation sont soumis à des efforts de traction dans à la limite apparente d'élasticité ou au couple de serrage de cassure. La tension ou le couple de serrage est maintenu pendant au moins 48 heures. Il est crucial pour le test que les fixations soient constamment exposées aux efforts de traction et que le siège (scellage) soit limité au minimum. Au bout de 24 heures, les fixations sont resserrées à la tension ou au couple de serrage de départ et on vérifie si une cassure due à la fragilisation à l'hydrogène est survenue.

Si tous les échantillons des fixations d'un lot ont réussi le test sans se casser ou sans fissures visibles, le lot entier peut être validé. Il est néanmoins important de savoir que ces tests sont conçus pour le contrôle en cours de fabrication ou ils peuvent démarrer quelques heures après les étapes de fabrication qui produisent de l'hydrogène. Comme nous l'avons décrit ci-dessus, la durée entre l'entrée de l'hydrogène et sa migration est critique pour l'efficacité. Il en va de même pour l'efficacité du test de fragilisation à l'hydrogène. Pour l'approbation finale des éléments de fixation, la méthode de test décrite dans ISO 15330 est toujours la meilleure option disponible mais il faut noter que les possibilités de détecter un défaut potentiel seront réduites.