

ISTHY : un centre d'essai et de certification au service de la filière hydrogène

Par Michel ROMAND, Haitham S. RAMADAN et Paul MOROT
ISTHY (Institut du Stockage HYdrogène)

L'Institut du Stockage HYdrogène (ISTHY) est un laboratoire industriel dédié aux acteurs de la filière hydrogène, qu'ils soient intégrateurs, fabricants ou utilisateurs, et aux organismes impartiaux du domaine. L'activité de cet institut réside dans la réalisation d'essais de conformité et de certification qui s'appliquent aux réservoirs ou aux systèmes de stockage de l'hydrogène avant leur mise sur le marché. Pour ce faire, ISTHY s'appuie sur les référentiels réglementaires ou normatifs spécifiques aux différents marchés applicatifs (mobilité, stationnaire, transport, etc.).

L'ISTHY contribue, au travers de son académie de formation, à la diffusion des connaissances sur l'hydrogène au sein des ressources humaines de la filière et participe à la recherche partenariale et collaborative.

Dans cet article, nous aborderons d'un point de vue scientifique les principales technologies de stockage de l'hydrogène, les différents modes et systèmes existants, en insistant sur leurs caractéristiques et leur positionnement par rapport aux différents marchés applicatifs. Nous procéderons à un bref rappel des référentiels d'essai et de certification existants pour faciliter le travail d'appréhension du sujet par le lecteur.

Introduction

Hier véritable arlésienne de l'énergie, l'hydrogène s'affiche aujourd'hui comme l'une des solutions majeures pour décarboner nos sociétés : dans l'industrie, tout d'abord, par la décarbonation des usages existants avec la substitution de l'énergie d'origine fossile par de l'hydrogène vert issu de l'électrolyse alimentée par des EnR. Dans les transports et la mobilité lourde, ensuite, où la densité massique des solutions technologiques lui confère un avantage que les batteries, mêmes celles les plus avancées développées dans les laboratoires, ne semblent pas encore en mesure de venir concurrencer.

Stockage d'hydrogène

Il existe deux grands types de stockage de l'hydrogène : d'une part, les modes de stockage utilisant les qualités physico-chimiques de l'hydrogène, comme le stockage sous pression et le stockage liquide cryogénique ; et, d'autre part, les modes utilisant des supports de stockage capables d'absorber ou d'adsorber l'hydrogène, comme les hydrures métalliques ou les LOHC (Liquid Organic Hydrogen Carrier) (voir la Figure 1 ci-dessous).

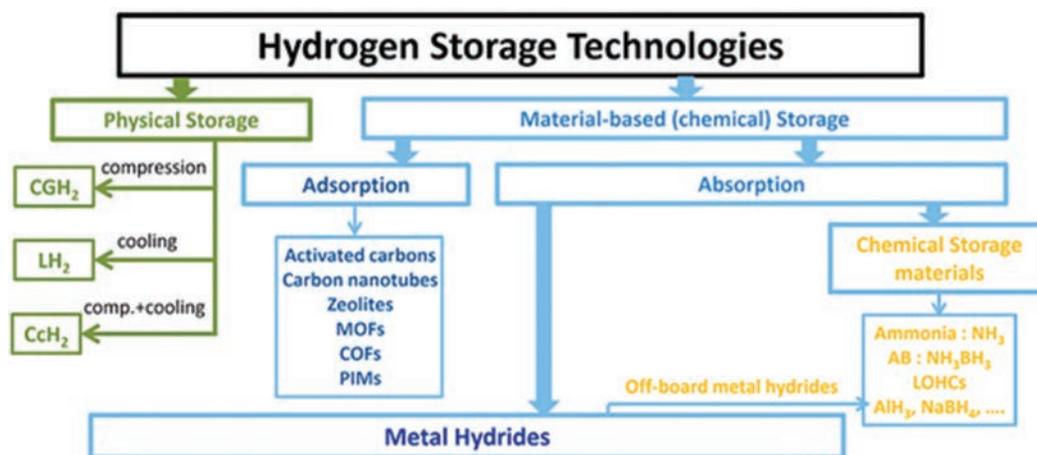


Figure 1 : Les deux grandes familles de technologies de stockage de l'hydrogène.

Dans la Figure 2 ci-après, une comparaison est faite entre les capacités volumétriques de différents types de stockage de l'hydrogène. Un kilogramme d'hydrogène occupe environ 11 200 litres (L) dans des conditions standards de température et de pression. Ce volume peut être réduit à 76,9 L, 43,5 L ou 26,3 L, lorsque l'hydrogène sous sa forme gazeuse (H₂ – dihydrogène) est comprimé à 150 bars, 350 bars ou 700 bars. Ainsi, le volume d'H₂ peut encore être réduit à 14,1 L à une température cryogénique de 20°K à l'état liquéfié. Dans le cas des hydrures à l'état solide, le volume d'un kilogramme d'hydrogène peut être drastiquement réduit – stockage sous forme d'hydrures d'alliages métalliques, comme LaNi₅H₆, MgH₂ et Mg(BH₄)₂ – sans nécessiter de recourir à la haute pression ou à des températures cryogéniques, offrant ainsi une approche sûre et compacte du stockage de l'hydrogène.

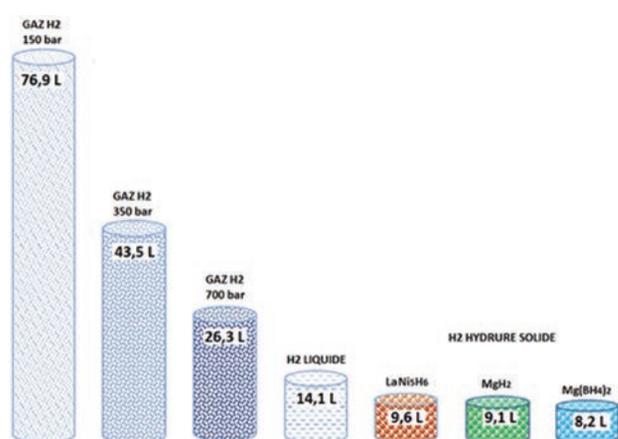


Figure 2 : Volumes occupés par 1 kg de H₂ pour divers types de stockage et de matériaux [3].

Modes de stockage physique

Stockage sous pression

La compression à haute pression est la technologie la plus répandue pour stocker l'hydrogène sous forme de dihydrogène. Ce dernier est élevé à une pression de service de 350 ou 700 bars, dans les cas les plus courants, pour être conservé dans des bouteilles qui diffèrent selon la technologie employée. Ces technologies sont décrites dans le Tableau 1 ci-après. Elles sont le fruit d'une évolution continue tournée vers l'allègement et l'augmentation de la résistance structurelle des réservoirs. D'après les informations du Tableau 1, l'intégration des fibres composites dans la fabrication des réservoirs permet une réduction de ceux-ci en termes d'épaisseur et de poids. Par rapport aux réservoirs de type I, ceux de type IV permettent de stocker une masse plus importante d'hydrogène pour un même volume grâce à des pressions plus élevées. À la faveur de cet avantage, l'utilisation des réservoirs de type IV augmente rapidement dans différentes applications, notamment en matière de mobilité. Il est possible d'assembler entre eux les réservoirs pour constituer un système afin de moduler à l'envi la capacité totale de stockage. Les dernières évolutions au regard des matériaux employés permettent d'envisager l'émergence de réservoirs de type V, reposant sur des enroulements filamenteux pour assurer à la fois leur étanchéité et leur résistance structurelle, et n'exigeant donc plus de liner, ce qui permet ainsi de réduire fortement le coût et le poids de ces réservoirs de nouvelle génération, tout en améliorant leur recyclabilité.

Stockage liquide cryogénique

Le stockage de l'hydrogène sous sa forme liquide (LH₂) impose de le refroidir à - 253°C. Ce procédé augmente encore la densité de stockage massique (environ 75 % de plus par rapport au stockage à 700 bars),

	Type I	Type II	Type III	Type IV
Forme				
Bouteille	Acier	Acier + fibre de verre	Fibre de carbone	Fibre de carbone
Liner	Acier	Acier	Acier	Plastique
Enroulement filamenteux	/	Circonférence	Polaire + Circonférence	Polaire + Circonférence
Épaisseur	-	+	++	++++
Poids	-	+	++	++++
Pression de service (bar)	≤250	≤850	≤700	≤1000

Tableau 1 : Les différents types de réservoirs à haute pression pour le stockage d'hydrogène comprimé.

mais engendre une complexité plus grande du réservoir et génère d'importantes dépenses énergétiques, y compris pour le maintien de la température. Ce type de stockage n'a donc de sens que pour les applications fortement contraintes en volume et en poids, et générant une valeur ajoutée capable d'absorber les coûts induits et un rendement inférieur.

Modes de stockage sous forme d'hydrures ou sur matériaux

Stockage solide

Le stockage sous forme d'hydrures métalliques repose sur la capacité de certains alliages (magnésium, fer et titane, principalement) à former des liaisons chimiques avec l'hydrogène sous certaines conditions de température et de pression, *via* des réactions exothermiques aboutissant à l'absorption de l'hydrogène par l'alliage. La réaction se fait de façon optimale à une pression de quelques dizaines de bars et quelques dizaines de degrés (mais pouvant aller jusqu'à 400°C). La restitution de l'hydrogène est un processus endothermique qui s'opère à une pression de quelques bars ; ce type d'hydrogène convient parfaitement à l'alimentation d'une pile à combustible. Le stockage se fait donc à température ambiante et à basse pression.

Les réservoirs de stockage solide disposent d'un échangeur intégré gérant les flux thermiques entrant ou sortant, sans trop altérer l'excellente densité volumique des hydrures. En revanche, ce mode de stockage exige le recours à des cuves d'un poids important, ce qui cantonne son utilisation aux mobilités peu affectées par cet inconvénient, telles que la navigation ou le transport ferroviaire, et à des applications stationnaires. Ces dernières qui permettent de récupérer la chaleur fatale peuvent utiliser celle-ci pour les opérations de déstockage, faisant monter le rendement de cette technologie à plus de 95 %. La chaleur générée lors du stockage sera utilisée pour de la cogénération, laquelle permet d'atteindre des rendements similaires.

Une autre forme de stockage solide, qui repose sur le principe d'adsorption par des matériaux comme le carbone (charbons actifs, nanotubes...), présente des densités de stockage satisfaisantes autour de - 200°C, mais engendre les mêmes inconvénients que le stockage cryogénique.

Stockage liquide (LOHC)

Dans le cas du stockage LOHC (Liquid Organic Hydrogen Carrier), une molécule organique fait office de porteur et se lie à l'hydrogène par absorption. Les pressions sont similaires à celles utilisées pour les hydrures, mais les températures sont plus élevées (les composés demandent une température proche de 300°C) pour pouvoir déstocker l'hydrogène ; cette solution est incompatible avec la chaleur produite par une pile à combustible de type PEM. L'état liquide de ces matériaux et leur capacité à stocker l'hydrogène même à pression ambiante leur donnent un avantage déterminant en termes de transport. Les LOHC ne possèdent certes pas la densité volumique des hydrures, mais ils affichent une densité massique plus élevée, se situant entre les 700 bars et les hautes efficacités de niveau cryogénique. Ces avantages

combinés à l'absence de la nécessité de disposer de réservoirs spécifiques permettent d'envisager l'utilisation de ce procédé pouvant être conformé pour des applications en matière de mobilité.

Cas d'emploi des différents modes de stockage

Stockage d'hydrogène embarqué dans des véhicules

Le stockage gazeux dans des réservoirs de type IV est utilisé dans les automobiles à des pressions de 700 bars et dans les nouvelles générations de camions qui permettent d'augmenter la masse d'hydrogène embarquée et donc de gagner en autonomie pour ces véhicules lourds. Les autres mobilités intensives (dont les bus) mettent en œuvre généralement des réservoirs à une pression de 350 bars. Ceux-ci sont régis, suivant les cas, par les référentiels CE 79/0009 [6], UE 406/2010 [7], UN R134 [8] et UN GTR13 [9].

Les hydrures métalliques sont utilisés pour les mobilités douces, par exemple sous forme de cartouches amovibles, ainsi que pour des applications dans l'habitat et le tertiaire. Les réservoirs les plus récents présentent des temps de rechargement s'approchant de ceux de stockage gazeux.

Stockage de l'hydrogène pour en assurer le transport

Le transport de l'hydrogène doit respecter les référentiels s'appliquant au transport de matières dangereuses. Il doit s'effectuer dans des réservoirs conçus selon des normes spécifiques ; ainsi, les normes ISO 12245 [10] et ISO 16111 [11] couvrent les modes de stockages gazeux et solide.

Certification et mise à la route

Les constructeurs de véhicules routiers ont l'obligation d'assurer la sécurité et la sûreté directe et indirecte de leurs produits, que vient sanctionner l'homologation. Ils implémentent donc des solutions hydrogène (systèmes, sous-ensembles, composants) fabriquées par des ensembliers en conformité aux référentiels applicables. Celles-ci sont garanties par la certification, d'une part, lors de la réception par type de véhicules et, d'autre part, de la conformité de leur production tout au long du processus de fabrication (réception par lots et contrôle à 100 %). Les référentiels mondiaux applicables en matière de mobilité terrestre sont l'UN R134 et l'UN GTR13, qui ont été élaborés à la suite de l'obsolescence du règlement CE 79/009 (UE 406/2010) en juillet 2022. Les véhicules *off road* ne sont pas concernés à ce jour.

Normes relatives à la mobilité

Le GTR 13 a été élaboré dans la continuité du WP29 World Forum for the harmonization of vehicle regulations de l'UNECE. Il a servi de base à la confection du R134 qui définit les procédures de certification relatives au réservoir et aux composants du système de stockage. Ce dernier est complété par le règlement UE 2021/535.

La liste des essais réalisés dans le cadre de la réception des véhicules est précisée dans le Tableau 2 ci-après.

Le projet ISTHY

Développé pour répondre à la demande de certifications, l'ISTHY prévoit de fournir, dès l'été 2025, une offre complète de tests sur les réservoirs de stockage, selon les référentiels applicables à la mobilité, au transport de l'hydrogène et aux applications stationnaires. ISTHY sera implanté à Fontaine, sur le territoire de la communauté d'agglomération du Grand Belfort.

Infrastructures d'essai

ISTHY disposera d'un bâtiment de plus de 2 000 m², regroupant des bureaux et des cellules de préparation aux tests. Cet équipement, complété par des bunkers de tests sous pression et à températures extrêmes, permettra de procéder aux essais normés en toute sécurité et, à terme, de certifier ces derniers. ISTHY commercialisera les prestations suivantes :

- mesures et essais pour accompagner les fabricants dans leur phase R&D ;
- mesures et essais pour valider une conformité de type complète ou partielle ;
- mesures et essais sur des lots pour accompagner la production en série ;
- 100 % des mesures et essais à réaliser pour les tests de fin de production.

ISTHY vérifiera la conformité des produits qui lui seront soumis. Les équipements dont l'institut disposera seront dimensionnés pour accueillir une large gamme de réservoirs et de systèmes, en particulier les

gros réservoirs destinés aux mobilités intensives, tels que ceux équipant les camions, les bus, les navires, les locomotives... Les systèmes sont des ensembles multi-réservoirs reliés entre eux, comportant les capteurs et actionneurs complémentaires ainsi que leur unité de traitement. Les tests CEM s'effectuent sur des réservoirs ou des systèmes en fonctionnement et sous sécurité hydrogène.

Technologies de stockage concernées

ISTHY effectuera dès son entrée en service des tests portant sur les technologies de stockages gazeux et solide. Ces prestations s'étendront à terme à d'autres technologies, telles que le stockage liquide cryogénique, LOHC, etc.

Gamme des essais

L'ISTHY proposera la gamme complète des tests listés dans les référentiels suivants : UN R134, GTR 13 [UE 79/2009-406/2010] (Mobilité), ISO 12245 (Transport), ISO 17533 (Stationnaire), ISO 16111(hydrures) (voir le Tableau 3 de la page suivante).

Essais liés à des demandes spécifiques des constructeurs

ISTHY proposera des essais spécifiques sur demande des constructeurs, selon des protocoles dédiés ou novateurs, en particulier lors des phases R&D.

Organisme notifié

ISTHY sera à terme érigé en organisme notifié, accrédité par le COFRAC pour la certification des systèmes de stockage de l'hydrogène dans la portée décrite préalablement. Les organismes notifiés sont en charge de

Identification du test	Item R134
Essai de pression d'épreuve	5.2.1
Pression d'éclatement initiale de référence	5.1.1
Nombre de cycles de pression initiale de référence	5.1.2
Essai de vérification de la résistance au feu	5.1 & 5.2
Essais d'exposition aux agents chimiques et aux cycles de pression à température ambiante	5.2.4 & 3.4
Cycles de pression aux températures extrêmes	5.2.6
Essai de chute (choc)	5.2.2
Dégâts en surface	5.2.3
Essai de pression statique à haute température	5.2.5
Essai de pression résiduelle	5.2.7
Essai de résistance résiduelle à l'éclatement	5.2.8
Cycles de pression à température ambiante et aux températures extrêmes (gaz)	5.3.2
Essais de fuite/perméation sous une pression statique, aux températures extrêmes (gaz)	5.3.3
Essai de vérification de la durabilité des caractéristiques (hydraulique)	5.2
Essai de vérification des caractéristiques attendues pour une utilisation sur route (gaz)	5.3

Tableau 2 : Ensemble des tests requis pour la réception par type de véhicules selon R 134.

SPÉCIFICATIONS DES ESSAIS SOUS PRESSION HYDRAULIQUE		
SPECIFICATIONS DES ESSAIS DE BURST		
Test d'éclatement	Selon référentiels internationaux	
Taille du réservoir	Diamètre extérieur : de 13 cm à 110 cm Longueur : de 30 cm à 400 cm	
Volume du réservoir	7 L à 1400 L	
Poids	7 kg à 1500 kg	
Type	4	
Test d'éclatement		
Pression fluide essai	Maxi 2500 bar	
Température ambiante	20°C +/- 5°C	
SPÉCIFICATIONS DES ESSAIS DE CYCLAGE		
Test de cyclage	Selon référentiels internationaux	
Pression du fluide	Max 1050 bar	
Taille du réservoir	Diamètre extérieur : de 13 cm à 110 cm Longueur : de 30 cm à 400 cm	
Volume du réservoir	7 L à 500 L	
Poids	7 kg à 500 kg	
Type	4	
Test de cyclage		
Cyclage gamme de températures normales	De - 40 ° C à + 85 ° C	
Cyclage gamme températures étendues (optionnelle)	De - 55 ° C / + 120 ° C	
Humidité	40-95% HR ±2%	
Application	700 bar	350 bar
Volume en eau du réservoir	500 L	840 L
Poids maximum du réservoir	500 kg	500 kg
Poids minimum du réservoir	7 kg	7 kg
SPÉCIFICATIONS DES ESSAIS SOUS GAZ HYDROGENE		
Applications	@700/350 bar dès l'ouverture	@700/350 bar Extension prévue
Longueur extérieure du réservoir	De 30 cm à 400 cm	De 30 cm à 400 cm
Diamètre extérieur du réservoir	De 13 cm à 110 cm	De 13 cm à 110 cm
Volume équivalent d'eau du réservoir	7 L à 125/250 L (700 bar)*/** 7 L à 216/432 L (350 bar)*/**	7 L à 500 L (700 bar) 7L à 840 L (350 bar)
Poids hydrogène embarqué	0,28/0.17 kg à 5 kg* 0.28/0.17 kg à 10 kg**	De 0.28/0,17 kg à 20 kg**
Température hydrogène	De -40°C à +20°C	
Température ambiante	De -40°C à +55°C	
Hygrométrie ambiante	95% HR	
SPÉCIFICATIONS DES ESSAIS MECANQUES		
Taille du réservoir	Diamètre extérieur : de 13 cm à 110 cm / Longueur extérieure : de 30 cm à 400 cm	
Volume du réservoir	De 7 L à 1400 L	
Poids	7 kg à 1500 kg	
Type	4	
TEST DE CHUTE		
Hauteur de chute	≤1.8m	
Température ambiante	20°C +/- 5°C	
Energie minimale	488 J	
TEST D'EPREUVE AU FEU		
Température	600°C / 800°C	
Type de feu	Localisé / Enveloppant	
TEST DE PERFORATION		
Calibre	7,62 mm (Diamètre > 120 mm) / 5,6 mm (Diamètre ≤ 120 mm)	
Vitesse nominale	850 m/s	
Distance maximale	45 m	
SPÉCIFICATIONS DES ESSAIS COMPATIBILITE ELECTROMAGNETIQUE		
Sensibilité		
Emissivité		

* Limite maximum absolue avec sécurité passive

** Limite maximum absolue avec sécurité active (inertage)

Tableau 3 : Spécification des essais et caractéristiques de l'ISTHY.

l'évaluation de la conformité au sens de la législation d'harmonisation applicable au sein de l'Union ; ils sont officiellement désignés par l'autorité nationale compétente. Ils doivent fonctionner de manière compétente, non discriminatoire, transparente, neutre, indépendante et impartiale. Ils doivent être dotés du personnel nécessaire, lequel doit disposer des connaissances et de l'expérience suffisantes et adéquates pour assurer l'évaluation de la conformité. Ils doivent prendre les dispositions adéquates afin de garantir la confidentialité des informations obtenues au cours de leur évaluation de la conformité [1].

Références bibliographiques

- [1] DEBRAY B. & WEINBERGER B. (2021), « Guide pour l'évaluation de la conformité et la certification des systèmes à hydrogène », Institut national de l'environnement industriel et des risques (INERIS), pp. 1-193.
- [2] HASSAN I. A., RAMADAN H. S., SALEH M. A. & HISSEL D. (2021), "Hydrogen storage technologies for stationary and mobile applications: Review, analysis and perspectives", *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 149, p. 111311.
- [3] CHEN Z., MA Z., ZHENG J., LI X., AKIBA E. & LI H.-W. (2021), "Perspectives and challenges of hydrogen storage in solid-state hydrides", *Chinese Journal of Chemical Engineering* 29, pp. 1-12.
- [4] ORTIZ CEBOLLA R., ACOSTA B., MORETTO P. & DE MIGUEL N. (2019), "GASTEF: The high pressure gas tank testing facility of the European commission joint research centre", *International Journal of Hydrogen Energy* 44(16), pp. 8601-8614.
- [5] UNITED NATIONS (2019), "UN Recommendations on the Transport of Dangerous Goods (Volume I / II)", 23.
- [6] EU EC 79:2009 (2009), "Regulation (EC) No 79/2009 of the European Parliament and of the Council of 14 January 2009 on type-approval of hydrogen-powered motor vehicles, and amending Directive 2007/46/EC", Directive of European Commission.
- [7] EC 406:2010 (2010), "Implementing Regulation (EC) No 79/2009 of the European Parliament and of the Council on type-approval of hydrogen-powered motor vehicles", Directive of European Commission.
- [8] UN ECE R134e:2015 (2015), "Uniform provisions concerning the approval of motor vehicles and their components with regard to the safety-related performance of hydrogen-fuelled vehicles (HFCV)", Directive of United Nations.
- [9] UN GTR n°13 (2013), "Global technical regulation on hydrogen and fuel cell vehicles", Directive of United Nations.
- [10] NF EN 12245+A1 (2012), « Bouteilles à gaz transportables – Bouteilles entièrement bobinées en matériaux composites », norme française et européenne.
- [11] ISO 16111 (2018), "Transportable gas storage devices – Hydrogen absorbed in reversible metal hydride", International Organization for Standardization.
- [12] NF EN 17533 (2020), "Gaseous hydrogen – Cylinders and tubes for stationary storage – Hydrogène gazeux – Bouteilles et tubes pour stockage stationnaire", International Organization for Standardization.
- [13] ISO/DIS 11119-3 (2019), « Construction, conception et essais des bouteilles à gaz rechargeables en matériaux composites et tubes – Partie 3 : bouteilles à gaz composites entièrement bobinées renforcées par des fibres et tubes d'une contenance allant jusqu'à 450 L avec liners métalliques ou non métalliques ne transmettant pas la charge ou sans liners », International Organization for Standardization.
- [14] ISO 11623 (2015), « Bouteilles à gaz – Construction composite – Contrôles et essais périodiques », International Organization for Standardization.
- [15] ISO 13985 (2006), « Hydrogène liquide – Réservoirs de carburant pour véhicules terrestres », International Organization for Standardization.
- [16] NF ISO/IEC GUIDE 99, « Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM) », norme française et européenne.
- [17] ISO/IEC 17000 (2020), « Évaluation de la conformité – Vocabulaire et principes généraux », International Organization for Standardization.
- [18] NF EN ISO/IEC 17025 (2017), « Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essai », norme française et européenne.
- [19] NF EN ISO/IEC 17065 (2012), « Évaluation de la conformité – Exigences pour les organismes certifiant les produits, les procédés et les services », norme française et européenne.