

---

---

**Bouteilles à gaz transportables —  
Compatibilité des matériaux des  
bouteilles et des robinets avec les  
contenus gazeux —**

Partie 4:

**Méthodes d'essai pour le choix de  
matériaux métalliques résistants à la  
fragilisation par l'hydrogène**

ISO 11114-4:2005

<https://standards.iteh.org/standards/iso/11114-4/2005> **Transportable gas cylinders — Compatibility of cylinder and valve materials with gas contents —**

*Part 4: Test methods for selecting metallic materials resistant to hydrogen embrittlement*



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 11114-4:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4839355-f49f-4090-ab14-b0a259cb2f3f/iso-11114-4-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4839355-f49f-4090-ab14-b0a259cb2f3f/iso-11114-4-2005>

© ISO 2005

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

**Sommaire**

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes, définitions et symboles</b> .....	<b>2</b>
<b>3.1</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>2</b>
<b>3.2</b> <b>Symboles</b> .....	<b>3</b>
<b>4</b> <b>Exigences générales</b> .....	<b>4</b>
<b>5</b> <b>Méthodes d'essai</b> .....	<b>4</b>
<b>5.1</b> <b>Essai au disque (méthode A)</b> .....	<b>4</b>
<b>5.2</b> <b>Essai de mécanique de la rupture (méthode B)</b> .....	<b>9</b>
<b>5.3</b> <b>Méthode d'essai pour déterminer la résistance des bouteilles à gaz en acier à la fissuration assistée par l'hydrogène (méthode C)</b> .....	<b>13</b>
<b>5.4</b> <b>Essais de traction</b> .....	<b>16</b>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 11114-4:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4839355-f49f-4090-ab14-b0a259cb2f3f/iso-11114-4-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4839355-f49f-4090-ab14-b0a259cb2f3f/iso-11114-4-2005>

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 11114-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 58, *Bouteilles à gaz*.

L'ISO 11114 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Bouteilles à gaz transportables — Compatibilité des matériaux des bouteilles et des robinets avec les contenus gazeux*:

- *Partie 1: Matériaux métalliques*
- *Partie 2: Matériaux non métalliques*
- *Partie 3: Essai d'auto-inflammation sous atmosphère d'oxygène*
- *Partie 4: Méthodes d'essais pour le choix de matériaux métalliques résistants à la fragilisation par l'hydrogène*

## Introduction

Il est généralement reconnu que l'hydrogène comprimé et certains gaz hydrogénés peuvent avoir un effet fragilisant sur les matériaux métalliques et notamment sur les aciers. Cette action fragilisante a provoqué la rupture de bouteilles à gaz (y compris l'explosion dans certains cas), ce qui a amené les utilisateurs et fabricants de bouteilles à gaz à adopter des mesures spécifiques.

L'adoption de ces mesures a éliminé tous ces cas de rupture connus de bouteilles à hydrogène dus à ce phénomène de fragilisation.

La recommandation fondamentale a consisté à minimiser les contraintes dans les fûts des bouteilles (voir l'ISO 11114-1) et à éliminer les défauts dangereux.

La limite de résistance à la traction de 950 MPa a été élaborée pour les bouteilles à gaz trempées et revenues en acier du type 34 Cr Mo 4 correspondant aux pratiques de fabrication d'acier, aux compositions chimiques et aux techniques de fabrication types de celles qui étaient en vigueur au début des années 80, et qui ont été utilisées avec succès pour des pressions de remplissage jusqu'à 300 bar. Cette pratique a largement été mise en œuvre jusqu'à maintenant. D'autres pressions plus élevées, bien qu'avec des limites de résistance à la traction plus faibles, ont également été utilisées.

Ces dernières années, des progrès dans la fabrication des aciers, par exemple en diminuant la teneur en soufre et en phosphore, ont montré qu'il était possible d'accroître la limite de résistance à la traction de 950 MPa pour une utilisation avec du gaz fragilisant grâce à une amélioration de la ténacité à la rupture du matériau.

Des travaux expérimentaux ont montré que les paramètres à prendre en compte pour la fragilisation à l'hydrogène sont les suivants:

- a) la microstructure résultant de l'effet combiné de la composition chimique et du traitement thermique;
- b) les propriétés mécaniques des matériaux;
- c) la contrainte appliquée sur les parois;
- d) les défauts de surface internes aboutissant à une concentration locale de la contrainte;
- e) les caractéristiques du gaz contenu (composition, qualité, pression, etc.).

Lors de la mise au point de la présente partie de l'ISO 11114, seuls les aspects portant sur le matériau, a) et b) ci-dessus, ont été pris en compte. D'autres caractéristiques essentielles, c) et d), sont traitées dans les parties correspondantes de l'ISO 9809.

La présente partie de l'ISO 11114 spécifie les méthodes d'essai qui, lorsqu'elles seront combinées avec les exigences de fabrication des bouteilles stipulées dans l'ISO 9809 (toutes les parties), permettront d'obtenir des bouteilles aptes à être utilisées avec un gaz fragilisant.

Toutefois, certains aciers faiblement alliés autres que le 34 Cr Mo 4 peuvent demander une résistance à la traction inférieure à 950 MPa pour pouvoir être utilisés pour la fabrication de bouteilles à gaz destinées à recevoir un gaz fragilisant.

Ces essais ont été mis au point suite à un important programme mondial ayant impliqué des essais en laboratoire et des essais grandeur nature.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 11114-4:2005](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4839355-f49f-4090-ab14-b0a259cb2f3f/iso-11114-4-2005>

# Bouteilles à gaz transportables — Compatibilité des matériaux des bouteilles et des robinets avec les contenus gazeux —

## Partie 4:

### Méthodes d'essai pour le choix de matériaux métalliques résistants à la fragilisation par l'hydrogène

#### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11114 spécifie des méthodes d'essai et l'évaluation des résultats de ces essais permettant de retenir les aciers pouvant être utilisés pour fabriquer des bouteilles à gaz (jusqu'à 3 000 l) pour l'hydrogène et d'autres gaz fragilisants.

La présente partie de l'ISO 11114 s'applique uniquement aux bouteilles à gaz en acier sans soudure.

Les exigences de la présente partie de l'ISO 11114 ne s'appliquent pas si, au moins l'une des conditions suivantes concernant l'utilisation avec le gaz prévu, est remplie<sup>1)</sup>:

- la pression d'utilisation du gaz fragilisant dans la bouteille représente moins de 20 % de la pression d'épreuve de la bouteille;
- la pression partielle du gaz fragilisant du mélange gazeux contenu dans la bouteille représente moins de 5 MPa (50 bar) dans le cas de l'hydrogène et d'autres gaz fragilisants, sauf pour le sulfure d'hydrogène et le méthyle de mercaptan pour lesquels la pression partielle ne doit pas dépasser 0,25 MPa (2,5 bar).

#### 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 4287, *Spécification géométrique des produits (GPS) — État de surface: Méthode du profil — Termes, définitions et paramètres d'état de surface*

ISO 7539-1:1987, *Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion sous contrainte — Partie 1: Guide général des méthodes d'essai*

ISO 7539-6:2003, *Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion sous contrainte — Partie 6: Préparation et utilisation des éprouvettes préfissurées pour essais sous charge constante ou sous déplacement constant*

ISO 9809-1, *Bouteilles à gaz — Bouteilles à gaz rechargeables en acier sans soudure — Conception, construction et essais — Partie 1: Bouteilles en acier trempé et revenu ayant une résistance à la traction inférieure à 1 100 MPa*

1) Dans de tels cas, les bouteilles peuvent être conçues comme pour des gaz ordinaires (non fragilisants).

ISO 9809-2, *Bouteilles à gaz — Bouteilles à gaz rechargeables en acier sans soudure — Conception, construction et essais — Partie 2: Bouteilles en acier trempé et revenu ayant une résistance à la traction supérieure ou égale à 1 100 MPa*

ISO 9809-3, *Bouteilles à gaz — Bouteilles à gaz rechargeables en acier sans soudure — Conception, construction et essais — Partie 3: Bouteilles en acier normalisé*

ISO 11114-1:1997, *Bouteilles à gaz transportables — Compatibilité des matériaux des bouteilles et des robinets avec les contenus gazeux — Partie 1: Matériaux métalliques*

ISO 11120, *Bouteilles à gaz — Tubes en acier sans soudure rechargeables d'une contenance en eau de 150 l à 3 000 l — Conception, construction et essais*

### 3 Termes, définitions et symboles

#### 3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent. Certaines des définitions employées sont basées sur celles de l'ISO 7539-1:1987.

##### 3.1.1

###### **gaz fragilisants**

gaz cités dans l'ISO 11114-1:1997, Tableau A.3, groupe 2 et Tableau A.12, groupe 11

##### 3.1.2

**pression de rupture à l'hydrogène**,  $P_{H_2}$   
pression maximale enregistrée au cours de l'essai de rupture sous pression d'hydrogène

##### 3.1.3

**pression de rupture à l'hélium**,  $P_{He}$   
pression maximale enregistrée au cours de l'essai de rupture sous pression d'hélium

##### 3.1.4

###### **indice de fragilisation à hydrogène**

valeur maximale du rapport  $P_{He}/P_{H_2}$  en fonction de la vitesse de montée en pression

##### 3.1.5

###### **fissuration assistée par l'environnement**

effet synergique sur un métal provoqué par l'action simultanée d'un environnement particulier et d'une contrainte de traction principalement statique, aboutissant à la formation d'une fissure

##### 3.1.6

###### **contrainte limite**

contrainte au-delà de laquelle s'amorcent et se développent des fissures, dans des conditions d'essai spécifiées

##### 3.1.7

###### **facteur d'intensité de contrainte en régime de déformation plane**, $K_1$

fonction de la charge appliquée, de la longueur de la fissure et de la géométrie de l'éprouvette, ayant les dimensions du produit contrainte  $\times$  longueur

NOTE  $K_1$  définit de façon univoque l'intensification du champ de contrainte élastique à la pointe d'une fissure soumise à des déplacements associés aux modes d'ouverture.

**3.1.8****facteur d'intensité de contrainte limite pour la sensibilité à la fissuration assistée par l'environnement,** $K_{1H}$ 

facteur d'intensité de contrainte au-delà duquel une fissuration assistée par l'environnement s'amorce et se développe, dans des conditions d'essai prescrites correspondant à une forte résistance à la déformation plastique, c'est-à-dire dans des conditions prédominantes de déformation plane

**3.1.9****HAC**

fissuration assistée par l'hydrogène

**3.2 Symboles**

Pour les besoins du présent document, les symboles suivants s'appliquent.

$a$	longueur effective de la fissure mesurée depuis l'extrémité de la fissure jusqu'au plan de mise en charge
$a_0$	valeur moyenne de $a$
$B$	épaisseur de l'éprouvette
$e_m$	épaisseur moyenne du disque
$E$	module d'élasticité
$K_{IAPP}$	intensité de contrainte élastique appliquée
$K_{1H}$	facteur d'intensité de contrainte limite
$m$	déplacement élastique par charge unitaire
$P$	charge appliquée
$P_r$	pression réelle de rupture
$P_r'$	pression de rupture corrigée
$P_{r'H_2}$	pression de rupture corrigée sous hydrogène
$P_{r'He}$	pression de rupture sous hélium théorique correspondant à la même vitesse de montée en pression que pour l'essai sous hydrogène, calculée par régression linéaire à partir de la pression de rupture corrigée obtenue sous hélium
$R_m$	valeur réelle de la résistance à la traction
$R_{P0,2}$	moyenne de la limite d'écoulement mesurée sur trois éprouvettes provenant de la bouteille d'essai représentant l'emplacement des éprouvettes pour l'essai HAC (fissuration assistée par l'hydrogène) à température ambiante
$V$	déplacement de l'ouverture du début de la fissure (CMOD) défini par le composant du mode 1 (également appelé mode d'ouverture) du déplacement de la fissure dû à la déformation élastique et plastique, mesurée à l'emplacement sur la surface de la fissure qui a le déplacement élastique par charge unitaire, $m$ , le plus important
$W$	largeur effective d'une éprouvette compacte, mesurée depuis sa face postérieure jusqu'au plan de mise en charge
$Y$	coefficient du facteur d'intensité de contrainte, dérivé de l'analyse de contrainte pour une géométrie d'éprouvette particulière reliant le facteur d'intensité de contrainte pour une longueur de fissure donnée à la charge et aux dimensions de l'éprouvette

## 4 Exigences générales

Les méthodes d'essai décrites à l'Article 5 sont valables pour une pression de service allant jusqu'à 300 bar. Pour les pressions de service supérieures, on doit procéder à des vérifications supplémentaires.

Les essais doivent être réalisés en vue de sélectionner les aciers pour bouteilles hydrogène. Les aciers au chrome molybdène, trempés et revenus ayant une résistance à la traction maximale garantie de 950 MPa, n'ont pas besoin de subir ces essais et peuvent être utilisés sans risque pour la construction de bouteilles à hydrogène. Pour les aciers au carbone manganèse, différentes limites peuvent s'appliquer, voir l'ISO 9809-1.

Les essais décrits à l'Article 5 sont des «essais de qualification» pour un acier donné, ce qui signifie que les essais n'ont pas à être répétés pour chaque «type» de bouteille, une fois que l'acier a reçu une qualification pour un certain niveau de résistance.

Les éprouvettes doivent être prélevées sur une bouteille à gaz représentative ou sur un élément de tube (pour les bouteilles longues en conformité avec l'ISO 11120) qui soit représentatif du processus de fabrication approprié y compris pour le traitement thermique.

Les éprouvettes d'essai doivent avoir une résistance mécanique qui ne soit pas inférieure à la résistance maximale que l'on prévoit d'utiliser pour les bouteilles à fabriquer. S'il est prévu ultérieurement d'accroître la résistance maximale de l'acier, on doit alors réaliser un autre essai de qualification.

Concernant une éventuelle variation de composition chimique, la composition de l'acier soumis à l'essai doit être notifiée dans le rapport d'essai et la différence de composition pour les aciers réellement utilisés pour les bouteilles ne doit pas dépasser «la différence admissible», telle que définie dans l'ISO 9809-2. De plus, pour le soufre et le phosphore, ces différences admissibles sont limitées respectivement à 0,005 % et à 0,010 %. En aucun cas la teneur en phosphore, soit du prototype, soit des bouteilles fabriquées, ne doit dépasser 0,015 %.

Concernant le traitement thermique, le fabricant doit spécifier les températures et durées appropriées et les conditions de trempe (le cas échéant). Toute modification du traitement thermique aboutissant à une nouvelle homologation, telle que définie dans l'ISO 9809-2, oblige à un nouvel essai de qualification.

Pour la qualification d'un acier donné devant être utilisé pour la fabrication des bouteilles à gaz, il est possible d'utiliser soit la méthode A, soit la méthode B, soit la méthode C (voir 5.1, 5.2 et 5.3). De plus, on doit réaliser des essais de traction (voir 5.4).

## 5 Méthodes d'essai

### 5.1 Essai au disque (méthode A)

#### 5.1.1 Principe de l'essai

Une éprouvette montée en forme de disque est soumise à une pression de gaz croissante à vitesse constante jusqu'à l'éclatement ou la fissuration. L'effet fragilisant de l'hydrogène est mis en évidence en comparant les pressions de rupture hydrogène  $P_{H_2}$  aux pressions de rupture hélium  $P_{He}$ , l'hélium étant choisi comme gaz de référence.

Le rapport  $P_{He}/P_{H_2}$  doit être déterminé.

Plus ce rapport sera faible, plus le comportement de l'acier sera bon en présence de l'hydrogène. Ce rapport dépend de la vitesse de montée en pression qui doit rester constante pendant toute la durée de l'essai.

NOTE 1 Les pressions de rupture hydrogène dépendent aussi de la pureté de l'hydrogène. L'oxygène ou des traces de vapeur d'eau peuvent en partie inhiber l'effet de fragilisation de l'hydrogène.

NOTE 2 Il est possible de réaliser l'essai avec tout autre gaz ou mélange gazeux fragilisant (par exemple  $H_2S$ , hydrures). L'indice de fragilisation du gaz considéré sera alors défini de la même façon.

## 5.1.2 Conditions d'essai et mode opératoire

### 5.1.2.1 Disque d'échantillon

Le disque échantillon doit être plan et rectifié (ou usiné pour obtenir un état de surface équivalent) et avoir les caractéristiques suivantes:

Dimensions:

- diamètre:  $58 \begin{smallmatrix} 0 \\ -0,5 \end{smallmatrix}$  mm;
- épaisseur:  $0,75 \text{ mm} \pm 0,005 \text{ mm}$ ;
- planéité: flèche inférieure à 1/10 mm.

État de surface (des deux côtés):

- rugosité: valeur  $R_a$  (voir l'ISO 4287) profondeur inférieure à 0,001 mm. La rugosité des échantillons, utilisés pour les essais  $H_2$  et He doit être équivalente;
- pas de trace d'oxydation.

Les opérations suivantes doivent être effectuées pour vérifier la qualité de l'échantillon:

- immédiatement après la préparation finale et avant de procéder à l'essai, stocker les échantillons dans une atmosphère sèche, par exemple un dessiccateur;
- procéder à un dégraissage de l'échantillon et à une vérification de son épaisseur en 4 points pris avec un espacement de  $90^\circ$  afin de définir une épaisseur moyenne;
- déterminer la dureté du disque (Vickers par exemple) sur la totalité de la circonférence extérieure, afin de vérifier que l'usinage n'a pas modifié les propriétés initiales du matériau.

### 5.1.2.2 Cellule et autre appareillage

La cellule (voir Figure 1) se compose de 2 brides en acier inoxydable encastrant le disque. Un volume de  $5 \text{ cm}^3$  environ se trouve sous le disque. Une bague en acier haute résistance ( $R_m \geq 1\,100 \text{ MPa}$ ) est montée au-dessus du disque. Le diamètre d'encastrement est de 25,5 mm et le rayon de courbure de la bague au niveau du diamètre d'encastrement est de 0,5 mm.

Après rupture du disque, il peut y avoir échappement de gaz soit par le conduit du flasque bas, soit par celui du flasque haut qui fait communiquer la cavité avec l'extérieur. Cela permet la mise sous vide de l'installation ainsi que le contrôle de la pureté de l'hydrogène qui doit être exempt d'oxygène ( $O_2 < 1 \mu\text{l/l}$ ) et de vapeur d'eau ( $H_2O < 3 \mu\text{l/l}$ )<sup>2)</sup>. Cela permet aussi de contrôler le débit de gaz pour régler la vitesse de montée en pression.

Le dispositif d'étanchéité doit être un joint torique en élastomère pour les essais réalisés sous hélium, et pour les essais à l'hydrogène à des vitesses supérieures à 10 bar/min. Pour un essai à l'hydrogène n'excédant pas 10 bar/min, on doit utiliser des joints toriques en indium.

Pour l'assemblage des brides, il convient d'utiliser dix boulons en acier de haute résistance, de type M 10 ou équivalent. Le couple de serrage doit être de 30 N·m pour les joints en élastomère et de 100 N·m pour les joints en indium.

L'hydrogène et l'hélium doivent être stockés dans des récipients haute pression reliés aux cellules d'essai. Une vanne de laminage située entre le réservoir et la cellule doit être utilisée pour régler la vitesse de montée en pression.

2)  $1 \mu\text{l/l} = 1 \text{ ppm}$ . L'emploi de ppm est déconseillé.