
**Corrosion des métaux et alliages —
Essai de corrosion sous contrainte —**

Partie 11:

**Lignes directrices pour les essais de
résistance des métaux et alliages à
la fragilisation par l'hydrogène et la
fissuration assistée sous hydrogène**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Corrosion of metals and alloys — Stress corrosion cracking —

*Part 11: Guidelines for testing the resistance of metals and alloys to
hydrogen embrittlement and hydrogen-assisted cracking*

ISO 7539-11:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a668bf7c-b763-43c4-9b04-aff9386701b/iso-7539-11-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7539-11:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a668bf7c-b663-43c4-9b04-aff9938b701b/iso-7539-11-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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
Web www.iso.org

Version française parue en 2014

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Facteurs à prendre en considération dans la fragilisation par l'hydrogène et la fissuration assistée sous hydrogène	1
3.1 Déformation plastique dynamique.....	1
3.2 Durée de l'essai et chargement en hydrogène.....	2
3.3 Température.....	2
4 Choix de la méthode d'essai	3
4.1 Généralités.....	3
4.2 Type d'éprouvettes.....	3
4.3 Durée de l'essai.....	4
4.4 Application de la charge.....	8
4.5 Préchargement et effusivité de l'hydrogène.....	12
4.6 Essais des soudures.....	12
5 Évaluation après essai	14
Bibliographie	15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7539-11:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a668bf7c-b663-43c4-9b04-aff9938b701b/iso-7539-11-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a668bf7c-b663-43c4-9b04-aff9938b701b/iso-7539-11-2013>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 156, *Corrosion des métaux et alliages*.

L'ISO 7539 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Corrosion des métaux et alliages – Essais de corrosion sous contrainte*:

- *Partie 1: Guide général des méthodes d'essai*
- *Partie 2: Préparation et utilisation des éprouvettes pour essais en flexion*
- *Partie 3: Préparation et utilisation des éprouvettes cintrées en U*
- *Partie 4: Préparation et utilisation des éprouvettes pour essais en traction uniaxiale*
- *Partie 5: Préparation et utilisation des éprouvettes en forme d'anneau en C*
- *Partie 6: Préparation et utilisation des éprouvettes préfiessurées pour essais sous charge constante ou sous déplacement constant*
- *Partie 7: Méthode d'essais à faible vitesse de déformation*
- *Partie 8: Préparation et utilisation des éprouvettes pour évaluer les assemblages soudés*
- *Partie 9: Préparation et utilisation des éprouvettes préfiessurées pour essais sous charge croissante ou sous déplacement croissant*
- *Partie 10: Méthode d'essai par cintrage en U inversé*
- *Partie 11: Lignes directrices pour les essais de résistance des métaux et alliages à la fragilisation par l'hydrogène et la fissuration assistée sous hydrogène*

Corrosion des métaux et alliages — Essai de corrosion sous contrainte —

Partie 11:

Lignes directrices pour les essais de résistance des métaux et alliages à la fragilisation par l'hydrogène et la fissuration assistée sous hydrogène

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 7539 donne des recommandations sur les caractéristiques clés dont il convient de tenir compte pour la conception et la réalisation d'essais permettant d'évaluer la résistance d'un métal ou de son alliage à la fragilisation par l'hydrogène et à la fissuration assistée sous hydrogène.

NOTE Les méthodes d'essai particulières ne sont pas traitées en détail dans ce document. Ces méthodes sont décrites dans d'autres normes citées en référence.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 7539-7, *Corrosion des métaux et alliages - Essais de corrosion sous contrainte — Partie 7: Méthode d'essais à faible vitesse de déformation.*

ISO 17081, *Méthode de mesure de la perméation de l'hydrogène et détermination de l'absorption d'hydrogène et de son transport dans les métaux à l'aide d'une technique électrochimique.*

3 Facteurs à prendre en considération dans la fragilisation par l'hydrogène et la fissuration assistée sous hydrogène

3.1 Déformation plastique dynamique

3.1.1 Les films de surface, comme les films d'oxyde passifs et les films de sulfure dans le cas de l'exposition d'acier au carbone aux environnements H₂S par exemple, peuvent réduire de manière significative le chargement en hydrogène. La rupture du film augmente localement la pénétration, ce qui signifie que la déformation plastique dynamique et la vitesse de déformation peuvent être particulièrement importantes. Dans ce contexte, il n'y a généralement aucun rapport entre le chargement en hydrogène mesuré lors d'une expérience de perméation et la réponse par fissuration puisque le chargement est local aux endroits de rupture du film. Une exception possible survient lorsqu'il existe une zone importante de sensibilité sous la surface, associée à la contrainte résiduelle ou à la microchimie, ce qu'il est possible de rencontrer dans le cas des soudures. Dans ce cas, il convient de réaliser une caractérisation détaillée de la soudure avant d'effectuer les essais.

3.1.2 La déformation plastique dynamique peut être induite sous charge statique s'il existe un fluage important, comme c'est le cas sur certains aciers inoxydables duplex.

3.1.3 Dans les essais sur des alliages qui se corrodent activement, il existe souvent une corrélation entre la fissuration et le chargement en hydrogène total mesuré. Dans ce cas, la déformation plastique dynamique peut jouer un rôle relativement mineur dans le chargement en hydrogène.

3.1.4 Dans tous les alliages, la déformation plastique dynamique et la vitesse de déformation peuvent être importantes dans le transport d'hydrogène par les dislocations. La mobilité des atomes d'hydrogène et leur piégeage au niveau des dislocations signifient que les dislocations peuvent transporter l'hydrogène (bien qu'avec des restrictions dues aux frontières microstructurelles) et peut-être même déposer l'hydrogène à des endroits sensibles, par exemple aux joints de grains.

3.2 Durée de l'essai et chargement en hydrogène

3.2.1 Les atomes d'hydrogène sont mobiles et peuvent se diffuser vers des endroits de sensibilité potentielle, qui peuvent se situer à une certaine distance de la source primaire. Une question fondamentale est d'estimer la durée d'un essai de laboratoire qu'il convient d'adopter pour garantir un chargement suffisant en hydrogène afin de reproduire le comportement en service, pour lequel les durées d'exposition se chiffrent en années. L'élément déterminant est l'emplacement de la fissuration par rapport à la source primaire d'hydrogène. Si cette dernière est éloignée, la durée des essais doit en tenir compte. Par conséquent, la diffusivité de l'hydrogène et la durée de l'essai sont importantes. Dans la fissuration par hydrogène retardée, par exemple, l'analyse de la répartition de l'hydrogène dans le temps en réponse aux gradients de concentration et de contrainte peut être nécessaire pour évaluer la probabilité de la fissuration en service.

3.2.2 L'emplacement des fissures dépend du système. L'emplacement peut être associé à l'épaisseur moyenne d'un pipeline en acier au carbone faiblement allié et à la ségrégation sur la ligne centrale. Si une éprouvette préfissurée est utilisée, l'emplacement est bien évidemment localisé en fond de fissure. Dans une soudure, il pourrait se situer sous la surface.

3.2.3 Dans les essais sur alliages résistants à la corrosion à l'état passif, la source primaire d'hydrogène est très probablement une zone soumise localement à une contrainte car les endroits de rupture de film fournissent les points principaux d'entrée. Dans ce cas, les durées des essais peuvent être relativement courtes, sauf s'ils sont réalisés dans des conditions de corrosion par piqûres (ou corrosion cavernueuse). La chimie agressive locale associée à la corrosion par piqûres et cavernueuse, avec la dissolution des films de protection, encourage le chargement en hydrogène. Si la fissure s'amorce à partir d'une piqûre, la taille des piqûres peut être un facteur, et il peut ainsi y avoir un effet lié à la durée d'exposition spécifique à cet aspect. Une défaillance peut ne pas être attendue sauf au-delà de la température critique de piqûre/crevasse, bien qu'il puisse y avoir un effet de la contrainte sur la valeur.

3.2.4 Pour les systèmes sans film protecteur, la source primaire d'hydrogène est une fonction complexe de la chimie de la solution et du potentiel appliqué. S'il existe dans l'ensemble de la solution une espèce qui augmente la génération et l'absorption de l'hydrogène mais dont la présence est moindre dans une fissure, alors la source primaire est la surface externe exposée à l'ensemble de la solution. Les solutions acides et les solutions contenant du sulfure d'hydrogène sont des exemples. Cependant, dans les environnements H₂S, la formation sur la durée d'une couche de sulfure de fer sur la surface externe exposée entraîne progressivement une réduction de l'entrée d'hydrogène et peut modifier l'emplacement de la source primaire en celui du fond de fissure.

Dans des environnements moins «agressifs» ou gazeux, le chargement en hydrogène en fond de fissure peut être favorisé. Si des éprouvettes préfissurées sont utilisées avec des potentiels de protection cathodique à la valeur d'une anode sacrificielle, la source primaire d'hydrogène provient de la surface externe en raison de la chute de potentiel et des changements de chimie dans la fissure.

3.3 Température

3.3.1 La fragilisation est souvent associée au piégeage d'hydrogène. L'augmentation de la température tend à réduire le piégeage mais ceci peut être compensé par l'accroissement de la cinétique de génération

d'hydrogène et de sa solubilité dans la plupart des matériaux. La diffusion augmente également avec la température, et lorsqu'on compare les résultats des essais à différentes températures, on peut se faire des idées fausses sur la sensibilité si le chargement en hydrogène n'est pas en régime stationnaire et si les différents niveaux de pénétration de l'hydrogène ne sont pas pris en compte. Pour les alliages résistant à la corrosion non protégés et à l'état passif, des fissures peuvent survenir uniquement au-delà d'une température critique associée à une attaque localisée, comme indiqué en 3.2.3. Également, comme la ductilité inhérente des métaux tend à augmenter à mesure que la température augmente, il faut s'attendre à ce que la température ait un effet complexe sur la fragilisation.

3.3.2 Il convient que les essais reflètent la plage de températures attendue en service. Il est important de reconnaître que pour les alliages protégés cathodiquement, les températures les plus sévères peuvent être les températures les plus basses car elles encouragent le piégeage (voir en introduction).

3.3.3 Les informations disponibles sur l'effet des variations de température sont limitées. Ces variations peuvent avoir de l'importance si la vitesse de refroidissement est relativement rapide par comparaison avec la vitesse de dégazage de l'hydrogène. Pour de nombreux alliages, la solubilité de l'hydrogène réticulaire augmente avec la température, et le piégeage diminue. La ductilité augmente elle aussi. Ainsi, à une température suffisamment élevée, il peut y avoir un chargement en hydrogène important, mais pas de fissuration. Cependant, des problèmes peuvent survenir si la vitesse de refroidissement est rapide par rapport à la diffusion. Dans certains aciers, l'hydrogène peut précipiter hors du réseau au niveau d'interfaces, en tant qu'hydrogène moléculaire, et augmenter la probabilité de fissuration due à la pression. D'une manière plus générale, les atomes d'hydrogène dans le réseau tombent dans des sites de piégeage. En association avec une ductilité réduite, une fissuration peut s'ensuivre.

iTeh STANDARD PREVIEW

4 Choix de la méthode d'essai (standards.iteh.ai)

4.1 Généralités

ISO 7539-11:2013

Une large palette de méthodes d'essai a été développée, et celles-ci peuvent être utilisées pour évaluer la résistance des matériaux à la fragilisation par l'hydrogène et à la fissuration assistée sous hydrogène. L'avant-propos énumère un certain nombre de normes internationales applicables à la fissuration assistée par l'environnement en général, y compris la corrosion fissurante par contrainte et la fatigue corrosion. La méthode électrochimique de perméation de l'hydrogène (ISO 17081) donne des indications sur le mesurage du chargement en hydrogène et de sa diffusivité. Des méthodes d'essai supplémentaires ayant trait à la fragilisation par l'hydrogène et à la fissuration assistée sous hydrogène, principalement pour des applications spécifiques à un système, sont incluses dans une liste complémentaire donnée dans la bibliographie. Dans un certain nombre d'applications, les conditions de chargement et celles d'exposition à l'environnement sont suffisamment claires, et l'objectif de la Norme internationale est si restreint qu'il n'est pas impératif de donner des lignes directrices supplémentaires pour les essais. Cependant, pour les méthodes d'essai non prescriptives, les problèmes cités à l'Article 3 doivent être pris en compte lors de la définition de l'essai.

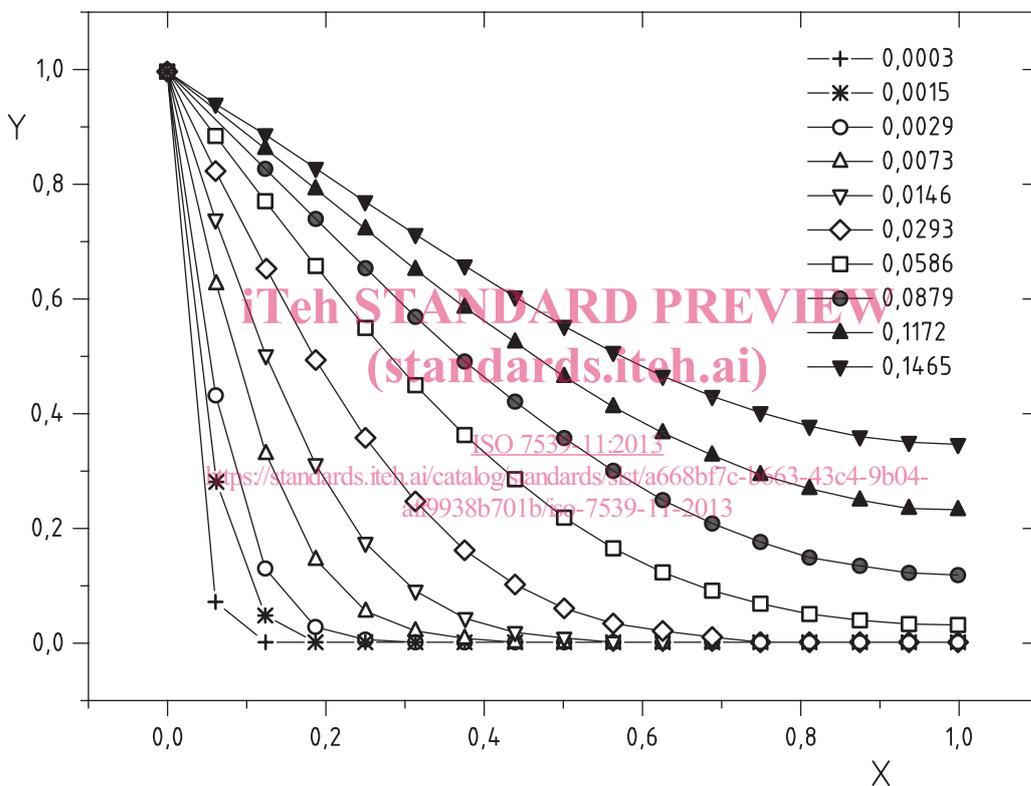
4.2 Type d'éprouvettes

Le type d'éprouvette adopté dans ce cas dépend de la conception et de la philosophie de maintenance par rapport aux défauts superficiels importants attendus et à leur évolution dans le temps. En plus des contraintes locales élevées dépassant l'élasticité, les éprouvettes entaillées ou préfissurées présentent la caractéristique supplémentaire que la composante de la contrainte hydrostatique localise l'hydrogène. Par conséquent, la concentration en hydrogène augmente localement. Cependant, la profondeur de l'entaille, le rayon de courbure en fond d'entaille, et, dans le cas de soudures, l'emplacement du fond de l'entaille par rapport à la zone affectée thermiquement (ZAT) sont complètement arbitraires. Le nombre d'études sur ces essais est insuffisant, et aucune ligne directrice n'est disponible. Il n'existe pas de Norme internationale convenue pour les essais de fragilisation par l'hydrogène en fonction des détails d'une entaille, et aucune ligne directrice n'est disponible. Il est évident qu'une entaille augmente la probabilité de défaillance. Les éprouvettes préfissurées peuvent être utilisées pour le classement, mais

elles sont plus communément utilisées pour en déduire des facteurs d'intensité de contrainte limites et des données de propagation des fissures.

4.3 Durée de l'essai

4.3.1 Il convient de baser la durée des essais sur les principes et les considérations du 3.2, mais un chargement préalable peut être pertinent afin de garantir que le chargement en hydrogène est suffisant. Dans certaines circonstances, comme la polarisation cathodique, il est relativement facile d'obtenir une estimation grossière de l'évolution de la concentration en hydrogène avec le temps à l'aide de la deuxième loi de Fick et d'un coefficient de diffusion effectif. La [Figure 1](#) représente une illustration de l'évolution prévue de la concentration en hydrogène avec le temps sur une éprouvette cylindrique typique d'une éprouvette pour essai à faible vitesse de déformation pendant le chargement cathodique. Ici, a est le rayon, r est la distance par rapport à la surface, C_0^{av} est la concentration en hydrogène à la surface, et τ est une durée sans dimension ($t \cdot D_{eff} / a^2$), où D_{eff} est le coefficient de diffusion effectif et t est le temps.



Légende

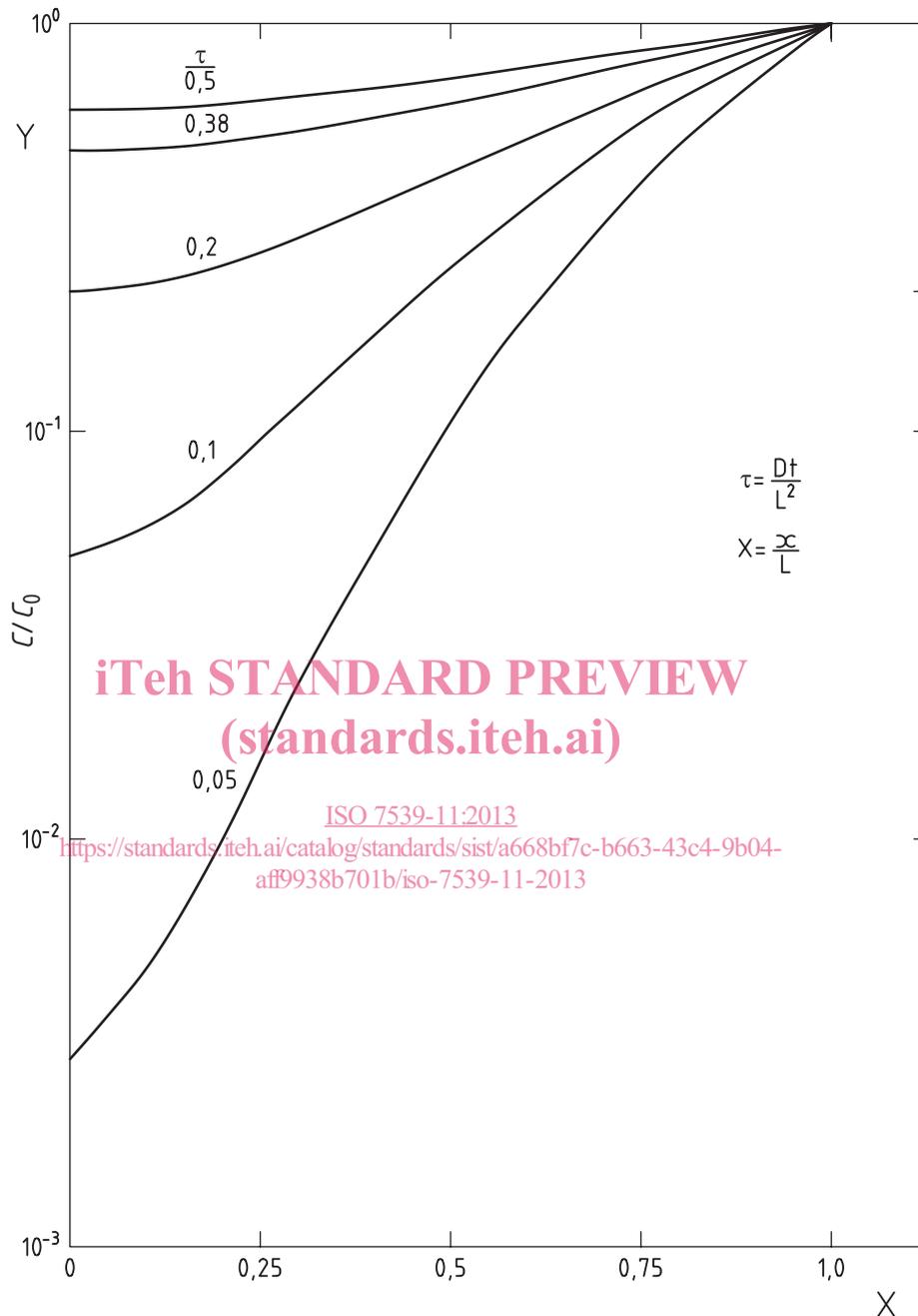
Y C/C_0^{av}
 X r/a

Figure 1 — Profils d'hydrogène normalisés en fonction de la profondeur normalisée sur une éprouvette cylindrique solide, sur la base d'une résolution de la loi de Fick

Les profils sont présentés pour différentes valeurs du temps normalisé τ ($D_{eff} t/a^2$, où a est le rayon du cylindre).

La durée de l'essai ou la durée de préchargement peuvent être de sorte à atteindre une concentration en hydrogène stable, mais comme la fissuration commence en général à partir de la surface dans ce genre d'essais, et que la taille de défaut critique pour une propagation instable de la fissuration peut être petite, il peut s'avérer plus pragmatique de choisir une valeur proche de cette concentration à une certaine distance de la surface (par exemple 80 %) à r/a de 0,2. Il y a un élément de jugement dans ce dernier aspect qui représente une concession entre le conservatisme et des durées d'essai pragmatiques. Les profils de concentration dans des éprouvettes plates, basés sur la solution de la loi de Fick, sont représentés sur la

Figure 2. Ces profils peuvent être utilisés comme base pour évaluer de manière approximative l'étendue du chargement dans l'épaisseur d'une éprouvette compacte pour essai de traction, en négligeant la présence de la fissure. Ceci peut servir de guide, par exemple en cas de préchargement.



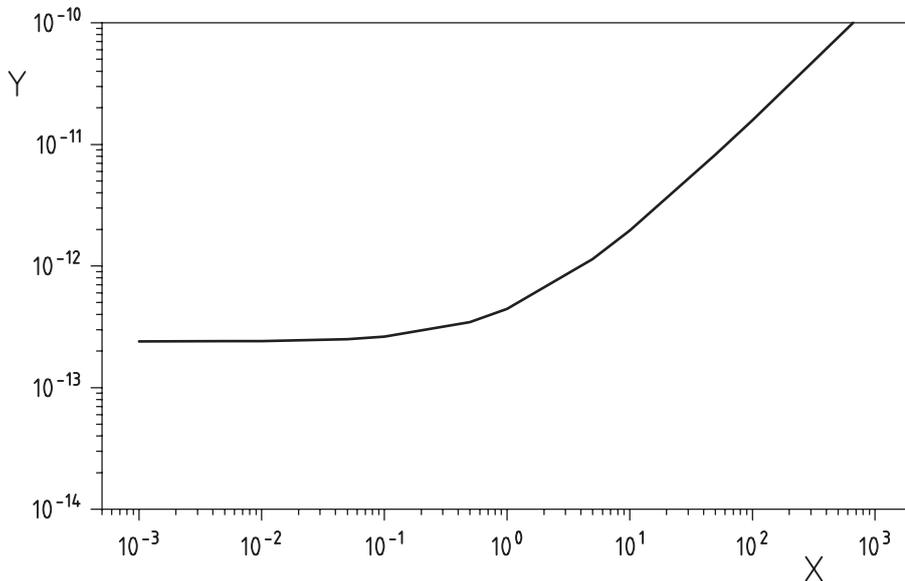
Légende

- Y C/C_0
 X x
 D Coefficient de diffusion (coefficient de diffusion effectif ici)
 L Demi-épaisseur de l'éprouvette
 t Temps

NOTE La demi-épaisseur de l'éprouvette est à l'emplacement $X = 0$.

Figure 2 — Profils de concentration d'hydrogène normalisés sur une éprouvette plate pouvant être utilisée pour caractériser une éprouvette compacte pour essai de traction pour laquelle la source primaire d'hydrogène est à la surface externe, à l'emplacement $X = 1,0$

4.3.2 La diffusion effective de l'hydrogène dans les métaux est une fonction du chargement en hydrogène, et par conséquent, des conditions d'exposition en raison des variations du piégeage, comme le montre l'exemple de la Figure 3. Par conséquent, il convient d'effectuer les mesures dans les conditions d'exposition et à la température pertinentes en pratique, et non pas à partir de valeurs abstraites issues de la littérature. L'ISO 17081 donne des lignes directrices pour le mesurage.



Légende

Y $D_{eff}/m^2 s^{-1}$
 X C_0/ppb

iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)

ISO 7539-11:2013

Figure 3 — Courbe de valeurs calculées de D_{eff} comme fonction de la concentration réticulaire d'hydrogène sous la surface, en parties par milliard en masse, C_0 , pour un super acier à 13 Cr à 23 °C

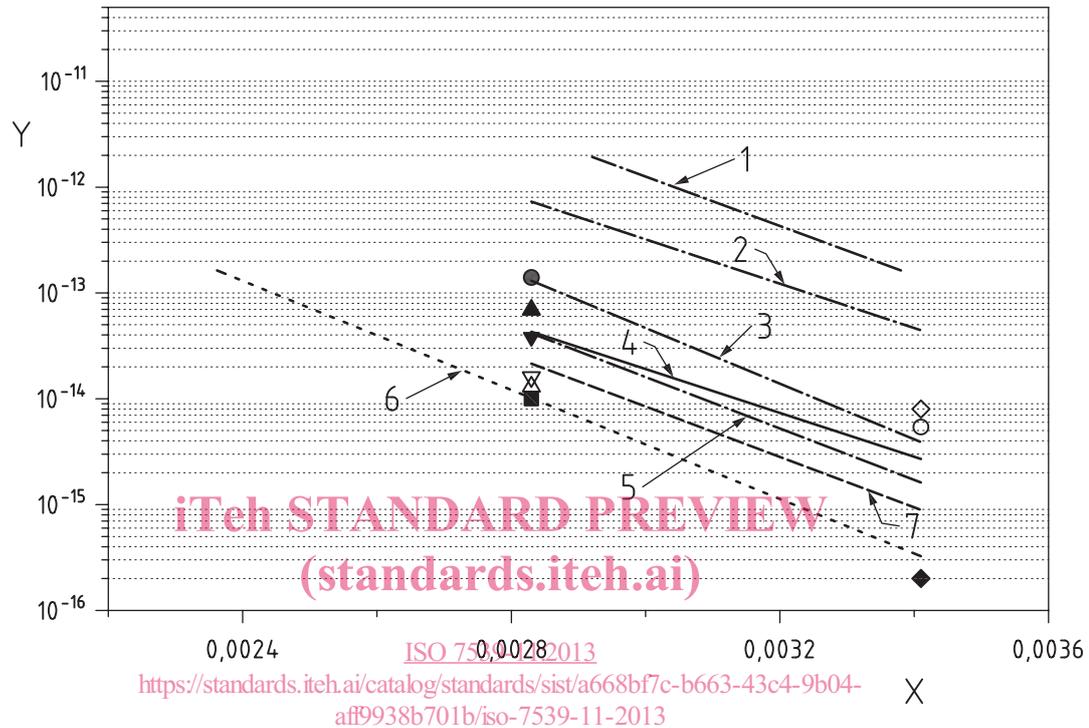
4.3.3 Le Tableau 1 donne des exemples de coefficients de diffusion à température ambiante pour certains aciers faiblement alliés dans des conditions de protection cathodique, et il donne une indication de la plage de valeurs.

Tableau 1 — Coefficients de diffusion des atomes d'hydrogène pour différents aciers faiblement alliés sous protection cathodique, à température ambiante

Matériau	$D_{eff} (m^2 s^{-1})$
Fer pur	$7,2 \times 10^{-9}$
BS 4360 50D (S355J2G3, 1.0577)	$1,7 \times 10^{-10}$
AISI 4340 (1.6565)	$1,7 \times 10^{-11}$
3,5 % Ni-Cr-Mo-V	$5,3 \times 10^{-12}$

Pour des éprouvettes de 25 mm préfiessurées, la durée jusqu'au chargement stationnaire en hydrogène à travers l'épaisseur pour l'alliage à plus faible coefficient de diffusion peut prendre pratiquement une année pour l'acier 3,5 Ni-Cr-Mo-V. Dans ce cas, une exposition préalable est pertinente. Pour réduire la durée de l'essai, il est utile d'effectuer l'essai avec une éprouvette relativement mince avec pour restrictions d'obtenir les conditions de déformation plane prédominante. Les avantages de cet essai sont évidents par exemple dans l'utilisation de ce qu'on appelle des éprouvettes double cantilever (DCB) de demi-épaisseur pour les essais d'aciers au carbone utilisés en présence de pétrole acide et de gaz.

4.3.4 Il convient de consulter la littérature pour les données de diffusion de l'alliage concerné. La [Figure 4](#) donne une indication de valeurs typiques pour certains alliages résistant à la corrosion sous protection cathodique. L'énergie d'activation n'est pas intrinsèque, elle dépend également des conditions d'exposition; il convient donc de considérer ces données uniquement comme indicatives. Bien que ces données puissent ne pas être pertinentes si l'hydrogène est généré localement, il peut arriver que le chargement en hydrogène total à température élevée soit important, mais le système est alors refroidi. Il est également toujours conseillé d'effectuer un essai avec préchargement afin de valider la perspective d'un chargement en hydrogène majoritairement local.



Légende

Y	$D_{\text{eff}}/\text{m}^2 \text{ s}^{-1}$	■	245 SMO
X	$1/T$ in K^{-1}	◆	82T SS
1	super 13 Cr	●	alliage 600
2	Ni	○	alliage 600
3	alliage G	▲	alliage 750 SA
4	22 Cr	△	alliage 750 DirA
5	C - 276	◇	alliage 750 SA
6	AISI 300	▼	alliage 718 SA
7	25 Cr	▽	alliage 718 DirA

Figure 4 — Dépendance entre la température et le coefficient de diffusion effectif pour différents alliages résistant à la corrosion sous protection cathodique, à titre d'exemple pour donner la plage de valeurs du coefficient de diffusion effectif et sa dépendance avec le type d'alliage [41]

4.3.5 Lors du calcul du chargement en hydrogène et des essais sur matériaux, il peut être nécessaire de prendre en compte un chargement non-uniforme. Par exemple, la fissuration induite par l'hydrogène sur les pipelines en acier au carbone faiblement allié dans des environnements acides a lieu en interne, souvent dans les zones de ségrégation de la ligne centrale des inclusions MnS, même si les pratiques modernes de fabrication de l'acier éliminent progressivement cette ségrégation. Lors d'essais sur ce matériau de pipeline, il convient de tenir compte des conditions d'obtention d'un chargement en hydrogène à l'état stationnaire qui doivent être réalisées, et il convient que les conditions de chargements