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

**Partie 4:
Méthodes d'essai pour le choix des
aciers résistants à la fragilisation par
l'hydrogène**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Transportable gas cylinders — Compatibility of cylinder and valve
materials with gas contents —*

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



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11114-4:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd57cb88-0191-4a17-991f-1b26569e9835/iso-11114-4-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions, symboles et abréviations	2
3.1 Termes et définitions	2
3.2 Symboles et abréviations	3
4 Exigences générales	3
5 Méthodes d'essai	4
5.1 Essai au disque (méthode A)	4
5.1.1 Principe de l'essai	4
5.1.2 Conditions d'essai et mode opératoire	5
5.1.3 Exploitation et interprétation des résultats d'essai	7
5.1.4 Rupture en cours d'essai	8
5.1.5 Rapport d'essai	8
5.2 Essai de mécanique de la rupture (méthode B)	11
5.2.1 Principe de la méthode d'essai	11
5.2.2 Mode opératoire de l'essai	11
5.2.3 Résultats d'essai	15
5.3 Méthode d'essai pour déterminer la résistance des bouteilles à gaz en acier à la fissuration assistée par l'hydrogène (méthode C)	16
5.3.1 Généralités	16
5.3.2 Configuration des éprouvettes et nombre d'essais	16
5.3.3 Préfissuration de fatigue	16
5.3.4 Mode opératoire d'essai des éprouvettes	16
5.3.5 Mode opératoire de l'essai	17
5.3.6 Examen de la propagation de la fissure	18
5.3.7 Qualification du matériau de la bouteille à gaz	18
5.3.8 Rupture en cours d'essai	18
5.3.9 Rapport d'essai	18
5.4 Essais de traction	18
Bibliographie	19

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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 58, *Bouteilles à gaz*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11114-4:2005), qui a fait l'objet d'une révision technique avec les modifications suivantes:

- amélioration du mode opératoire correspondant à la Méthode C et ajustement des critères d'acceptation;
- modifications mineures des modes opératoires correspondant aux Méthode A et Méthode B.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 11114 peut être consultée sur le site web de l'ISO.

Introduction

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

Jusqu'à présent, l'adoption de ces mesures a éliminé tous les cas de rupture connus de bouteilles de gaz d'hydrogène dus à ce phénomène de fragilisation.

La recommandation de base est de limiter la résistance à la traction des aciers (voir l'ISO 11114-1) et d'éliminer les défauts de fabrication.

Cette 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 typiques de celles qui étaient en vigueur au début des années 80, et qui ont été utilisées avec succès pour des pressions de remplissage allant jusqu'à 300 bar. Cette pratique s'est généralisée jusqu'à aujourd'hui. D'autres pressions plus élevées, bien qu'avec des limites de résistance à la traction plus faibles, ont également été utilisées.

Ces dernières années, les progrès réalisés 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. 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;
- d) les défauts de surface internes aboutissant à une concentration localisée de la contrainte;
- e) les caractéristiques du gaz contenu (composition, qualité, pression, etc.).

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

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

Le présent document spécifie les méthodes d'essai pour identifier les aciers 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.

Ces essais ont été mis au point suite à un important programme mondial ayant impliqué des essais en laboratoire et des essais grandeur nature. Voir aussi l'AFNOR FD E29-753.

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

ISO 11114-4:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd57cb88-0191-4a17-991f-1b26569e9835/iso-11114-4-2017>

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

Partie 4:

Méthodes d'essai pour le choix des aciers résistants à la fragilisation par l'hydrogène

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes d'essai et l'évaluation des résultats de ces essais permettant de qualifier les aciers pouvant être utilisés pour fabriquer des bouteilles à gaz (jusqu'à 3 000 l) pour l'hydrogène et les gaz hydrogénés fragilisants.

Le présent document s'applique uniquement aux bouteilles à gaz en acier sans soudure.

Les exigences du présent document ne s'appliquent pas si au moins l'une des conditions suivantes concernant l'utilisation avec le gaz prévu, est remplie:

- 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; dans de tels cas, la pression partielle ne doit pas dépasser 0,25 MPa (2,5 bar).

NOTE Dans de tels cas, il est possible de concevoir les bouteilles comme pour des gaz ordinaires (non fragilisants).

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 7539-1, *Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion sous contrainte — Partie 1: Lignes directrices générales relatives aux méthodes d'essai*

ISO 7539-6:2011, *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*

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 11114-1:2012, *Bouteilles à gaz — 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 3000 l — Conception, construction et essais

3 Termes, définitions, symboles et abréviations

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 des ISO 7539-1 et ISO 7539-6.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

3.1.1

gaz fragilisants

gaz qui peuvent provoquer des fissurations du métal du fait de l'action combinée de la contrainte et des atomes d'hydrogène

Note 1 à l'article: Les gaz fragilisants sont cités en tant que groupes 2 et 11 dans l'ISO 11114-1:2012, A.4.

3.1.2

pression de rupture sous hydrogène

P_{H_2}

pression maximale enregistrée au cours de l'essai de rupture sous pression d'hydrogène

3.1.3

pression de rupture sous hélium

P_{He}

pression maximale enregistrée au cours de l'essai de rupture sous pression d'hélium

3.1.4

indice de fragilisation à l'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 $\times \sqrt{\text{longueur}}$ qui 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 (mode 1)

Note 1 à l'article: K_1 définit uniquement 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

3.2 Symboles et abréviations

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}	facteur d'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 ISO 11114-4:2017
P_r'	pression de rupture corrigée https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd57cb88-0191-4a17-991f-1b26569e9835/iso-11114-4-2017
$P_r'_{H2}$	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 à partir de la pression de rupture corrigée obtenue sous hélium
R_m	valeur réelle de la résistance à la traction
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, mesuré 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
HAC	fissuration assistée par hydrogène

4 Exigences générales

Les méthodes d'essai décrites à [l'Article 5](#) sont valables pour toutes les pressions de service de conception. L'essai doit être réalisé à température ambiante, à une pression supérieure à la pression de service de conception. Tous les essais doivent être effectués afin d'évaluer la fragilisation à l'hydrogène,

en tenant compte des conditions attendues pour l'application prévue. La composition du gaz soumis à essai doit présenter une concentration de gaz fragilisant non inférieure à celle de l'application prévue. Les essais doivent être réalisés en vue de sélectionner les aciers pour bouteilles de gaz d'hydrogène/de gaz fragilisants et mélanges gazeux. Les aciers au chrome-molybdène, trempés et revenus ayant une résistance à la traction maximale garantie de 950 MPa, n'ont pas besoin d'être soumis à ces essais et peuvent être utilisés sans risque pour la construction de bouteilles de gaz d'hydrogène/de gaz fragilisants. En revanche, ces essais sont nécessaires pour les mélanges de H₂S dont la pression de service est supérieure à 100 bar. Pour les aciers au carbone-manganèse, différentes limites sur la résistance à la traction peuvent s'appliquer (tel que décrit dans l'ISO 9809-1).

Les essais décrits à l'[Article 5](#) sont des «essais de qualification» pour une composition d'acier et un traitement thermique donnés, ce qui signifie que les essais n'ont pas à être répétés pour chaque type (tel que défini dans l'ISO 9809) de bouteille, une fois que l'acier a reçu une qualification pour un certain niveau de résistance.

Les éprouvettes d'essai doivent être prélevées sur une bouteille 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.

La résistance mécanique des éprouvettes d'essai ne doit pas être inférieure à la résistance maximale à la traction que l'on prévoit d'utiliser pour les bouteilles à fabriquer. S'il est ultérieurement prévu d'accroître la résistance maximale de l'acier, un nouvel essai de qualification doit être effectué.

Concernant une éventuelle variation de composition chimique, la composition de l'acier soumis à essai doit être consignée dans le rapport d'essai de qualification et la différence de composition pour les aciers réellement utilisés pour les bouteilles ne doit pas dépasser «la différence admissible» conformément à l'ISO 9809-2. De plus, pour le soufre et le phosphore, ces différences admissibles sont respectivement limitées à 0,005 % et à 0,010 %. La teneur en phosphore, soit du prototype, soit des bouteilles fabriquées, ne doit en aucun cas 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 approbation de type conformément à l'ISO 9809-2, impose 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 la méthode A, B ou C (voir [5.1](#), [5.2](#) et [5.3](#), respectivement). De plus, des essais de traction doivent être réalisés (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 (ou d'un autre gaz fragilisant) est mis en évidence en comparant les pressions de rupture sous hydrogène P_{H_2} aux pressions de rupture sous 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, moins l'acier sera susceptible de se fragiliser. Ce rapport dépend de la vitesse de montée en pression qui doit rester constante pendant toute la durée de l'essai.

NOTE Les pressions de rupture sous hydrogène/gaz fragilisants dépendent également 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.

5.1.2 Conditions d'essai et mode opératoire

5.1.2.1 Disque 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: $58^{+0}_{-0,05}$ mm;
- épaisseur: $0,75 \text{ mm} \pm 0,01 \text{ mm}$;
- planéité: flèche inférieure à 1/10 mm.

NOTE 1 Les pressions de rupture sous hydrogène sont de l'ordre de 300 bar. S'il est prévu d'évaluer l'acier pour des pressions de service supérieures, une épaisseur supérieure à 0,75 mm peut être utilisée.

NOTE 2 Pour des gaz destinés à être utilisés à une pression maximale de service inférieure à 100 bar, les résultats d'essais peuvent être trop conservatifs. Dans de tels cas, il convient que l'essai soit répété avec un disque d'une épaisseur telle que la compression ne soit pas supérieure à la pression de service.

État de surface (des deux côtés):

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

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

- juste après la préparation finale et avant de procéder à l'essai, stocker les échantillons dans une atmosphère sèche (dans un dessiccateur, par exemple);
- procéder à un dégraissage de l'échantillon et vérifier son épaisseur en quatre points pris avec un espacement de 90° afin de définir une épaisseur moyenne;
- déterminer la dureté du disque (Vickers par exemple) sur sa circonférence externe (en dehors de la zone du joint torique), 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 2) se compose de deux brides en acier inoxydable encastrant le disque. Un volume de 5 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 $0,5^{+0,25}_{-0,05} \text{ mm}$.

Après rupture du disque, un échappement de gaz peut se produire soit par le conduit de la bride inférieure, soit par celui de la bride supérieure qui fait communiquer la cavité avec l'extérieur. Cet échappement permet la mise sous vide de l'installation ainsi que le contrôle de la pureté de l'hydrogène qui doit être exempt d'oxygène ($O_2 < 1 \mu\text{l/l}$) ou de vapeur d'eau ($H_2O < 3 \mu\text{l/l}$). Il permet également de contrôler le débit de gaz pour régler la vitesse de montée en pression.

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

Le dispositif d'étanchéité doit être un joint torique en élastomère pour les essais réalisés sous hélium, et pour les essais sous hydrogène à des vitesses supérieures à 10 bar/min. Pour les essais sous hydrogène à des vitesses n'excédant pas 10 bar/min, des joints toriques en indium doivent être utilisés (afin d'éliminer la rétrodiffusion de l'oxygène).