NORME INTERNATIONALE

ISO 11114-4

Deuxième édition
2017-04

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

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

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

Numéro de référence
ISO 11114-4:2017(F)

© ISO 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**

© ISO 2017 – Tous droits réservés

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.

© ISO 2017 – Tous droits réservés

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.

© ISO 2017 – Tous droits réservés

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 2017 – Tous droits réservés

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_{H2}
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_{H2} 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 × $\sqrt{\text{longueur}}$ 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.

© ISO 2017 – Tous droits réservés

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

P_r' pression de rupture corrigée

$P_r'_{H2}$ 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,

© ISO 2017 – Tous droits réservés