



HAL
open science

Etude de la nocivité d'un défaut de type éraflure sur une conduite destinée au transport de gaz naturel soumise à une pression d'hydrogène

Julien Capelle

► To cite this version:

Julien Capelle. Etude de la nocivité d'un défaut de type éraflure sur une conduite destinée au transport de gaz naturel soumise à une pression d'hydrogène. Autre. Université Paul Verlaine - Metz, 2008. Français. NNT : 2008METZ012S . tel-01752576

HAL Id: tel-01752576

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01752576>

Submitted on 29 Mar 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

THÈSE

Présentée par

Julien CAPELLE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR

De l'Université Paul Verlaine de Metz

(Spécialité : Sciences de l'Ingénieur)

(Option : Génie Mécanique)

Étude de la nocivité d'un défaut de type éraflure sur une conduite destinée au transport de gaz naturel soumise à une pression d'hydrogène

Soutenue à Metz le 4 Novembre 2008

Composition du jury :

Z. AZARI	Professeur des Universités Amiens	Président
M. NAÏT ABDELAZIZ	Professeur des Universités Lille	Rapporteur
L. TALEB	Professeur des Universités INSA de Rouen	Rapporteur
Y. MATVIENKO	Professeur à l'Institut de Recherche de Génie mécanique de Moscou (Russie)	Examineur
I. DMYTRAKH	Docteur à l'Institut de Physique et Mécanique Karpenko de Lviv (Ukraine)	Examineur
J. GILGERT	Maître de Conférences ENIM	Co directeur de thèse
G. PLUVINAGE	Professeur des Universités Metz	Directeur de thèse
R. BATISSE	Docteur-Ingénieur Gaz de France-Suez	Invité

REMERCIEMENTS :

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire de Fiabilité Mécanique de l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz, sous la direction de Messieurs PLUVINAGE et GILGERT, respectivement Professeur des Universités à l'Université Paul Verlaine de Metz, et Maître de Conférences à l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz.

Je tiens à leur exprimer toute ma gratitude et ma profonde reconnaissance pour avoir accepté l'encadrement de ma thèse. Ils ont su orienter et diriger mes recherches en me laissant une complète autonomie et en me confiant la représentation du laboratoire lors des réunions du projet NaturalHy. Qu'ils trouvent, ici, mes sincères remerciements.

Je remercie également Messieurs NAÏT ABDELAZIZ et TALEB, Professeurs des Universités à l'Université des Sciences et Technologies de Lille et à l'Institut National des Sciences Appliquées de Rouen, d'avoir accepté de rapporter ce travail.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur AZARI, Professeur des Universités à l'Université de Picardie, président du jury.

À Messieurs MATVIENKO, Professeur à l'Institut de Recherche de Génie mécanique de Moscou et DMYTRAKH, Docteur à l'Institut de Physique et Mécanique Karpenko de Lviv d'avoir accepté d'être membre du jury.

Un grand merci aux techniciens de l'école et du laboratoire, tout particulièrement à Monsieur BAKOWSKY, pour son soutien technique, sa disponibilité et sa bonne humeur.

Que tous mes collègues et amis du Laboratoire de Fiabilité Mécanique, en particulier Guillaume, trouvent ici l'expression de mes remerciements, aussi bien pour l'ambiance sympathique durant ces trois ans, que pour leurs disponibilités et leurs conseils.

Je remercie, enfin, l'ensemble du personnel de l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz, que j'ai côtoyé durant ces années.

Table des matières

Remerciements

Liste des Figures

Liste des Tableaux

INTRODUCTION GENERALE

CHAPITRE I : Etude bibliographique	3
I] CONTROLER LA NOCIVITE DES DEFAUTS DANS LES TUYAUX DE GAZ	4
I-1] Réseau de gazoducs européen	4
I-2] Matériau utilisé	8
I-3] Sollicitation du réseau	9
I-4] Défauts rencontrés	11
II] OUTIL D'ANALYSE : LA MECANIQUE DE LA RUPTURE	13
II-1] Analyse limite	13
II-2] Facteur d'intensité de contrainte	15
II-3] Facteur d'intensité de contrainte d'entaille	17
II-4] Diagramme Intégrité Rupture (D.I.R.)	20
II-5] Diagramme Intégrité Rupture utilisé pour des entailles	25
II-6] Amorçage en fatigue	27
II-7] Loi de propagation sur des éprouvettes CT normalisée	30
II-8] Emission acoustique	32
II-8-1] Principe de fonctionnement	32
II-8-2] Acquisition des signaux	34
II-8-3] Détection de l'amorçage de la fissure	36

III] INFLUENCE DE L’HYDROGENE SUR LE CONTROLE DE LA NOCIVITE	37
III-1] L’hydrogène	37
<i>III-1-1] Les propriétés physiques</i>	38
<i>III-1-2] Les différents modes d’obtention</i>	39
<i>III-1-3] Domaines d’utilisation</i>	42
III-2] Affectation des propriétés mécaniques	44
<i>III-2-1] Limite d’élasticité</i>	44
<i>III-2-2] Résistance ultime</i>	46
<i>III-2-3] Essai de Charpy</i>	46
<i>III-2-4] La ténacité</i>	47
III-3] Influence de l’hydrogène sur la plasticité du matériau	49
<i>III-3-1] Les forces de cohésions atomiques</i>	49
<i>III-3-2] Apparition et la propagation des fissures</i>	51
<i>III-3-3] Piégeage de l’hydrogène par les dislocations</i>	53
<i>III-3-4] Diffusion interstitielle de l’atome d’hydrogène</i>	57
<i>III-3-5] Hydrogène et triaxialité des contraintes</i>	60
III-4] Quantification de la concentration d’hydrogène	61
<i>III-4-1] Modélisation de la concentration en hydrogène en fond d’entaille</i>	61
<i>III-4-2] Mesure des quantités d’hydrogène absorbées par électrolyse</i>	64
IV] PROBLEMATIQUE	67
IV-1] Projet Naturalhy	67
IV-2] Défauts de type : éraflures	68
IV-3] Qualification de la nocivité du défaut	70
REFERENCES BIBLIOGRPHIQUES DU CHAPITRE I	71

CHAPITRE II : Etude expérimentale	75
Introduction	76
I] ACIER ET MOYENS MIS EN OEUVRE	77
I-1] Acier utilisé	77
I-1-1] Provenance et nuance de l'acier	77
I-1-2] Propriétés mécaniques et chimiques	78
I-1-3] Eprouvettes non-normalisées – Choix du types de sollicitations à obtenir	84
I-2] Matériel utilisé	88
I-2-1] Machines de tests	88
I-2-2] Montages spécifiques	90
I-2-3] Capteurs et jauges	93
I-3] Obtention de l'hydrogène pour les essais	97
I-3-1] Les différentes méthodes possibles	97
I-3-2] Le moyen retenu	98
II] ESSAIS STATIQUES : INFLUENCE DE L'HYDROGENE SUR L'ACIER API 5L X52	102
II-1] Limite d'élasticité	102
II-1-1] Principe de l'essai	102
II-1-2] Résultats	104
II-2] Essais d'éclatement	106
II-2-1] Déroulement de l'essai	106
II-2-2] Résultats	109
II-3] Essais de ténacité	115
II-3-1] Eprouvettes utilisées	115
II-3-2] Facteur d'intensité de contrainte d'entaille à l'amorçage : $K_{\rho,i}$	117
II-3-3] Facteur d'intensité de contrainte critique à l'amorçage : K_{Ii}	122

III] ESSAIS DE FATIGUE : INFLUENCE DE L'HYDROGENE SUR L'ACIER API 5L X52	125
III-1] Loi de propagation sur des éprouvettes CT normalisées	125
<i>III-1-1] Réalisation de l'essai</i>	125
<i>III-1-2] Résultats</i>	126
III-2] Amorçage et tenue en fatigue	127
<i>III-2-1] Déroulement de l'essai</i>	127
<i>III-2-2] Résultats</i>	128
IV] MODELISATION D'UN TUYAU ENTAILLE SOUMIS A UNE PRESSION INTERNE	132
IV-1] Modélisation Eléments Finis du tuyau	132
IV-2] Calcul des contraintes équivalentes pour un tuyau entaillé soumis à une pression interne	134
V] CONCLUSION PARTIELLE	137
REFERENCES BIBLIOGRPHIQUES DU CHAPITRE II	138

CHAPITRE III : Nocivité des défauts et perspectives d’avenir	140
I] QUALIFICATION DETERMINISTE DE LA NOCIVITE DES DEFAUTS	141
I-1] Défauts non évoluant	141
I-1-1] Définition de ce type de défaut	141
I-1-2] Application à notre cas d’étude	142
I-2] Défauts évoluant	144
I-2-1] Définition d’un défaut évoluant	144
I-2-2] Application à notre cas d’étude	145
I-3] Validation du cas étudié dans le Diagramme Intégrité Rupture	146
II] DISCUSSION	148
II-1] Influence de la limite d’élasticité sur la fragilisation hydrogène	148
II-1-1] Evolution de la ténacité en fonction de la limite d’élasticité à l’air	148
II-1-2] Evolution de la ténacité en fonction de la limite d’élasticité sous hydrogène	152
II-1-3] Conclusion	154
II-2] Triaxialité et concentration en hydrogène en tête du défaut	155
II-2-1] Calcul de β	155
II-2-2] Répartition de la concentration en hydrogène	156
II-2-3] Résultat	158
II-3] Comparaison du volume affecté par l’hydrogène et du volume d’élaboration du processus de rupture	160
II-4] Concentration d’hydrogène absorbée lors d’un chargement électrolytique	161
III] CONCLUSION PARTIELLE	165
REFERENCES BIBLIOGRPHIQUES DU CHAPITRE III	166
CONCLUSION GENERALE	167

TABLE DES MATIERES

LISTE
DES FIGURES

Chapitre I :

Figure I-1	Réseau de transport du gaz en Europe	4
Figure I-2	Réseau de transport de gaz autres que le gaz naturel en Europe du Nord (Octobre 2001)	5
Figure I-3	Réseaux pipelines d'Air Liquide en Allemagne	6
Figure I-4	Centre de production d'hydrogène de Teeside	7
Figure I-5	Répartition des différentes nuances d'acier composant le réseau européen en 2004	8
Figure I-6	Evolution des nuances d'acier dans le transport par pipelines	9
Figure I-7	Contraintes s'exerçant sur un pipeline	10
Figure I-8	Causes des ruptures de pipelines Canadiens en cours d'exploitation	11
Figure I-9	Quelques défauts rencontrés	12
Figure I-10	Caractéristique géométrique d'un tube sous pression interne	14
Figure I-11	Mode I de rupture	15
Figure I-12	Schéma d'une fissure	15
Figure I-13	Diagramme schématique de la contrainte locale	18
Figure I-14	Visualisation des contraintes sur différentes éprouvettes	18
Figure I-15	Distribution des contraintes et du gradient de contraintes obtenus par simulation en Eléments Finis	19
Figure I-16	Distribution des contraintes et du gradient de contraintes obtenus par simulation en Eléments Finis	19
Figure I-17	Etats limites extrêmes	21
Figure I-18	Diagramme Intégrité Rupture	24
Figure I-19	Définition du facteur de sécurité dans un Diagramme Intégrité Rupture	25
Figure I-20	Courbe de Wöhler	28
Figure I-21	Schématisation des stades de propagation d'une fissure de fatigue	31
Figure I-22	Principaux paramètres mesurés sur une salve acoustique	35
Figure I-23	Détection de l'amorçage d'une fissure	37
Figure I-24	Ford Focus utilisant une pile à combustible	43
Figure I-25	Pile à combustible	43
Figure I-26	Photo d'un bus fonctionnant à l'hydrogène	43

LISTE DES FIGURES

Figure I-27	Photo d'un bus fonctionnant à l'hydrogène	43
Figure I-28	A380 et A2	44
Figure I-29	L'avion hypersonique à l'hydrogène	44
Figure I-30	Courbe de traction d'un acier X52	45
Figure I-31	Courbes intégrale J- Δa pour des aciers à haute et très haute limite d'élasticité	47
Figure I-32	Courbes intégrale J- Δa dans diverses atmosphères	48
Figure I-33	Mécanisme de propagation d'une fissure par clivage	50
Figure I-34	Résultat de l'éprouvette 1	52
Figure I-35	Résultat de l'éprouvette 2	52
Figure I-36	Images obtenues par microscopie photoélectrochimique d'un échantillon d'acier X46 chargé en hydrogène, pour différents moments de flexion appliqués	55
Figure I-37	Image de rupture intergranulaire d'un échantillon d'acier P420M, en corrosion sous contraintes	56
Figure I-38	Image obtenue par microscopie photoélectrochimique de la zone proche d'une fissure (acier X46 chargé en H ₂)	56
Figure I-39	Evolution du courant photoélectrique le long de la ligne AB de l'échantillon figure I-39	57
Figure I-40	Etapes de diffusion de l'hydrogène dans le réseau cristallin	57
Figure I-41	Eprouvette de chargement/déchargement en hydrogène	64
Figure I-42	Cellule de chargement électro-chimique	65
Figure I-43	Exemple de déchargement d'hydrogène sous potentiel anodique	66
Figure I-44	Catastrophe de Ghislenghien en 2004	69
Figure I-45	Catastrophe de Ghislenghien en 2004	69

Chapitre II :

Figure II-1	Procédé de fabrication d'un tuyau	77
Figure II-2	Sens longitudinal et circonférentiel du tuyau	78
Figure II-3	Eprouvettes de traction	79
Figure II-4	Comparaison des différents essais de traction	81
Figure II-5	Analyse longitudinale	83
Figure II-6	Analyse circonférentielle	83
Figure II-7	Analyse longitudinale	84
Figure II-8	Analyse circonférentielle	84
Figure II-9	Eprouvette courbe tuyau Ø219mm	85
Figure II-10	Eprouvette courbe tuyau Ø610mm	85
Figure II-11	Simulation d'une flexion 4 points sur une éprouvette courbe Ø219mm	86
Figure II-12	Zoom sur le point d'application de la charge	87
Figure II-13	Schéma de l'entaille	87
Figure II-14	Machine de traction/compression INSTRON 1341	88
Figure II-15	Machine de traction/compression INSTRON 5585H	89
Figure II-16	Montage de flexion 3 points à l'air	90
Figure II-17	Montage de flexion 3 points sous hydrogène	91
Figure II-18	Cellule de chargement électrolytique	92
Figure II-19	Montage pour éprouvettes CT	93
Figure II-20	Capteurs VS 150-M	94
Figure II-21	Capteurs Pico Z	94
Figure II-22	Principe de détection des événements acoustiques	95
Figure II-23	Exemple de localisation des activités acoustiques sur l'éprouvette Tuile Romaine	95
Figure II-24	Capteurs à lames	96
Figure II-25	Jauge de propagation de fissure	96
Figure II-26	Electrode de travail	99
Figure II-27	Cycle appliqué pour l'obtention de la courbe de polarisation	99
Figure II-28	Courbe de polarisation de l'acier API 5L X52	100
Figure II-29	Cellule d'électrolyse	101

LISTE DES FIGURES

Figure II-30	Eprouvette de traction pour le chargement en hydrogène électrolytique	103
Figure II-31	Résultats des essais de traction	105
Figure II-32	Géométrie du tuyau et de l'entaille	106
Figure II-33	Montage utilisé pour l'éclatement sous pression des tuyaux	107
Figure II-34	Schéma de l'installation	108
Figure II-35	Cycle de montée en pression	106
Figure II-36	Géométrie du meulage interne	106
Figure II-37	Vues des surfaces internes et externes de l'entaille	110
Figure II-38	Comparaison de la déformation résiduelle (a), et de l'ouverture de l'entaille des tuyaux après éclatements sous méthane et H ₂ (b)	111
Figure II-39	Surface interne au bord de la zone de rupture	112
Figure II-40	Microfissures source de l'amorçage de la rupture	112
Figure II-41	Faciès de rupture de l'intérieure du tuyau	113
Figure II-42	Faciès de rupture sous l'entaille, pour le test sous méthane. (les flèches représentent la direction de la rupture)	113
Figure II-43	Faciès de rupture sous l'entaille pour le test sous hydrogène	114
Figure II-44	Eprouvette Tuile Romaine (sens d'extraction et dimension)	115
Figure II-45	Eprouvette CT (sens d'extraction et dimension)	115
Figure II-46	Détection de l'amorçage par émission acoustique	118
Figure II-47	Maillage de l'éprouvette et de l'entaille	119
Figure II-48	Conditions aux limites utilisées	119
Figure II-49	Distance et contrainte effective	120
Figure II-50	Evolution de la ténacité sous hydrogène, pour le tuyau Ø610mm	121
Figure II-51	Courbe charge-ouverture d'entaille d'une éprouvette CT	123
Figure II-52	Eprouvette CT équipée d'une jauge de propagation de fissure	125
Figure II-53	Vitesse de propagation dans l'acier API 5L X52	126
Figure II-54	Détection de l'amorçage de la fissure de fatigue (essai 1 sous hydrogène)	129
Figure II-55	Courbes de Wöhler pour le tuyau Ø610mm	129
Figure II-56	Influence de l'hydrogène sur la durée de vie en fatigue	130
Figure II-57	Courbes de Wöhler pour le tuyau Ø219mm	131
Figure II-58	Conditions aux limites de la modélisation	133

LISTE DES FIGURES

Figure II-59	Maillage du tuyau et géométrie de l'entaille	134
Figure II-60	Distribution et gradient de contrainte au niveau du ligament sous l'entaille	135
Figure II-61	Evolution de la contrainte circonférentielle en fonction de la pression appliquée	136

Chapitre III :

Figure III-1	Point limite de propagation dans le DIRM	142
Figure III-2	Régressions linéaires permettant le calcul du seuil de propagation	143
Figure III-3	Zone dans laquelle le défaut est considéré comme non évoluant	144
Figure III-4	Déplacement du point de fonctionnement lors de l'évolution du défaut	145
Figure III-5	Evolution du défaut dans le Diagramme Intégrité Rupture Modifié	146
Figure III-6	Evolution du point de fonctionnement	148
Figure III-7	Micrographie dans la section transversale des tuyaux (x500)	149
Figure III-8	Courbes de traction pour les 3 aciers à l'air	150
Figure III-9	Evolution de la ténacité en fonction de la limite d'élasticité	151
Figure III-10	Courbes de traction après chargement en hydrogène électrolytique pour les aciers à haute limite d'élasticité	152
Figure III-11	Evolution de la ténacité après chargement en hydrogène électrolytique en fonction de la limite d'élasticité	154
Figure III-12	Evolution de la triaxialité le long du ligament pour le tube entaillé	155
Figure III-13	Evolution de la triaxialité le long du ligament pour une Tuile Romaine	156
Figure III-14	Principe de l'analyse	157
Figure III-15	Modélisation de la mise sous pression	158
Figure III-16	Evolution de la concentration en hydrogène dans l'épaisseur du tube	158
Figure III-17	Evolution de la concentration en hydrogène le long du ligament sous l'entaille	159
Figure III-18	Concentration en hydrogène et distribution des contraintes le long du ligament sous l'entaille	160
Figure III-19	Quantité d'hydrogène créée et absorbée par les aciers	161
Figure III-20	Evolution de la concentration en hydrogène en fonction du temps de chargement	162
Figure III-21	Efficacité du chargement	163

LISTE
DES TABLEAUX

Chapitre I :

Tableau I-1	Equations proposées pour le Diagramme Intégrité Rupture	22
Tableau I-2	Equations de la Ligne Intégrité Rupture pour un matériau ayant une courbe contrainte déformation continue	23
Tableau I-3	Principaux facteurs influençant le taux d'émission acoustique d'un matériau	33
Tableau I-4	Données caractéristiques sur l'hydrogène	38
Tableau I-5	Caractéristiques de différents aciers et conditions d'utilisation	47
Tableau I-6	Caractéristiques de différents aciers et conditions d'utilisation	48

Chapitre II :

Tableau II-1	Composition chimique des deux tuyaux (proportion massique en %)	78
Tableau II-2	Dimensions des éprouvettes de traction	79
Tableau II-3	Propriétés mécaniques des deux tuyaux	81
Tableau II-4	Coefficient de la loi de Ludwik	82
Tableau II-5	Préparation des échantillons avant observation micrographique	82
Tableau II-6	Dimensions de l'entaille	88
Tableau II-7	Composition chimique de la solution NS4	99
Tableau II-8	Différentes étapes nécessaires à la réalisation d'un essai de traction	104
Tableau II-9	Influence de l'hydrogène sur les propriétés de traction de l'acier X52	105
Tableau II-10	Dimensions des éprouvettes CT et TR	116
Tableau II-11	Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille à l'amorçage, pour l'acier API 5L X52	120
Tableau II-12	Influence de l'hydrogène sur la ténacité du tuyau de diamètre 219mm	122
Tableau II-13	Influence de l'hydrogène sur la ténacité (K_{II}) du tuyau de diamètre 610mm	124
Tableau II-14	Paramètres de la loi de Paris	127
Tableau II-15	Valeurs des paramètres de la loi de Basquin (tuyau Ø610mm)	130
Tableau II-16	Récapitulatifs des grandeurs obtenues à la suite de la modélisation en EF	135

Chapitre III :

Tableau III-1	Seuil de propagation de fissure	143
Tableau III-2	Récapitulatifs des valeurs de S_r et $K_{\rho,r}$	146
Tableau III-3	Influence de l'hydrogène sur les coefficients de sécurité et de sûreté	147
Tableau III-4	Composition chimique des deux aciers à haute limite d'élasticité (proportion massique en %)	149
Tableau III-5	Propriétés mécaniques des 3 nuances d'aciers	150
Tableau III-6	Ténacité des 3 nuances d'aciers	151
Tableau III-7	Propriétés mécaniques après chargement en hydrogène électrolytique des aciers à haute limite d'élasticité	153
Tableau III-8	Ténacité après chargement en hydrogène électrolytique des aciers à haute limite d'élasticité	153
Tableau III-9	Loi d'évolution de la concentration en hydrogène	163

INTRODUCTION

GENERALE

Les demandes énergétiques mondiales ne cessent de s'accroître, avec le développement très rapide de pays très gourmand, comme la Chine, l'Inde, ou encore les pays d'Amérique du Sud. Mais les stocks d'énergies fossiles disponibles ne sont pas inépuisables. De plus, leur utilisation n'est pas sans effet sur l'équilibre écologique de notre planète. Il est donc primordial de contrôler au mieux notre consommation et de chercher à se détacher de ce type d'énergie.

Le passage à l'énergie nucléaire est une première étape. Le développement des énergies "vertes" basées sur le solaire, l'éolien et l'hydroélectrique, en est une seconde. Mais leurs capacités de production ne sont pas suffisantes. L'hydrogène est pressenti, comme étant un moyen de substitution, à long terme, nous pouvons en disposer en très grandes quantités.

Pour le transport de gaz sur des grandes distances, le recours à un réseau de tuyaux est un des moyens les plus couramment retenu. Mais, ces tuyaux sont souvent l'objet d'agressions de diverses sortes. L'agression mécanique par un objet extérieur est l'une d'entre elles. Elle se traduit le plus souvent par une éraflure ou une griffure du tuyau. En assimilant ce défaut à une entaille, nous pouvons recourir à une analyse des risques basée sur la mécanique de la rupture d'entaille.

Cette étude s'inscrit dans le cadre du projet européen de recherche NaturalHy. Ce programme doit permettre de valider un concept utilisant le réseau de transport/distribution européen de Gaz Naturel, pour transporter/distribuer un mélange gazeux d'hydrogène et de Gaz Naturel.

Ce manuscrit est divisé en trois chapitres.

Dans le premier chapitre, nous introduisons les différentes notions de la mécanique de la rupture nécessaires à cette étude. Nous y rassemblons, également, l'ensemble des informations collectées sur l'hydrogène et son comportement vis-à-vis des aciers. La problématique et le cadre de l'étude y sont enfin présentés.

Le second chapitre s'attache à la définition de l'acier API 5L X52 constituant le tuyau en notre possession. Différentes propriétés mécaniques de cet acier sont déterminées, à

l'air dans un premier temps, puis sous hydrogène. L'explication du déroulement des différents essais réalisés, ainsi que le dépouillement et l'analyse des résultats, seront présentés. Cette partie quantifie les effets de l'hydrogène sur le principal acier de notre étude. De plus, une modélisation par éléments finis d'un tuyau entaillé soumis à une pression interne est présentée. Ce modèle permet d'obtenir la valeur du Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille, nécessaire dans l'utilisation du Diagramme Intégrité Rupture modifié.

Le dernier chapitre est dédié, dans sa première partie, à l'analyse déterministe de cette étude. Elle sera réalisée en couplant le Diagramme Intégrité Rupture et le SINTAP pour les adapter à notre problème : les entailles. La seconde partie est une perspective quant aux nouveaux matériaux qui pourraient être intégrés dans le réseau de transport/distribution de gaz en Europe. Deux aciers de plus haute limite d'élasticité sont étudiés, l'API 5L X70 et l'API 5L X100.

CHAPITRE I

Etude bibliographique

« L'eau décomposée en ses éléments constitutifs [...], et décomposée, sans doute, par l'électricité, [...] sera devenue alors une force puissante et maniable, car toutes les grandes découvertes, par une loi inexplicable, semblent concorder et se compléter au même moment.

Oui, mes amis, je crois que l'eau sera un jour employée comme combustible, que l'hydrogène et l'oxygène, qui la constituent, utilisés isolément ou simultanément, fourniront une source de chaleur et de lumière inépuisables et d'une intensité que la houille ne saurait avoir. Un jour, les soutes des steamers et les tenders des locomotives, au lieu de charbon, seront chargés de ces deux gaz comprimés, qui brûleront dans les foyers avec une énorme puissance calorifique. »

L'île Mystérieuse (1874)

Jules Verne (1828-1905)

I] CONTROLLER LA NOCIVITE DES DEFAUTS DANS LES TUYAUX DE GAZ

I-1] Réseau de gazoducs européen

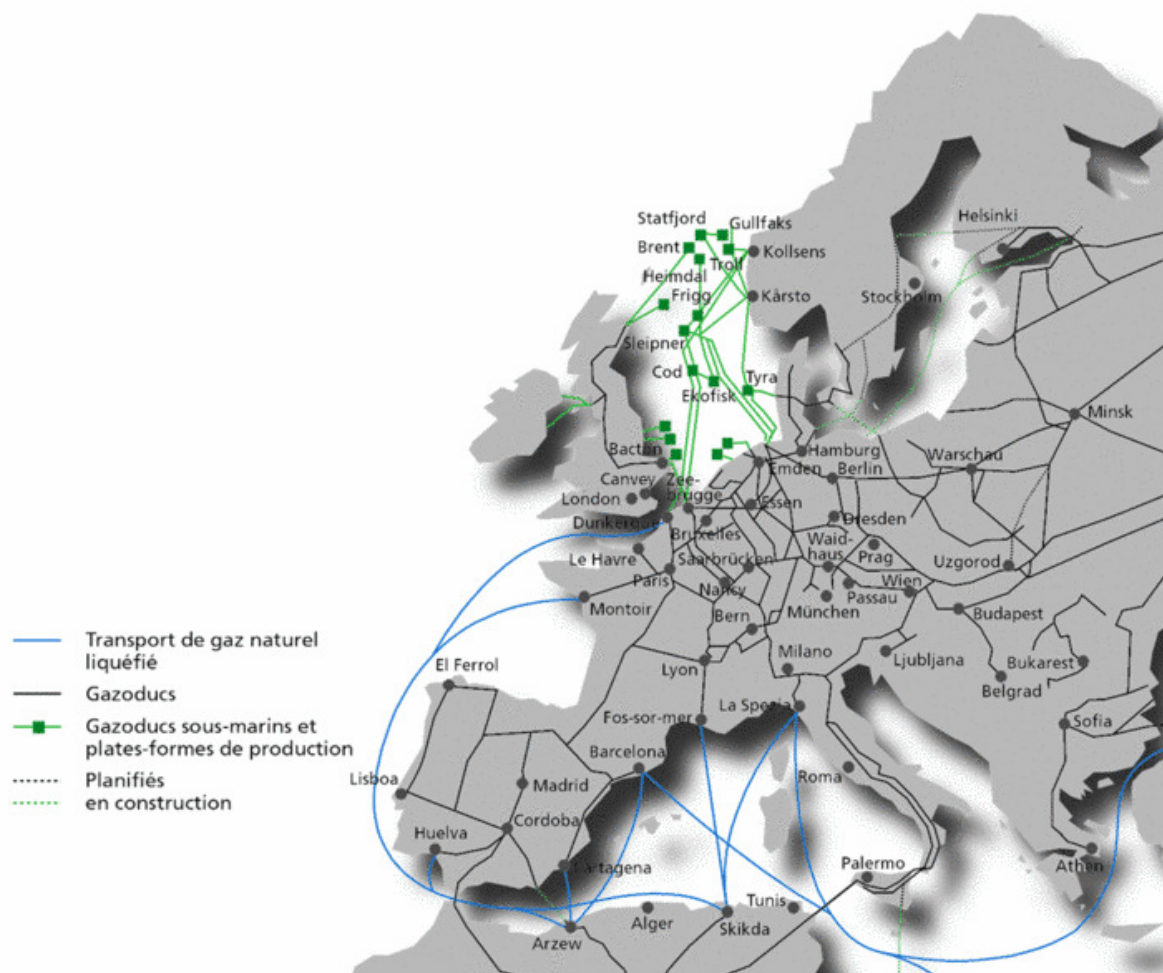


Figure I-1 : Réseau de transport du gaz en Europe [1].

La distance grandissante entre les sites d'extraction des matières premières gazeuses et le lieu où elles sont transformées, stockées, mais aussi utilisées, rend de plus en plus fréquent l'utilisation de gazoducs. Depuis les années 1960, les sociétés gazières ouest-européennes exploitent des quantités croissantes de gaz naturel provenant de différents pays. Pour ce faire, un dense réseau de transport, d'environ 185 000 km de conduites, a été construit, figure I-1. Le réseau interconnecté européen, en développement constant, s'étend de la mer du Nord et de la Baltique jusqu'à la Méditerranée, et de l'Atlantique à l'Europe de l'Est et à la Sibérie. Il permet d'exploiter les réserves provenant de gisements dispersés, de diversifier les voies de transport et d'échanger du gaz au niveau international, en cas de difficultés de livraisons éventuelles.

Le réseau de transport de l'hydrogène est, quant à lui, nettement moins développé, figure I-2. Il est environ 180 fois moins important, et il est surtout composé de petites portions.

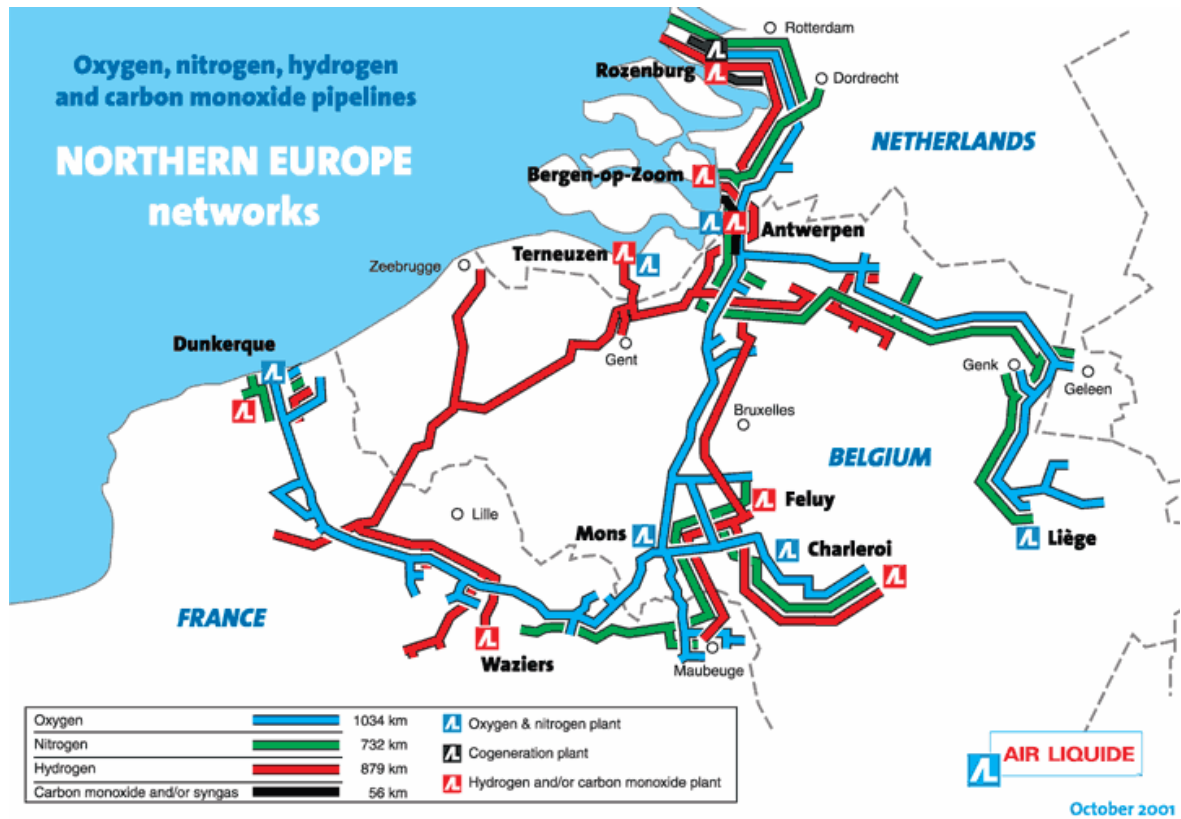


Figure I-2 : Réseau de transport de gaz autres que le GN en Europe du Nord (Octobre 2001) [2].

▪ Réseaux du Nord de la France, de la Belgique et des Pays-Bas :

Air Liquide exploite depuis 1966 plusieurs pipelines dans le Nord de la France, la Belgique et les Pays-Bas. Le réseau Nord est constitué de deux branches.

La première relie la station d'Air Liquide de Waziers (France), à la station d'Air Liquide d'Isbergues (France) et aux stations situées près de Zeebrugge et Anvers (Belgique). Une des sources d'hydrogène est l'usine d'ammoniac de Grande Paroisse, S.A. à Waziers.

La seconde partie débute près de Maubeuge (France) et se poursuit vers une station près de Charleroi (Belgique). Cette ligne est connectée à la première partie du réseau dans la région d'Anvers et se prolonge aux Pays-Bas, jusqu'au port de Rotterdam/Rozenburg.

Aux Pays-Bas, dans la région de l'Europoort, Air Products exploite un pipeline d'hydrogène de 50 km de long.

- Les autres réseaux en France:

Le réseau Est en France est consisté d'une portion de 33 km, allant de la station d'hydrogène d'Air Liquide de Carling vers l'usine Solvay de Sarralbe. L'hydrogène est obtenu à partir du craquage de l'éthylène effectué par Atofina à Carling.

Le réseau Centre-Est, une ligne de 57 km de la station d'Air Liquide à Feyzin, est alimenté à partir de l'usine Rhodia de Belle-Etoile.

Le réseau Sud-Est d'Air Liquide, long de 42 km, relie Lavera à Fos sur Mer. L'hydrogène est issu des usines d'électrolyse chloro-alcaline de Fos et Lavera du groupe TotalFinaElf.

- Réseaux situés en Allemagne :



Figure I-3 : Réseaux pipelines d'Air Liquide en Allemagne [3].

En 1993, la société BOC Limited a acquis un ensemble dans la Ruhr comprenant, un pipeline, une usine de vaporeformage et une station de remplissage détenus par la société Hüls AG depuis 1938. La longueur totale de ce pipeline est de 240 km. Quatorze sites de production sont connectés au pipeline, dont quatre pourvoyeurs d'hydrogène ainsi que trois stations de remplissage. Ce réseau est exploité par Air Liquide depuis 1998, qui a racheté les activités du groupe BOC au Benelux et en Allemagne.

- Réseaux situés en Grande Bretagne :

Le site pétrochimique de Teesside, figure I-4, possède plusieurs unités de production d'hydrogène alimentant diverses raffineries par pipeline. Air Products y possède un pipeline de 5 km de long. Depuis septembre 2000, BOC est en contrat avec Huntsman Petrochemicals (groupe pétrochimique) pour lui fournir 32000 t/an d'hydrogène de grande pureté. L'usine de production d'hydrogène est en fonctionnement depuis mars 2004. Elle fournira par pipeline les usines Huntsman de Wilton et de Teesside Nord pendant 15 ans.



Figure I-4 : Centre de production d'hydrogène de Teesside [4].

- D'autres réseaux européens :

D'autres réseaux de distribution existent par ailleurs. Nous pouvons citer, par exemple six pipelines, de 3 km de long chacun, se trouvant en Suède ou en Italie.

I-2] Matériaux utilisés

Les distances de canalisations, toujours plus importantes et un souci de rentabilité, ont poussé les compagnies gazières à changer les nuances d'aciers et à augmenter simultanément le diamètre des tuyaux, et les pressions internes. C'est pour cela que le réseau européen est composé d'une dizaine de nuances différentes (Grade A, Grade B, X42, X46, X52, X56, X60, X65, X70, X80,...) [5], tout en sachant que 3 de ces nuances représentent environ 70% de la diversité de ce réseau, à savoir : Grade B, X52 et X60, figure I-5.

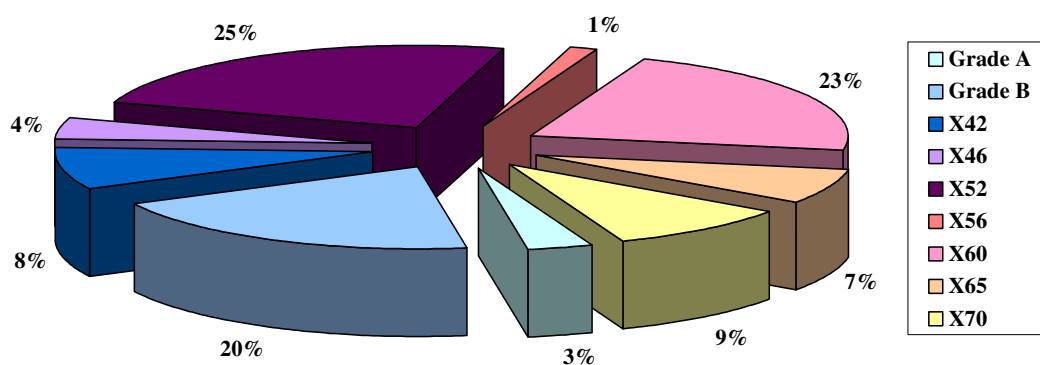


Figure I-5 : Répartition des différentes nuances d'acier composant le réseau européen en 2004 [5].

Les éprouvettes qui serviront pour nos essais, sont issues de deux morceaux de tuyau de diamètre et d'épaisseur différentes. Ils sont utilisés, dans le transport de gaz naturel par Gaz de France et d'autres compagnies européennes. Le tuyau 1, provient d'un tronçon de gazoduc mis en service dans les années 50. Il est donc représentatif du réseau de transport européen actuel. Le tuyau 2 n'a jamais été mis en fonction.

La nuance d'acier, dans laquelle est fabriquée ces tuyaux, suit la norme de l'Américain Petroleum Institut : API 5L X52.

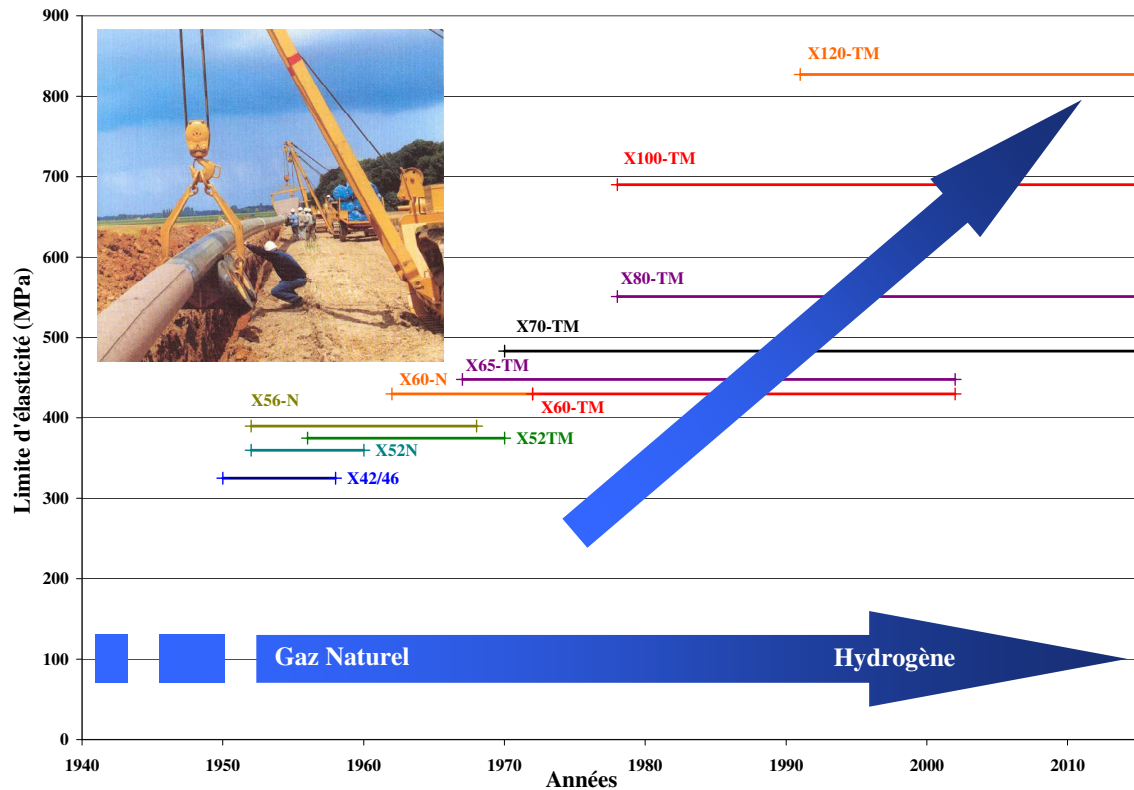


Figure I-6 : Evolution des nuances d'acier dans le transport par pipelines [6].

La figure I-6 montre la ligne de conduite des fabricants de pipelines. Les tuyaux de faible diamètre et de limite d'élasticité moyenne ne sont plus d'actualité, on leur préfère des tuyaux de plus grand diamètre et surtout de plus haute limite d'élasticité.

I-3] Sollicitation du réseau

Le contenu du gazoduc est sous pression. Cette pression constitue une source de contrainte s'exerçant sur la paroi de la conduite. Le sol, autour du pipeline, peut bouger et constitue une autre source de contrainte. Les procédés de fabrication des conduites, tel le soudage, peuvent introduire également des contraintes résiduelles.

Dans une conduite, les contraintes s'exercent dans deux directions, figure I-7, circonférentiellement (contrainte dite circonférentielle) et longitudinalement (contrainte dite longitudinale ou axiale).

Les fissures de fatigue se forment de façon perpendiculaire à la direction de la contrainte principale de traction. Nous trouvons, le plus souvent, des fissures

longitudinales car les contraintes circonférentielles sont les plus élevées; elles sont situées dans les zones de concentrations de contrainte axiale élevée.

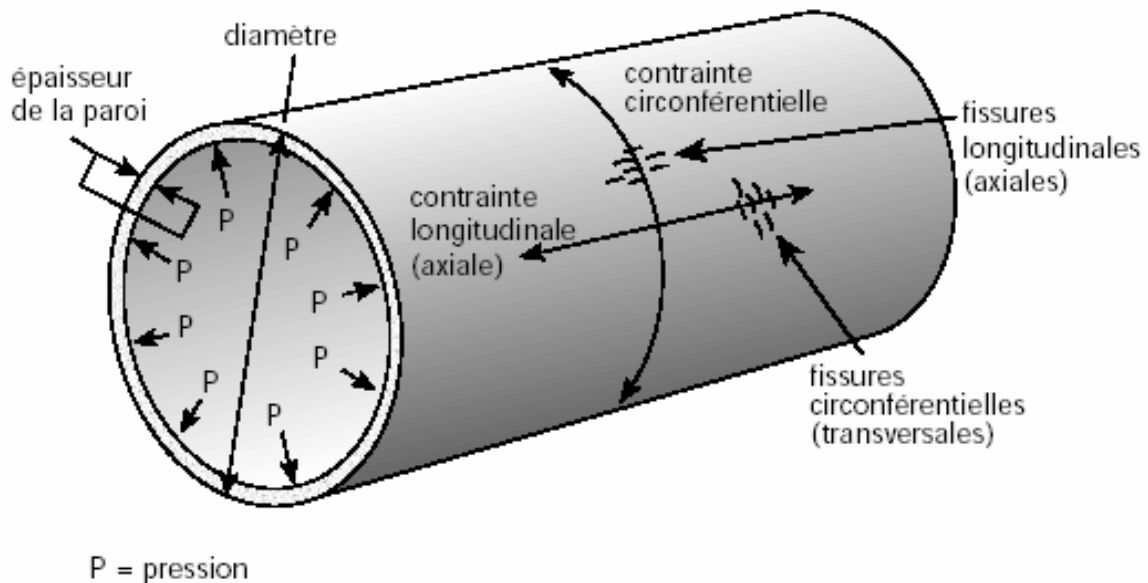


Figure I-7 : Contraintes s'exerçant sur un pipeline [7].

Les différentes sources de contraintes circonférentielles sont :

- La pression interne de service est la composante de contrainte la plus importante,
- La fabrication de la conduite induit des contraintes résiduelles,
- La pression interne, s'exerçant sur une conduite ovalisée, donne une contrainte de flexion,
- Au niveau des soudures, ou associée à des stries, à des piqûres de corrosion, à des éraflures, nous avons naissance de concentration de contraintes,
- Les tassements et glissements de terrain induisent des contraintes secondaires,
- Les changements de températures le long de l'axe du gazoduc.

Pour les sources des contraintes longitudinales, nous trouvons :

- La pression interne de service donne une contrainte pouvant atteindre le tiers, voire la moitié de la contrainte circonférentielle,
- Les glissements de terrain et tassements de sol,
- La variation de température le long de l'axe du gazoduc.

Conclusion quant au choix de l'éprouvette et de la sollicitation à utiliser :

La contrainte circonférentielle, due à la pression interne, est la plus importante. Le tuyau, de forte courbure et de faible épaisseur, engendre une difficulté supplémentaire. Nous avons donc décidé de réaliser nos essais sur des éprouvettes courbes, issues directement d'un tuyau de gazoducs.

L'essai de flexion sera utilisé, pour simuler au mieux l'action de la pression interne dans le tuyau. L'étude, menée au sein du laboratoire [8], a permis de choisir parmi les différents types de modélisation, le meilleur compromis possible : flexion 4 points, flexion 3 points (sur des parties entières ou non d'anneau) et flexion avec encastrement des extrémités de l'éprouvette (sur une partie d'anneau).

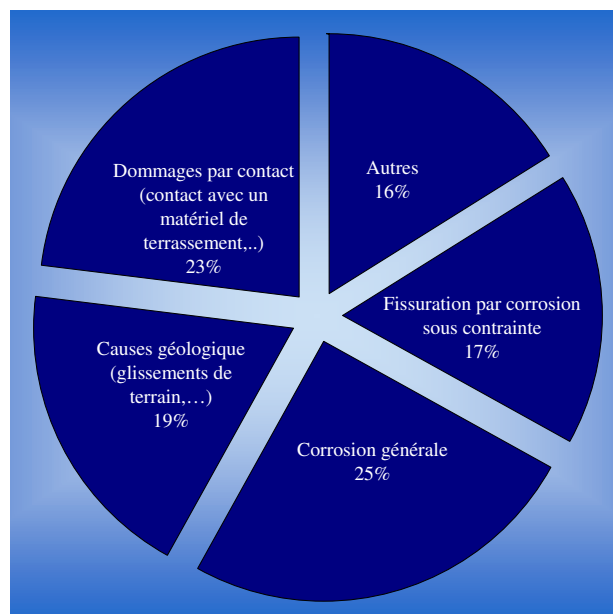
I-4] Défauts rencontrés

Figure I-8 : Causes des ruptures de pipelines Canadiens en cours d'exploitation [7].

Les causes des défaillances des gazoducs sont de diverses natures, figure I-8. Elles peuvent se manifester soit par une rupture, soit par une fuite dans la conduite. Les défauts à l'origine de ces défaillances, figure I-9, peuvent être classés suivant 4 grandes catégories :

- Les défauts de corrosion, causés par des piqûres de corrosion ou par des fissurations de corrosion sous contrainte ;

- Les défauts de type éraflure,
- Les défauts de type enfoncement,
- Les défauts dans les soudures, les plus courants étant les manques de pénétration.

La plupart de ces défaillances sont causées par des piqûres de corrosion ou par des fissurations de corrosion sous contrainte, mais il existe également des problèmes liés aux défauts. Les mouvements de terrain (glissements du sol, tremblement de terre,...) peuvent aussi être la cause de dommage sur les gazoducs enterrés. Les exploitants de gazoducs étudient ces problèmes depuis longtemps et possèdent une bonne connaissance des méthodes permettant de les gérer. En Europe, on relève essentiellement des défauts liés aux agressions mécaniques extérieures (70%), et à la corrosion (30%).

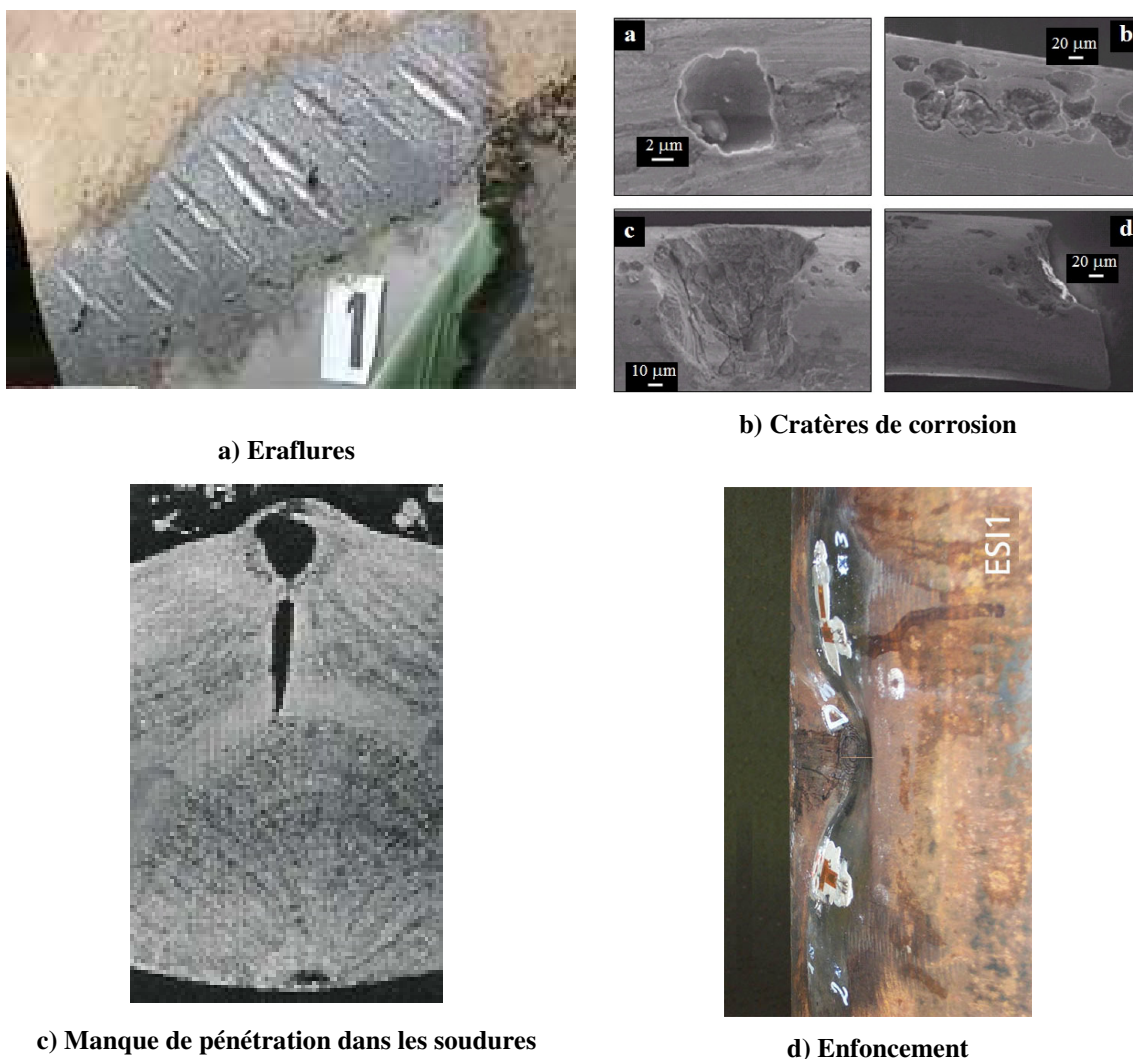


Figure I-9 : Quelques défauts rencontrés.

Mais, il ne faut pas négliger les agressions mécaniques extérieures, figure I-8. En effet, il arrive que les gazoducs soient endommagés ou perforés accidentellement lors de travaux d'excavation par des engins de chantier. Les problèmes d'amorçage des fissures en fatigue et les ruptures, émanant de concentrations de contraintes, sont à l'origine de plus de 90% des ruptures en service. La présence d'une discontinuité géométrique, telle une entaille, provoque l'affaiblissement de la résistance à la rupture du gazoduc. Elle réduit la section du tuyau, en le rendant plus sensible à la pression de service et aux efforts causés par les mouvements des sols ; ensuite l'effet d'amplification locale de la contrainte accroît exponentiellement la nocivité de ce défaut.

Notre étude vise à caractériser certaines propriétés mécaniques des aciers constituant les gazoducs en présence d'entaille. Ce type de défaut correspond à ce qui peut être fait lors d'un contact avec un engin de chantier.

II] OUTIL D'ANALYSE : LA MECANIQUE DE LA RUPTURE

II-1] Analyse limite

Les premiers articles traitant de la théorie de l'analyse limite remontent à la fin des années 1930. Elle constitue une branche de la théorie de la plasticité liée à un comportement élastique parfaitement plastique [9]. Un peu plus tard, dans le milieu des années 50, est apparu un grand nombre de solutions analytiques pour déterminer la charge ultime, de poutres et de coques, conduisant à des valeurs plus réalistes de la capacité à résister à la ruine plastique. Cela a conduit progressivement à une conception du dimensionnement basée sur l'état limite plutôt que sur la notion de contrainte admissible.

L'introduction de la mécanique linéaire de la rupture, dans les mêmes années [10], a conduit à considérer principalement le risque de rupture fragile gouverné par la contrainte globale, en apparence opposition avec la théorie de la ruine plastique gouvernée par la contrainte nominale.

Au milieu des années 70, Dowling et Towley [11], montrent que les théories de l'analyse limite et de la mécanique de la rupture sont les bases d'une nouvelle approche de la mécanique de la rupture, développée dans la méthode des deux critères qui a servi de base à la méthode des diagrammes intégrité rupture.

L'idée nouvelle, développée dans la méthode des deux critères, consiste à envisager une interaction entre les deux mécanismes de sorte que la charge ultime soit inférieure à celle donnée par l'analyse limite, mais supérieure à celle de la mécanique élastique de rupture.

La charge ultime peut être considérée comme le critère de base de la rupture, à condition de ne pas être considérée simultanément comme un paramètre de ténacité. Récemment, l'introduction de la notion de contrainte de référence, pour le traitement du fluage et des corps fissurés, est de nature à clarifier le débat. La figure I-10 donne un exemple de calcul d'un tube soumis à une pression interne.

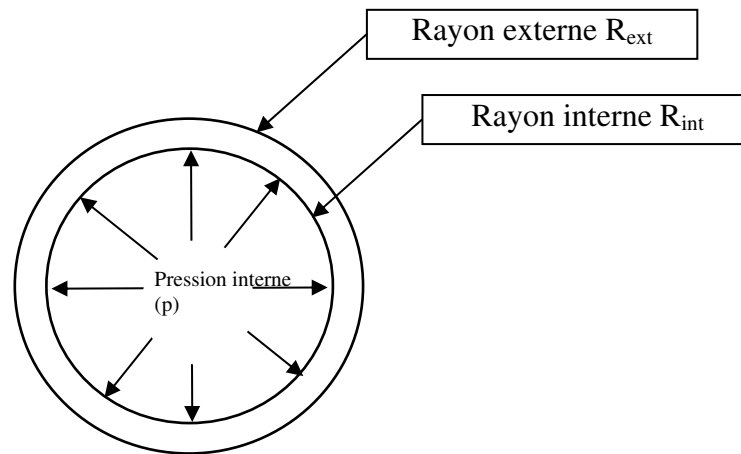


Figure I-10 : Caractéristique géométrique d'un tube sous pression interne.

$$\frac{d\sigma_r}{dr} + \frac{\sigma_r - \sigma_\theta}{r} = 0 \quad (\text{I-1})$$

$$\sigma_\theta - \sigma_r = R_e \quad (\text{I-2})$$

Avec comme conditions aux limites : $\sigma_{r(R_{int})} = -p$ (I-3)

et $\sigma_{r(R_{ext})} = 0$ (I-4)

Donc : $p = \sigma \cdot \ln\left(\frac{R_{ext}}{R_{int}}\right)$ (I-5)

ou $\sigma_\theta \approx \frac{R_{int} \cdot p}{t}$ si $t \ll R_{ext}$ (I-6)

Le calcul de la contrainte circonférentielle d'un tuyau soumis à une pression interne sera utilisé dans le Diagramme Intégrité Rupture Modifié, présenté dans ce chapitre. Il permettra d'obtenir la contrainte de référence, sans défaut, dans notre cas d'étude.

Il existe un grand nombre de codes de calculs (américain, européen, nationaux, ...) qui permettent d'obtenir la valeur de la pression limite associée à des défauts de type cratères de corrosion. Les principaux codes sont : ASME B31 G [12], ASME B31 G modifié, DNV RP-F101 [13], les formules de CHOI [14], les formules de BATELLE [15], BS7910 (British Standard) [16], ...

II-2] Facteur d'Intensité de Contraintes

On peut obtenir une formulation conservative du critère de rupture en considérant le matériau comme élastique linéaire, et en analysant le champ des contraintes à la pointe d'une fissure. Cette fissure est une discontinuité présentant un rayon nul à son extrémité ou une acuité infinie. Cette analyse est basée sur une résolution par des méthodes classiques de l'élasticité. Nous considérons, dans ce qui suit une fissure, figure I-12, dont l'ouverture se fait dans un plan normal à la direction du chargement (mode I de rupture), figure I-11.

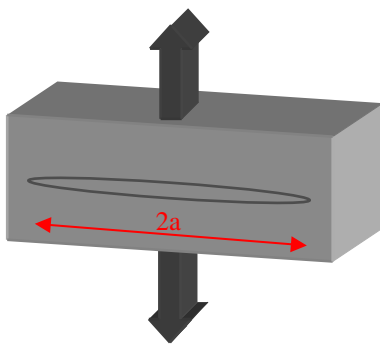


Figure I-11 : Mode I de rupture.

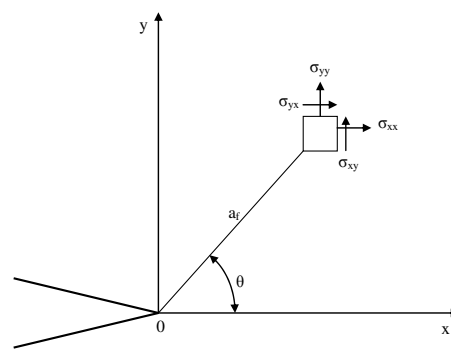


Figure I-12 : Schéma d'une fissure.

Les composant des contraintes peuvent être présentées comme la somme de termes singuliers et réguliers [17] :

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi a_f}} f_{ij}(\theta) + F_{ij} \quad , \quad i, j = x, y, z \quad (\text{I-7})$$

Les origines des systèmes de coordonnées cylindriques (r,θ,z) et cartésiennes (x,y,z) sont situées à la pointe de la fissure. L'axe z coïncide avec le fond de la fissure, et l'axe y est normal au plan de la fissure ; a_f est la distance de la pointe d'une fissure ; $f_{ij}(\theta)$ est fonction uniquement de l'angle θ ; F_{ij} est la somme des membres réguliers définissant l'état de contraintes du corps sous l'action des charges lointaines, autrement dit, dans les endroits où on peut négliger l'influence de la concentration des contraintes provoquée par la présence de la fissure.

En raison de l'existence d'une singularité en $1/\sqrt{a_f}$, donnée par le premier terme de la relation (I-7), quand on s'approche de la pointe de la fissure ($a_f \rightarrow 0$), ce terme devient prépondérant.

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi a_f}} f_{ij}(\theta) \quad (\text{I-8})$$

La relation (I-8) décrit l'état local des contraintes à la pointe de la fissure, siège du processus de rupture. Pour cette raison, elle présente un grand intérêt pour la théorie de la rupture fragile. C'est sur cette relation qu'est fondé le critère le plus important de la mécanique linéaire de rupture, équation I-9. On peut constater, dans la relation (I-8), que pour n'importe quel point repéré par ses coordonnées relatives à la pointe de la fissure, les valeurs des composantes de l'état local de contraintes sont définies par le seul paramètre K_I , appelé Facteur d'Intensité de Contraintes. Il est alors naturel de faire l'hypothèse que la rupture se produira lorsque le paramètre K_I atteindra un niveau critique K_{Ic} , caractéristique du matériau donné. La condition de la résistance à l'amorçage d'une rupture s'écrit :

$$K_I < K_{Ic} \quad (\text{I-9})$$

Le critère de rupture s'énonce :

$$K_I \geq K_{Ic} \quad (\text{I-10})$$

Dans le cas le plus général, la valeur du Facteur d'Intensité des Contraintes, dépendant de la géométrie de la structure fissurée et du système de charges, s'écrit à l'aide de la relation :

$$K_I = \sigma \sqrt{a\pi} \cdot F_{(a/W)} \quad (\text{I-11})$$

Où σ est la contrainte d'ouverture ; a est la demi-longueur de fissure ; $F_{\sigma}(a/W)$ une fonction non dimensionnelle prenant en considération l'influence des frontières libres de la structure.

En particulier, dans le cas d'une plaque de largeur infinie et soumise à une traction σ , pour une fissure traversante de longueur $2a$, nous avons la valeur particulière $F_{\sigma}(a/W) = 1$. Le calcul des valeurs du Facteur d'Intensité de Contraintes K_I , dans le cas le plus général, est réalisé avec des méthodes numériques ou des méthodes simplifiées.

Dans le critère de rupture, présenté dans l'équation (I-10), la grandeur K_{Ic} est une caractéristique du matériau appelée Facteur d'Intensité de Contraintes critique. Elle se détermine sur des éprouvettes assurant la condition de déformations planes en pointe de la fissure, au moment critique. Cette condition conduit à une valeur minimale donc conservative de la ténacité. La grandeur K_{Ic} caractérise la valeur minimale de la capacité du matériau de résister au développement de la rupture fragile ; les autres valeurs sont appelées K_c .

II-3] Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille

L'impact d'une éraflure sur un tuyau de gaz peut être déterminé, en simulant ce défaut par une entaille à géométrie connue. Cette étude s'appuie sur l'un des concepts de la mécanique de la rupture d'entaille : la méthode volumétrique. Cette méthode, semi-locale, permet d'étudier des problèmes en fatigue et en rupture en s'appuyant sur la méthode des Eléments Finis [18], [19].

Plusieurs approches ont été développées [20], celle présentée ci-dessous est spécifique au Laboratoire de Fiabilité Mécanique.

- **Principe :**

Dans le cas d'un comportement élastique, en présence d'une entaille, nous avons une concentration locale du champ des contraintes, qui trouve son maximum au fond d'entaille, figure I.13.

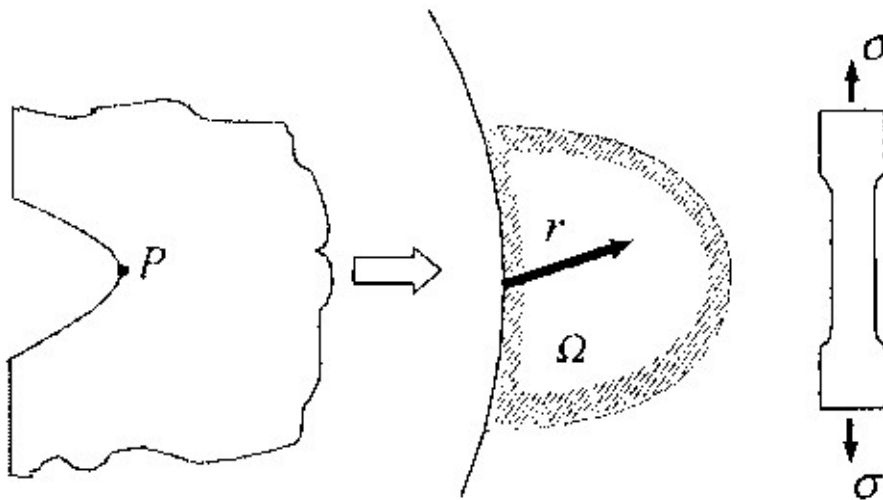


Figure I-13 : Diagramme schématique de la contrainte locale [21].

Cependant, dans le cas d'un comportement élasto-plastique, nous considérons que la contrainte maximale n'est plus en fond d'entaille mais à une certaine distance de celui-ci, figure I-14.

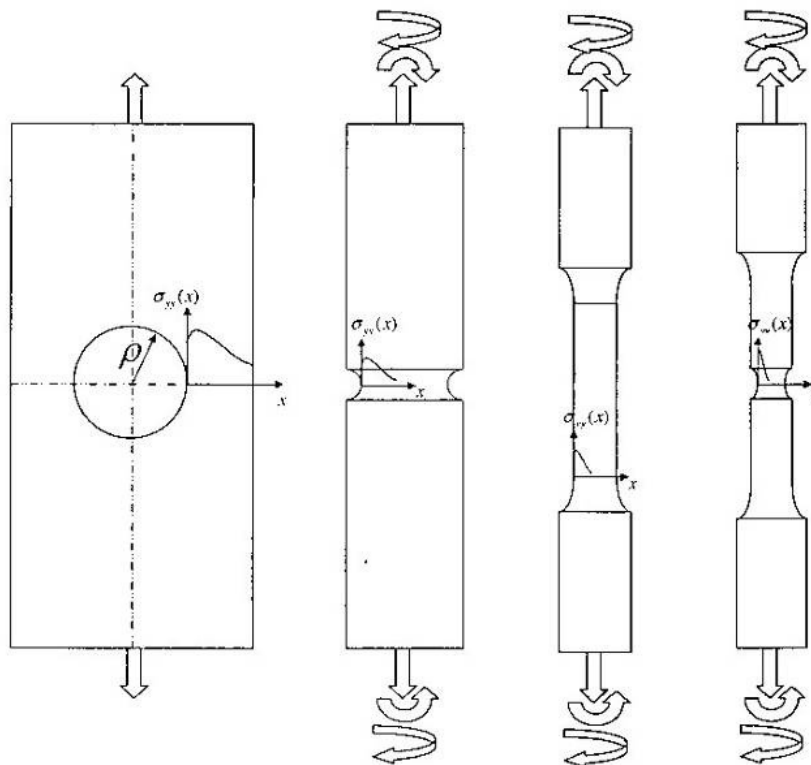
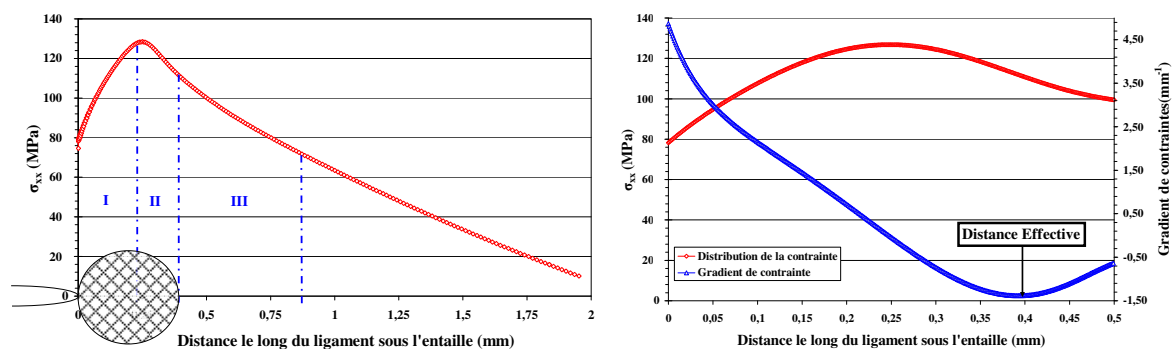


Figure I-14 : Visualisation des contraintes sur différentes éprouvettes.

La méthode volumétrique implique un volume d'élaboration du processus d'endommagement de la structure en mode élasto-plastique. Ce volume peut être ramené à la définition de son diamètre X_{eff} grâce à sa géométrie.

Cette méthode permet de calculer la valeur de la distance effective : x_{eff} , et la valeur de la contrainte effective : σ_{eff} .

Ces deux paramètres sont définis à partir d'un diagramme obtenu par un calcul utilisant une modélisation par éléments finis, figures I-15 et I-16.



Figures I-15 et I-16 : Distribution des contraintes et du gradient de contraintes obtenus par simulation en Eléments Finis.

La contrainte élastoplastique (contrainte d'ouverture en fatigue) et le gradient des contraintes sont présentés dans ce diagramme. Trois zones particulières peuvent être distinguées :

- Zone I : la contrainte élastoplastique en fond d'entaille augmente jusqu'à la contrainte maximale σ_{max} . On remarque que la contrainte n'est pas maximale en fond d'entaille, mais à une distance x_{max} .
- Zone II : la contrainte élastoplastique diminue jusqu'à la distance effective x_{eff} , qui correspond au minimum du gradient des contraintes.
- Zone III : l'évolution de la contrainte élastoplastique a un comportement linéaire, dans un diagramme bi-logarithmique.

La contrainte d'ouverture en fatigue et la distance effective sont toutes deux déterminées par un calcul aux Eléments Finis. La contrainte effective est calculée de la manière suivante :

$$\sigma_{eff} = \frac{1}{X_{eff}} \int_0^{x_{eff}} \sigma_{yy}(x) \cdot (1 - x\chi) dx \quad (I-12)$$

$$\text{Où : } \phi(x) = 1 - x\chi \quad (I-13)$$

$$\text{On obtient : } \sigma_{eff} = \frac{1}{X_{eff}} \int_0^{x_{eff}} \sigma_{yy}(x) \cdot (1 - x\chi) dx \quad (I-14)$$

Avec :

- σ_{eff} contrainte effective,
- x_{eff} distance effective, selon la méthode volumétrique,
- σ_{yy} contrainte d'ouverture en fatigue,
- χ gradient des contraintes,
- $\phi(x)$ fonction poids qui ne dépend ni du chargement appliqué, ni de la géométrie mais qui dépend du comportement du matériau.

La connaissance de la contrainte et de la distance effectives, permet d'obtenir le Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille critique : $K_{\rho,c}$.

$$K_{\rho,c} = \sigma_{eff} \sqrt{2\pi X_{eff}} \quad (I-15)$$

II-4] Diagramme Intégrité Rupture (D.I.R.)

Dans cette étude, nous avons fait le choix d'utiliser une approche déterministe, qui fait appelle à la procédure SINTAP (Structural INTegrity Assessment Procedure for european industry) dans un D.I.R. (Diagramme Intégrité Rupture).

La procédure SINTAP, basée sur le principe de la mécanique de la rupture, a pour objectif l'étude des structures contenant des défauts, connus ou postulés, en déterminant :

- la tolérance d'un défaut dans une structure,
- si ce défaut connu est acceptable,
- (ou augmentant) la durée de vie d'une structure,
- La cause d'une rupture.

La philosophie de l'approche se traduit par le fait que la qualité des données se reflète dans la sophistication et l'exactitude des résultats. Pour cela, il existe plusieurs niveaux d'analyse, de plus en plus complexes, qui permettent selon les données d'obtenir un résultat précis. Le niveau le plus bas permet d'obtenir le résultat le plus conservatif.

Toute rupture élasto-plastique est caractérisée par un point dans un diagramme que l'on nomme Diagramme Intégrité Rupture. L'ensemble des points se place sur une courbe d'interpolation entre deux états limites, figure I-17 : la rupture fragile ($k_r = 1 ; S_r = 0$) et la ruine plastique ($k_r = 0 ; S_r = 1$), où k_r est la ténacité non dimensionnelle et S_r la contrainte non dimensionnelle.

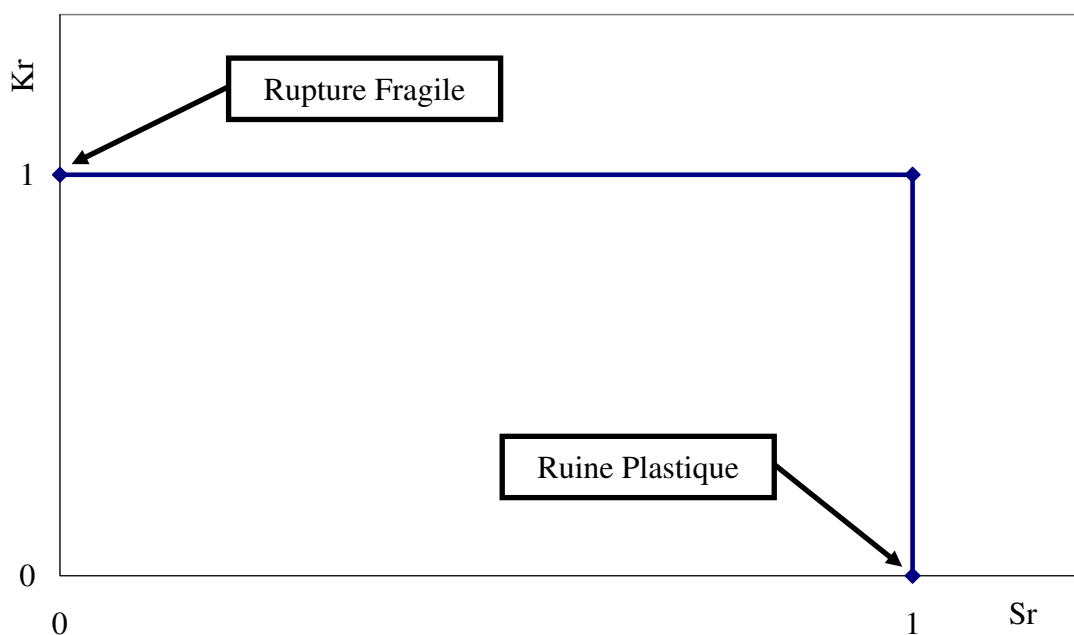


Figure I-17 : Etats limites extrêmes.

L'interpolation entre ces 2 états limites se fait au moyen d'une courbe représentant la courbe limite de rupture appelée : Ligne Intégrité Rupture. De nombreuses courbes d'interpolation ont été proposées. Le tableau I-1 présente quelques équations représentatives.

Irwin	$K_c^* = \frac{\sigma_g^c \sqrt{\pi a}}{\sqrt{1 - \frac{\sigma_g^c}{2\sigma_0}}}$	$K_r = \sqrt{1 - \frac{S_r^2}{2}}$
Dugdale	$K_D^* = \sqrt{8R_e^2 \left(\frac{a}{\pi}\right) \cdot \text{Ln} \left[\frac{1}{\cos\left(\frac{\pi\sigma_g^c}{2R_e}\right)} \right]}$	$K_r = \frac{1}{\sqrt{\frac{8}{\pi^2} \cdot \text{Ln} \left[\frac{1}{\cos\left(\frac{\pi S_r}{2}\right)} \right]}}$
Newmann	$K_N^* = \sigma_N^c \cdot \sqrt{\pi a}$	$K_r = 1 - m_N S_r$
R6	$K_c^* = \sigma_g^c \sqrt{\pi a_{eff}}$	$K_r = \left(1 - 0.14 S_r^2\right) \cdot \left(0.3 + 0.7 e^{(-0.65 S_r^6)}\right)$
Tangent Stress	$K_c^* = \sigma_g^c \sqrt{\pi a} \cdot F_\sigma(a/W) \sqrt{\left[\left(\frac{\sigma_g^c}{\sigma_0}\right)^2 + \alpha \left(\frac{\sigma_g^c}{\sigma_0}\right)^{n+1}\right]}$	$K_r = \frac{S_r}{\sqrt{S_r^2 + \alpha S_r^{n+1}}}$
EPRI	$K_J^* = \sqrt{EJ_{el(a_0)} \cdot \left(\frac{P}{P_L}\right)^2 + EJ_{pl(a,n)} \cdot \left(\frac{P}{P_L}\right)^{n+1}}$	$K_r = \frac{S_r}{\sqrt{H_e S_r^2 + H_n S_r^{n+1}}}$
NUREG 0744	$K_c^* = \frac{\sigma_g^c \sqrt{\pi a} \cdot F_{\sigma(\psi/w)}}{\sqrt{\frac{1 - F_\sigma^2}{\beta \left(\frac{\sigma_g^c}{\sigma_0}\right)^2}}}$	$K_r = 1 - \frac{F_\sigma^2}{\beta S_r^2}$
RCC-MR	$J_{pl} = J_{el} \cdot K_{Al6}$	$K_r^c = \sqrt{\frac{1}{A}} = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{E \cdot \epsilon_{ref}}{\sigma_{ref}}\right) + \left(\frac{\left(\frac{\sigma_{ref}}{R_e}\right)^2 \sigma_{ref}}{2 \cdot E \cdot \epsilon_{ref}}\right)}}$

Tableau I-1: Equations proposées pour le Diagramme Intégrité Rupture [22].

La procédure SINTAP, pour un niveau d'analyse standard (niveau 1), nécessite seulement la connaissance de la ténacité du matériau et ses principales caractéristiques mécaniques (limite d'élasticité et limite à la rupture). Ces différents paramètres sont reliés au travers de l'équation suivante I-16 :

$$k_r = f(S_r) \tag{I-16}$$

Pour utiliser le Diagramme Intégrité Rupture, il est nécessaire de tracer un point de fonctionnement du matériau de coordonnées $(S_r ; k_r)$, calculé à partir des conditions de chargement, du type de défaut et des propriétés du matériau. Ce point peut ensuite être comparé avec la Ligne Intégrité Rupture. Si le point se trouve au dessus de la courbe, cela signifie que la structure s'est rompue en dépassant les conditions limites.

La Ligne Intégrité Rupture se définit selon les différents critères, tableau I-2.

	Equations	Définitions
$S_r \leq 1$	$f(S_r) = (1+0.5S_r^2)^{-1/2} [0.3+0.7\exp(-\mu S_r^6)]$	$\mu = \min[0.001(E/R_e); 0.6]$ E est le module d'Young en MPa R_e est la limite d'élasticité en MPa
$1 \leq S_r \leq S_r^{max}$	$f(S_r) = f(1)S_r^{(N-1)/2N}$	$N = 0.3[1 - (R_e/R_m)]$ R_m est la résistance mécanique en MPa $S_r^{max} = 0.5(1 + R_m/R_e)$
$S_r > S_r^{max}$	$f(S_r) = 0$	

Tableau I-2 : Equations de la Ligne Intégrité Rupture pour un matériau ayant une courbe contrainte déformation continue.

Ces critères sont valables dans notre cas puisque notre matériau possède une courbe containte-déformation continue.

Dans le Diagramme Intégrité Rupture, les paramètres K_r et S_r sont définis de la manière suivante :

$$S_r = \frac{\sigma_g}{\sigma_y} \tag{I-17}$$

et

$$K_r = \frac{K_I}{K_{IC}} \tag{I-18}$$

σ_g, σ_y, K_I et K_{IC} sont respectivement :

- la contrainte globale,
- la résistance équivalente (ou contrainte à l'écoulement),
- le Facteur d'Intensité de Contraintes,
- le Facteur d'Intensité de Contraintes Critique.

La figure I-18 donne la forme du Diagramme Intégrité Rupture.

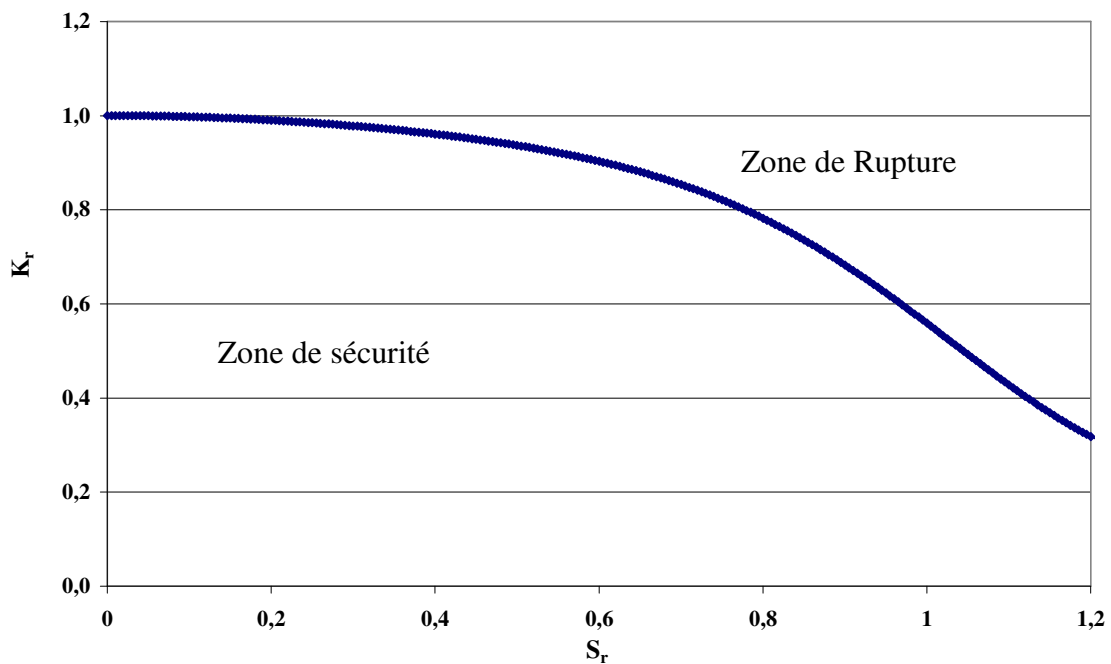


Figure I-18 : Diagramme Intégrité Rupture.

Dans un Diagramme Intégrité Rupture, les facteurs de sécurité sont définis par :

- La charge :

$$f_{s,\sigma} = \frac{\text{charge qui produit la rupture}}{\text{charge appliquée}} = \frac{O''B}{O''A} \quad (\text{I-19})$$

- La taille du défaut :

$$f_{s,a} = \frac{\text{taille de défaut limite}}{\text{taille de défaut considérée}} = \frac{OD}{OA} \quad (\text{I-20})$$

➤ Le facteur d'intensité de contraintes :

$$f_{s,k} = \frac{\text{facteur d'intensité de contrainte limite}}{\text{facteur d'intensité de contrainte considérée}} = \frac{O'C}{O'A} \quad (\text{I-21})$$

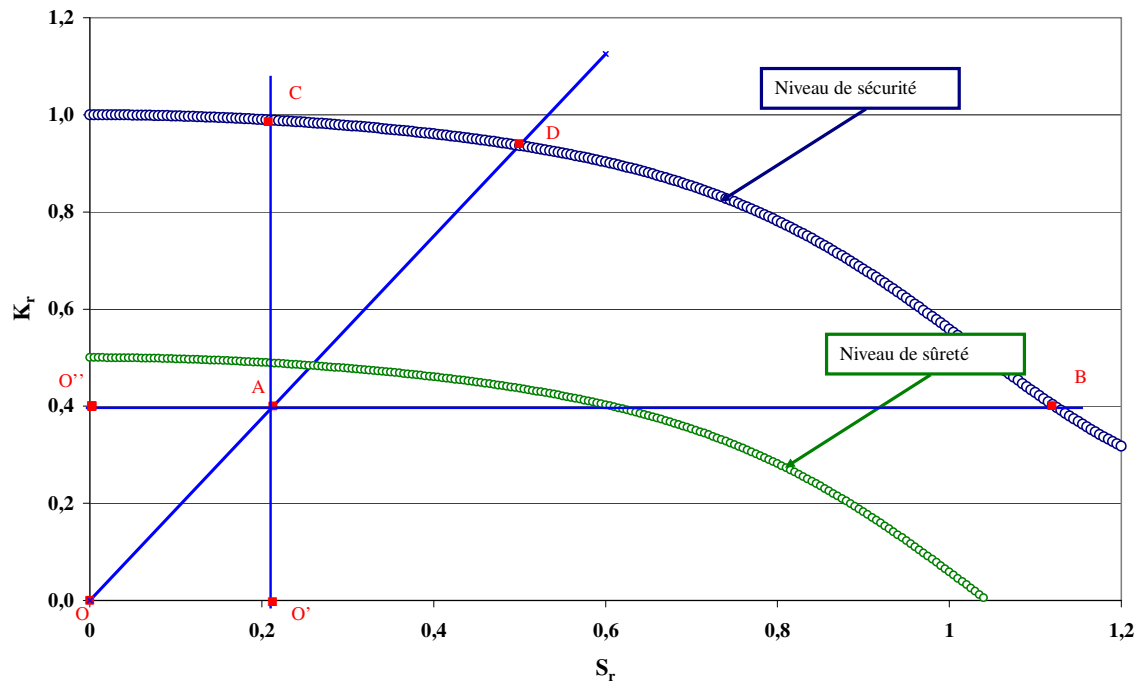


Figure I-19 : Définition du facteur de sécurité dans un Diagramme Intégrité Rupture.

Les facteurs de sécurité, permettent de tracer une zone de sécurité dans le Diagramme Intégrité Rupture, et de vérifier si le point de fonctionnement expérimental A, figure I-19, appartient bien à cette zone.

II-5] Diagramme Intégrité Rupture utilisé pour des entailles

Le code de procédure SINTAP, explicité précédemment, a été établi pour des défauts de type fissure. Or, l'objectif principal de notre étude porte sur la caractérisation de défauts obtenus lors de contacts avec des engins d'excavation, par exemple. Ces défauts sont de type entailles. Nous avons donc décidé d'adapter ce code de procédure à notre besoin.

Les paramètres du Diagramme Intégrité-Rupture Modifié (D.I.R.M.) sont les suivant :

$$K_{\rho,r} = \frac{K_{\rho,app}}{K_{\rho,c}} \quad (I-22)$$

$$S_r = \frac{\sigma_{\theta\theta}}{\sigma_0} \quad (I-23)$$

$$\sigma_0 = \frac{R_e + R_m}{2} \quad (I-24)$$

Avec :

- $K_{\rho,app}$: le Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille appliqué, obtenu en utilisant la méthode volumétrique explicitée au paragraphe II-3,
- $K_{\rho,c}$: Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille critique, obtenu sur une éprouvette "tuile romaine", voir le paragraphe II-3-2 du chapitre II,
- $\sigma_{\theta\theta}$: Contrainte circonférentielle,
- σ_0 : Limite d'écoulement conventionnelle,
- R_e : Limite d'élasticité,
- R_m : Résistance ultime.

Il est toutefois important de souligner que la ténacité obtenue par le biais du Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille critique est dépendante du rayon d'entaille utilisé. Le fait d'avoir un paramètre $K_{\rho,r}$, sans dimension, permet d'utiliser les mêmes courbes d'intégrité rupture quelque soit le rayon d'entaille.

Dans notre Diagramme Intégrité-Rupture Modifié, la Ligne Intégrité Rupture et le coefficient de sécurité gardent les mêmes définitions qu'énoncées précédemment.

Tout point de fonctionnement, dans ce Diagramme Intégrité Rupture Modifié, sera représenté par un couple de coordonnées : $(S_r ; K_{\rho,r})$.

II-6] Amorçage en fatigue

Lorsqu'un matériau est soumis, un grand nombre de fois, à des amplitudes de contraintes cycliques, pour des niveaux de contrainte bien inférieurs à sa limite d'élasticité, un endommagement par fatigue peut apparaître. Il est donc indispensable de connaître sa courbe de tenue en fatigue.

Universellement connue, la courbe de Wöhler, appelée également courbe d'endurance, est la plus ancienne et la seule qui permet de visualiser la tenue d'une pièce mécanique ou d'un matériau dans le domaine de fatigue. Elle renseigne sur la durée de vie, exprimée en nombre de cycles à rupture N_R (portée en abscisse), et sur l'amplitude de la contrainte applicable $\Delta\sigma$ (portée en ordonnée). Cette courbe est déterminée à partir d'une série d'éprouvettes, soumises à un effort périodique (différent pour chaque éprouvette) d'amplitude maximale $\Delta\sigma$ et de fréquence constante.

L'essai se termine une fois l'éprouvette rompue. On relève alors le nombre de cycles à rupture : N_R . A chaque éprouvette correspond un point dans le repère $(\Delta\sigma, N_R)$.

D'après la Figure I-20, la rupture est atteinte après un nombre de cycles qui croît quand la contrainte décroît. Les résultats des essais de fatigue sont répartis de façon statistique, de telle sorte que l'on puisse définir des courbes correspondant à des isoprobabilités de rupture données selon l'amplitude de contrainte et le nombre de cycles.

Les essais classiques de détermination d'une courbe de Wöhler donnent une information globale sur l'endurance d'un matériau : amorçage d'une fissure de fatigue et sa propagation jusqu'à la rupture, mais sans en donner les durées. Cette courbe peut généralement être décomposée en trois zones distinctes, figure I-20 :

- Zone I : Zone de fatigue oligocyclique, qui correspond aux contraintes les plus élevées, supérieures à la limite d'élasticité R_e du matériau. La rupture survient après un faible nombre de cycles variant généralement de $\frac{1}{4}$ de cycle à environ 10^3 à 10^5 cycles. Dans cette zone, nous observons, très rapidement, une déformation plastique importante suivie d'une rupture de l'éprouvette,

- Zone II : Zone de fatigue ou d'endurance limitée, où la rupture est atteinte après un nombre limité de cycles, nombre qui croît lorsque la contrainte décroît (compris entre 10^5 à 10^7 cycles environ). Cette zone peut être considérée comme linéaire en échelle semi-logarithmique,
- Zone III : Zone d'endurance illimitée ou zone de sécurité, sous faible contrainte, pour laquelle la rupture ne se produit qu'après un nombre donné de cycles (10^7 et même 10^8), supérieur à la durée de vie envisagée pour la structure.

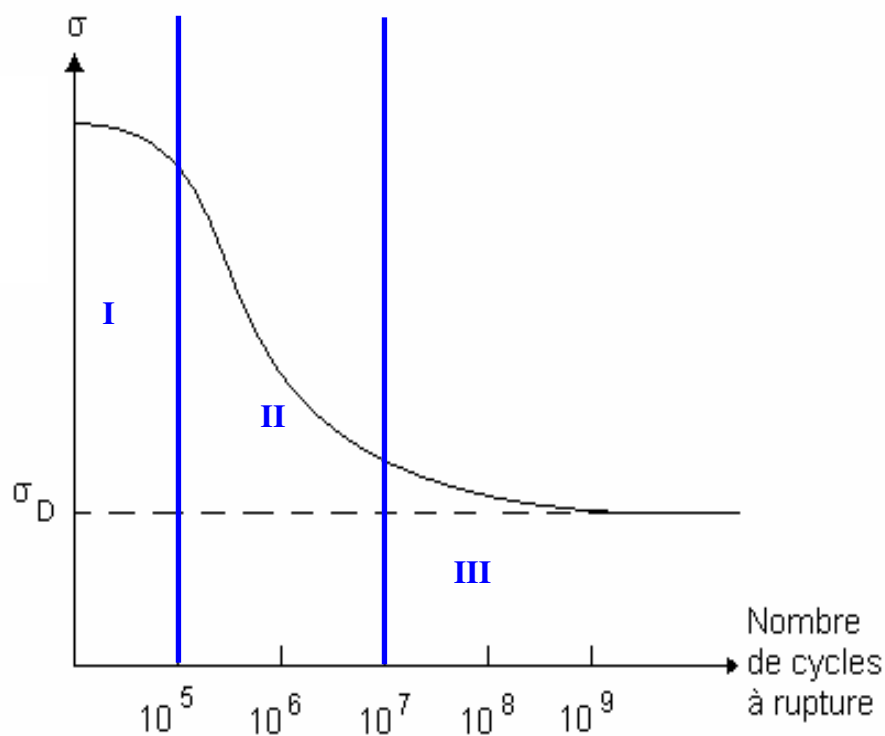


Figure I-20 : Courbe de Wöhler.

Dans de nombreux cas, nous obtenons une branche asymptotique horizontale à la courbe de Wöhler : l'asymptote est appelée limite d'endurance ou limite de fatigue et est notée σ_D . Par contre, dans certains cas, par exemple lorsqu'il y a simultanément fatigue et corrosion, il ne semble pas y avoir d'asymptote horizontale. On définit alors une limite conventionnelle d'endurance comme la valeur de la contrainte maximale qui n'engendre pas de rupture avant un nombre de cycles fixé (par exemple 10^7 cycles).

Dans certains cas, les courbes de Wöhler peuvent être représentées en fonction d'autres paramètres :

- Le nombre de cycles à l'amorçage défini à partir de la création d'une fissure de dimensions détectables.
- Des essais sur éprouvettes entaillées. La limite d'endurance diminue alors en fonction de la sévérité de l'entaille (lorsque le facteur de concentration de contrainte augmente).

La notion de limite d'endurance est relative et non absolue, puisque sa définition dépend du problème traité, par exemple, les limites d'endurance en traction et en torsion alternées sont différentes.

Diverses expressions ont été proposées depuis les deux siècles derniers pour rendre compte de la forme de la courbe de Wöhler. La plus ancienne expression, proposée par Wöhler en 1870, s'écrit :

$$\text{Log}N_R = a_w - b_w \sigma \quad (\text{I.25})$$

où a_w et b_w sont des constantes déterminées expérimentalement.

Basquin a proposé en 1910 une relation de la forme :

$$\text{Log}N_R = a_b - b_b \text{Log} \sigma \quad (\text{I.26})$$

Ce qui, sous une autre forme, s'écrit :

$$N_R \sigma^{b_b} = A_b = \text{Cte} \quad (\text{I.27})$$

Dans ces relations, on assimile la zone II à une droite (endurance limitée) qui ne tend pas vers une limite σ_D lorsque N_R augmente pour décrire la zone III. Pour rendre compte de la courbure et de l'asymptote horizontale (limite d'endurance), Stromeyer, a proposé en 1914, une autre expression :

$$\text{Log}N_R a_s - b_s \text{Log}(\sigma - \sigma_D) \quad (\text{I.28})$$

ou encore :

$$N_R (\sigma - \sigma_D)^n = M \quad (\text{I.29})$$

avec n généralement compris entre 1 et 2.

Bastenaire, a proposé en 1971, l'expression :

$$(N_R + B)(\sigma - \sigma_D) \exp^{[A(\sigma - \sigma_D)]} = C \quad (\text{I.30})$$

Les constantes A, B et C sont déterminées expérimentalement.

II-7] Loi de propagation sur des éprouvettes CT normalisées

Dans le but de prévoir la rupture des pièces mécaniques sollicitées en fatigue, de nombreuses études ont permis d'établir des lois empiriques de fissuration. Ces modèles, reposant parfois sur des hypothèses grossières, tentent de retrouver et d'explicitier le comportement en fatigue des fissures.

Les paramètres qui rentrent en considération dans ces lois de fissuration peuvent être classés selon deux grandes catégories :

- Les paramètres intrinsèques qui dépendent du matériau : module de Young, limite d'élasticité, propriétés cycliques et état métallographique du matériau,
- Les paramètres liés aux conditions d'essai (indépendamment du matériau considéré) : température, fréquence, environnement, géométrie de l'éprouvette, sollicitations imposées, etc.

Il est cependant important de remarquer, que l'influence de la seconde catégorie, dépend du matériau analysé et de son état.

Un des modèles phénoménologiques, des plus connus et des plus utilisés, reste le modèle développé par Paris et Erdogan [23] en 1963. Les auteurs proposent d'exprimer l'accroissement de la longueur ou de la surface de fissure (mm/cycle) en fonction de la notion de Facteur d'Intensité de Contraintes K (en MPa√m), développée dans la théorie d'Irwin [24]. Ce modèle est de ce fait uniquement destiné aux matériaux fragiles. Tant que la plasticité reste confinée, le calcul de K est acceptable et le modèle est validé. L'équation qui régit ce modèle, est :

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (\text{I.31})$$

Avec :

$$\Delta K = K_{\max} - K_{\min} \quad (\text{I.32})$$

Où C et m sont des coefficients caractéristiques du matériau étudié. Ils sont obtenus par le biais d'essais de traction à sollicitation cyclique réalisés sur des éprouvettes CT normalisées. Pour des matériaux métalliques courants, la valeur de m est comprise entre 2 et 5. K_{\max} et K_{\min} , sont respectivement, la valeur maximale et minimale du Facteur d'Intensité de Contraintes.

La relation proposée par Paris et Erdogan [23], permet un calcul simple de prédiction du temps de propagation, mais ne tient pas compte de l'influence des paramètres intrinsèques et extrinsèques présentés précédemment. De plus, elle ne donne aucun renseignement sur le comportement de la fissure dans le domaine de la rupture (cf. figure I-21, Zone III) ou au niveau du seuil de non fissuration (cf. figure I-21, Zone I). Dans la zone I, cette relation surestime la vitesse de propagation réelle, et dans la zone III, elle en donne une valeur beaucoup trop faible.

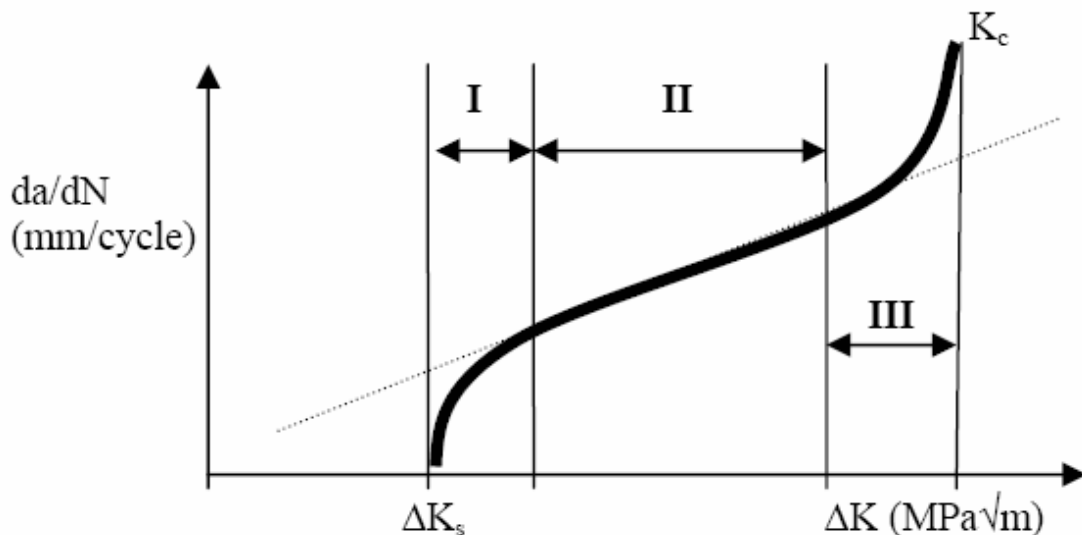


Figure I-21 : Schématisation des stades de propagation d'une fissure de fatigue.

Il est important de souligner qu'un certain nombre d'auteurs ont montré l'intérêt de ces deux états limites.

L'état limite nommé ΔK_S , figure I-21, correspond au seuil en deçà duquel, la propagation de la fissure ne pourra se faire. Dans la norme Afnor [25], ce seuil peut être défini comme étant la valeur asymptotique de ΔK pour laquelle da/dN tend vers 0. Il est conventionnellement obtenu comme étant la valeur de ΔK qui correspond à une vitesse de propagation de fissure de 10^{-7} mm/cycle.

II-8] Emission acoustique

II-8-1] Principe de fonctionnement

La technique de détection par émission acoustique est essentiellement utilisée pour l'étude des phénomènes physiques et des mécanismes d'endommagement du matériau, mais également comme méthode de contrôle non destructif (CND). Selon l'Association Française de NORmalisation (AFNOR) [26], "le phénomène d'émission acoustique correspond à un phénomène de libération d'énergie élastique sous forme d'ondes élastique transitoires au sein d'un matériau ayant des processus dynamiques de déformation".

Il s'agit donc d'une méthode passive d'enregistrement volumique d'une forme de réponse d'un matériau face à une sollicitation mécanique. Cette technique est non directionnelle, les sources émissives irradient leur énergie dans toutes les directions. De plus, l'émission acoustique est sensible à la croissance et à la multiplication des défauts et aux changements dans le matériau plutôt qu'à la présence de défauts statiques. La détection ne peut donc se faire qu'au moment même où s'effectue le relâchement des contraintes donnant naissance à l'émission acoustique.

La technique de l'émission acoustique consiste à détecter, en temps réel, des ondes pour en extraire des informations sur le comportement du matériau. On distingue communément l'émission acoustique continue de l'émission acoustique discrète par salves (ou pulses). L'émission discrète est constituée de signaux transitoires aléatoires de fortes énergies et de courte durée. L'émission acoustique continue correspond à l'augmentation ponctuelle d'un bruit de fond qui s'apparente, par exemple, aux mouvements des dislocations dans un métal lors des déformations plastiques [27].

Ce type d'émission est très peu utilisé. L'avantage des événements discrets réside dans le fait qu'ils puissent être séparés les uns des autres, contrairement aux événements

continus. Les sources d'émission acoustique sont liées à des phénomènes irréversibles. On compte parmi ces phénomènes physiques :

- Déformation plastique, mouvement de dislocations, maclage, glissement aux joints de grains, formation des bandes de Piobert-Luders, rupture d'inclusion ou de composés intermétalliques, transformation de phase,
- Amorçage et propagation de fissures,
- Fragilisation par hydrogène,
- Corrosion,
- Rupture microscopique et macroscopique dans les matériaux composites,
- Frottement,
- Impacts (métalliques,...),
- Fuites (de liquide ou de gaz), cavitation, ébullition,
- Bruits extérieurs à des essais (mise en place de montage, groupe hydraulique des machines d'essai, environnement, etc.).

D'après Touya [28], les principaux facteurs, influençant le taux d'émission acoustique d'un matériau, peuvent être répertoriés de la manière suivante, tableau I-3.

Facteurs favorisant les signaux de :	
Grande Amplitude	Faible Amplitude
Forte limite d'élasticité	Faible limite d'élasticité
Transformation martensitique	Transformation par phase de diffusion
Anisotropie	Isotropie
Hétérogénéité	Homogénéité
Epaisseur importante	Epaisseur faible
Taille de grain élevée	Structure à grains fins
Tendance à former des macles	Maclage très difficile
Rupture par clivage	Déformation par cisaillement
Propagation de fissure	Déformation plastique uniforme
Température basse	Température élevée
Vitesse de sollicitation élevée	Vitesse de sollicitation faible
Grande déformation	Petite déformation

Tableau I-3 : Principaux facteurs influençant le taux d'émission acoustique d'un matériau [28].

II-8-2] Acquisition des signaux

La transformation des ondes mécaniques, à la surface d'un matériau, en signaux d'émission acoustique, est généralement réalisée par l'utilisation de capteurs de nature piézoélectrique. Ces derniers sont placés en surface du matériau étudié, le couplage étant assuré le plus souvent par l'utilisation d'un gel silicone. Le couplage améliore la transmission des ondes entre la surface étudiée et le capteur. Le signal détecté est ensuite amplifié, échantillonné puis stocké pour un traitement futur.

Deux grandes familles de capteurs sont utilisées en émission acoustique. Les premiers possèdent une bande passante régulière, dans une zone étendue de fréquences allant jusqu'au MHz, sont appelés : « large bande ». Ils présentent l'avantage de peu modifier la forme réelle du signal, mais possèdent, comparativement au second, une plus faible sensibilité. Les seconds, dits « résonnant », ont une bande passante moins large et un pic de réponse aux alentours d'une fréquence définie. Cette caractéristique entraîne inexorablement une modification de l'allure des signaux, ainsi que de leur contenu fréquentiel. Cependant, ils sont beaucoup plus sensibles et permettent une détection des signaux de plus faible fréquence.

Le choix du capteur est donc très important, pour l'adapter à l'information souhaitée.

Pour un signal obtenu dans une salve d'émission discrète, plusieurs informations peuvent être extraites.

Tout d'abord, nous nous plaçons dans l'hypothèse où chaque salve correspond à un événement physique (obtenu dans le matériau considéré) et où la forme de la salve est directement liée aux caractéristiques de cet événement.

Il est important de relever tous les paramètres pouvant caractériser un type de signal dans le but d'identifier les différents mécanismes mis en jeu. Dans la figure I-22, sont annotés les principaux paramètres exploitables. La plupart de ces paramètres sont définis par rapport à un seuil d'acquisition. Plusieurs méthodes existent pour fixer ce seuil. La plus couramment employée étant le réglage à un niveau légèrement supérieur à la valeur du bruit de fond.

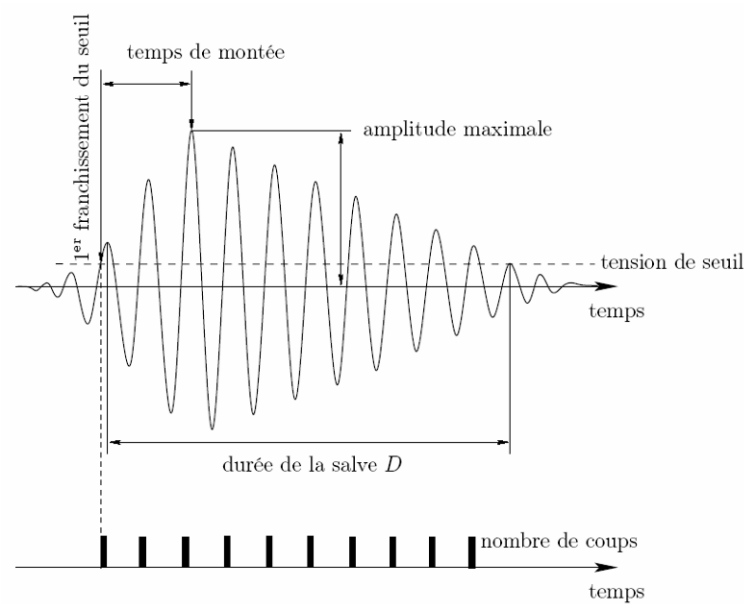


Figure I-22 : Principaux paramètres mesurés sur une salve acoustique.

Les paramètres classiquement enregistrés en temps réel sont les suivants :

- Le temps : temps d'arrivée en jour/heure/minute/seconde, par rapport au début de l'essai,
- Le nombre de coups ou le nombre d'alternance : nombre de franchissement du seuil par le signal,
- La durée : temps qui sépare le premier et le dernier dépassement du seuil par le signal (unité μs),
- Le temps de montée : temps qui sépare le premier dépassement de seuil et le coup d'amplitude maximale (unité μs),
- L'amplitude : amplitude maximale enregistrée pendant la salve (unité dB),
- L'énergie : énergie totale délivrée par le capteur (unité d'énergie : ue)

$$E_{EA} = \int_0^D V_{(t)}^2 dt \quad (\text{I.33})$$

Où $V_{(t)}$ est la valeur instantanée de l'amplitude de la salve et D sa durée,

- La fréquence moyenne : rapport entre le nombre de coups et la durée (unité kHz),

- Average Signal Level (ASL) : tension efficace calculée et compressée de manière logarithmique. L'ASL bénéficie d'une grande dynamique, et est représentative du bruit de fond (précision 1 dB),
- Root Mean Square (RMS) : tension efficace linéaire. Cette valeur mesure également le bruit de fond et présente une grande précision (200 μ V), mais une dynamique restreinte.

II-8-3] Détection de l'amorçage de la fissure

Pendant la phase de propagation de fissure, Smith [29] a montré que les ruptures et/ou les décohésions des inclusions, étaient la source principale d'émission acoustique. En effet, les inclusions sont généralement très fragiles et donc rompent assez facilement. Ceci est révélé par l'examen de la surface fissurée au Microscope Electronique à Balayage (M.E.B.). Smith [29] y montre l'existence d'un nombre d'inclusions rompues le long de la surface. Il remarque que le nombre d'événements acoustiques enregistrés est plus grand que le nombre d'inclusions rompues.

Ce phénomène peut être expliqué de deux manières :

- Une inclusion peut se rompre en plusieurs fois et produire donc plus d'un événement acoustique,
- Une observation surfacique est insuffisante pour compter le nombre d'inclusions rompues, de part et d'autre de la fissure.

Lors d'une propagation de fissure obtenue, par coalescence de microfissures, nous remarquons le niveau assez faible d'énergie. Il est donc assez difficile de corréler émission acoustique et vitesse de propagation de fissure.

L'amorçage de la fissure, par contre, est beaucoup plus facile à détecter lors d'essais de rupture statique, figure I-23 correspondant à un essai de flexion 3 points sur une éprouvette Tuile Romaine (le principe de l'essai est explicité au paragraphe II-3-2 du chapitre II). Cet amorçage est caractérisé par un pic d'énergie se dégageant très nettement lors de l'enregistrement.

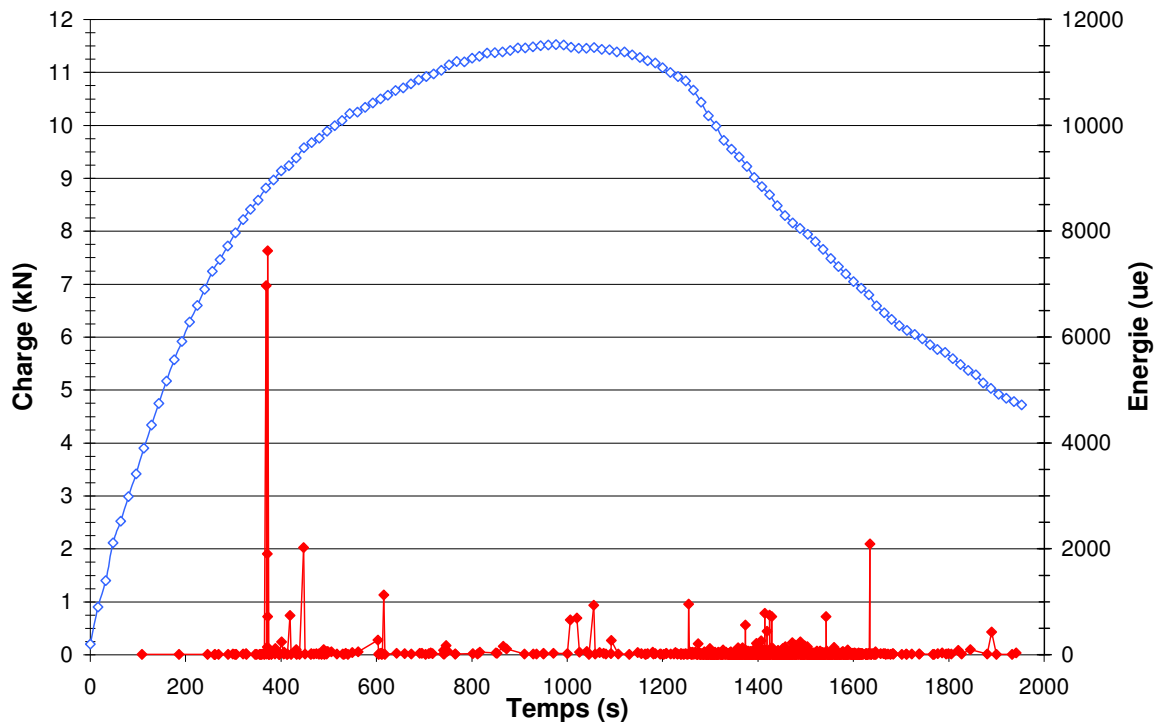


Figure I-23 : Détection de l'amorçage d'une fissure.

III] INFLUENCE DE L'HYDROGENE SUR LE CONTROLE DE LA NOCIVITE DES DEFAUTS

III-1] L'hydrogène

L'hydrogène est l'atome le plus simple de l'univers, et également le plus abondant, (75 % en masse et 95 % en nombre d'atomes). On le trouve en grande quantité dans les étoiles et les planètes gazeuses, mais reste très rare dans l'atmosphère terrestre : environ 1 ppm en volume. Son noyau ne contient qu'une seule particule : un proton. Autour de ce noyau, un seul électron tourne.

La communauté scientifique s'attache à dire que c'est le premier élément formé sur terre. L'hydrogène aurait ainsi donné naissance à tous les autres éléments qui composent la matière. La molécule d'hydrogène est composée de 2 atomes d'hydrogène. On l'appelle parfois le di-hydrogène (H_2). C'est le gaz le plus léger puisque 1 litre pèse moins de 90 milligrammes.

Il possède 3 isotopes, le Protium (1_1H , environ 99,98%, isotope stable), le Deuterium (2_1H , 0,015%, isotope stable) et le Tritium (3_1H , un atome de Tritium pour 10^{18} atomes de Protium, isotope radioactif).

III-1-1] Les propriétés physiques

L'hydrogène ne se trouve dans l'atmosphère qu'à l'état de traces, il est donc généré à partir des hydrocarbures (pétrole et ses dérivés), et à partir de l'eau, puisqu'il représente la fraction la plus légère de la molécule H_2O .

L'hydrogène est un gaz incolore, inodore et sans saveur, extrêmement inflammable, très léger, qui n'entretient pas la vie et réagit facilement en présence d'autres substances chimiques. C'est le plus petit des atomes. Son faible rayon atomique fait qu'il est du même ordre de grandeur que la taille des sites interstitiels dans un réseau métallique. Il peut donc se trouver facilement en solution d'insertion dans les métaux usuels.

Quelques données caractéristiques :

Poids moléculaire	2,016 g/mol
Solubilité dans l'eau (1,013 bar et 0°C)	0,0214 vol/vol
Concentration dans l'air	0,00005 % vol
Température d'auto inflammation	560 °C
Masse volumique de la phase liquide (1,013 bar au point d'ébullition)	70,973 kg/m ³
Masse volumique du gaz (1,013 bar au point d'ébullition) :	1,312 kg/m ³
Masse volumique de la phase gazeuse (1,013 bar et 15°C)	0,085 kg/m ³
Point de fusion	-259°C
Point d'ébullition (1,013 bar)	-252,8°C
Chaleur latente de vaporisation (1,013 bar au point d'ébullition)	454,3 kJ/kg
Chaleur latente de fusion (1,013 bar, au point triple)	58,158 kJ/kg
Viscosité (1,013 bar et 15°C)	0,0000865 Poise
Conductivité thermique (1,013 bar et 0°C)	168,35 mW/(m.K)
Facteur de compressibilité (en phase gazeuse à 1,013 bar et 15°C)	1,001

Tableau I-4 : Données caractéristiques sur l'hydrogène [2].

III-1-2] Les différents modes d'obtention

L'hydrogène est un gaz tellement léger qu'il ne peut pas être retenu dans notre atmosphère. Encore plus léger que l'hélium qui gonfle les ballons. Impossible donc de trouver de l'hydrogène gazeux sur terre.

Et pourtant, l'atome d'hydrogène est le plus abondant dans l'univers. On le retrouve partout, mais jamais tout seul. Il est toujours associé à d'autres atomes.

Tout d'abord dans l'eau. La molécule d'eau est composée d'un atome d'oxygène et de deux atomes d'hydrogène. Et de l'eau, on en trouve beaucoup : elle recouvre 70% de notre terre et constitue plus de 60% de notre corps!

Ensuite dans les hydrocarbures, qui comme leur nom l'indique, sont formés de carbone et d'hydrogène.

▪ L'électrolyse de l'eau

La réaction chimique, qui se produit lors de l'électrolyse de l'eau, est la réaction inverse à celle obtenue dans une pile. Il faut de l'eau très pure (déionisée) pour éviter que les impuretés perturbent le fonctionnement de l'électrolyse. Typiquement, la cellule d'électrolyse est constituée de deux électrodes (cathode et anode), d'un électrolyte et un générateur de courant. L'électrolyte peut être une membrane polymère échangeuse de protons ou une membrane céramique conductrice d'ions oxygène.

Dans le cas d'une membrane échangeuse de protons, nous avons les réactions suivantes:

- A l'anode, l'eau se dissocie en oxygène et en protons. Les électrons partent dans le circuit.



- A la cathode, les protons, passés à travers la membrane, se recombinent avec les électrons pour donner l'hydrogène.



Sous l'apport du courant, l'eau est dissociée en hydrogène et oxygène. Il est nécessaire d'apporter de l'énergie électrique, puisque l'enthalpie de dissociation de l'eau est de 285kJ/mol. Cela correspond à un potentiel théorique de 1,481 V à 25°C, mais en pratique nous sommes plutôt entre 1,7 à 2,3 V.

Actuellement, des électrolyseurs d'une puissance de 1 à 100 kW sont développés. Le principal inconvénient de cette méthode est sa dépendance à l'utilisation de l'énergie électrique (dont la production est polluante). Il faudrait donc lui coupler de l'électricité provenant de source non polluante : solaire, éolienne, ou hydroélectrique. Le coût de la production par électrolyse est élevé, de l'ordre de 3 euros par kilogramme (avec un prix moyen du kilowatt heure de 6 centimes d'euros en France).

- Le craquage de l'eau

Le nucléaire pourrait aussi permettre la production d'hydrogène. Depuis 5 ans, des réacteurs dits de 4^{ème} génération sont à l'étude. Plus sûrs, ils devront aussi permettre de consommer moins de combustible nucléaire, produire moins de déchets mais également produire autre chose que de l'électricité : de l'hydrogène ou de l'eau de mer désalée. On parle de rendements de l'ordre de 50 %.

Peu de pays (10 en tout) travaillent actuellement sur cette technologie, nous citons la France, les USA, le Japon, l'Argentine, le Brésil, Canada, Corée du Sud, Afrique du Sud, Suisse, Royaume-Uni. Il existe en tout 6 technologies : le réacteur à neutrons rapides (R.N.R.) refroidi soit par du sodium liquide, soit par un alliage de plomb liquide, ou encore par du gaz, le réacteur refroidi avec de l'eau supercritique, le réacteur à gaz à très haute température, et enfin le réacteur à sels fondus.

Le CEA a retenu en particulier le réacteur à gaz à haute température, soit 1100°C. Ce haut niveau de température permet de décomposer l'eau en hydrogène et en oxygène par une réaction catalysée. Le Japon et les USA s'intéressent au système refroidi au sodium. Néanmoins, cette technologie ne serait commercialement disponible que vers 2030-2040.

- Le reformage à la vapeur

Le gaz naturel et le charbon, brûlés à haute température, permettent d'obtenir de l'hydrogène. Cette opération, appelée reformage à la vapeur, est toutefois polluante puisqu'elle dégage du dioxyde de carbone, qui entre en compte dans l'effet de serre.

Avec le gaz naturel, le coût de production revient en moyenne à plus de 1 euro par kilogramme d'hydrogène, mais il augmente drastiquement lorsque l'on prend en compte les coûts de stockage du dioxyde de carbone (par piégeage au fond des océans ou dans les cavités souterraine ayant servi à l'extraction du pétrole ou du gaz).

- La biomasse

La biomasse (bois, cellulose, déchets, etc.) est quasiment illimitée et renouvelable. Plusieurs méthodes existent actuellement :

- transformation en alcool (éthanol, méthanol) ou méthane suivi de reformage,
- pyrolyse et gazéification de la biomasse suivies de reformage.

La fermentation de la biomasse permet de produire une solution alcoolisée, dont on pourra ensuite obtenir après distillation du méthanol ou de l'éthanol. Un autre type de fermentation (anaérobie) permet d'obtenir du biogaz contenant essentiellement du méthane et du CO₂. Ceux ci peuvent être ensuite reformés suivant les procédés vus précédemment.

Dans le cas de la gazéification de la biomasse, on sèche la biomasse, puis on la thermolyse à 600°C. On la fait réagir vers 1000°C avec de l'air ou de l'eau (reformage), et on élimine enfin les impuretés. De là, on obtient un gaz riche en H₂ et CO, que l'on peut utiliser directement pour produire de l'électricité, purifier pour en extraire H₂, ou transformer en méthanol. C'est un procédé dont la mise au point pourrait mettre encore 5 à 8 ans.

Son coût de production est supérieur à 2 euros par kilogramme.

- Les produits organiques

La biophotolyse permet à des organismes vivants (algues et bactéries) de casser les molécules d'eau en produisant de l'hydrogène. Actuellement, les rendements ne sont pas

suffisamment élevés. Toutefois, en modifiant le matériel génétique de certaines bactéries, il serait possible d'optimiser leur rendement. Une autre voie vise à intégrer ces "capteurs vivants" sur des puces électroniques, symbole d'une convergence entre nanotechnologie et biotechnologie.

III-1-3] Domaines d'utilisation

Les étoiles, ainsi que le soleil sont essentiellement composées d'hydrogène. Par une réaction de fusion entre deux atomes d'hydrogène, le soleil produit une très grande quantité d'énergie et se transforme en hélium. C'est cette énergie qui chauffe la terre.

De plus, l'utilisation de l'hydrogène n'est pas si récente que cela. Puisqu'il sert à faire décoller des fusées depuis 1968, et qu'il était déjà employé dans les V1 allemand pendant la Seconde Guerre Mondiale.

Le lanceur ARIANE emporte avec lui 150 tonnes d'hydrogène et d'oxygène liquide pour faire fonctionner le moteur Vulcain 2. Leur rencontre produit une très grande quantité d'énergie qui propulse la fusée.

L'hydrogène est essentiellement utilisé, de nos jours, dans les industries chimiques pour la fabrication :

- d'engrais agricoles
(synthèse de l'ammoniac : $3 \text{H}_2 + \text{N}_2 \rightarrow 2\text{NH}_3$ (I-36)),
- de résines, de caoutchouc ou d'autres produits pour la synthèse chimique
(synthèse du méthanol : $\text{H}_2 + \text{CO} \rightarrow \text{CH}_3\text{OH}$ (I-37)),
- du sucre à basse calorie (Aspartam).

Dans 95% des cas [30], l'hydrogène est fabriqué sur place et non transporté du site de production vers le site d'utilisation.

L'utilisation à plus grande échelle de cette énergie, contraint les fabricants à avoir recourt à la distribution de l'hydrogène par gazoducs, puisqu'il est déjà utilisé dans les piles à combustible, figure I-25, destinées aux batteries de téléphones portables, aux

batteries des voitures, figure I-24, et bus dis “écologique”, figures I-26 et I-27, ou encore dans certain moteurs thermiques en développement.

Le but final étant, de remplacer les énergies traditionnelles, le gaz naturel des chaudières individuelles et l’essence ou le diesel des moteurs de nos véhicules de transport, par de l’hydrogène.



Figure I-24 : Ford Focus utilisant une pile à combustible [31].

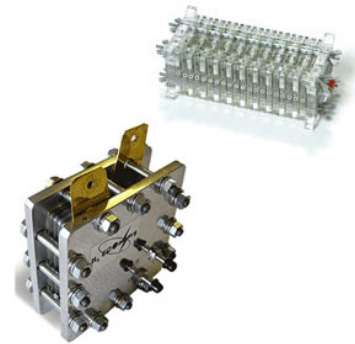
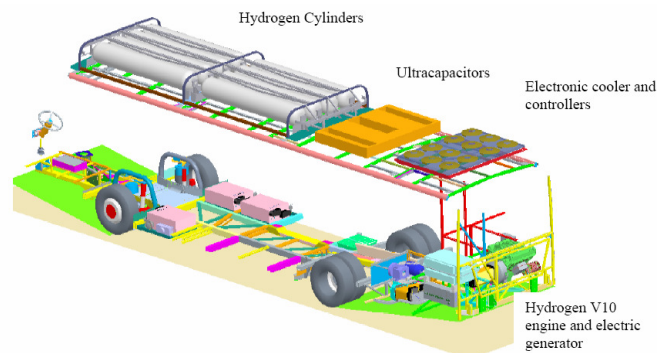


Figure I-25 : Pile à combustible [32].



Figures I-26 et I-27 : Photo et schéma en 3D d’un bus fonctionnant à l’hydrogène [33].

Un projet très ambitieux [34], baptisé A2, figures I-28 et I-29, est en cours d’étude. Il permettra peut être, d’ici quelques années, d’utiliser des avions qui fonctionneraient à l’hydrogène. L’Agence Spatiale Européenne étudie en effet la possibilité d’utiliser le principe des moteurs de fusées pour propulser des avions hypersoniques. Ceux-ci pourraient avoir une vitesse de croisière de Mach 5,5. Rappelons que le Concorde n’allait “seulement” qu’à Mach 2.

Une des principales innovations de ce moteur serait que le turbo-compresseur n'aurait plus besoin d'oxygène liquide pour fonctionner.

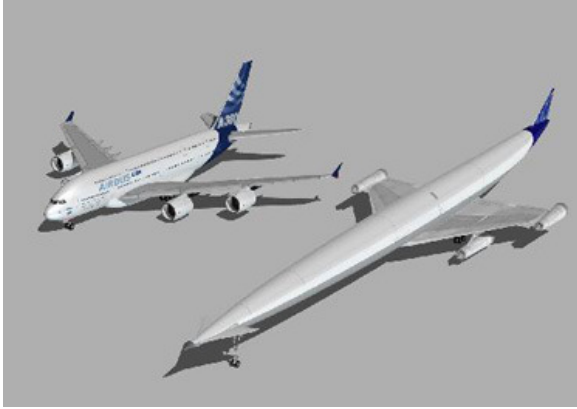


Figure I-28 : A380 et A2.



Figure I-29 : L'avion hypersonique à l'hydrogène.

III-2] Affectation des propriétés mécaniques

III-2-1] Limite d'élasticité

Selon Sofronis [35], en présence d'hydrogène, la limite d'élasticité augmente légèrement avec la concentration en hydrogène. Il propose une évolution linéaire de la limite d'élasticité σ_y avec la concentration en hydrogène du type :

$$\sigma_{y(c)} = \left[(\xi - 1) \cdot \frac{c}{c_0} \right] \cdot \sigma_{y,0} \text{ pour } \sigma_{y(c)} \geq \eta \sigma_{y,0} \quad (\text{I-38})$$

$$\sigma_{y(c)} = \eta \sigma_{y,0} \text{ pour } \sigma_{y(c)} < \eta \sigma_{y,0} \quad (\text{I-39})$$

ξ est le paramètre d'adoucissement, η une variable comprise entre 0 et 1, c_0 la concentration initiale en hydrogène, et $\sigma_{y,0}$ la limite d'élasticité pour une concentration d'hydrogène nulle.

L'essai de traction, figure I-30, a été réalisé en présence d'hydrogène électrolytique créé à partir de l'électrolyse d'une solution standard appelée : Natural Soil 4 (NS4).

Composition chimique d'une solution de NS4 :

122 mg l^{-1} de KCl, 483 mg l^{-1} de NaCO₃, 181 mg l^{-1} de CaCl₂.2H₂O, et 131 mg l^{-1} de MgSO₄.7H₂O

L'examen de la courbe de traction, figure I-30, permet de conclure sur le fait que la limite d'élasticité ne serait que peu affectée par la présence d'hydrogène. Seul la déformation à la rupture est fortement diminuée sous l'action de l'hydrogène.

La rupture se produit, à l'air, pour un allongement d'environ 28%, alors que sous une plus forte concentration en hydrogène, essai à un potentiel de -1700mV_{SCE}, elle apparaît pour un allongement de 3,5%.

Pour conclure, on peut dire que l'hydrogène n'a aucun effet sur le domaine d'élasticité de l'acier X52.

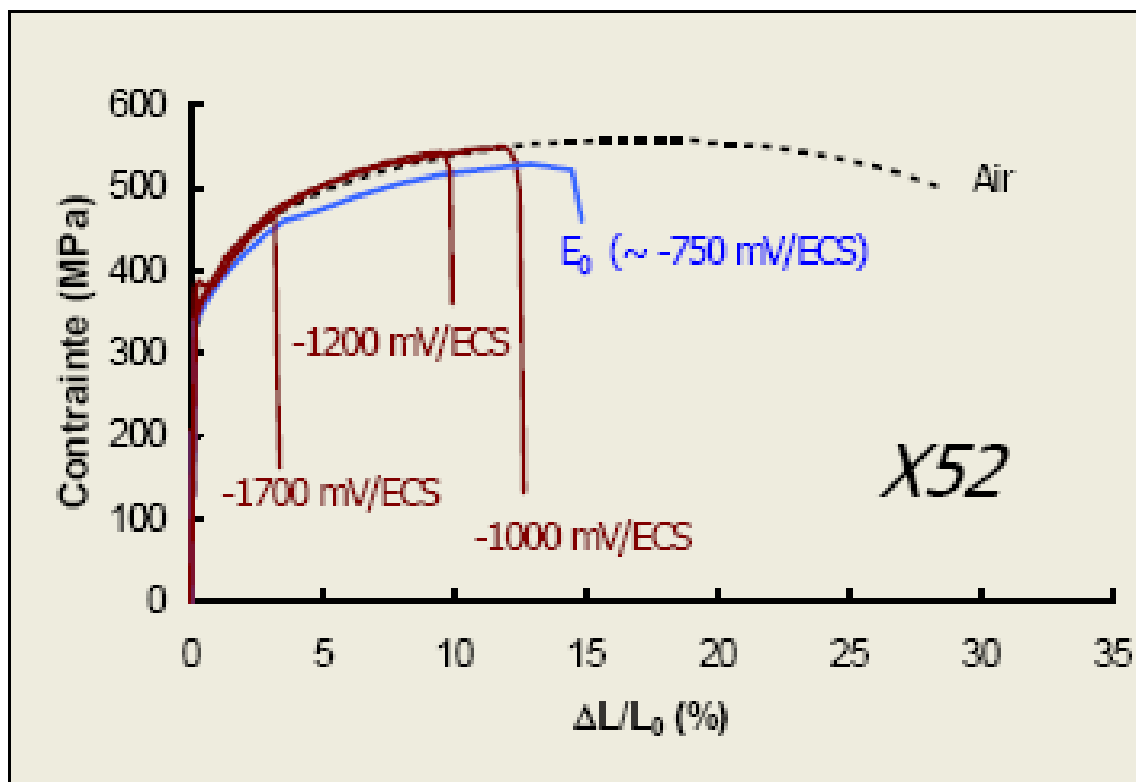


Figure I-30 : Courbe de traction d'un acier X52 [36].

III-2-2] Résistance ultime

Comme le montre la courbe de traction, figure I-30, la résistance ultime varie très peu. Elle passe de 550 MPa, sous atmosphère habituelle (air), à 470 MPa sous une forte concentration en hydrogène. En se contentant d'utiliser cet acier, dans son domaine élastique (comme prévu pour ce type d'utilisation), cette diminution de la résistance ultime ne devrait pas avoir d'effet sur la tenue de la structure.

III-2-3] Essai de Charpy

Un rapport [37], sur un accident de gazoduc de transport de gaz naturel, a entraîné l'étude de la ténacité résiduelle des restes du pipeline, par essais de Charpy. Il en ressort que l'acier avait une très médiocre résilience et une transition ductile/fragile comprise entre +30°C et +40°C.

L'acier, un X52 (0,27% de C, R_e de 335 MPa), a des caractéristiques assez proches de celles de notre acier.

Au point d'origine de la rupture, le gaz accumulé a formé une grosse cloque d'hydrogène bombée vers l'intérieure.

Les essais ont permis de chiffrer les valeurs d'énergie absorbée. Elle est au alentour de 7 à 14 J, sur une plage de températures de -5°C à +20°C. Alors que la norme à laquelle était sujette la canalisation (CSA Z245.4-M1979) prévoit que l'acier doit posséder une valeur d'énergie absorbée d'au moins 20 J à -45°C, lors d'un essai de résilience Charpy (avec une entaille en V).

Pour comparaison, on trouve une énergie Charpy de 80J pour un acier X70 lors d'un essai à 70°C sur une machine d'une capacité de 450J [38], et de 70J pour un acier X52 à -40°C pour le même type d'essai [39].

La forte concentration en hydrogène dans la zone de la cloque serait donc à l'origine de la chute de la résilience de l'acier.

III-2-4] La ténacité

- Cas des aciers à haute et très haute résistance mécanique :

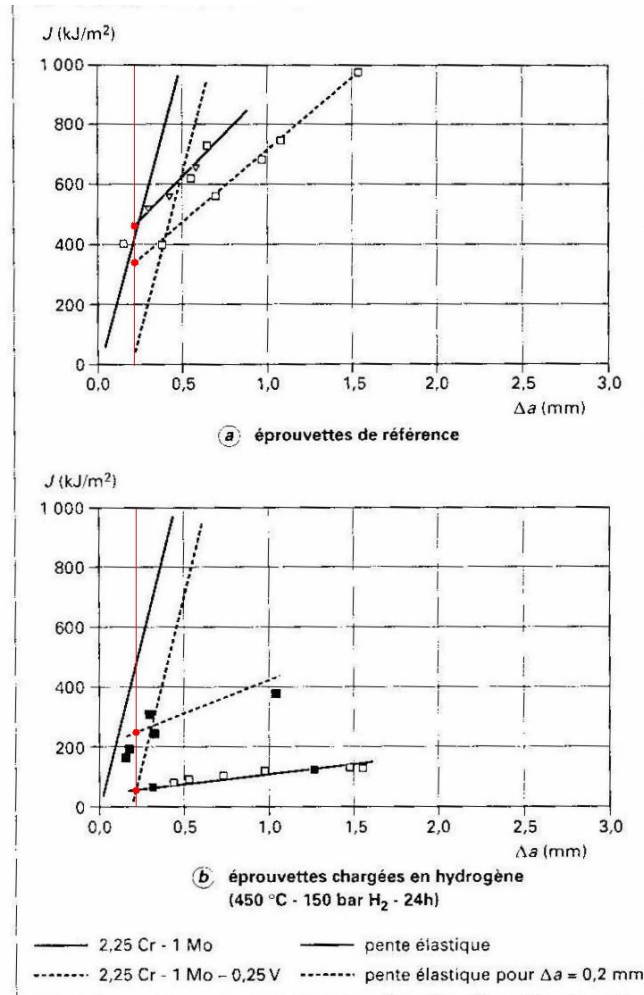


Figure I-31 : Courbes intégrale J-Δa pour des aciers à haute et très haute limite d'élasticité [40].

Caractéristiques de ces aciers comparées à celles du X52 :

Type d'acier	R _e (MPa)	R _m (MPa)	Pression d'essai ou d'utilisation (bars)
25Cr-1Mo	700	880	150
2,25Cr-1Mo-0,35V	acier à très haute résistance		150
X52	359	455	90

Tableau I-5 : Caractéristiques de différents aciers et conditions d'utilisation.

Les 2 courbes J-Δa, figure I-31, obtenues sur les aciers 2,25Cr-1Mo et 2,25Cr-1Mo-0,35V avec et sans chargement en hydrogène, permettent la mise en évidence de l'action

de l'hydrogène sur la ténacité des aciers. Notons tout de même que cet essai a été réalisé à 450°C, sous une pression de 150 bars.

La ténacité de l'acier 25Cr-1Mo passe de 450 kJ/m² pour l'éprouvette de référence à 52 kJ/m² pour celle sous atmosphère chargée en hydrogène. Le changement de ténacité est nettement moins important pour l'acier 2,25Cr-1Mo-0,35V, puisque celle-ci ne passe que de 330 à 245 kJ/m². On remarque donc, que plus l'acier possède une faible limite d'élasticité plus l'influence de l'hydrogène sur sa ténacité est prononcée.

- Cas des aciers aux caractéristiques mécaniques proches de celles du X52 :

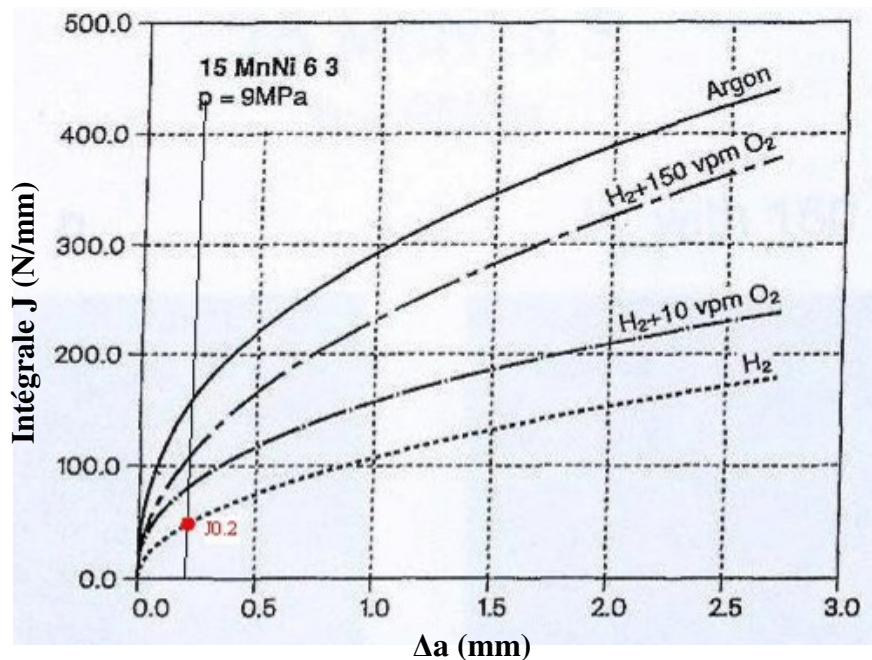


Figure I-32 : Courbes intégrale J- Δa dans diverses atmosphères [41].

Caractéristiques de cet acier comparées à celles du X52 :

Type d'acier	R _e (MPa)	R _m (MPa)	Pression d'essai ou d'utilisation (bars)
15MnNi 6 3	439	581	90
X52	359	455	de 40 à 70

Tableau I-6 : Caractéristiques de différents aciers et conditions d'utilisation.

Les courbes J- Δa , figure I-32, ont été effectuées sur un acier aux caractéristiques mécaniques proches de celles du X52, l'acier 15MnNi 6 3, dans diverses atmosphères, sous

une pression de 90 bars et à température ambiante du laboratoire. La ténacité $J_{0,2}$ de cet acier est de 51kJ/m².

Sachant que la pression à l'intérieur des pipelines en acier X52, varie en 40 et 70 bars, les valeurs précédentes ne doivent que très peu différer de celles obtenues lors d'un essai sur un acier X52.

La diminution de la ténacité confère au matériau une plus grande facilité à la propagation des fissures, puisque l'énergie dépensée pour réaliser cette propagation, décroît fortement.

III-3] Influence de l'hydrogène sur la plasticité du matériau

III-3-1] Les forces de cohésions atomiques

Deux modèles traitant des effets de l'hydrogène sur les forces de cohésion ont été proposés par Troiano [42] et Oriani [43]. Ces modèles supposent une diminution locale de la force de cohésion du réseau atomique, à cause de l'hydrogène présent dans la matrice ou au niveau des joints de grains (ou tous autres défauts métallurgiques). Une fissure peut alors se propager lorsque la contrainte (de tension) appliquée est suffisante pour contrebalancer la force de cohésion du réseau, modifiée par la présence de l'hydrogène.

Néanmoins, la diminution de la force de cohésion est un postulat et aucune preuve expérimentale n'existe réellement pour le justifier. De plus, si nous concevons un effet de l'hydrogène sur la déformation à rupture macroscopique d'un système pouvant contenir une grande concentration en hydrogène via une diminution des forces de cohésion, il est, en apparence, beaucoup plus difficile de l'imaginer dans le cas de métaux dont la solubilité en hydrogène est très faible : cas des aciers cubiques centrés (CC).

En réalité, Qiao [44] montre que la forte concentration en hydrogène localisée au niveau de la pointe de fissure, sur un XC80, est suffisante pour obtenir une rupture par clivage, figure I-33.

Ce modèle est tout particulièrement intéressant dans le cas des métaux CC, qui peuvent cliver très facilement (température de transition ductile/fragile proche de l'ambiante). On peut alors concevoir que l'absorption d'hydrogène permette de passer d'un comportement de rupture ductile à un comportement fragile.

Rappel du principe de propagation d'une fissure par clivage :

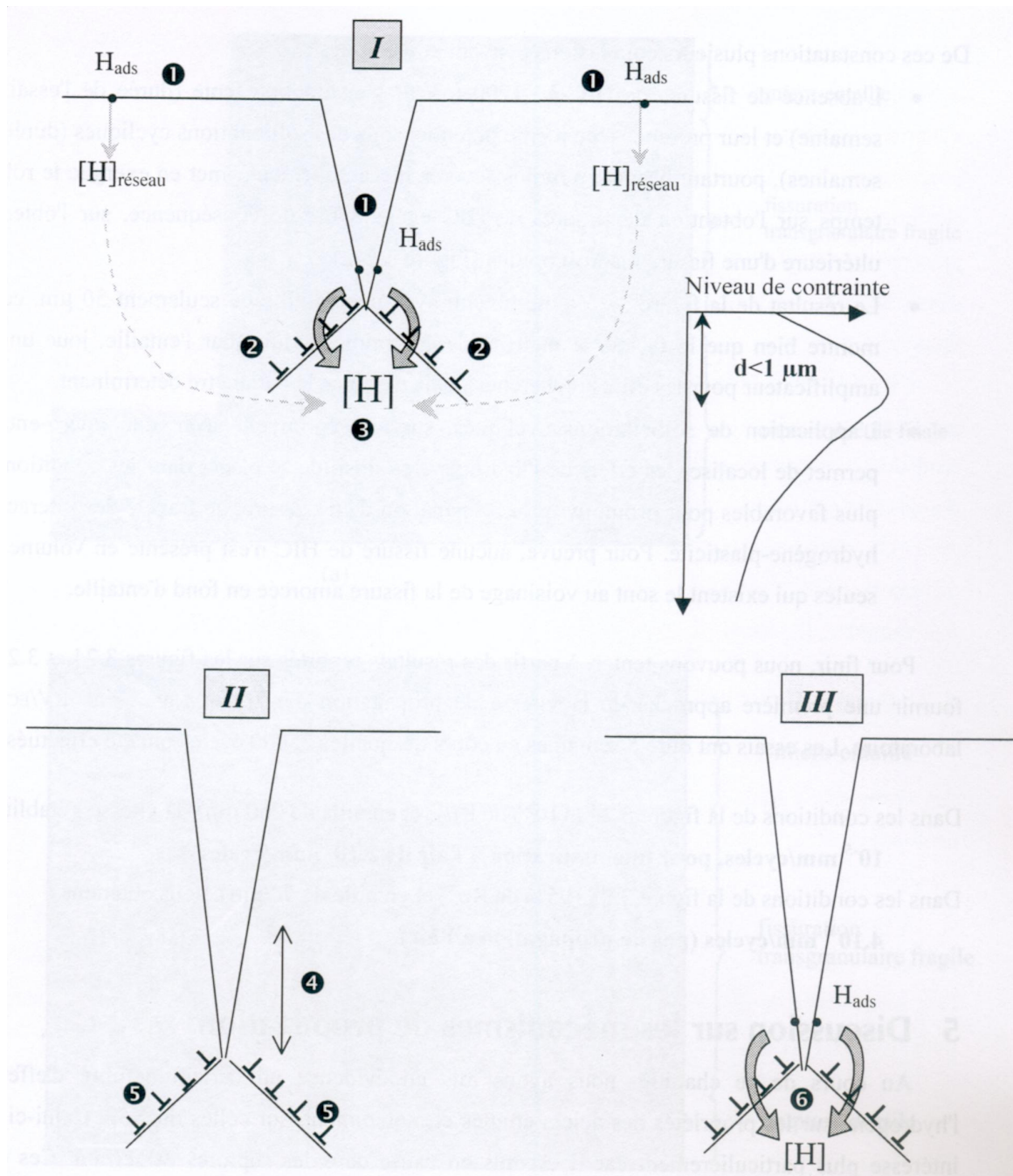


Figure I-33 : Mécanisme de propagation d'une fissure par clivage [45].

- ❶ : Adsorption de l'hydrogène. Etape favorisée par la mise à nu du métal (en fond de fissure),
- ❷ : Emission de dislocations (Facteur d'Intensité de Contraintes < Facteur d'Intensité de Contraintes local dû à la contrainte externe), écranage de la fissure,

- ③ : Diffusion sous contrainte de l'hydrogène vers la zone de plus forte contrainte hydrostatique (juste en avant de la fissure $< 1\mu\text{m}$),
- ④ : Clivage sur une courte distance ($< 1\mu\text{m}$),
- ⑤ : Arrêt de la fissure et émission de dislocations,
- ⑥ : Répétition du mécanisme, retour à l'étape 1.

III-3-2] Apparition et propagation des fissures

D. DELAFOSSE et T. MAGNIN [36], SCOOT X. MAO et M. LI [46], montrent qu'aucun effet de création de fissure ne peut être lié à la seule présence d'hydrogène, particulièrement dans les réseaux CFC. Rien à ce jour ne permet de quantifier la part de responsabilité de l'hydrogène lors d'un amorçage de fissure. Par contre, si la fissure est déjà formée, son mécanisme de propagation s'en trouve amplifié.

Des essais [45], sous sollicitations mécaniques cycliques effectués sur des morceaux de pipeline en X52, comportant une fissure, montrent cet effet. Les deux essais suivants sont représentatifs de conditions extrêmes : faible contrainte et entaille peu profonde pour la première éprouvette, et forte contrainte couplée à une entaille profonde pour la seconde.

Données des essais :

➤ **Eprouvette 1 :**

Acier X52, $F_{\text{max}} = 95\%$ de $R_{p0.2}$ et $R = 0,5$

25000 cycles (fréquence : 8.10^{-3} Hz, soit un essai sur 5 semaines),

Micro entaille de $50\mu\text{m}$,

Potentiel cathodique : $E = -1200\text{ mV/ECS}$

➤ **Eprouvette 2 :**

Acier X52, $F_{\text{max}} = 110\%$ de $R_{p0.2}$ et $R = 0,5$

25000 cycles (fréquence : 8.10^{-3} Hz)

Micro entaille de $200\mu\text{m}$,

Potentiel cathodique : $E = -1200\text{ mV/ECS}$

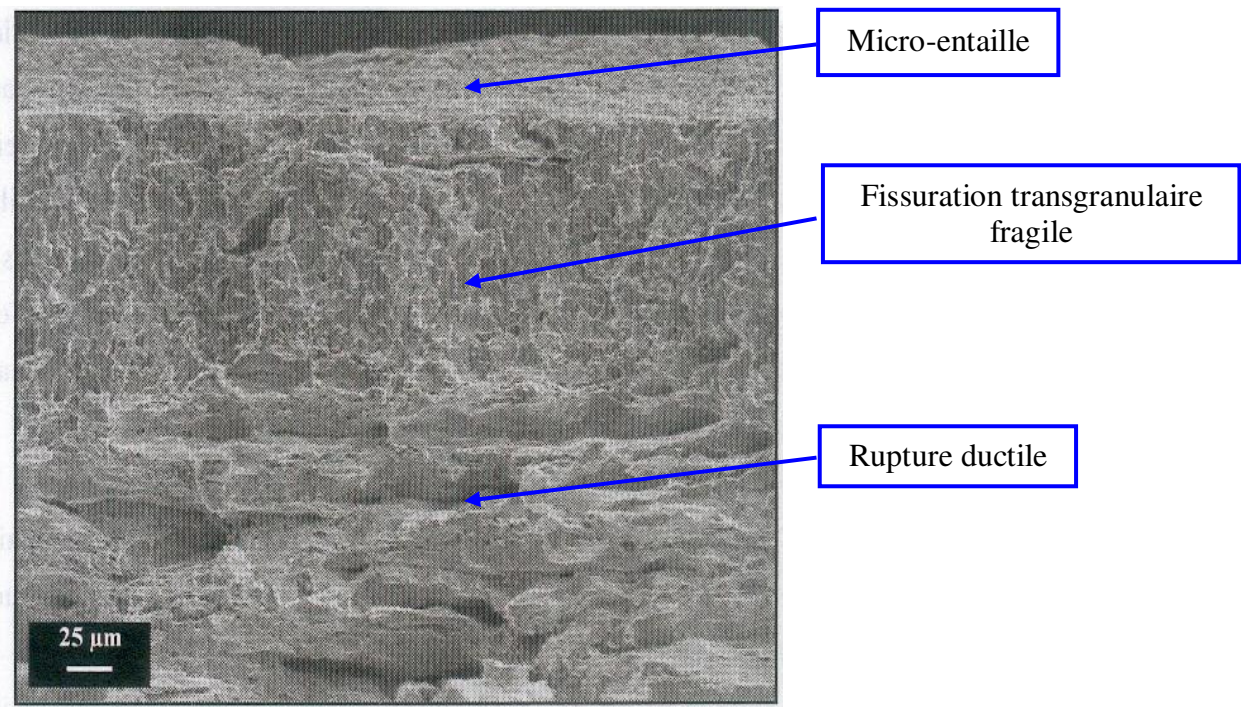


Figure I-34 : Résultat de l'éprouvette 1 [45].

Le résultat de cet essai montre bien l'influence de la présence de l'hydrogène quant à la propagation d'une fissure. Dans les conditions de cet essai, une fissure de 100 µm a été détectée, alors que pour le même type d'essai, à l'air, aucune fissure n'a été révélée.

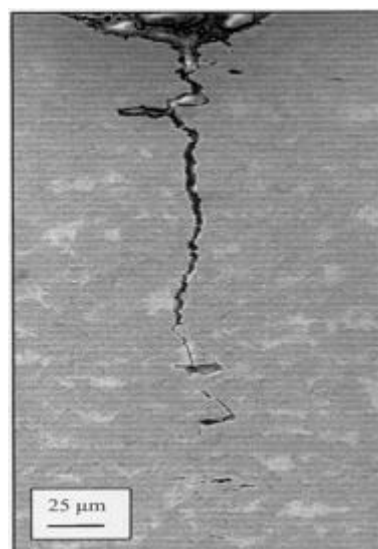


Figure I-35 : Résultat de l'éprouvette 2 [45].

Pour cette éprouvette n°2, possédant une micro entaille de 200 μm , la taille de la fissure obtenue est de 250 μm . Pour un essai dans les mêmes conditions, à l'air, la fissure ne s'était propagée que de 40 μm .

Sous hydrogène, la vitesse de propagation de la fissure est de 10^{-5} mm/cycles, soit un ordre de grandeur de plus que pour un essai à l'air, où on relève une vitesse de $2 \cdot 10^{-6}$ mm/cycles. La vitesse de propagation est donc multipliée par un coefficient de 5.

Avec des conditions de sollicitations moins sévères, l'essai 1 montre que l'on atteint une vitesse de propagation de fissure sous hydrogène de $4 \cdot 10^{-6}$ mm/cycles, alors qu'il n'y a eu aucune propagation dans l'air.

Nous retiendrons donc, que la propagation de fissure est accélérée sous une atmosphère chargée en hydrogène, et que ce phénomène s'amplifie d'avantage si l'on sollicite le matériau au voisinage de ses limites d'utilisation.

III-3-3] Piégeage de l'hydrogène par les dislocations

Un site de piégeage peut être considéré, d'un point de vue thermodynamique, comme un site au niveau duquel l'hydrogène pourra diminuer son potentiel chimique. Du point de vue cinétique, l'équilibre entre l'hydrogène occupant un site de piégeage et l'hydrogène dans un site interstitiel est défini par des constantes de piégeage (k_1) et de dépiégeage (k_{-1}). La barrière énergétique étant plus haute dans le sens piège-réseau, la probabilité de saut dans ce sens sera réduite, et la diffusion en présence de piège sera ralentie ($k_{-1} < k_1$).

Le piégeage a pour origine l'existence d'une force de transport externe qui modifie la probabilité de saut dans une direction donnée ou d'une perturbation locale du réseau qui modifie la fréquence de saut. Une classification des différents types de piégeage a été établie en fonction de :

- la localisation du piégeage (piégeage en volume ou sur la surface) ;
- son origine (interactions électronique, chimique ou élastique) ;
- l'existence ou non d'une interaction à longue distance entre le piège et l'atome interstitiel (pièges « attractif », « physique » ou « mixte ») ;

- la valeur de l'énergie d'interaction entre l'hydrogène et le piège : une forte énergie d'interaction caractérise les pièges « irréversibles » à une température donnée, c'est-à-dire les sites au niveau desquels la probabilité de dépiégeage est quasi nulle. Pour un piège « réversible », d'énergie plus faible, il existe un équilibre entre les atomes d'hydrogène qui occupent le piège et les sites du réseau (la notion de piège « réversible » ou « irréversible » n'a de sens que pour une température donnée) ;
- la taille du piège qui peut être ponctuel (atome interstitiel, lacune...), linéaire (dislocation), plan (interface entre phases, joint de grains...) ou volumique (microporosité, fissure...).

- *Transport par les dislocations [47] :*

Ce phénomène, constituant la base de certains mécanismes de fragilisation, suppose l'existence d'un piégeage de l'hydrogène par les dislocations et le transport accéléré des atomes d'hydrogène par les dislocations mobiles. Peu d'études ont permis à ce jour une mise en évidence directe de ce mécanisme ou une quantification de la cinétique et des quantités transportées dans les conditions usuelles de température.

Les premiers à suggérer que les interactions "hydrogène - dislocations" interviennent dans les mécanismes de fragilisation par l'hydrogène sont Bastien et Azou [48].

Ce mécanisme, basé sur le fait que l'hydrogène sous forme de proton, pourrait être transporté par les dislocations et ainsi, contribuerait à la création d'une microfissure au niveau de l'empilement des dislocations. Ceci nécessite que les protons puissent suivre les dislocations en mouvement. Pour ce faire, il est impératif que la vitesse de diffusion des protons soit supérieure ou égale à la vitesse de déplacement des dislocations, résultats en accord avec les observations expérimentales réalisées.

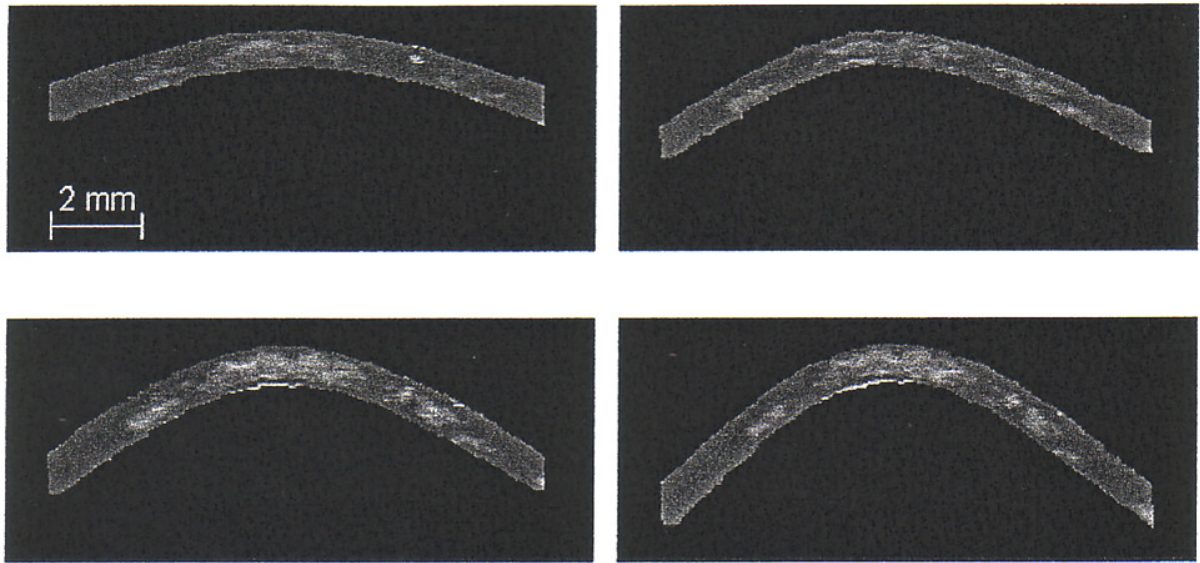


Figure I-36 : Images obtenues par microscopie photoélectrochimique d'un échantillon d'acier X46 chargé en hydrogène, pour différents moments de flexion appliqués.

La figure I-36 montre la concentration de l'hydrogène dans un échantillon d'acier X46 en flexion 3 points, pour différents moments de flexion appliqués. La zone de contraintes élevées (zone blanchie au milieu de l'échantillon) est fortement chargée en hydrogène. Les dislocations, en grand nombre dans cette zone, jouent le rôle de pièges pour l'hydrogène.

- Diffusion le long des joints de grains [49] :

Les phénomènes de court-circuit de diffusion associés à la présence de défauts planaires (joints de grains) interviennent fréquemment sur le processus de diffusion de nombreux éléments interstitiels ou non. De tels effets ne sont pas observés pour l'hydrogène, lorsque son coefficient de diffusion réticulaire est très élevé ($D_{Fe\alpha}$). En revanche, des observations récentes montrent l'existence de phénomènes de diffusion préférentielle, le long de grains, dans certaines structures austénitiques stables (nickel ou aciers inoxydables γ).

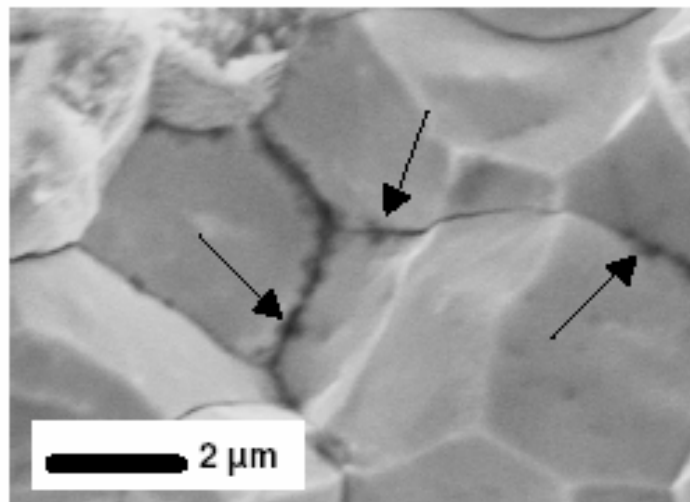


Figure I-37 : Image de rupture intergranulaire d'un échantillon d'acier P420M, en corrosion sous contraintes.

- Piégeage de l'hydrogène dans les défauts de la matière [47] :

La figure I-38 montre la ségrégation de l'hydrogène en pointe de fissure (zone de triaxialité de contraintes maximale).

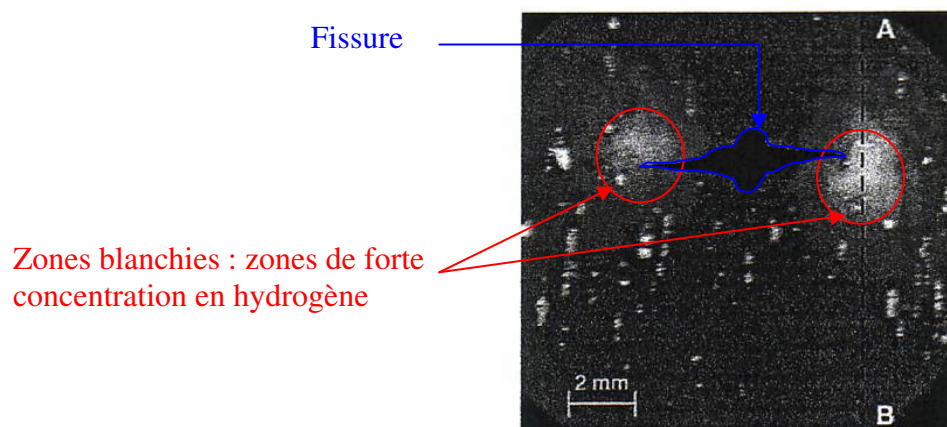


Figure I-38 : Image obtenue par microscopie photoélectrochimique de la zone proche d'une fissure (acier X46 chargé en H₂).

Le courant photoélectrique, étant proportionnel à la quantité d'hydrogène sur la surface de l'échantillon, la concentration d'hydrogène est 1,7 fois plus importante dans la zone plastique que dans la zone sans contrainte, figure I-39.

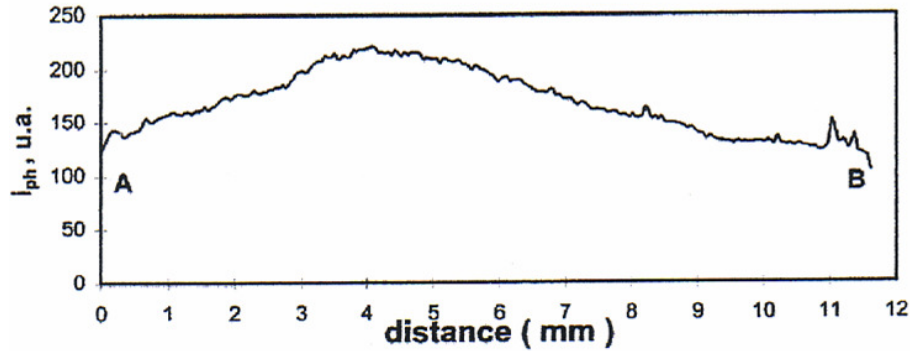


Figure I-39 : Evolution du courant photoélectrique le long de la ligne AB de l'échantillon figure I-39.

III-3-4] Diffusion interstitielle de l'atome d'hydrogène

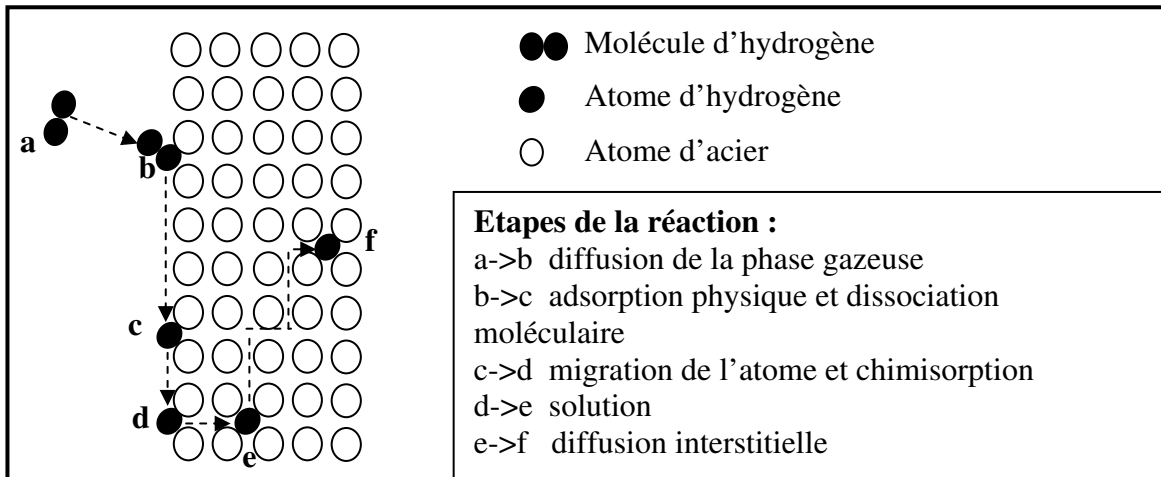


Figure I-40 : Etapes de diffusion de l'hydrogène dans le réseau cristallin [50].

L'hydrogène étant de petite taille, il peut se déplacer facilement entre les sites cristallins de l'acier. L'hydrogène diffuse dans les aciers selon des mécanismes classiques d'hétérodiffusion à dilution infinie, figure I-40. Les lois de Fick sont directement applicables aux températures usuelles à ce type de diffusion, en l'absence de force de transport :

$$J = D \frac{\delta C}{\delta x} \text{ et } \frac{\delta C}{\delta \tau} = \frac{\delta}{\delta x} \left(D \frac{\delta C}{\delta x} \right) \quad (\text{I-40})$$

Avec :

- J le flux d'hydrogène ($\text{cm}^3 \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$),
- D le coefficient de diffusion ($\text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$),
- C la concentration en hydrogène,
- τ le temps (s),
- x la distance selon la direction de diffusion (cm).

▪ Coefficient de diffusion :

La mobilité de l'hydrogène dans les métaux peut être caractérisée de façon simple par un coefficient de diffusion qui, dans un système cubique, vérifie la relation :

$$D = \beta \cdot a_m^2 \cdot \Gamma_s \quad (\text{I-41})$$

Avec :

- D le coefficient de diffusion ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ou $\text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$),
- β le coefficient fonction du site interstitiel dans la diffusion,
- a_m le paramètre de la maille,
- Γ_s la fréquence de saut, définie par :

$$\Gamma_s = \nu \cdot \exp\left(\frac{-\Delta G_m}{kT}\right) \quad (\text{I-42})$$

- ν la fréquence de vibration de l'atome dans un site interstitiel,
- ΔG_m l'enthalpie libre de migration,
- k la constante de Boltzmann,
- T la température.

La variation du coefficient de diffusion avec la température s'exprime par la loi d'Arrhenius :

$$D = D_0 \cdot \exp\left(\frac{-\Delta H_m}{kT}\right) \quad (\text{I-43})$$

Avec :

- ΔH_m enthalpie de migration,
- $D_0 = \beta \cdot a_m^2 \cdot v \cdot \exp\left(\frac{\Delta S_m}{kT}\right)$ (I-44)
- ΔS_m entropie de migration

- Coefficient de perméabilité :

Le coefficient de diffusion de l'hydrogène dans un métal est le plus souvent déterminé expérimentalement par des mesures de perméabilité, c'est-à-dire par l'analyse de l'évolution en fonction du temps du flux d'hydrogène au travers d'une paroi métallique.

La perméabilité P d'un métal à l'hydrogène correspond au flux stationnaire mesuré dans des conditions données de pression et de température, au travers d'une paroi de géométrie connue :

$$P = K \cdot (C_0 - C_s) \cdot D \quad (\text{I-45})$$

Avec :

- C_0 et C_s les concentrations en hydrogène sur les faces d'entrée et de sortie de la paroi,
- K le facteur géométrique, fonction de l'épaisseur e et de la géométrie de la paroi.

Cette grandeur est particulièrement importante puisqu'elle représente le nombre d'atomes d'hydrogène qui, en régime stationnaire, peuvent migrer dans le matériau dans des conditions de pression et de température données. Son expression générale, en fonction de la température et de la pression, peut être déduite de celle de S et D :

$$P = K \cdot S_0 \cdot D_0 \cdot \Delta p^{1/2} \cdot \exp\left(-\frac{\Delta H_s + \Delta H_m}{kT}\right) \quad (\text{I-46})$$

Avec : $\Delta p = p_0 - p_s$ différence entre les pressions d'hydrogène sur les faces d'entrée et de sortie respectivement,

ΔH_s l'enthalpie stationnaire.

III-3-5] Hydrogène et triaxialité des contraintes

Les aciers ferritiques présentent une transition du mode de rupture passant progressivement d'une rupture fragile (par clivage) à une rupture ductile, lorsque la température augmente. La vitesse de déformation est aussi un paramètre fragilisant mais agissant en sens inverse de la température. L'augmentation de la vitesse de déformation rend en effet l'acier plus fragile. Cette transition fragile-ductile se produit dans une zone de température dans laquelle une température de transition est définie pour une vitesse de déformation. La température de transition est souvent une caractéristique utilisée dans le choix d'un acier, afin de se prémunir du risque éventuel de rupture fragile. Elle doit avoir une valeur inférieure à la température minimale en service réglementaire (-20°C en France, selon le décret de juillet 1974). La résistance à la rupture augmente avec le rayon d'entaille et présente une véritable transition.

Cet effet est lié à la diminution de la triaxialité de contraintes, paramètre qui permet de traduire la diminution de la résistance à la rupture avec la pression hydrostatique, phénomène décrit par le critère de Mohr-Cauchot. La triaxialité β se traduit de la manière suivante :

$$\beta = \sqrt{\frac{I_1^2}{I_1^2 + \frac{A(1+\nu)}{(1+2\nu)} I_2}} \quad (\text{I-47})$$

Où ν est le coefficient de Poisson, A est une constante qui dépend du matériau, I_1 est le premier invariant du tenseur des contraintes et I_2 le second.

Ces deux invariants sont définis par les équations suivantes :

$$I_1 = \text{Tr}(\boldsymbol{\sigma}) = \sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33} \quad (\text{I-48})$$

$$I_2 = -(\sigma_{11}\sigma_{22} + \sigma_{22}\sigma_{33} + \sigma_{33}\sigma_{11}) \quad (\text{I-49})$$

σ_{11} , σ_{22} , et σ_{33} représentent les contraintes principales.

Il est également possible de définir l'état de triaxialité des contraintes, en s'affranchissant de la constante A, précédemment citée. La triaxialité s'obtient alors en calculant le rapport de la contrainte hydrostatique et de la contrainte équivalente de Von Mises [51].

$$\beta = \frac{\sigma_H}{\sigma_{eq}} \quad (\text{I-50})$$

Avec :

$$\sigma_H = \frac{I_1(\sigma)}{3} = \frac{1}{3} Tr(\sigma) = \frac{1}{3} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \quad (\text{I-51})$$

Et :

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} Tr(\sigma'^2)} \quad (\text{I-52})$$

Où : σ_H est la contrainte hydrostatique, σ_{eq} la contrainte équivalente de Von Mises, et σ' le déviateur de contrainte.

III-4] Quantification de la concentration d'hydrogène

III-4-1] Modélisation de la concentration en hydrogène en fond d'entaille

La dissolution de l'hydrogène dans les métaux et les alliages résident, selon P. Sofronis [35, 52], dans le fait que les sites de piégeage interstitiel ou les sites de piégeage réversibles dus aux défauts de microstructures soient générés par déformation plastique sous forme de dislocations. Ces deux familles de sites sont toujours supposées être en équilibre, d'après la théorie de Oriani [53] :

$$\frac{\theta_T}{1-\theta_T} = \frac{\theta_L}{1-\theta_L} \exp\left(\frac{W_B}{R\Theta}\right) \quad (\text{I-53})$$

θ_L et θ_T représentent respectivement le niveau d'occupation des sites interstitiels et des sites de piégeage, W_B l'énergie de liaison des pièges, R la constante universelle des gaz parfait ($8,314472 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$) et Θ la température absolue.

La concentration en hydrogène au niveau des sites de piégeages, notée C_T , est mesurée en atome d'hydrogène par unité de volume, et s'exprime par :

$$C_T = \theta_T \alpha N_T \quad (\text{I-54})$$

α correspond au nombre de sites par piège et N_T quantifie la densité de pièges mesurée en pièges par unité de volume. Cette densité de pièges est fonction de la déformation plastique locale calculée en déformation plastique effective, selon l'équation (I-55).

$$N_T = N_T(\varepsilon_p) \quad (\text{I-55})$$

La concentration en hydrogène, contenue dans les sites interstitiels, se calcule selon le même principe que C_T et possède les mêmes unités :

$$C_L = \theta_L \beta N_L \quad (\text{I-56})$$

β correspond au nombre de sites interstitiels par atome et N_L quantifie le nombre d'atomes par unité de volume. Ce dernier est défini à partir du nombre d'Avogadro ($N_A = 6,0232 \times 10^{23}$ atomes par mole) et du volume molaire (V_M) :

$$N_L = \frac{N_A}{V_M} \quad (\text{I-57})$$

La concentration en hydrogène dans les sites interstitiels est étudiée à l'équilibre, en tenant compte de la contrainte locale de Cauchy : σ_{ij} .

Pour calculer cette concentration d'hydrogène à l'équilibre, il faut avoir recourt à la distribution de Fermi-Dirac, on obtient alors :

$$\frac{\theta_L}{1-\theta_L} = \frac{\theta_L^0}{1-\theta_L^0} \cdot K_L \quad (\text{I-58})$$

θ_L^0 caractérise l'occupation initiale des sites interstitiels, et est défini de la manière suivante :

$$\theta_L^0 = \frac{C_0}{\beta N_L} \quad (\text{I-59})$$

C_0 est la concentration initiale.

K_L correspond à la constante d'équilibre qui tient compte de l'interaction entre l'hydrogène et la contrainte :

$$K_L = \exp\left(\frac{\sigma_{kk} V_H}{3RT}\right) \quad (\text{I-60})$$

V_H représente le volume molaire partiel d'hydrogène dans la solution. De plus, il faut remarquer que la convention de sommation standard est ici utilisée pour éviter une répétition des indices dans la définition de la pression hydrostatique locale : σ_{kk} , et que les effets de transition n'ont pas été pris en considération.

L'association des équations I-53 et I-58 permet d'obtenir la concentration totale en hydrogène, exprimée en atomes d'hydrogène par atome soluble. Elle est fonction de la contrainte hydrostatique et de la déformation plastique équivalente.

$$c = c_L + c_T = \beta [\theta_L(\sigma_{kk}) + \theta_{TL}(\sigma_{kk}, \varepsilon_p)] \quad (\text{I-61})$$

Où :

$$c_L = \frac{C_L}{N_L} \quad (\text{I-62}) \quad \text{et} \quad c_T = \frac{C_T}{N_L} \quad (\text{I-63})$$

Et :

$$\theta_L(\sigma_{kk}) = \frac{\theta_L^0 K_L(\sigma_{kk})}{(1 - \theta_L^0) + \theta_L^0 K_L(\sigma_{kk})} \quad (\text{I-64})$$

$$\theta_{TL}(\sigma_{kk}, \varepsilon_p) = \frac{\alpha N_T(\varepsilon_p)}{\beta} \frac{K_T \theta_L(\sigma_{kk})}{N_L (1 - \theta_L(\sigma_{kk})) + K_T \theta_L(\sigma_{kk})} \quad (\text{I-65})$$

Comme précisé précédemment, l'équation I-60 ne tient pas compte d'effets de transition, qui surviennent lorsque la concentration en hydrogène augmente dans les différents sites. Ce qui signifie que la concentration en hydrogène ne pourra être déterminée que si la pression hydrostatique et la déformation plastique équivalente sont calculées au préalable.

III-4-2] Mesure des quantités d'hydrogène absorbées par électrolyse

Le chargement en hydrogène électrolytique est assez compliqué à quantifier. L'éprouvette ne peut absorber la totalité créé. Cette concentration d'hydrogène absorbée est fonction de la quantité de courant en jeu pendant la réaction, donc de la variation du courant de polarisation.

Yan M., Weng Y. [54], ont proposé une méthode basée sur la perméabilité de l'acier utilisé. Pour se faire, il ont comparé la quantité de courant en jeu, lors du chargement en hydrogène électrolytique d'une éprouvette (réduction de l'éprouvette de travail), et lors de son déchargement (oxydation de l'éprouvette de travail). Ces essais nécessitent l'utilisation d'un potentiel de corrosion plus faible que le potentiel libre de l'acier à tester, lors de la phase de chargement, et d'un potentiel de corrosion supérieur, lors de la phase de déchargement.

La partie utile des éprouvettes, figure I-41, doit être limitée, polie et mesurable. Le reste de l'éprouvette doit, quant à lui, être isolé électriquement. L'utilisation de peinture à base époxy s'avère efficace. Elle est très isolante et possède une grande résistance en milieux agressifs.

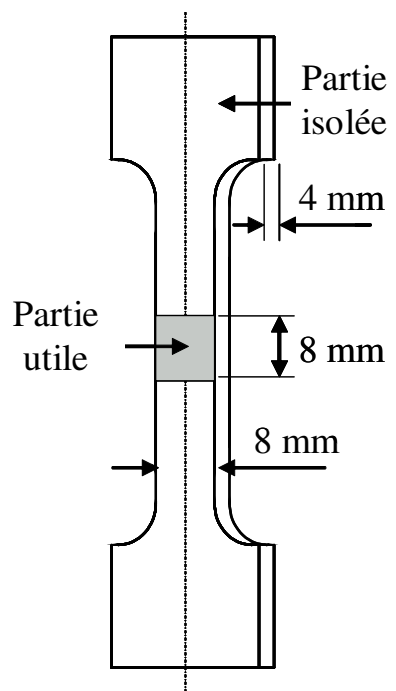


Figure I-41 : Eprouvette de chargement/déchargement en hydrogène.

Durant la phase de chargement, l'éprouvette est placée dans un becher, figure I-42, rempli d'une solution NS4 (Natural Soil 4). La mesure du courant de corrosion se fait par l'intermédiaire d'une électrode au Calomel saturé (KCl), plongée dans un second becher rempli d'une solution de chlorure de potassium (KCl). Un pont salin de type Agar/Agar, permet de relier électriquement les deux bechers. Un bullage continu d'azote dans le becher contenant l'éprouvette, limite les effets néfastes de l'oxygène. Enfin une seconde électrode, située dans le même becher que précédemment, dite de référence, en platine, sert à appliquer le potentiel cathodique, qui doit rester constant durant l'essai.

Cette méthode nécessite l'enregistrement, tout au long de l'essai, de la variation du courant de corrosion. L'utilisation de la relation I-66 permet d'obtenir la quantité d'hydrogène créée Q_H^{ev} :

$$Q_H^{ev} = \int_0^{\tau_{exp}} I_{cath}(\tau) d\tau \quad \text{sous } E_{cath} = \text{const.} \quad (\text{I-66})$$

I_{cath} est le courant cathodique de polarisation (en mA), τ le temps (en s) et E_{cath} le potentiel cathodique constant.

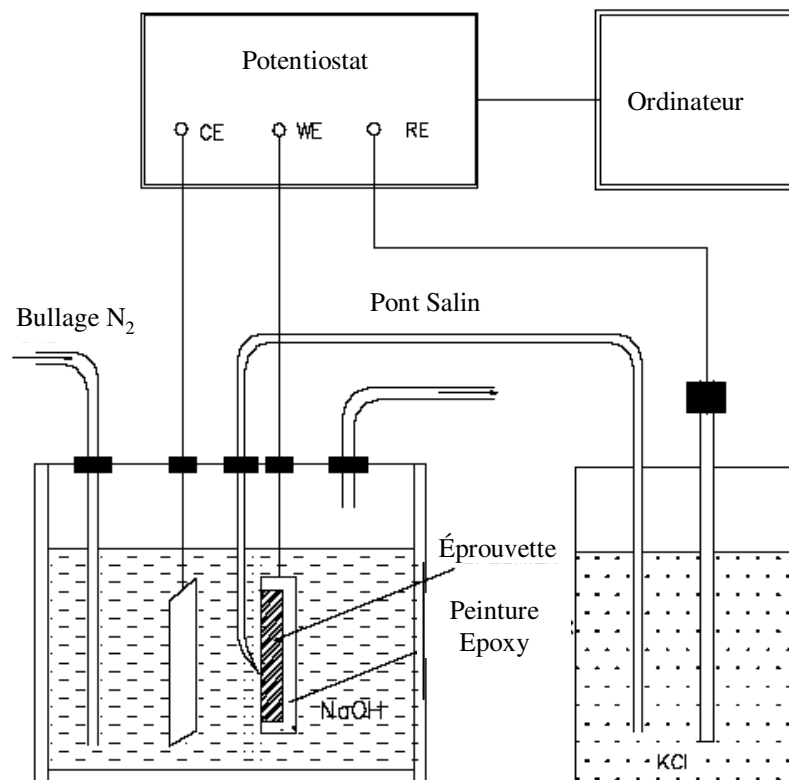


Figure I-42 : Cellule de chargement électro-chimique.

La seconde partie de la méthode consiste à décharger immédiatement l'éprouvette dans une solution de soude (NaOH à 0,2 mole). La cellule de déchargement est identique à la cellule de chargement, figure I-42 ; seule la solution NS4 est remplacée par la solution de soude.

L'hydrogène existe dans le métal sous forme d'atome et non de molécule de dihydrogène (H₂). Donc, le fait d'utiliser une solution de soude, permet la diffusion des atomes d'hydrogène absorbés vers la surface extérieure de l'éprouvette, qui vont être oxydés, et permettre ainsi la création du courant d'oxydation correspondant, selon la réaction suivante :



Selon le même principe, il est nécessaire d'enregistrer l'évolution du courant de corrosion, figure I-43. La formule I-68 permet d'obtenir la quantité d'hydrogène absorbée Q_H^{abs} :

$$Q_H^{abs} = \int_0^{\tau_{dis}} [I_H(\tau) - I_{ref}(\tau)] d\tau \quad \text{sous } E_{anodic} = const. \quad (\text{I-68})$$

I_H est le courant anodique de polarisation (en mA), I_{ref} le courant anodique de polarisation de référence (en mA), τ le temps (en s) et E_{anodic} le potentiel anodique constant.

La valeur du courant anodique de polarisation est obtenue en déchargeant une éprouvette vierge (sans chargement électrolytique au préalable).

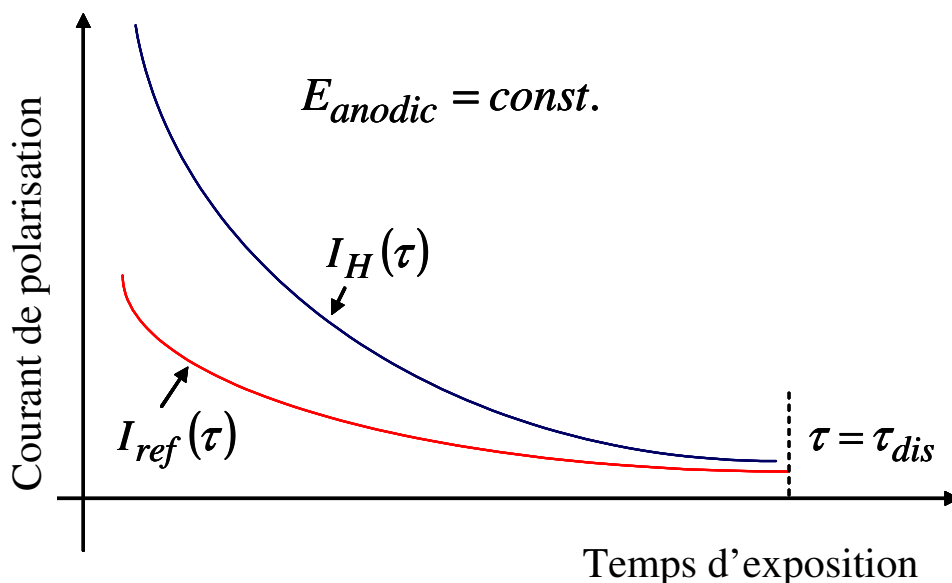


Figure I-43 : Exemple de déchargement d'hydrogène sous potentiel anodique.

Le calcul de la concentration en hydrogène absorbé peut se déduire en appliquant la relation suivante :

$$C_H = \frac{Q_H^{abs}}{z_e F V} \quad (I-69)$$

Avec z_e nombre d'électrons de l'élément considéré (ici $z_e = 1$ pour l'hydrogène), F la constante de Faraday (96 500 C/mol), et v le volume utile de l'éprouvette.

Le rapport k , donné par la relation I-70, permet de qualifier le type d'exposition réalisé : sévère, moyenne ou faible.

$$k = \frac{Q_H^{abs}}{Q_H^{ev}} \quad (I-70)$$

IV] PROBLEMATIQUE

IV-1] Projet NaturalHy

Le projet NaturalHy [55], comme son nom le laisse sous entendre, est un projet lié au gaz naturel (**Natural** Gas : CH₄) et à l'**H**ydrogène. Son but est d'étudier l'opportunité d'utiliser les infrastructures existantes destinées au gaz naturel, pour le transport-distribution d'hydrogène. Ce transport-distribution, se ferait dans un premier temps avec un mélange de gaz naturel et d'hydrogène. Selon toutes vraisemblances, le mélange serait constitué d'environ 80% de gaz naturel et de 20% d'hydrogène. Il constituerait ainsi une approche transitoire permettant de relier les moyens de production centralisés ou décentralisés d'hydrogène (existant ou à venir) avec les consommateurs.

Le projet NaturalHy s'intègre au sein du 6^{ème} PCRDT (Programme Cadre de Recherche et Développement Technologique). Il rassemble 39 partenaires européens, dont des compagnies gazières (Gasunie, GdF, Naturgas Midt Nord,...), des compagnies pétrolières (Total, BP, Shell,...), des laboratoires de recherches privées et publiques (IFP, CEA, TNO, CSM, Energy research Centre of the Netherlands, ...), des universités (ENIM, National Technical University of Athens, Loughborough University, University of Leeds,...). Ces partenaires disposent d'un budget de recherche de 17 millions d'euros, financé par la

Commission Européenne. Ce projet, d'une durée de 5 ans, a débuté en 2004 et se termine en mai 2009.

Le réseau de transport-distribution européen est très dense, figure I-1. Il représente environ 185 000 km de canalisations, pour la seule partie dédiée au transport, et quelques 170 000 km pour le seul réseau Français de distribution. Le caractère économique n'est donc pas à démontrer. La création d'un réseau de transport-distribution d'hydrogène, en parallèle de celui existant, coûterait environ 50 milliards d'euros, et demanderait surtout un délai d'au moins 50 ans.

Les différents partenaires sont partagés en 8 groupes de travail (Work Package) :

- **WP1:** socio-économique
- **WP2 :** sécurité
- **WP3 : durée de vie du réseau**
- **WP4 :** nocivité des défauts sur les pipes
- **WP5 :** utilisation final de l'hydrogène
- **WP6 :** validation de l'utilisation du réseau
- **WP7 :** Diffusion et mise en valeur du contrat vers l'extérieur
- **WP8 :** supervision des travaux

Une partie de ce travail a été réalisé pour répondre aux attentes et aux questions du groupe WP3 "Durée de vie du réseau", dirigé par Gaz de France.

IV-2] Défauts de type : éraflures

La catastrophe survenue à Ghislenghien près d'Ath (région Wallonne) en Belgique le 30 juillet 2004 est due à la rupture d'une conduite de gaz naturel, figures I-44 et I-45.

L'explosion, provoquée par une fuite de gaz naturel, a causé la mort de 24 personnes, principalement des ouvriers et des pompiers. Plusieurs victimes ont été mutilées ou brûlées, 132 personnes au total. La dernière victime est décédée en juin 2005 des suites de ses brûlures. Il s'agit de la catastrophe industrielle la plus meurtrière en Belgique, depuis la catastrophe minière du Bois du Cazier en 1956 qui fit 262 morts.

La colonne de flammes créée par l'explosion, était haute de plusieurs dizaines de mètres, et visible à plus de 15 kilomètres à la ronde. Un tronçon de la conduite de gaz, mesurant 11 mètres et pesant plusieurs tonnes, a été projeté à près de 200 mètres.

Sous l'effet de la chaleur, les circuits électriques des bâtiments, situés à plusieurs centaines de mètres de l'explosion, ont fondu. La chaleur a été ressentie à près de deux kilomètres du lieu du sinistre. Des morceaux des bâtiments ont été projetés à six kilomètres.

Une vibration du sol, de plus de dix minutes, a été enregistrée. Elle s'est propagée en aval du conduit au moins jusqu'à Lombise, à 10 kilomètres du sinistre.

La cause de cette catastrophe n'est autre qu'une erreur humaine suivie d'un manque de réactivité. En effet, pendant des travaux d'excavations (lors de l'implantation d'une nouvelle entreprise sur le site), réalisés au moyen d'un engin de chantier, la conduite a été heurtée et donc éraflée.

Cette catastrophe est la preuve même de la nécessité de connaître l'influence de ce type de défauts rencontrés sur les conduites de gaz.



Figures I-44 et I-45 : Catastrophe de Ghislenghien en 2004.

IV-3] Qualification de la nocivité du défaut

Toute la difficulté réside dans la nécessité de hiérarchiser les défauts en fonction de leur nocivité. Il serait aberrant, très coûteux, et extrêmement conservatif de changer une conduite dès la détection d'un défaut.

Des critères de forme (longueur, largeur, et profondeur), de conditions d'utilisation (pression interne, type de gaz, température,...) doivent entrer en considération pour qualifier un défaut rencontré.

L'utilisation des résultats obtenus, lors des différentes campagnes d'essais, permet de renseigner la procédure SINTAP. Pour définir, au mieux, le facteur de sécurité en fonction du défaut rencontré. L'analyse de ce facteur de sécurité entraînera sûrement une prise de décision concernant l'action à mener (changement de la conduite, réparation, ou bien attente).

Références bibliographiques du chapitre I :

- [1] Association Suisse de l'Industrie Gazière (ASIG), site Internet : www.gaz-naturel.ch, (2004)
- [2] AIR LIQUIDE, site Internet : www.airliquide.com, (2001)
- [3] AFH2, “Les réseaux de pipeline d'hydrogène dans le monde”, Mémento de l'Hydrogène - fiche 4.1, (2001)
- [4] FOSTER WHEELER, “BOC-FW Alliance Delivers the Goods!”, article internet, <http://www.fwc.com/industries/pdf/BOC%20hydrogen.pdf?SUBMIT=Go\&DIRNAME=about>, (2004)
- [5] 6th Report of the European Gas Pipeline Incident Data Group, 1970-2004, (2005)
- [6] J.M GRAY, “Niobium bearing steels in pipeline projects”, Niobium science and technology, Niobium 2001, pages 889-906, (2002)
- [7] Rapport de l'enquête MH-2-95, “Fissuration par corrosion sous tension des oléoducs et des gazoducs canadiens”, Office National d'énergie, (1996)
- [8] C. MONIN, Rapport de PFE “Etude de l'impact de l'hydrogène sur un défaut de soudage de canalisation par l'approche déterministe”, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz, (2004)
- [9] MELAN, E., “Zur Plastizität des räumlichen Kontinuums”, Ingenieur-Archiv 8, 116–126. (1938)
- [10] DNV-RP-F101, Corroded Pipelines, Det Norske Veritas, (1999)
- [11] DOWLING, A.R., TOWLEY, C.H.A., “The effect of defect on structural failures: a two-criteria approach”, Int. J. Pres. Vess. & Piping, Vol. 3, 2, 77-107, (1975)
- [12] ASME B31G-1991, “Manual for determining the remaining strength of corroded pipelines”, The American Society of Mechanical Engineers, New York, USA, (1991)
- [13] DNV-RP-F101, Corroded Pipelines, Det Norske Veritas, (1999)
- [14] J.B. CHOI, B. K. GOO, J.C.KIMA, Y.J.KIMA, W.S.KIMB, “Development of limit load solutions for corroded gas pipelines”, International Journal of Pressure Vessel and Piping, 80(2); pp. 121-128 (2003).

- [15] BUBENIC, T.A., LEIS, B.N., “Primer on design to avoid failure in steel transmission pipelines”, Gas Research Institute, GRI-00/0229, January (2001)
- [16] BS 7910, “Guide to methods for assessing the acceptability of flaws in metallic structures”, (2005)
- [17] G. PLUVINAGE et V.T. SAPUNOV, “Fuite et Rupture des Tubes Endommagés”, CEPADUES France (2004)
- [18] H.ADIB, “Theoretical and numerical aspects of the volumetric approach for fatigue life prediction in notched components”, International Journal of Fatigue 25, p67-76, (2003)
- [19] H.EL MINOR, “Fracture toughness of high strength steel (using the notch stress intensity and volumetric approach)”, Structural Safety 25, p35-45, (2003)
- [20] A. BANVILLET, “A volumetric energy based high cycle multiaxial fatigue criterion”, International Journal of Fatigue 25, p755-769, (2003)
- [21] DE-GUANG SHANG, “Local stress-strain field intensity approach to fatigue life prediction under random cyclic loading”, International Journal of Fatigue 23, p903-910, (2001)
- [22] G. PLUVINAGE, Rapport Transnucléaire, Parie 2, p.1-13, (2002).
- [23] P.C. PARIS, F. J. ERDOGAN, “A critical analysis of crack propagation law”, Journal of Basic Engineering, pp. 528-539 (1963)
- [24] G.R. IRWIN, Trans. ASME, 78 . 361 (1957)
- [25] A 03-404, “Pratique des essais de vitesse de propagation de fissure en fatigue”, Afnor (1991)
- [26] NF A 09-350 “Vocabulaire utilisé en émission acoustique”, Association française de normalisation AFNOR (1984)
- [27] J. ROGET, “Essais non destructifs l'émission acoustique”, AFNOR-CETIM, (1988)
- [28] R. TOUYA, “Contrôle non destructif par émission acoustique”, Directions des Recherches Etudes et Techniques (1979)
- [29] D.R.Jr. SMITH, S.H. CAPENTER, “Identification of crack propagation modes in 304 stainless steel by analysis of their acoustic emission signatures”, Journal of acoustic emission, vol. 7, no. 1, pp. 9–19 (1988)
- [30] J. M. OGBEN, “Prospects for building a hydrogen energy infrastructure”, Annual review of energy and the environment, (1999)

- [31] University of Manitoba Transport Institute (UMTI), “Preliminary Hydrogen Opportunities Report”, site internet www.gov.mb.ca/est/energy/hydrogen/hydrog-en.pdf, (2003)
- [32] Pile à combustible mini HYDROGEN, <http://www.minihydrogen.dk>
- [33] University of Manitoba Transport Institute (UMTI), “Hydrogen hybrid internal combustion engine bus winnipeg ridership survey”, site internet : www.gov.mb.ca/iedm/vtci/projects/hydrogen/report/hbus05_report.pdf, (2005)
- [34] Research eu, “Les petits-enfants du Concorde”, Magazine de l’espace européen de la recherche, n°53, (2007)
- [35] P. SOFRONIS, Y. LIANG, N. ARAVAS, “Hydrogen induced shear localisation of the plastic flow in metals and alloys”, Eur. J. Mech. A/Solids 20, 857-872, (2001)
- [36] D. DELAFOSSE, et T. MAGNIN, “Hydrogen induced plasticity in stress corrosion cracking of engineering systems”, Engineering Fracture Mechanics 68, p.693-729, (2001)
- [37] National Energy Board, “Rapport sur un incident pipelinier : Rupture d’un pipeline de transport de gaz naturel près de Fort St. John e”, Colombie-Britannique, (2002)
- [38] F. JIAN, D. FULIAN and W. CHENGZHONG, “Experimental study on the material dynamic fracture properties by instrumented Charpy impact test with single specimen method”, J. Phys. IV France 110, p551-557, (2003)
- [39] J.BILLINGHAM, J. V. SHARP, J. SPURRIER and P. J. KILGALLON, “Review of the performance of high strength steels used offshore”, Health and Safety Executive, (2003)
- [40] L. COUDREUSE, A. PONSOT et P. BOCQUET, “Fracture mechanic concepts in the case of hydrogen charged materials”, p19-21, (1994)
- [41] K. KUSSMAUL et al, “Fracture mechanical behaviour of the steel 15 MnNi 6 3 in argon and in high pressure hydrogen gas with admixtures of oxygen”, Int. J. Hydrogen Energy, vol.23, No. 7, p577-582, (1998)
- [42] E.A. STEIGERWALD, F.W. SCHALLER et A.R. TRAIANO, Trans Metall Soc AIME, vol 218, p832, (1960)
- [43] R.A. ORIANI, Corrosion vol 43, n°7, p390, (1987)
- [44] L.J. QIAO, J.L. LUO, et X. MAO, Corrosion vol 54, n°2, p 115-120, (1998)

- [45] D. LE FRIANT, Ecole des Mines de St Etienne, Thèse : “Fissuration assistée par l’hydrogène et corrosion sous contrainte des aciers de pipelines”, (2000)
- [46] SCOOT X. MAO et M. LI, “Mechanics and thermodynamics on the stress and hydrogen interaction in crack tip stress corrosion : experiment and theory”, J. Mech. Phys. Solids, vol. 46, no. 6, p1125-1137, (1998)
- [47] G. RAZZINI, “Photoelectrochemical visualization in real-time of hydrogen distribution in plastic regions of low-carbon steel”, Corrosion Science 41 p. 203-208, (1999)
- [48] P. BASTIEN, P. AZOU, “Influence de l’écrouissage sur le frottement intérieur de fer et de l’acier, chargé ou non en hydrogène”, C. R. Ac. Sc. 232, Paris, p.1845, (1951)
- [49] D. DELAFOSSE, “The role of crack-tip plasticity, anodic dissolution and hydrogen on the SCC of C-Mn and low-alloy steels”, (2004)
- [50] R-K. DAYAL et N. PARVATHAVARTHINI, “Hydrogen embrittlement in power plant steels”, Sadhana, vol. 28, p. 431- 451, (2003)
- [51] J. LEMAITRE, J.L. CHABOCHE, “Mécanique des matériaux solides”, Endommagement (Chapitre 7), pp 377-381 (1996)
- [52] D.C. AHN, P. SOFRONIS, R.H. DODDS Jr, “On hydrogen-induced plastic flow localization during void growth and coalescence”, International Journal of Hydrogen Energy, (2006)
- [53] ORIANI RA. “The diffusion and trapping of hydrogen in steel”, Acta Metall 18, p147–157, (1970)
- [54] YAN M., WENG Y., “Study on hydrogen absorption of pipeline steel under cathodic charging”, Corrosion Science 48, p432–444, (2006)
- [55] NATURALHY, “Preparing for the Hydrogen Economy by using the Existing Natural Gas System as a Catalyst”, Project Contract n° SES6/CT/2004/502661, (2004)

CHAPITRE II

Etude expérimentale

Introduction :

Cette partie est consacrée à l'analyse de notre acier et à la caractérisation de ses différentes propriétés mécaniques. La nature des essais et la géométrie des éprouvettes ont engendré une première étape dans notre réflexion : la conception et la fabrication des différents montages. Une première série d'essais a permis de valider le fonctionnement.

Aucun problème ne fût rencontré concernant les essais à l'air. Par contre, l'immersion du montage en acier XC38, recouvert d'un film de peinture, dans la solution électrolytique, engendra un problème de corrosion très importante. Après une semaine de sollicitation, le montage était complètement oxydé, avec par endroit des cratères de corrosion de 2-3 mm. Cette corrosion n'est pas souhaitable, elle pollue la solution électrolytique en la chargeant en oxyde de fer.

La première solution retenue consiste en une nitruration du montage, ce qui a pour effet de prolonger la durée de vie du montage d'une semaine. Cette durée est encore insatisfaisant pour notre utilisation. Pour tenter de limiter les effets de la corrosion, un second montage fût fabriqué en INOX 316L. Il est recouvert d'une peinture à base époxy, couramment utilisée dans le domaine maritime. La peinture a un double rôle, la protection contre la corrosion et l'isolation électrique du montage. Cette configuration nous permet de réaliser des essais d'une durée supérieure à quatre mois.

L'ensemble des résultats obtenus dans cette partie, permet de renseigner le Diagramme Intégrité Rupture Modifié, proposé dans le chapitre I. L'évolution des différents facteurs, de sécurité et de sûreté, permettra de conclure qu'en à la nocivité de l'hydrogène, sur l'acier API 5L X52 étudié.

I] ACIER ET MOYENS MIS EN OEUVRE

I-1] Acier utilisé

I-1-1] Provenance et nuance de l'acier

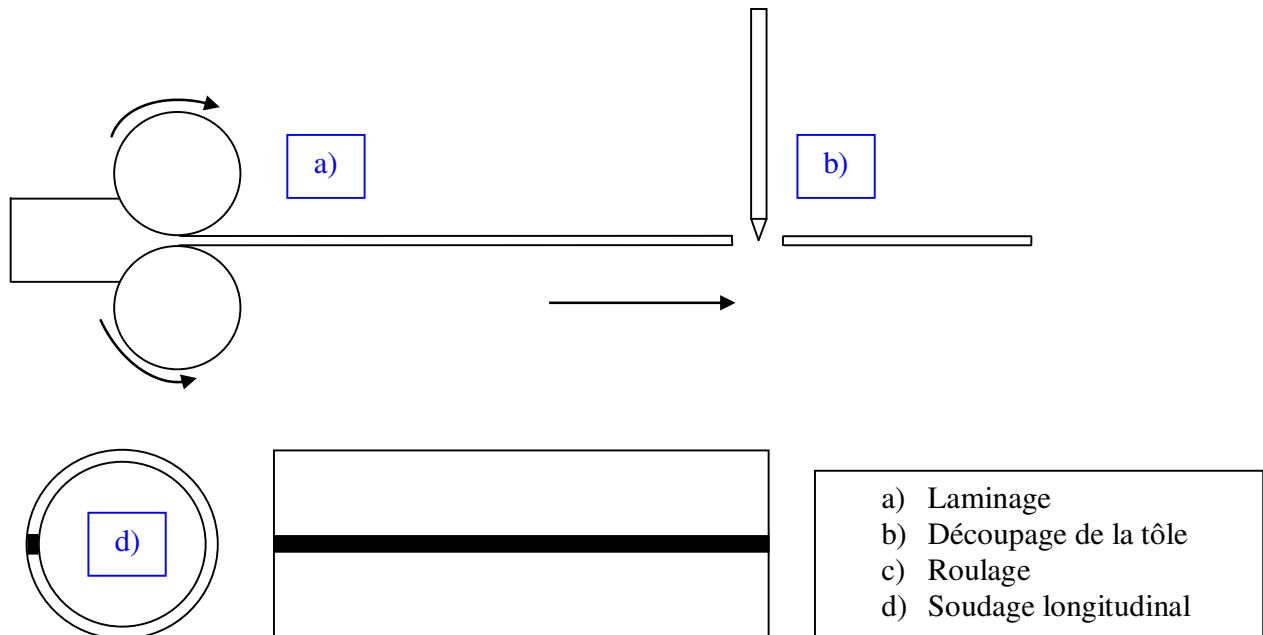


Figure II-1 : Procédé de fabrication d'un tuyau.

Les deux tuyaux, en notre possession, ont subi le même procédé de fabrication. Ils sont obtenus à partir d'une tôle qui est dans un premier temps roulée, puis soudée longitudinalement. Les caractéristiques longitudinales de la tôle deviennent les caractéristiques circonférencielles du tuyau, figure II-1.

Ces deux tuyaux, nuance API 5L X52, ont été fournis par Gaz de France, dans le cadre du projet européen NaturalHy.

Le tuyau de diamètre extérieur de 610mm provient directement du réseau de transport utilisé par Gaz de France. Il a été mis en service dans les années 50, et représente correctement l'état des conduites en acier X52, du réseau existant. Le second tuyau de diamètre extérieur de 219mm, n'a jamais été mis en service.

I-1-2] Propriétés mécaniques et chimiques

Les deux dimensions de tuyaux de transport de gaz sont les suivantes :

- | | |
|--|---|
| <p>➤ <u>Tuyau 1 :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Diamètre extérieur : 610mm, ▪ Epaisseur : 11mm, ▪ Longueur du tronçon : 2400mm. | <p>➤ <u>Tuyau 2 :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Diamètre extérieur : 219mm, ▪ Epaisseur : 6,1mm, ▪ Longueur du tronçon : 1000mm. |
|--|---|

Le tableau II-1 présente les caractéristiques chimiques de ces deux tuyaux :

	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	S	Cu	Ti	Nb	Al
Ø 219	0,116	1,286	0,226	0,055	0,033	0,011	0,001	0,024	0,003	<0,02	0,034
Ø 610	0,206	1,257	0,293	0,014	0,017	0,006	0,009	0,011	0,001	<0,03	0,034
Standard	<0,22	<1,4					<0,015				

Tableau II-1 : Composition chimique des deux tuyaux (proportion massique en %).

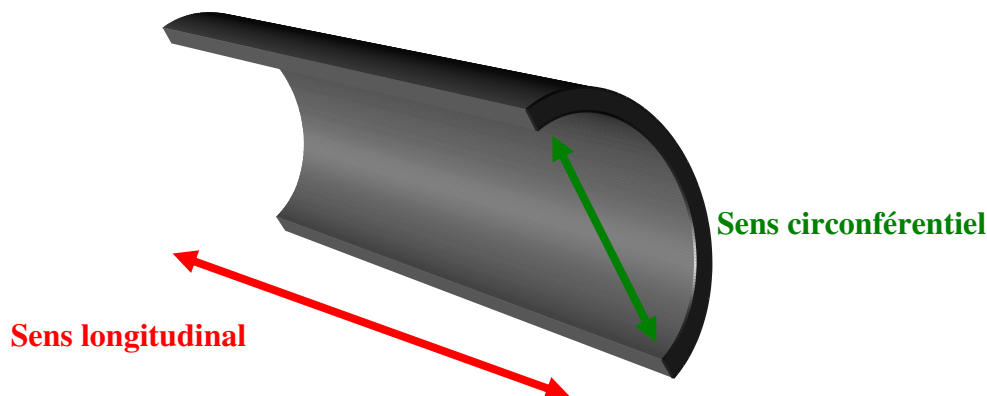


Figure II-2 : Sens longitudinal et circconférentiel du tuyau.

Pour connaître les caractéristiques mécaniques de ces tuyaux, des essais de traction ont été effectués. Les dimensions du tuyau 1 le permettant, ces propriétés mécaniques ont pu être obtenues dans les deux directions principales (sens long et circconférentiel, figure II-2). La faible épaisseur du tuyau 2 ne permet pas en revanche d'avoir ses propriétés dans le sens circconférentiel. Les éprouvettes utilisées sont normalisées. Elles sont plates de section rectangulaire, figure II-3. Leurs dimensions respectent la norme NF EN 10002-1, tableau II-2. De plus, la fibre neutre de l'épaisseur du tuyau coïncide avec la fibre neutre de l'éprouvette.

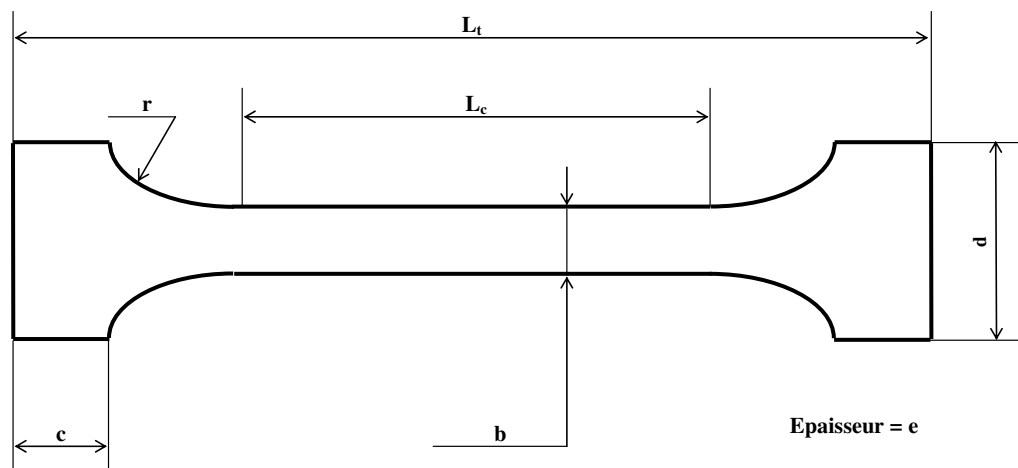


Figure II-3 : Epruvettes de traction.

	Eprouvette longitudinale (tuyau Ø219) Eprouvette circonférentielle (tuyau Ø610)	Eprouvette longitudinale (tuyau Ø610)
Longueur totale : L_t	120	180
Longueur Calibrée : L_c	50	86
Largeur utile : b	8	16
Largeur de tête : d	30	34
Longueur de tête : c	25	30
Rayon de courbure : r	12	17
Epaisseur : e	4	8

Tableau II-2 : Dimensions des éprouvettes de traction (mm).

Le tableau II-3 regroupe les 4 grandes caractéristiques moyennes obtenues lors des essais de traction. Cinq essais sont réalisés par configuration.

- **Le module d'Young E (MPa)** : c'est le coefficient de proportionnalité reliant la contrainte à la déformation dans le domaine élastique. Il correspond à la pente de la droite (contrainte/déformation) relevée au cours de l'essai, jusqu'à la limite d'élasticité vraie R_e .

- **La limite d'élasticité R_e (MPa) :** c'est une valeur de contrainte à partir de laquelle le matériau se plastifie, c'est-à-dire qu'il produit une déformation irréversible. Ce point définit la sortie du domaine de proportionnalité entre la contrainte et la déformation enregistrées. Concrètement, le début de la plastification se manifeste par une inflexion de la caractéristique contrainte déformation. Ce point dépend de l'histoire du matériau dans la mesure où un écrouissage préalable décale cette valeur limite.
- **La limite d'élasticité conventionnelle $R_{p0,2}$ (MPa) :** dans le cas où la limite d'élasticité est difficile à identifier, on utilise, pour la déterminer, la convention qui consiste à choisir la contrainte correspondant à une déformation inélastique de 0,2%.
- **La résistance ultime, ou contrainte maximum de traction R_m (MPa) :** une fois la plastification engagée, la déformation du matériau n'est plus reliée linéairement à la contrainte. Il se produit un écrouissage provenant du mouvement des dislocations. La déformation est homogène à l'échelle de l'éprouvette. Il s'agit d'un durcissement qui "s'oppose" à la déformation par empilement et enchevêtrement des dislocations. Cette déformation plastique entraîne une augmentation de la contrainte nécessaire à la déformation jusqu'au point maximum R_m (on peut également relever le taux de déformation à ce point caractéristique).
- **L'allongement à rupture A_r (%) :** il définit le taux de déformation lorsque le matériau se rompt. Après la déformation homogène produite jusqu'au point de la contrainte maximum, il se produit des phénomènes hétérogènes localisés autour de défauts, d'inclusions, d'entailles... etc. La contrainte de traction augmente, mais la section de l'éprouvette diminue localement en un point faible. Cette variation de section est communément appelée : striction.

	Module d'Young E (MPa)	Limite d'écoulement R _e (MPa)	Résistance ultime R _m (MPa)	Allongement A _r en %
Ø219 mm Longitudinal	203 000	431	526	31,56
Ø610 mm Longitudinal	194 000	437	616	23,14
Ø610 mm Circonférentiel	199 000	410	543	15,94

Tableau II-3 : Propriétés mécaniques des deux tuyaux.

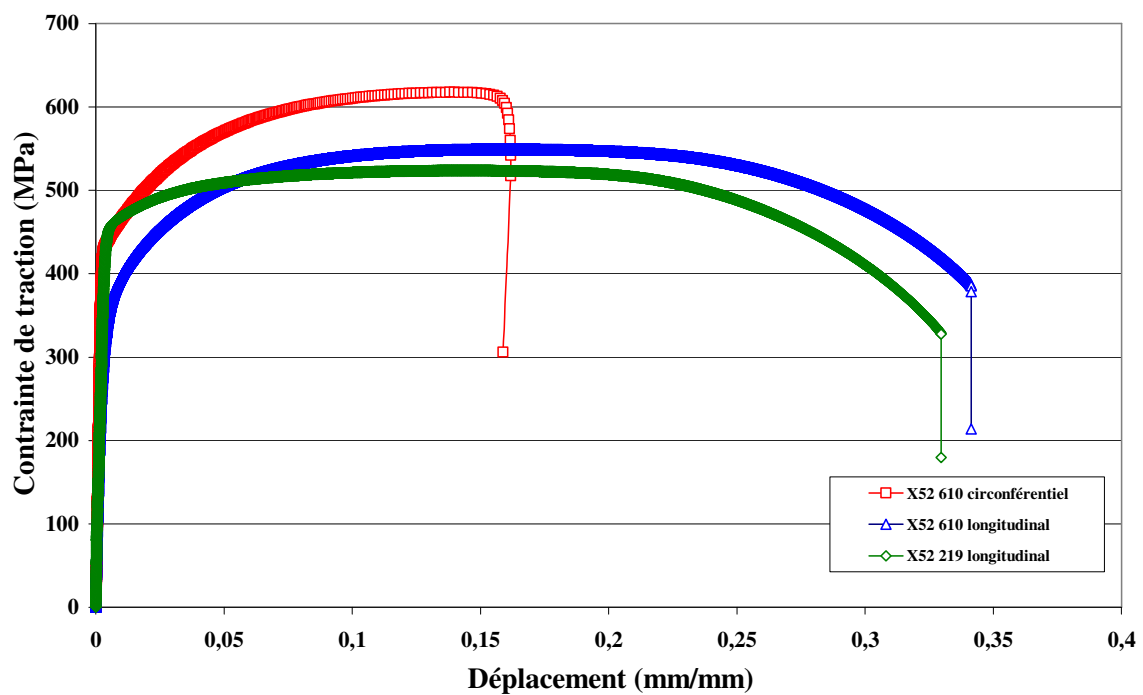


Figure II-4 : Comparaison des différents essais de traction.

La figure II-4, représentant le résultat des différents essais de traction, montre que les propriétés mécaniques de ces deux nuances d'aciers sont relativement proches dans le sens longitudinal. Seule la limite d'élasticité diffère quelque peu. En ce qui concerne le tuyau de diamètre 610mm, il est important de souligner la différence de niveau de la déformation à rupture, qui passe du simple au double en fonction de la direction étudiée, ceci est dû au mode de fabrication des tuyaux.

	Coefficient d'écroutissage n	Coefficient de résistance K (MPa)
Ø219 mm Longitudinal	0,0446	587,3
Ø610 mm Longitudinal	0,108	795,8
Ø610 mm Circonférentiel	0,114	795,7

Tableau II-4 : Coefficient de la loi de Ludwik.

La relation de Ludwik nous permet d'introduire le comportement réel de ces deux types d'acier dans leur domaine plastique. Elle est utilisée lors de la modélisation, de l'essai de flexion 3 points sur des éprouvettes courbes (paragraphe II-3-2, de ce chapitre), sur un logiciel de calcul par éléments finis, MSC Marc, tableau II-4.

Des échantillons ont été prélevés dans les 2 tuyaux, suivant les 2 sens d'étude (longitudinal et circonférentiel). Les étapes décrites dans le tableau II-5 ont été nécessaires avant les observations au microscope optique :

Etape	Opérations
1	Découpage des échantillons suivant la direction longitudinale et circonférentielle des tuyaux
2	Injection sous pression de Bakélite autour de l'échantillon, pour obtenir un porte-échantillon de forme cylindrique
3	Pré-polissage au papier abrasif (P120)
4	Rinçage de l'échantillon
5	Polissage automatique au disque feutre chargé de suspension de diamant (6µm)
6	Rinçage du porte-échantillons
7	Polissage automatique au disque feutre chargé de suspension de diamant (3µm)
8	Rinçage du porte-échantillons
9	Attaque au Nital environ 10s (2 à 5ml d'acide nitrique pour 100ml d'éthanol)
10	Rinçage de l'échantillon puis séchage à l'aide d'une soufflette

Tableau II-5 : Préparation des échantillons avant observation micrographique.

- Analyse de la microstructure du tuyau de diamètre 219 mm :

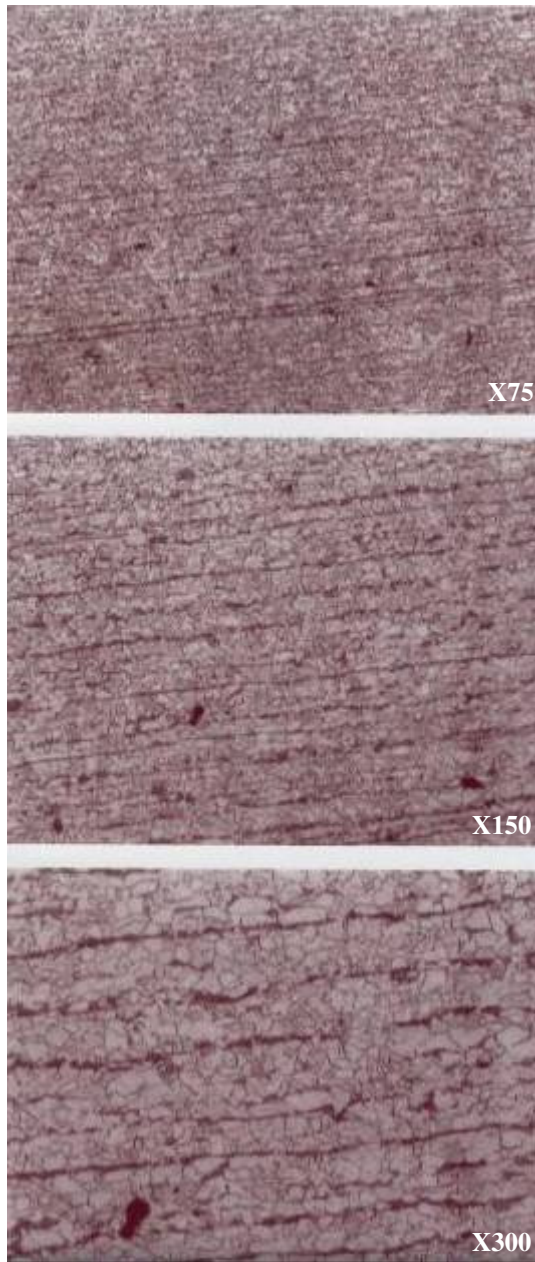


Figure II-5 : Analyse longitudinale.

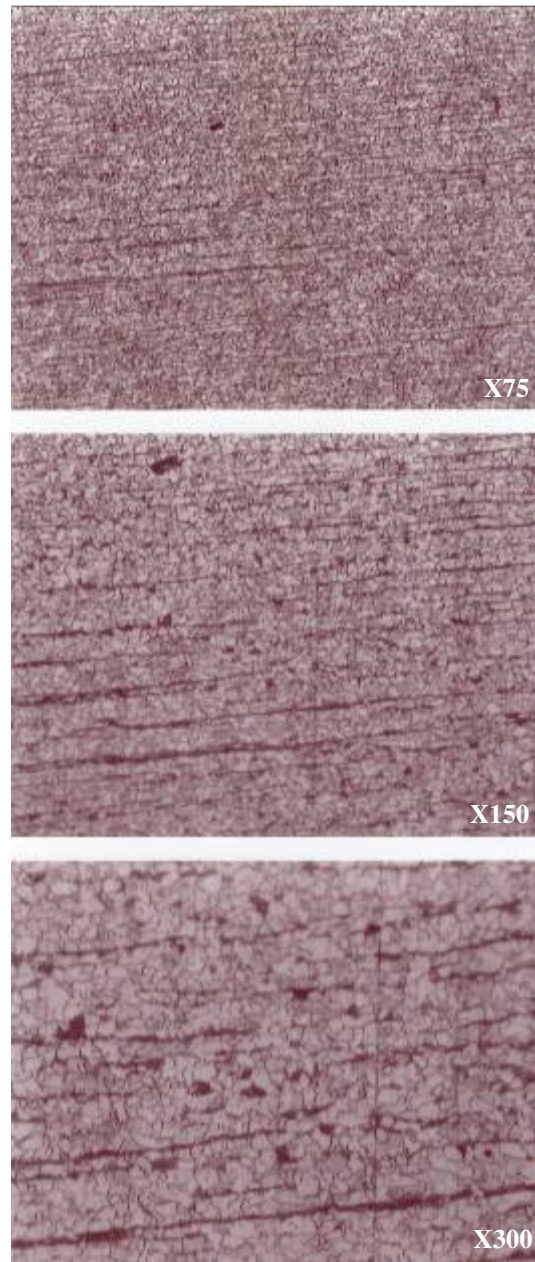


Figure II-6 : Analyse circonférentielle.

▪ Analyse de la microstructure du tuyau de diamètre 610 mm :

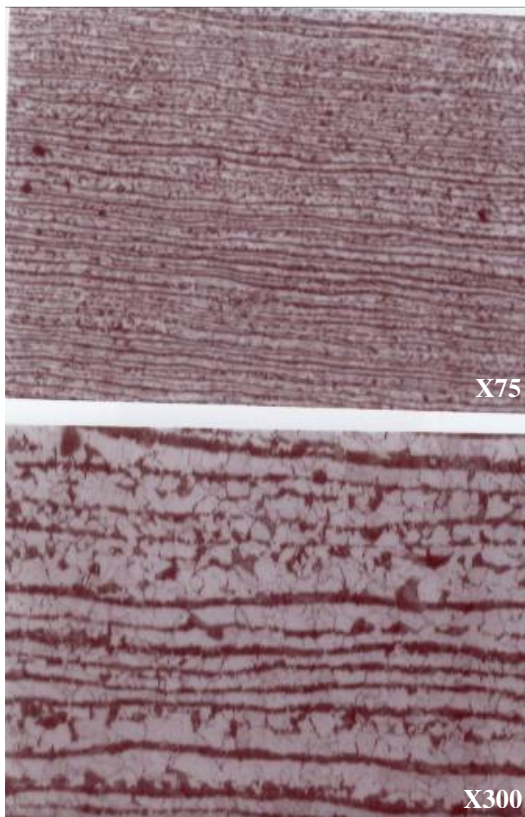


Figure II-7 : Analyse longitudinale.

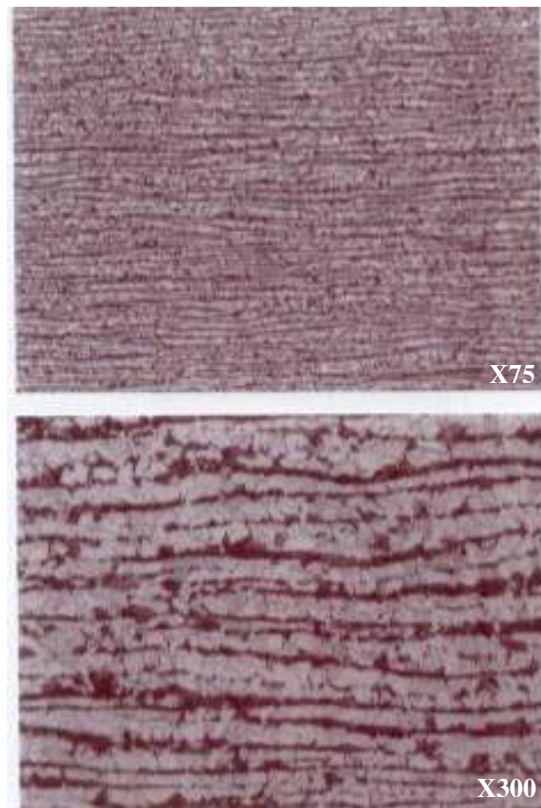


Figure II-8 : Analyse circconférentielle.

L'analyse métallographique permet d'affirmer que la tôle, servant à la fabrication de ce tuyau, est laminée dans ses deux directions (longitudinal et transverse). En effet, nous observons des bandes de perlite colorées en noir alternées avec des bandes de ferrite en blanc, signe d'un laminage. On peut également dire que la ferrite est majoritaire dans cette structure.

1-1-3] Eprouvettes non-normalisées – Choix du type de sollicitations à obtenir

Le premier tuyau étudié était de faible diamètre et d'épaisseur (\varnothing 219mm pour une épaisseur de 6,1mm). Le but des essais est de permettre de reproduire au mieux l'effet de la principale cause de contrainte, en service, dans un tuyau sous pression interne, et de simuler, par une entaille, l'effet que produit une éraflure sur ce type de tuyau.

La contrainte la plus importante étant la contrainte circonférentielle, un essai de type flexion 3 ou 4 points semblerait adapté.

Vue les dimensions du tuyau, faible épaisseur et forte courbure, il n'était pas envisageable d'utiliser des éprouvettes de flexion normalisées (éprouvettes de flexion plate de section carrée ou rectangulaire). Nous aurions dû utiliser des micro-éprouvettes de quelques millimètres, très peu représentatives des conditions réelles de service.

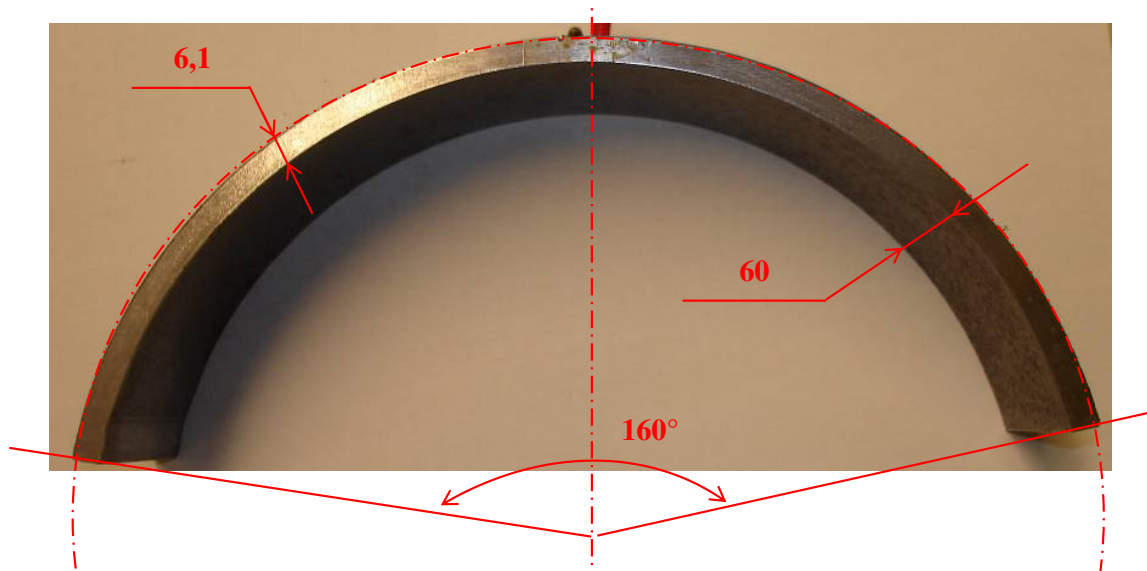


Figure II-9 : Epreuve courbe tuyau Ø219mm.

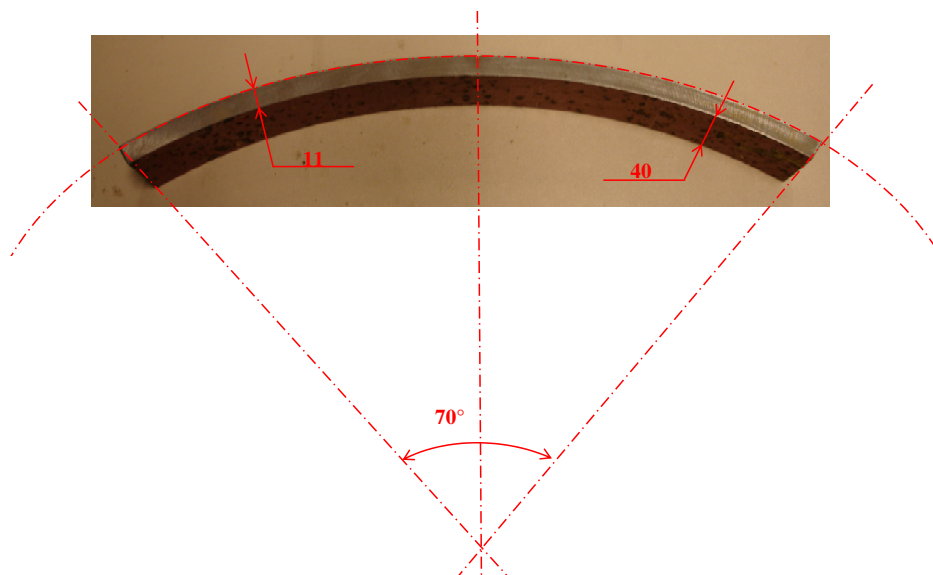


Figure II-10 : Epreuve courbe tuyau Ø610mm.

La dimension du tuyau, la plus contraignante, étant sa courbure, nous nous sommes orienté vers des éprouvettes courbes en flexion. Dans un souci de comparaison, le même type d'éprouvette a été utilisé avec le second tuyau (\varnothing 610mm pour une épaisseur de 11mm), figure II-9 et II-10.

Un essai de flexion 4 points, figure II-11, permettrait d'avoir un moment fléchissant pur, sans cisaillement, entre les deux points d'appui centraux.

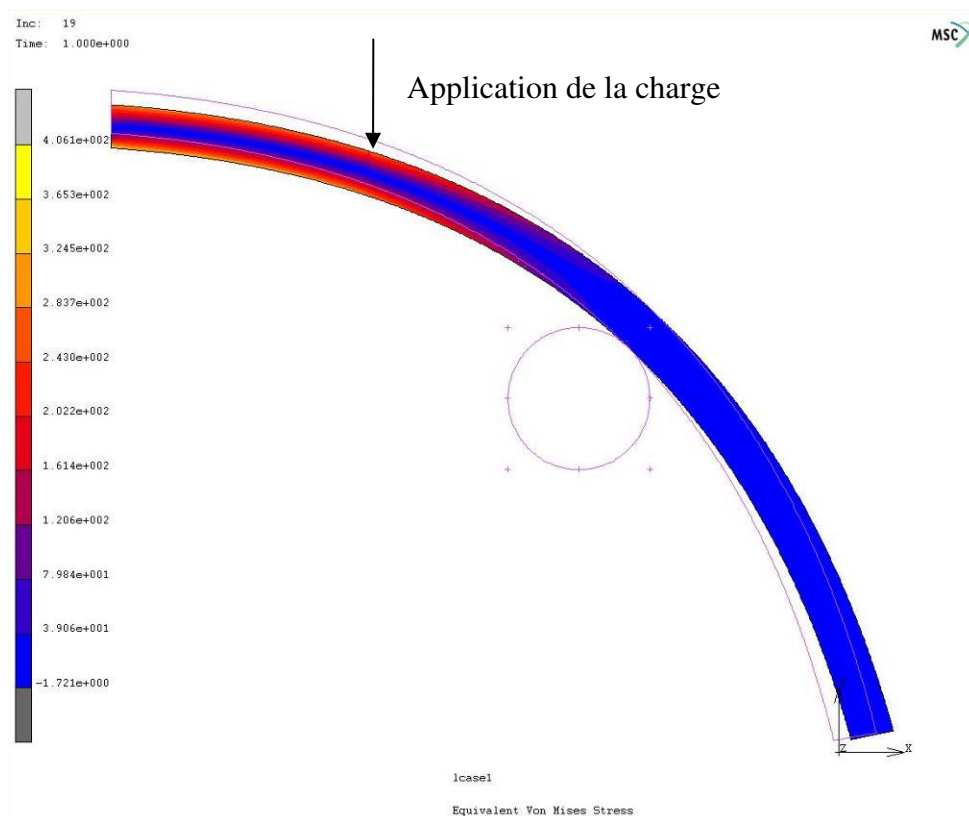


Figure II-11 : Simulation d'une flexion 4 points sur une éprouvette courbe Ø219mm.

Selon la figure II-12, la contrainte maximale se trouve au niveau du point d'application de la charge, et au niveau inférieure de la zone de symétrie.

De plus, il serait assez difficile d'assurer, tout au long de l'essai, que l'entaille se trouve bien à égale distance des appuis centraux, du fait de la forte courbure de l'éprouvette, qui peut glisser durant l'essai de fatigue. La flexion 3 points, pour des raisons de symétrie évidente, nous dispense de ce problème. Cette solution a été retenue.

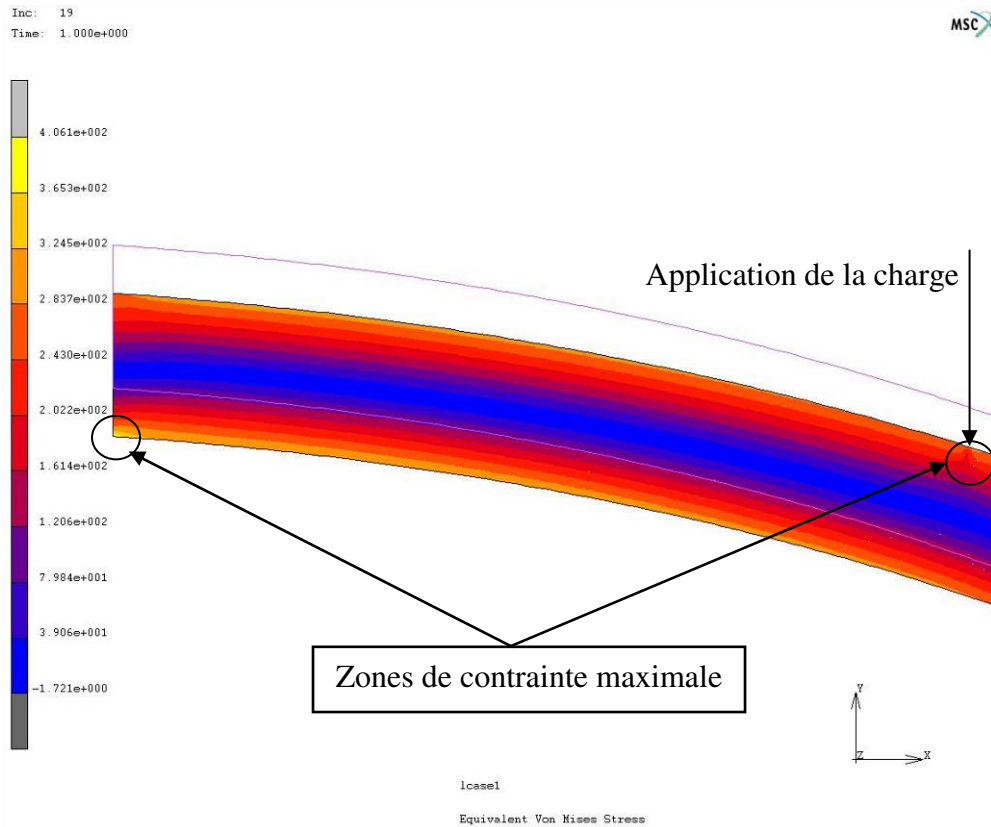


Figure II-12 : Zoom sur le point d'application de la charge .

Les dimensions des éprouvettes résultent du fait que notre souhait est d'utiliser une machine de fatigue, équipée d'une cellule de charge dynamique de capacité : ± 10 kN pour les essais de fatigue, et une cellule de ± 25 kN pour les essais statiques.

Pour simuler au mieux les agressions extérieures que peuvent subir ces tuyaux, nous avons fait le choix d'utiliser une entaille en V à 45° . La profondeur retenue est de 20% de l'épaisseur. Le rayon de fond s'approche au mieux des états en service.

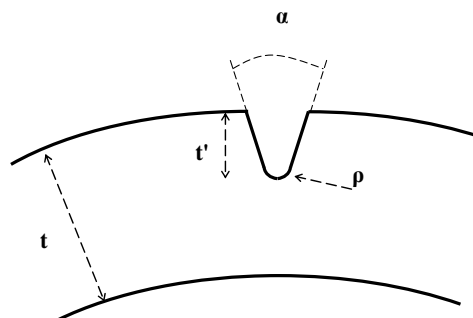


Figure II-13 : Schéma de l'entaille.

	Eprouvette Ø219mm	Eprouvette Ø610mm
α	45°	45°
ρ	0,15	0,15
$t' = 0,2 * t$	1,22	2,2

Tableau II-6 : Dimensions de l'entaille.

Nous avons décidé de baptiser ces éprouvettes, non-normalisées, éprouvettes “tuiles romaines”, car elles ont la forme des tuiles en argile que les femmes romaines moulaient sur leurs cuisses, pour la confection des toitures des maisons,.

I-2] Matériel utilisé

I-2-1] Machines de tests

- Essais sur éprouvettes Tuiles Romaines et CT :



Figure II-14 : Machine de traction/compression INSTRON 1341.

La machine utilisée, pour ces différents essais, est une machine de traction/compression hydraulique : INSTRON modèle 1341, figure II-14. Trois cellules de charge Dynacell sont utilisées sur cette machine. La première a une capacité dynamique de ± 100 kN, la seconde de ± 25 kN et la dernière de ± 10 kN. Les différents essais réalisés, nécessitant des plages de capacités différentes, nous avons eu recours à ces trois types de cellules, car elles ont des plages d'utilisation préférentielles. Il faut toujours appliquer des charges supérieures à 1% de la capacité maximale de la cellule.

- Essais de traction normalisés :

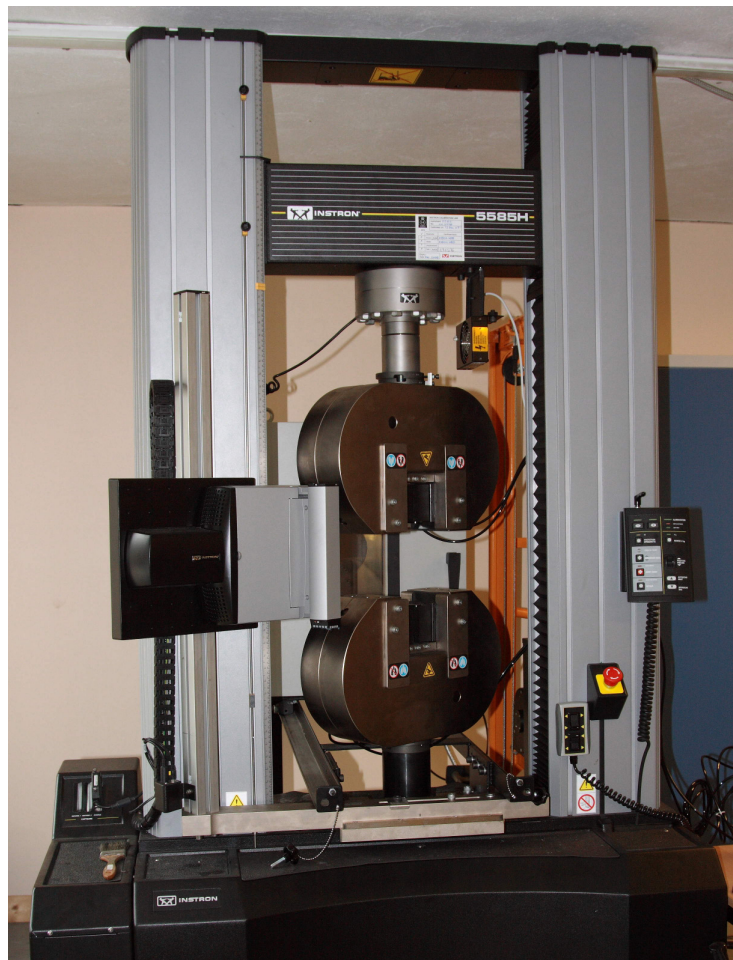


Figure II-15 : Machine de traction/compression INSTRON 5585H.

Une machine électrique de traction statique, figure II-15, de capacité $\pm 250\text{kN}$, a été utilisée pour la réalisation des essais de caractérisation normalisé du matériaux (module de Young, limite d'élasticité, résistance ultime, allongement à rupture,...).

Cette machine est équipée de mors pneumatiques permettant la sollicitation d'éprouvettes plates d'épaisseur allant de quelques dixièmes de millimètre à 15mm.

Le suivi de la déformation longitudinale et transversale est assuré par un extensomètre vidéo.

I-2-2] Montages spécifiques

- Montage de flexion 3 points pour essais de référence à l'air :

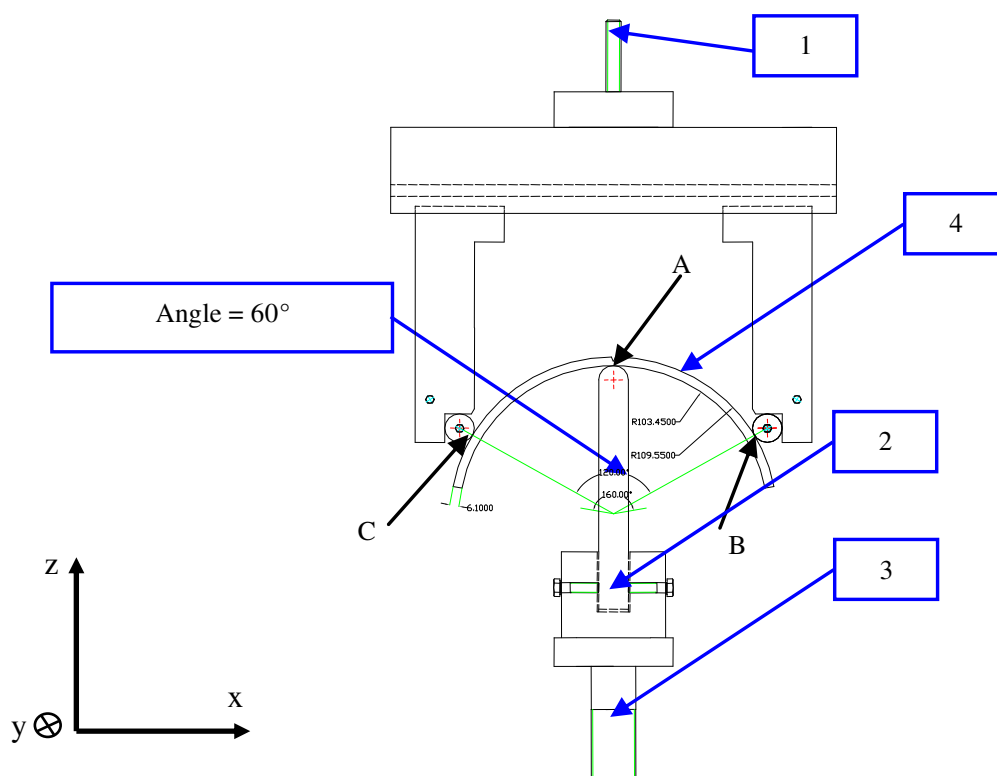


Figure II-16 : Montage de flexion 3 points à l'air.

La transmission de l'effort appliqué par le vérin hydraulique de la machine de traction/compression se fait par l'intermédiaire de la pièce 3, figure II-16. La pièce 2, montée dans la pièce rainurée 3, a sa partie inférieure arrondie (arc avec un grand rayon de courbure), ce qui permet d'avoir un degré de liberté en rotation autour de l'axe x. Ceci

permet d'assurer que le contact entre le cylindre (positionné sur la pièce 2) et l'éprouvette 4 est bien linéaire. Une fois le contact établi, trois vis de pression fixées dans la pièce 3 assurent le maintien dans la position souhaitée. La flexion 3 points est réalisée avec un contact mobile (point A) et deux contacts fixes (points B et C).

La mesure de l'effort appliqué est assurée par une cellule de charge dynamique placée entre la traverse fixe de la machine et la pièce 1 du montage.

- **Montage de flexion 3 points pour essais de fatigue sous hydrogène électrolytique :**

Pour les essais sous hydrogène, une cellule en plexiglas, figure II-17, est ajoutée par rapport à la configuration précédente. La fonction première, de cette cellule, est de permettre l'immersion de l'éprouvette dans une solution électrolytique durant les essais.

L'homogénéisation de la solution électrolytique est assurée par une pompe qui aspire la solution au niveau du point A et qui la refoule au niveau du point B.

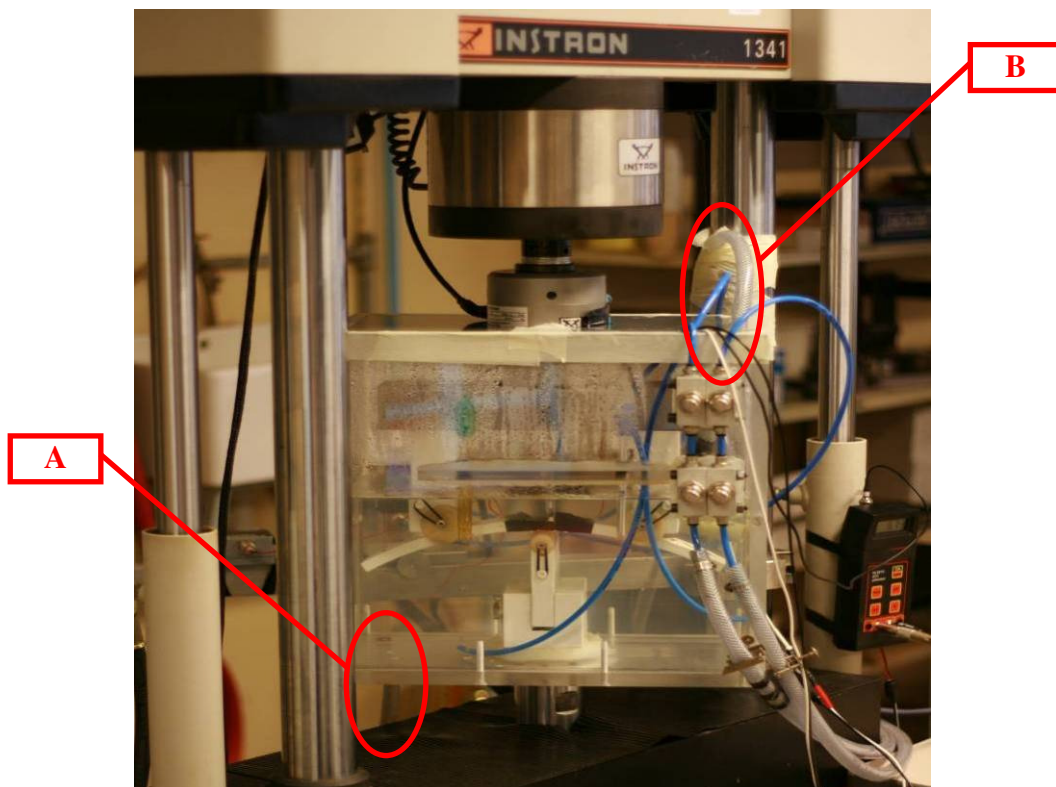


Figure II-17 : Montage de flexion 3 points sous hydrogène.

- **Cellule de chargement sous hydrogène électrolytique pour les essais statiques :**

Comme il est possible de le voir, figure II-18, la cellule se compose de 3 parties. Un premier bac d'homogénéisation, le plus volumineux, où le pH et la présence en oxygène sont contrôlés, et deux autres bacs, plus petits, qui sont superposés sur ce dernier. Ces deux bacs donnent la possibilité de charger simultanément 2 éprouvettes identiques, et de doubler le nombre de points obtenus par essais.

Comme pour la cellule de chargement utilisée pour les essais de flexion 3 points en fatigue, une pompe fait circuler la solution électrolytique de bac en bac, dans un souci d'homogénéisation.

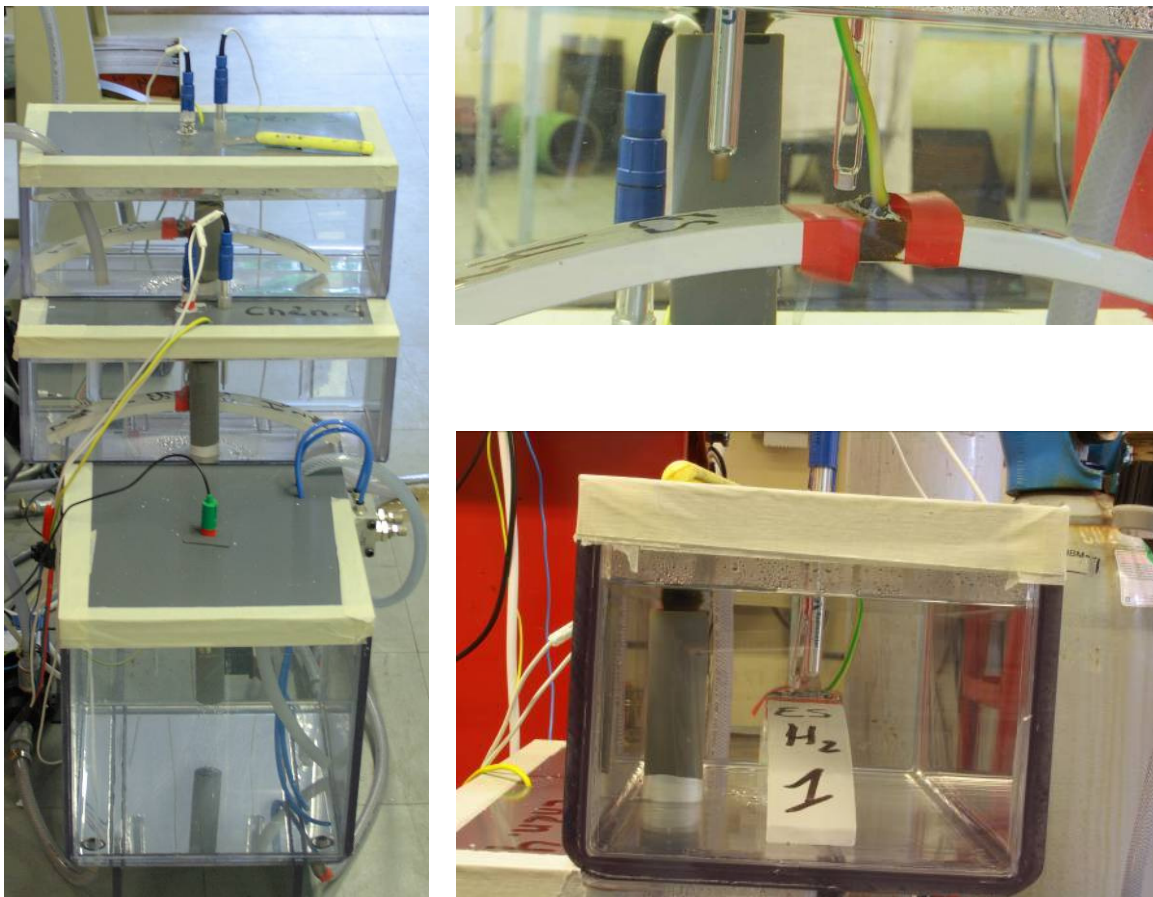


Figure II-18 : Cellule de chargement électrolytique.

▪ **Montage de sollicitation pour éprouvettes CT normalisées :**

Le montage, Figure II-19, a été réalisé en suivant les directives données par les deux normes françaises relatives aux essais de détermination du Facteur d'Intensité de Contraintes [1] et à la détermination de l'écartement à fond de fissure [2].

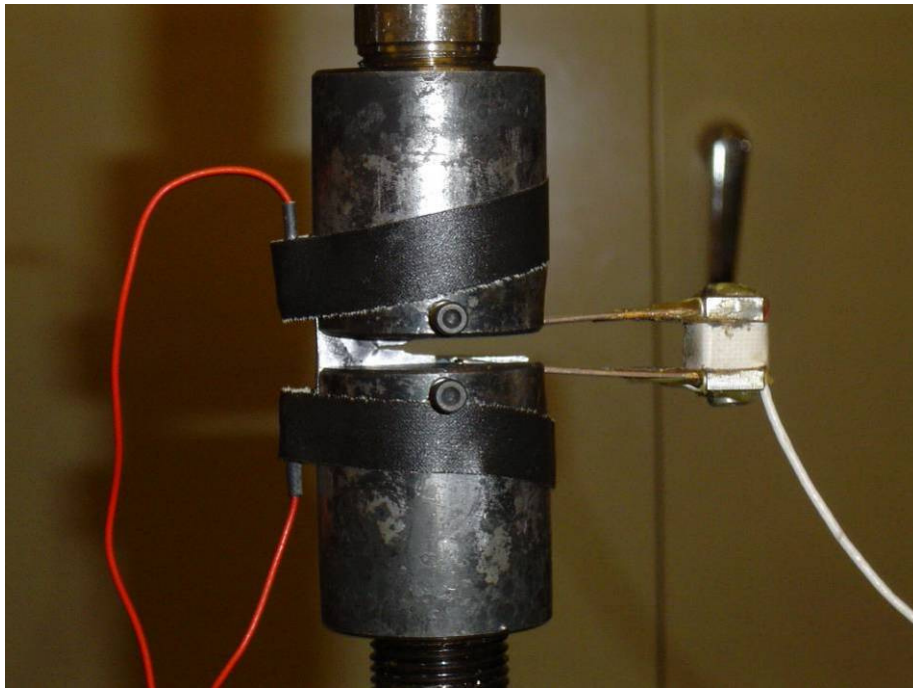


Figure II-19 : Montage pour éprouvettes CT.

1-2-3] Capteurs et jauges

Dans notre étude, nous avons eu recours à deux capteurs acoustique de forme et de caractéristiques techniques différentes. Le premier, figure II-20, a été utilisé lors des essais réalisés à l'air, pour des fréquences de signaux allant de 100 à 450 kHz. Sa fréquence de résonance est de 150 kHz. Il a un diamètre de 20,3mm, pour une hauteur de 14,3mm. C'est un capteur couramment utilisé pour des essais sur les aciers. Son défaut majeur, pour notre utilisation, est son corps en aluminium (poids : 13g).

Nous avons donc dû utiliser un second capteur, figure II-21, pour les essais sous hydrogène électrolytique.

L'avantage de ce dernier, est d'avoir un corps en inox et d'être étanche (poids : 0,8g). Il ne possède pas la même gamme de fréquences, de 550 à 730 kHz, et sa fréquence de résonance est de 600 kHz. Cette différence de gamme de fréquence ne nous dérangera pas compte tenu de l'utilisation et de l'interprétation des résultats acoustiques que nous aurons à réaliser.



Figure II-20 : Capteurs VS 150-M.



Figure II-21 : Capteurs Pico Z.

Les deux capteurs sont fixés, quelque soit l'éprouvette utilisée, de part et d'autre de l'entaille mécanique. Avec ces deux capteurs, nous ne pouvons avoir qu'une détection linéaire des événements acoustiques survenus lors de l'essai, figure II-22. De ce fait, l'ensemble des émissions acoustiques survenues au niveau de l'entaille, forment alors une zone dans le graphique niveau de bruit en fonction de la distance entre les capteurs, figure II-23.

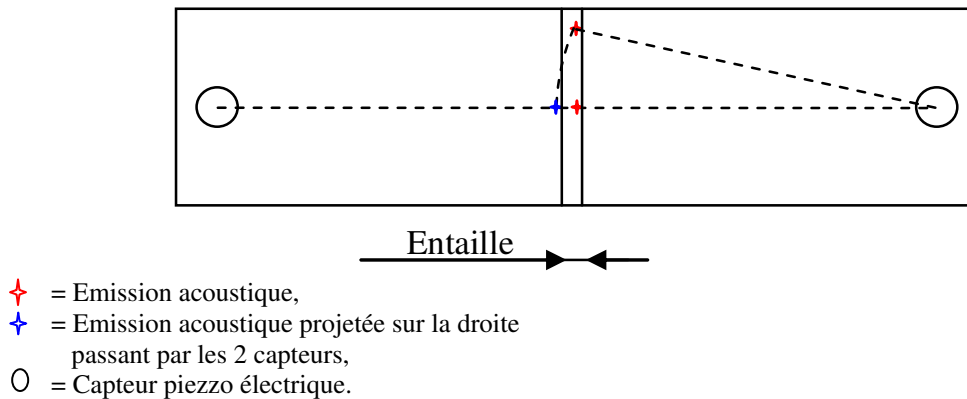


Figure II-22 : Principe de détection des événements acoustiques.

La figure II-23 présente un exemple de résultat obtenu après un essai statique de flexion 3 points, sur une éprouvette Tuile Romaine. Les différents événements acoustiques, survenus au cours de l’essai, y sont représentés. Les deux lignes rouges correspondent aux deux cylindres d’appuis. Les deux lignes noires forment une zone constituée de points localisés au niveau de l’entaille, du fait de la localisation linéaire. La distance entre les deux capteurs est de 240 mm. L’analyse de ce graphique permet de dire que la densité d’événements acoustique est la plus importante entre les deux repères noirs. Seuls ces points seront pris en compte dans le tracé des prochains graphiques relatifs aux événements acoustiques.

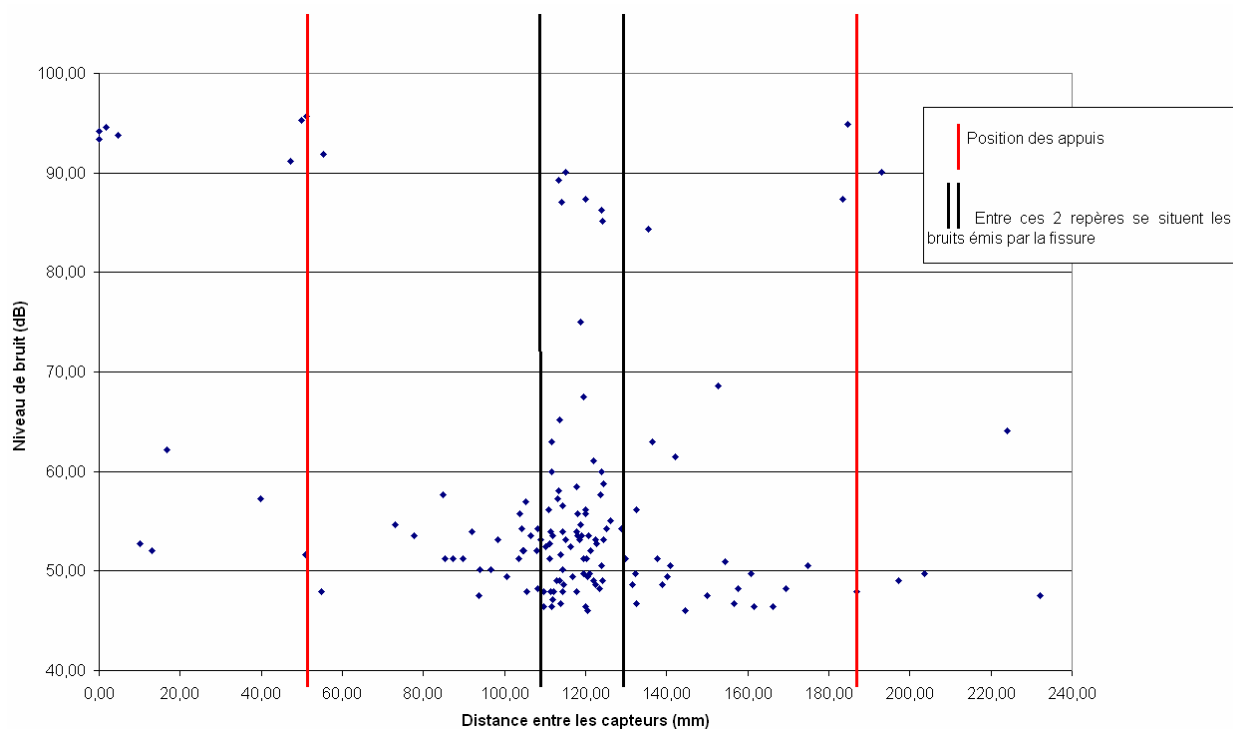


Figure II-23 : Exemple de localisation des activités acoustiques sur l’éprouvette Tuile Romaine.

Le capteur à lames, figure II-24, sera utilisé lors des essais réalisés sur les éprouvettes CT (Compact Tensile). Ce capteur permet de mesurer la valeur de l'ouverture des lèvres de l'entaille. Il est capable de mesurer une ouverture de 10mm. Sur chacune des lames, deux jauges de déformation sont collées, une de chaque côté, et en sens inverse. Ce capteur fonctionne donc en pont complet, et il est couplé à une centrale d'acquisition, pont de Wheatstone. Le facteur de jauge de ces quatre jauges est de 1.8, pour une erreur de 0,5%, valeur acceptable par la norme A03-182 [2].

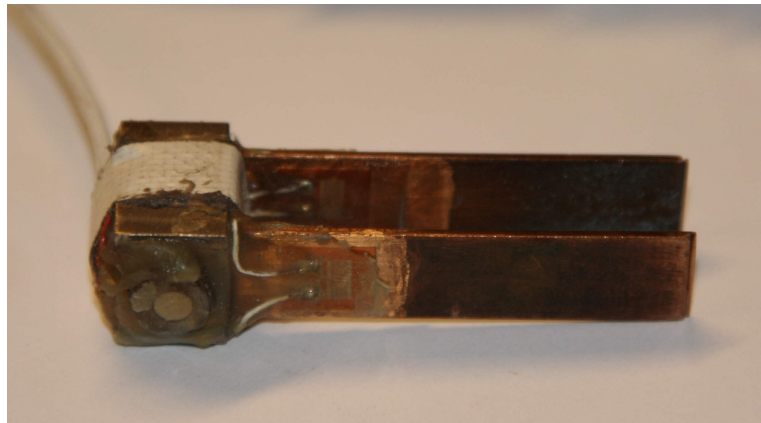
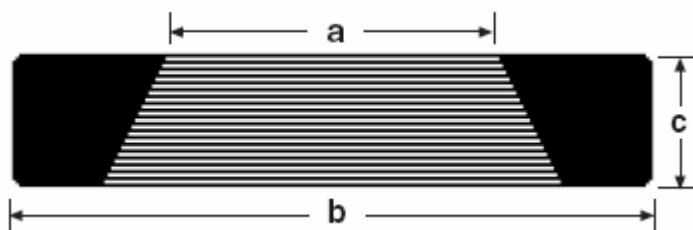


Figure II-24 : Capteurs à lames.



a	12,7mm
b	25,4mm
c	5,1mm

Figure II-25 : Jauge de propagation de fissure [3].

Des jauges de propagation de fissure de la marque Vishay [3], figure II-25, ont été utilisées pour contrôler la propagation de fissures sur des éprouvettes CT. Ces jauges, couplées à un pont d'extensométrie, permettent de suivre l'évolution de la fissure, par rupture successive des brins qui la composent. La rupture de chacun des brins entraîne une variation de la valeur de la résistance de la jauge. Ces jauges possèdent 20 brins et l'intervalle entre deux brins est de 0,25mm.

I-3] Obtention de l'hydrogène pour les essais

I-3-1] Les différentes méthodes possibles

Comme nous l'avons vu dans le chapitre I, paragraphe III-1, l'hydrogène se trouve soit sous état gazeux, soit recombinaison avec d'autres atomes sous divers états (hydrocarbures, eau, métaux,...).

Pour réaliser des essais qui incluraient l'effet de l'hydrogène, deux méthodes sont envisageables, la première consiste à utiliser l'hydrogène sous sa forme gazeuse et la seconde sous sa forme liquide. Les essais sous hydrogène gazeux sont les plus proches de la réalité, puisque le mélange gaz naturel-hydrogène, dont il est question dans le contrat Naturalhy [4], doit être transporté sous cette forme. Il est possible d'obtenir de l'hydrogène gazeux, comme bon nombre d'autres gaz, dans des bouteilles sous pression.

Le problème majeur de cette méthode, réside dans le fait que l'utilisation de gaz dans des réservoirs sous pression est soumise à un certain nombre de règles de sécurité. Il est indispensable d'obtenir les autorisations d'exploitation délivrées par la DRIRE (Directions Régionales de l'Industrie, de la Recherche et de l'Environnement) [5].

La seconde méthode consiste en un chargement électrolytique en milieu aqueux. A température ambiante et jusqu'à 80°C [6], elle permet de dissocier la molécule d'eau en ces deux atomes constitutifs : l'oxygène et l'hydrogène, et ainsi d'introduire l'hydrogène au niveau de l'électrode de travail, qui pour nous, sera l'éprouvette à charger.

L'avantage premier de cette technique est lié au fait qu'elle ne soit pas soumise aux mêmes réglementations que la première. Le second point positif est dû à la possibilité d'utiliser de l'eau comme électrolyte, mais toute autre solution aqueuse peut être employée. Ceci pourrait donc permettre de coupler l'effet de l'hydrogène et un effet de corrosion. Une solution aqueuse, qui permettrait de reproduire l'effet de corrosion extérieure subie par les pipelines enterrés, serait envisageable.

I-3-2] Le moyen retenu

Dans un souci de gain de temps, et étant donné que certains partenaires du contrat NaturalHy avaient déjà des installations permettant la réalisation d'essais sous pression de gaz, nous nous sommes orientés vers le chargement en hydrogène électrolytique.

Pour effectuer une électrolyse, il est nécessaire d'avoir une source de courant extérieure permettant d'effectuer une réaction de transfert d'électrons. C'est le principe inverse d'une cellule galvanique, qui puise son courant dans les réactions ioniques se produisant spontanément lorsque les électrons sont connectés électriquement. Un potentiostat sera donc utilisé comme source de courant. Il assure, électroniquement, la régulation du courant pour obtenir le potentiel fixé.

La réalisation d'une électrolyse nécessite l'utilisation de plusieurs électrodes :

- ***Electrode de référence au Calomel saturé*** : permet la mesure du potentiel de la réaction,
- ***Electrode auxiliaire*** : en acier inoxydable (platine), permet la mesure du courant,
- ***Electrode travail*** : correspond à l'échantillon.

En électrochimie [7], on appelle par définition un courant anodique, un courant circulant du métal vers la solution. Un courant cathodique est un courant circulant dans le sens inverse. Les réactions sont qualifiées d'anodique ou de cathodique, selon qu'elles correspondent à des courants anodiques ou cathodiques. En terme de chimie, les réactions anodiques correspondent à des oxydations et les réactions cathodiques à des réductions.

Avant de choisir le potentiel, pour réaliser soit une réduction, soit une oxydation, il est nécessaire de connaître la courbe de polarisation de notre acier, et ainsi son potentiel libre, c'est-à-dire le potentiel en l'absence de courant extérieur.

Pour tracer cette courbe, nous appliquons une tension aux bornes de l'électrode de façon cyclique. Cette électrode, figure II-26, n'est autre qu'un parallélépipède en acier X52 enrobé de bakélite, une matière isolante.

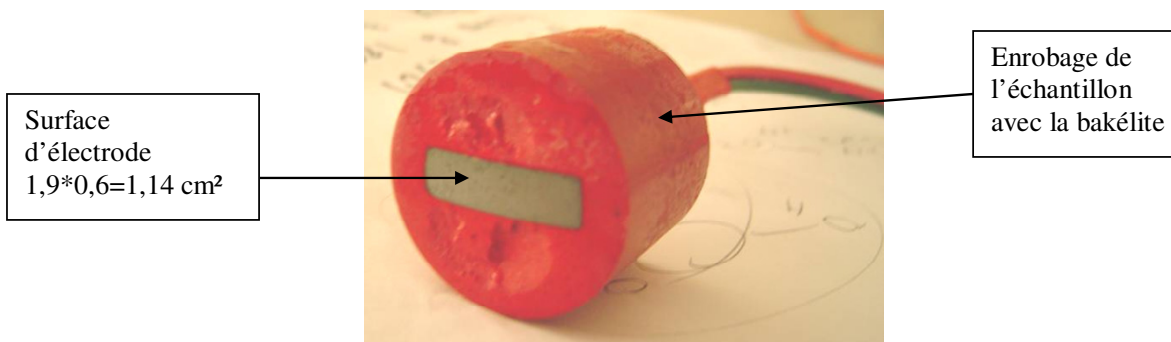


Figure II-26 : Electrode de travail.

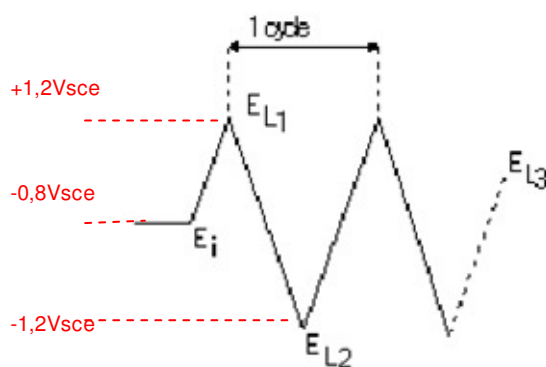


Figure II-27 : Cycle appliqué pour l'obtention de la courbe de polarisation.

La tension appliquée, un signal triangulaire décrit dans la figure II-27, est bornée entre $-1,2V_{sce}$ et $+1,2 V_{sce}$. Cinq cycles sont appliqués, afin d'obtenir l'évolution de la courbe de polarisation (phénomène d'hystérésis et de stabilisation). La tension est appliquée avec des paliers de $100mV/s$.

Le potentiel libre relevé sur la courbe de polarisation, figure II-28, est de $-0,79V_{sce}$. Cette courbe, représente la tension aux bornes de l'électrode par rapport à l'électrode de référence, en fonction de la valeur absolue de l'intensité.

Composé chimique	Formule brute	Composition en mg/L
Chlorure de potassium	KCl	122
Sodium hydrogénocarbonate	NaHCO ₃	483
Chlorure de calcium dihydraté	CaCl ₂ .2H ₂ O	181
Sulfate de magnésium heptahydraté	MgSO ₄ .7H ₂ O	131

Tableau II-7 : Composition chimique de la solution NS4.

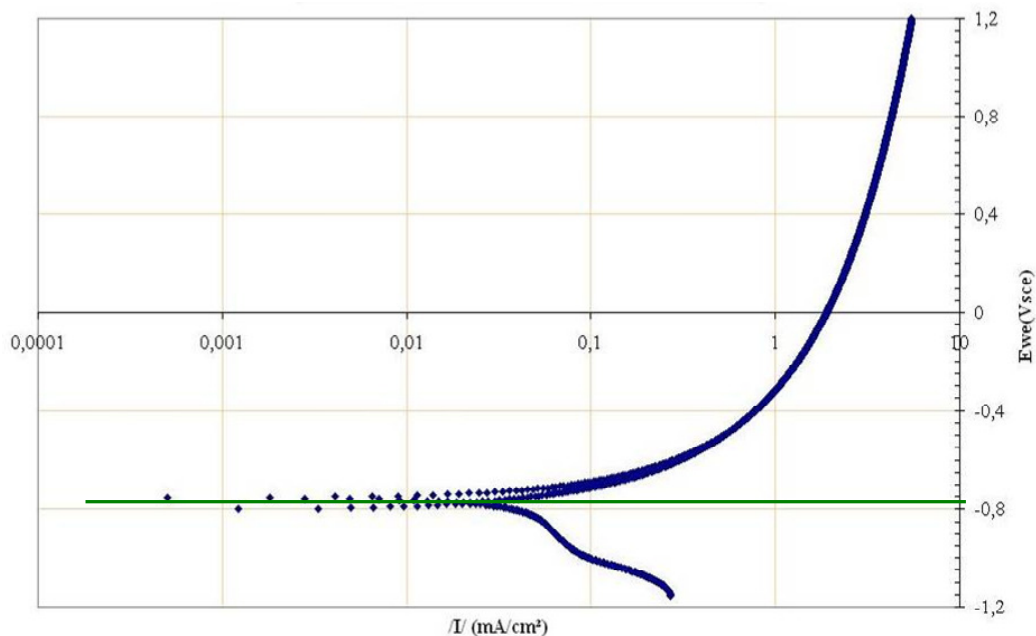


Figure II-28 : Courbe de polarisation de l'acier API 5L X52.

Cette valeur est conforme à la littérature [8] pour ce type d'acier. Pour réaliser une réduction, nous appliquons un potentiel inférieur à ce potentiel libre. Dans un souci d'homogénéisation des résultats avec l'ensemble des partenaires du contrat NaturalHy, les essais sous hydrogène électrolytique seront réalisés à un potentiel constant de $-1V_{sce}$, et dans une solution électrolytique standard : NS4 (Natural Soil 4), dont les caractéristiques sont données dans le tableau II-7.

Selon des données internes au contrat NaturalHy, le pH de la terre, qui entoure les pipeline, est d'environ 6,7. Pour que cette valeur reste constante, tout au long de nos essais, nous introduisons un bullage discontinu de dioxyde de carbone (CO_2), par le biais d'une vanne proportionnelle commandée à l'aide d'un automate PID. Le pH de notre solution est donc constamment compris entre 6,6 et 6,8.

L'électrolyse de la solution aqueuse produisant de l'oxygène, un bullage continu d'azote (N_2) est assuré, ce qui a pour but de désaérer la solution électrolytique.

La cellule de chargement en hydrogène électrolytique et ses différents composants sont présentés sur la figure II-29.

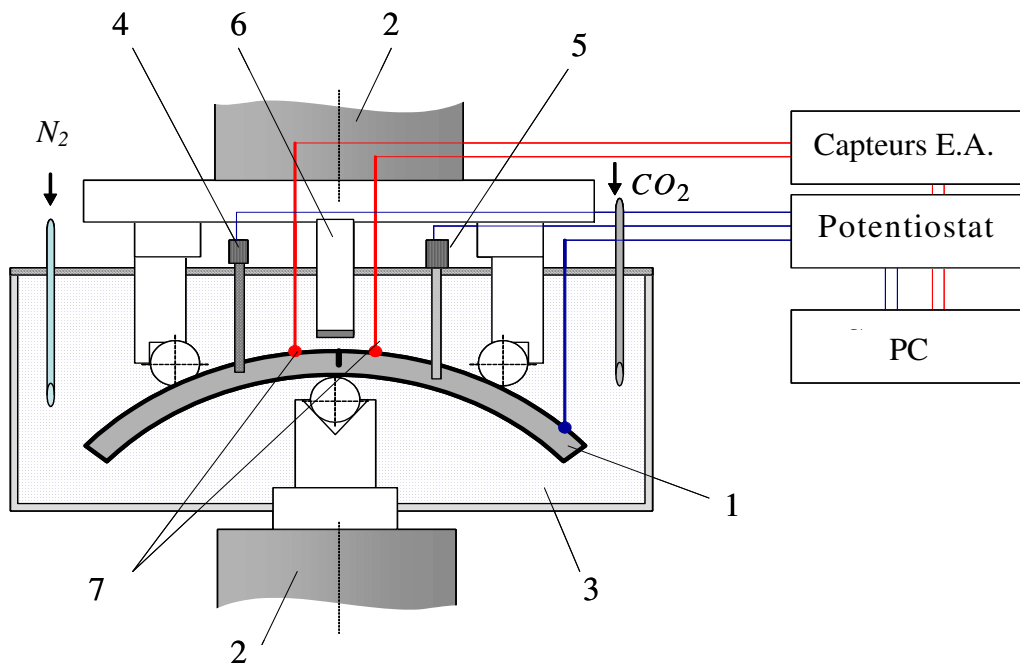


Figure II-29 : Cellule d'électrolyse.

1 – Epreuve Tuile Romaine; 2 – Vérin hydraulique de la machine de fatigue et cellule de charge dynamique; 3 – Cellule de corrosion contenant la solution NS4; 4 – Electrode de pH; 5 – Electrode de référence au calomel saturé; 6 – Electrode auxiliaire en platine; 7 – Capteurs EA.

A chaque fois que nous aurons recours à un chargement électrolytique, nous utiliserons les paramètres définis précédemment, quelque soit le type d'essai à réaliser : fatigue/rupture en flexion 3 points sur des éprouvettes tuiles romaines, chargement en hydrogène d'éprouvette CT ou de traction...

II] ESSAIS STATIQUES : INFLUENCE DE L'HYDROGENE SUR L'ACIER API 5L X52

II-1] Limite d'élasticité

II-1-1] Principe de l'essai

La valeur de la limite d'élasticité est obtenue à la suite d'un essai de traction. La géométrie des éprouvettes sollicitées est la même que celle présentée au paragraphe I-1.2. Ces essais sont réalisés sur la machine de traction 5585H, en accord avec la norme française AFNOR [9].

Les essais sont pilotés en contrainte, c'est à dire que la traverse mobile de la machine se déplace en fonction d'une vitesse d'application de la contrainte. Jusqu'au point d'inflexion de la courbe contrainte-déformation, la consigne de déplacement est de 7 MPa/s. Afin de limiter l'échauffement au niveau de la zone déformée, sur l'éprouvette, la seconde partie de la courbe est obtenue avec un autre type de consigne. La traverse est pilotée en vitesse de déformation, soit 0,05%/s. La déformation de traction de l'éprouvette, dans les deux sens, longitudinal et transverse, est contrôlée à l'aide d'un extensomètre vidéo.

Dans la suite de notre étude, l'ensemble des éprouvettes sollicitées, sans chargement en hydrogène, seront appelées éprouvettes de référence.

Pour étudier l'influence de l'hydrogène sur cette propriété mécanique, des éprouvettes de traction ont été chargées en hydrogène électrolytique. Seule une zone bien définie et délimitée, figure II-30, a subi un chargement en hydrogène. Le reste de l'éprouvette est recouvert de peinture anticorrosion, peinture à base époxy.

Ces éprouvettes sont celles qui nous permettront également de quantifier les quantités d'hydrogène réellement introduites dans cet acier, dans le paragraphe II-4 du chapitre III.

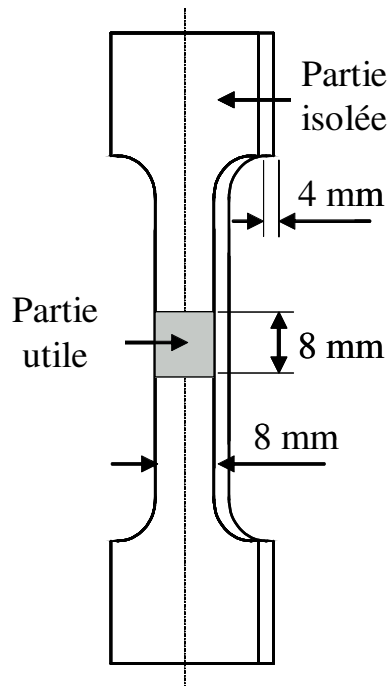


Figure II-30 : Epreuve de traction pour le chargement en hydrogène électrolytique.

Le principe du chargement en hydrogène électrolytique est le même que celui exposé dans le paragraphe III-4-2, chapitre I. La solution électrolytique reste la solution NS4. Le chargement se fait sous un potentiel constant, fixé à $-1V_{scc}$. Un bullage continu d'azote est appliqué pour limiter l'effet de l'oxygène, le pH est contrôlé et ajusté manuellement par bullage de dioxyde de carbone. Une fois le chargement effectué, ces éprouvettes sont sollicitées en traction avec les mêmes paramètres que les éprouvettes de référence.

Le tableau II-8 résume les différentes étapes à respecter lors d'un essai de ce type.

Afin de garantir les meilleures conditions de chargement cathodique, nous avons remarqué que la qualité de l'état de surface était importante. De plus, il est nécessaire d'éliminer toute entaille ou défauts de surface qui pourraient constituer des faiblesses locales et fausser ainsi l'essai de traction.

Pour les essais de référence, les étapes 5 à 11, du tableau II-8, ne sont pas nécessaires à réaliser.

Etape	Opérations
1	Découpage des échantillons suivant la direction circonférentielle du tuyau.
2	Cubage des éprouvettes par usinage traditionnel
3	Usinage par commande numérique du profil de l'éprouvette
4	Polissage des 2 faces de l'éprouvettes (papier 120 à papier 600)
5	Polissage de finition au disque feutre chargé d'alumine de la face à charger en hydrogène
6	Rinçage puis séchage de l'échantillon
7	Protection de la surface à charger par un film adhésif
8	Application de 3 couches de peinture Epoxy
9	Décollage du film adhésif, révélant ainsi la partie calibrée à charger
10	Chargement sous hydrogène électrolytique suivant un temps prédéfini
11	Décapage de la peinture
12	Mesure de la section de l'éprouvette
13	Marquage de 2 couples de points au feutre sur l'éprouvette, pour permettre le suivi de la déformation longitudinale et transversale par l'extensomètre vidéo
14	Mise en place de l'éprouvette dans les mors pneumatique
15	Déclenchement du programme de traction
16	Conduite automatique de l'essai et acquisition par la machine de traction jusqu'à la rupture de l'échantillon

Tableau II-8 : Différentes étapes nécessaires à la réalisation d'un essai de traction.

II-1-2] Résultats

Après 100 heures de chargement en hydrogène électrolytique, les 8 éprouvettes de traction sont sollicitées, 2 dans chaque configuration, Ø219mm à l'air et sous hydrogène, Ø610mm, à l'air et sous hydrogène. Le graphique, contrainte-déformation, figure II-31, représente un essai de chaque configuration. Les valeurs, du tableau II-9, sont une moyennes de l'ensemble des essais.

	Limite d'élasticité	Résistance Ultime	Elongation at fracture
	R_e (MPa)	R_m (MPa)	A % (%)
ϕ 219mm air	431	526	31,56
ϕ 219mm H2	450	547	23,14
ϕ 610mm air	437	616	15,88
ϕ 610mm H2	420	570	10,56

Tableau II-9 : Influence de l'hydrogène sur les propriétés de traction de l'acier X52.

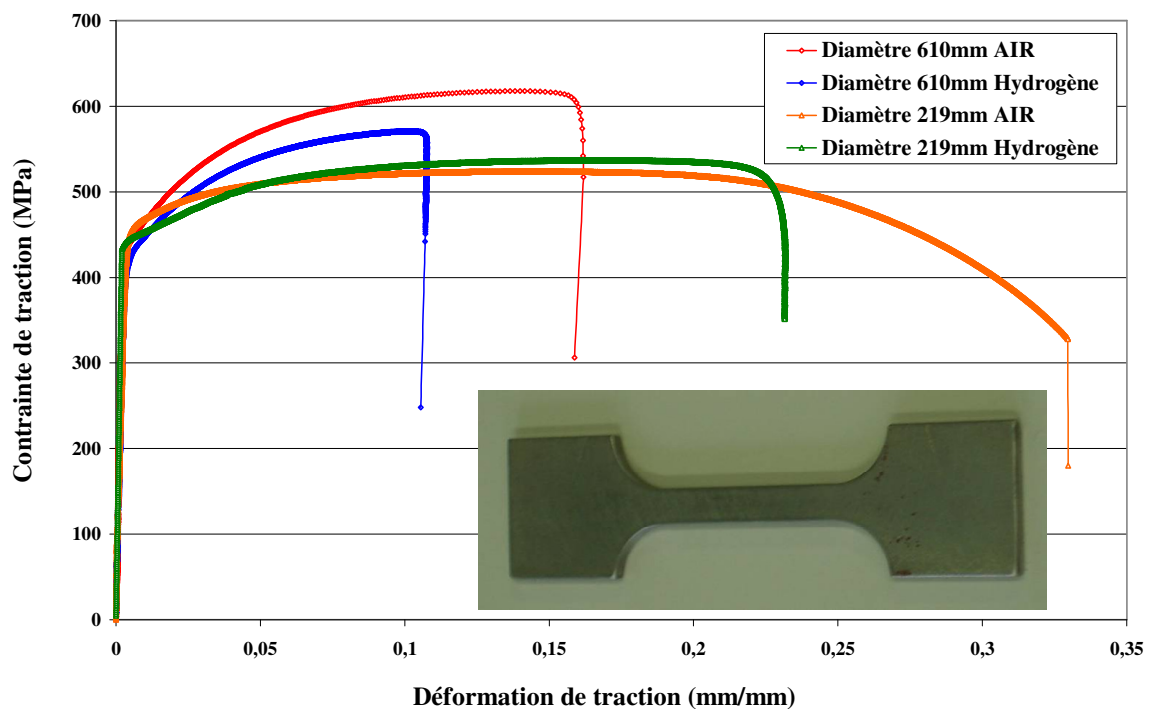


Figure II-31 : Résultats des essais de traction (acier API 5L X52).

Au vue de ces résultats, il est possible de conclure que l'hydrogène n'affecte pas de manière très significative la limite d'élasticité ou la résistance à la rupture de notre acier. Par contre, la déformation à la rupture, est considérablement diminuée, en moyenne, 27% pour le tuyau de diamètre 219 mm, et 33% pour l'autre tuyau.

II-2] Essais d'éclatement

II-2-1] Déroulement de l'essai

Dans le cadre d'un partenariat avec l'Institut de Physique et Mécanique Karpenko, de l'Académie des Sciences d'Ukraine, nous avons mené une campagne d'essais visant à compléter nos essais sous hydrogène électrolytique, par des essais réalisés sous pression d'hydrogène gazeux.

Ces essais sont effectués sur le tuyau de petit diamètre, figure II-32, pour des raisons d'encombrement et de pression d'éclatement à exercer. Le tuyau d'un mètre de long possède une entaille semi-elliptique, en V à 45°, d'une profondeur égale à la moitié de son épaisseur.

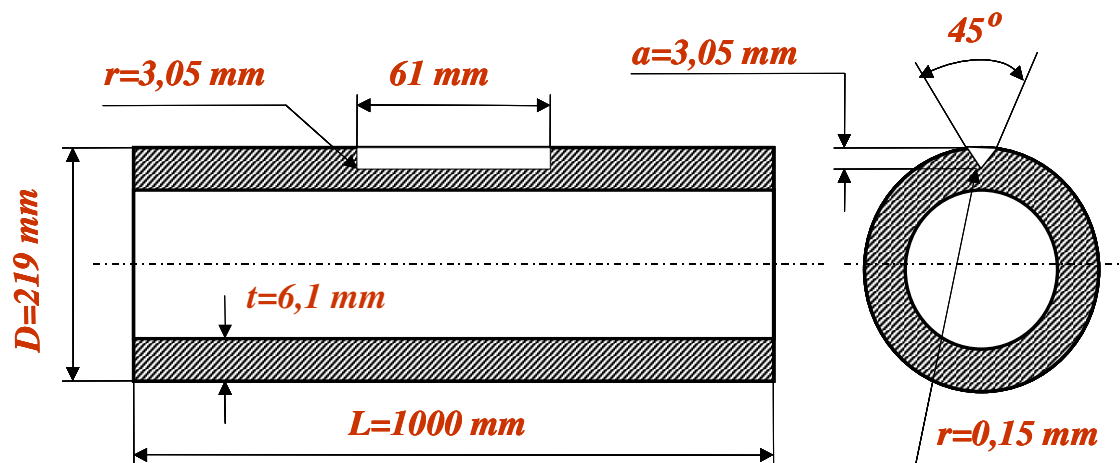


Figure II-32 : Géométrie du tuyau et de l'entaille.

Sur chaque extrémité du tuyau est fixé un couvercle. Pour éviter de se trouver dans une configuration d'essais sur des réservoirs, les couvercles sont reliés ensemble par six goujons, figure II-33.



Figure II-33 : Montage utilisé pour l'éclatement sous pression des tuyaux.

Pour diminuer le volume de gaz à introduire, un noyau est placé à l'intérieur du tuyau à solliciter, figure II-34. Une enceinte de protection est placée autour du tuyau. Une pression d'argon est maintenue entre le tuyau et l'enceinte de protection, ainsi que dans le noyau. L'hydrogène est extrêmement inflammable au contact de l'air. Le fait de remplacer l'air par de l'argon, gaz neutre, permet de recueillir un mélange hydrogène-argon, tout à fait stable, et donc sans danger pour les opérateurs.

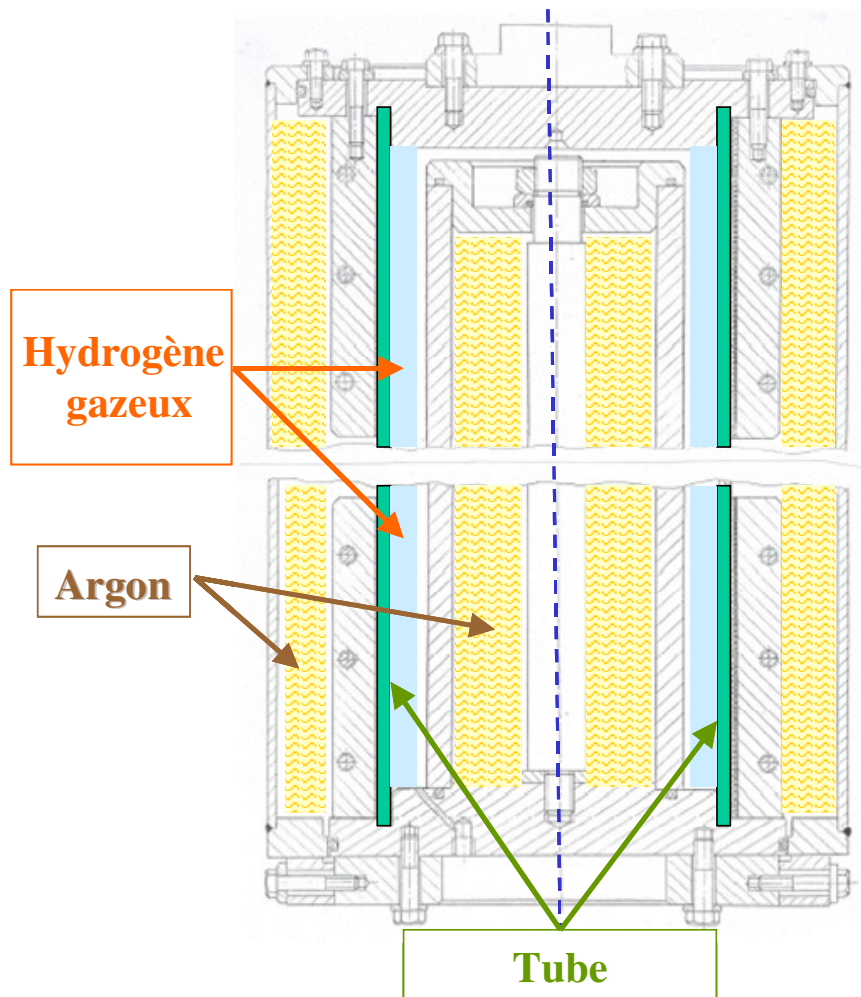


Figure II-34 : Schéma de l'installation.

L'hydrogène utilisé ne contient que peu d'oxygène, moins de 1ppm. L'essai débute par un maintien de la pression d'hydrogène à 20 bars, pendant 4 jours. Ceci permet à l'hydrogène d'être adsorbé puis absorbé sur la surface interne du tuyau. A la suite de quoi, une montée en pression est réalisée, figure II-35, jusqu'à éclatement du tuyau. Ces opérations sont entièrement automatisées, et l'évolution de la pression au cours de l'essai est enregistrée.

La référence de ces essais sera prise par rapport à un essai réalisé avec une pression de méthane.

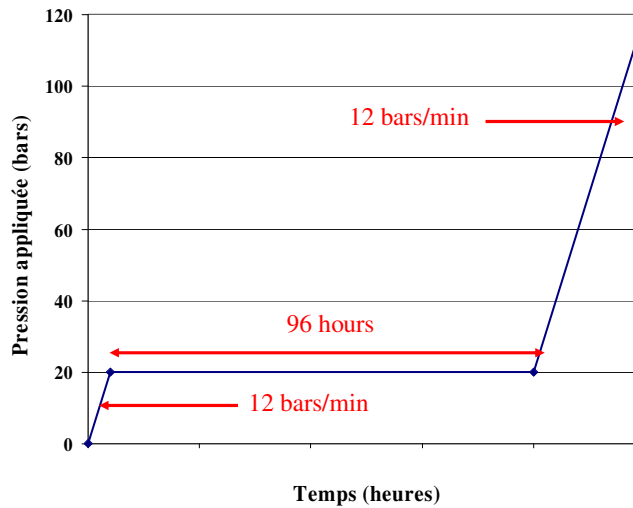


Figure II-35 : Cycle de monté en pression.

II-2-2] Résultats

Un premier essai, effectué sous une pression de méthane, montre, avec la géométrie imposée du défaut, l'absence d'éclatement pour une pression maximale de 150 bars. Cette pression est limitée par la capacité de la pompe de l'installation.

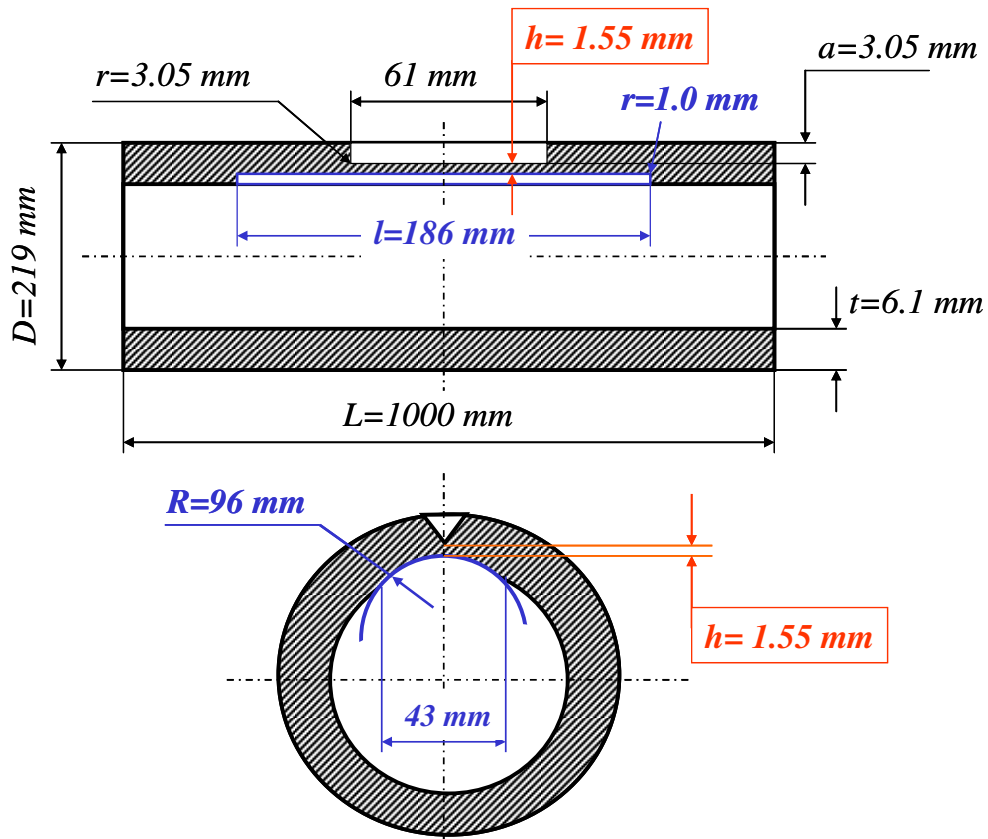


Figure II-36 : Géométrie du meulage interne.

Il a donc été décidé de modifier la géométrie du défaut, en affaiblissant la longueur du ligament sous l'entaille. Cette longueur est passée de 3,05mm à 1,55mm, soit une réduction de 1,5mm, obtenue par meulage sur une machine à commandes numériques, figure II-36.

Deux essais d'éclatement, sur ces tuyaux entaillés et meulés de $\varnothing 219\text{mm}$, sont réalisés, l'un sous une pression de méthane, essai dit de référence, et l'autre sous une pression d'hydrogène. Le cycle de montée en pression est identique dans les deux cas.

La pression de référence obtenue est de 118 bars. L'éclatement du tuyau, soumis à une pression d'hydrogène, est survenu à 122 bars, figure II-37. En tenant compte des conditions de réalisation des essais, il est possible de confirmer l'absence d'effet de l'hydrogène gazeux sur la pression d'éclatement d'un tuyau en acier API 5L X52.

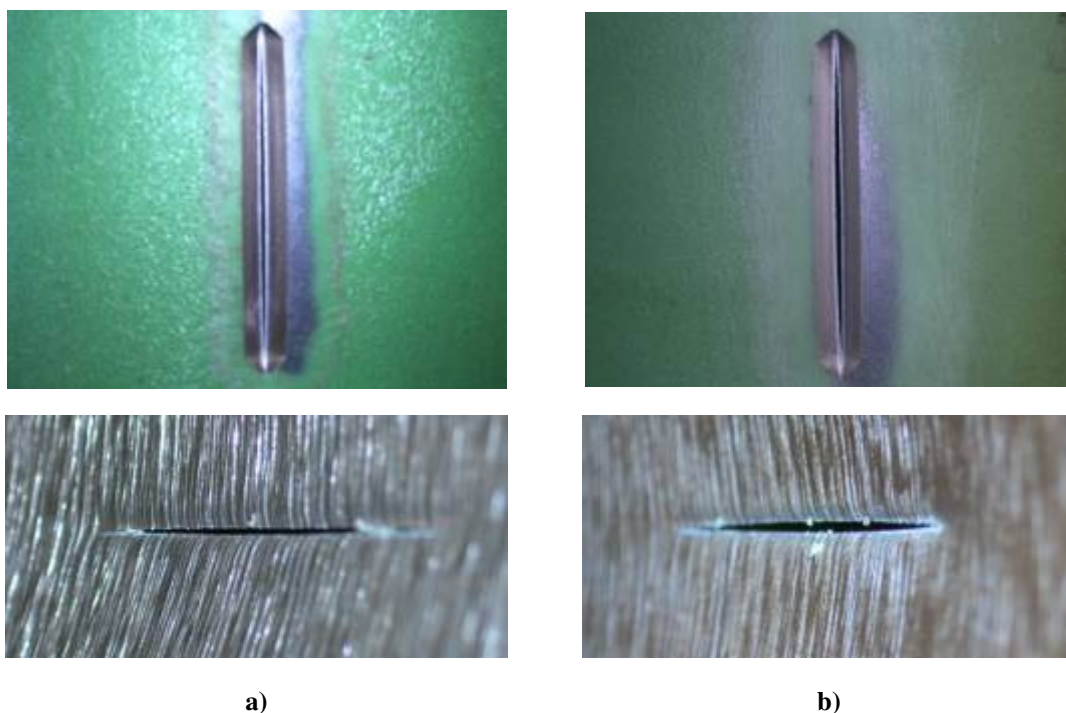


Figure II-37: Vues des surfaces internes et externes de l'entaille (acier API 5L X52).

(a) Essai sous méthane

(b) Essai sous hydrogène

Bien que les pressions d'éclatement soient similaires, nous avons procédé à une étude plus approfondie de l'entaille. La mesure de la déformation résiduelle, réalisée par palpage,

au niveau de l'entaille, ainsi que de l'ouverture de l'entaille, figure II-38 (a), montre une différence pour l'essai réalisé sous hydrogène. L'ouverture et la déformation sont, dans les deux cas, plus importantes, ce qui pourrait s'expliquer par un changement du mécanisme de rupture. Une analyse au MEB (Microscope Electronique à Balayage) sera nécessaire pour vérifier si ce mécanisme a bien été modifié.

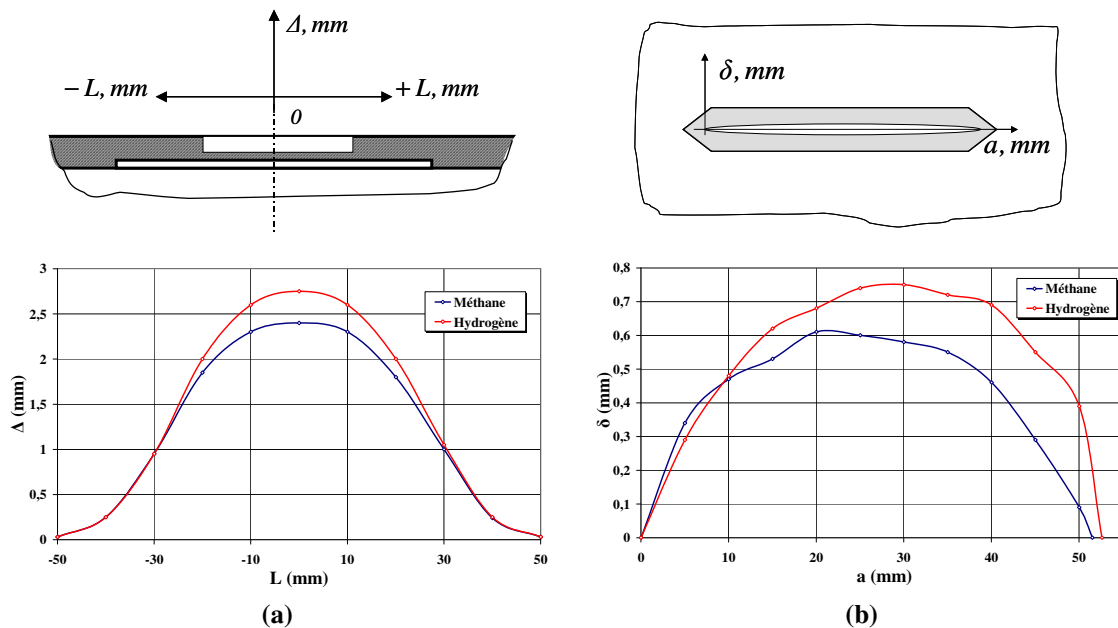


Figure II-38 : Comparaison de la déformation résiduelle (a), et de l'ouverture de l'entaille des tuyaux après éclatements sous méthane et hydrogène (b).

L'analyse au MEB détermine les zones de départ de la rupture, mais vérifie aussi si le faciès de rupture est modifié en présence d'hydrogène. L'analyse est concentrée sur les points suivant :

- Examen de la surface interne au bord de l'entaille rompue,
- Examen du ligament restant sous l'entaille, pour déterminer les zones de départ de la rupture,
- Examen des faciès de rupture, pour évaluer les modifications apportées par l'hydrogène.

Dans les deux cas, figure II-39, la surface interne, au bord de la zone de rupture, est constituée d'une multitude de fissures de surface. En les comparant, nous montrons que ces

fissures sont plus courtes et plus nombreuses, dans le cas du tuyau soumis à une pression d'hydrogène.

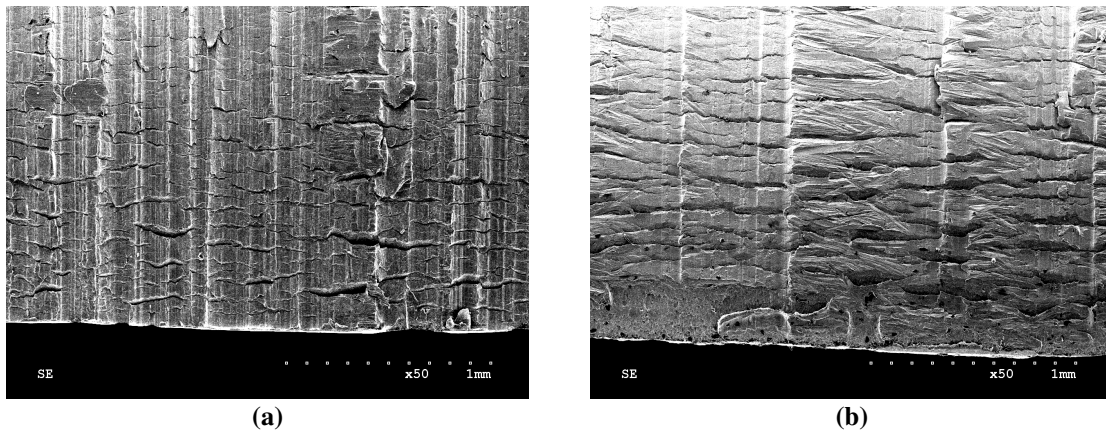


Figure II-39 : Surface interne au bord de la zone de rupture (acier API 5L X52).

(a) Essai sous hydrogène

(b) Essai sous méthane

L'examen du ligament sous l'entaille mécanique révèle, dans les deux cas, que la rupture est partie au centre de l'entaille. L'amorçage de la rupture est due à des microfissures amorcées à partir du fond de l'entaille, figure II-40.

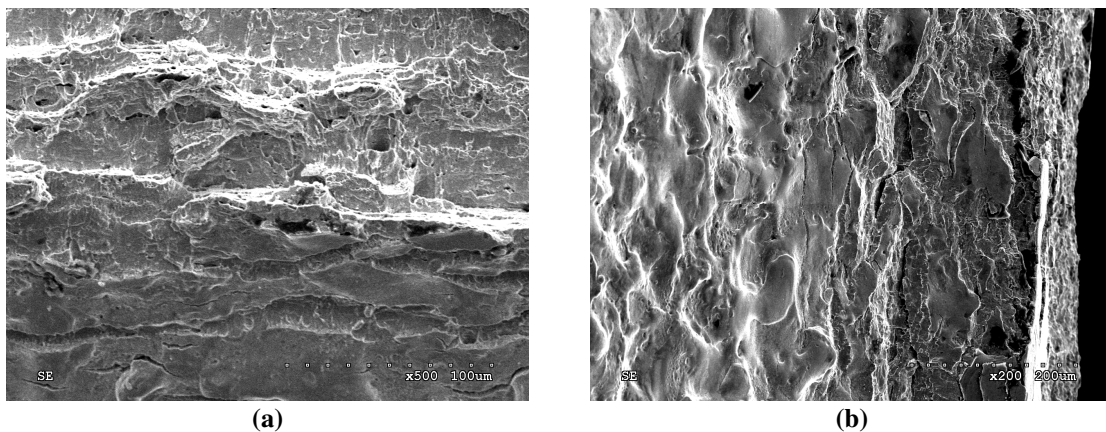


Figure II-40 : Microfissures source de l'amorçage de la rupture (acier API 5L X52).

(a) Essai sous hydrogène

(b) Essai sous méthane

En général, la surface de rupture est composée de deux parties. La première est formée par la croissance des microfissures s'amorçant du fond de l'entaille. La seconde, correspond à la rupture finale, régie par des mécanismes de cisaillement. Cette seconde

partie, figure II-41, est prédominante au niveau de la surface interne du tuyau, le long de l'entaille. Elle est similaire dans les deux cas considérés.

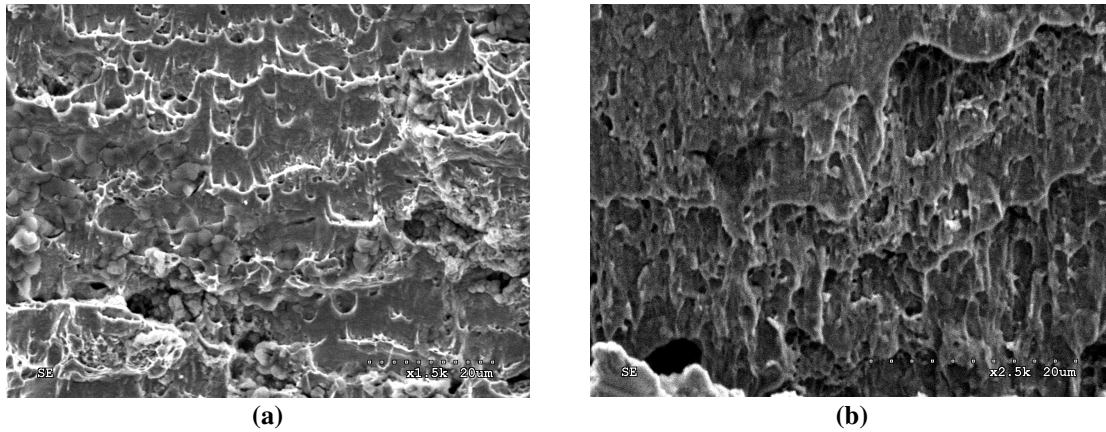


Figure II-41 : Faciès de rupture de l'intérieur du tuyau (acier API 5L X52).

(a) Essai sous hydrogène

(b) Essai sous méthane

On remarque une différence au niveau de l'amorçage de la rupture depuis le fond de l'entaille. En effet, pour l'essai sous pression de méthane, figure II-42, la formation de cratères est observé tout au long de l'entaille.

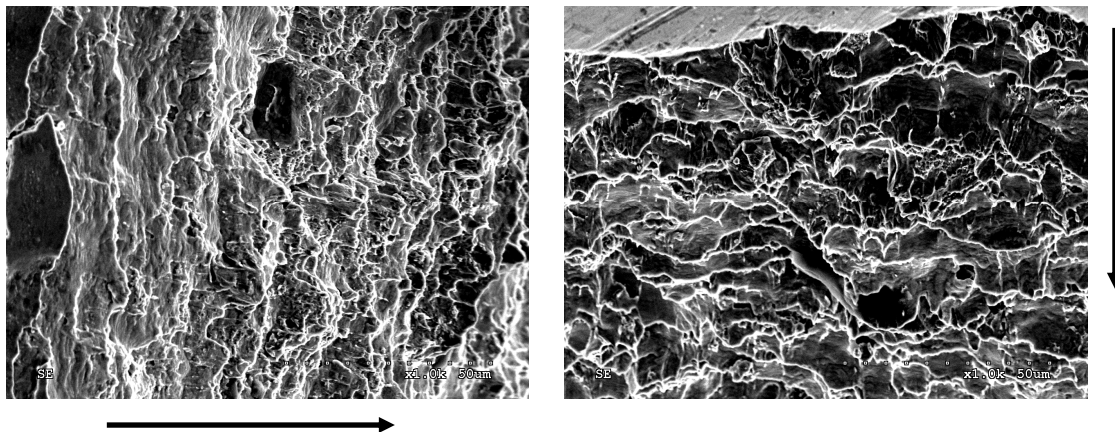


Figure II-42 : Faciès de rupture sous l'entaille, pour le test sous méthane (acier API 5L X52).

(les flèches représentent la direction de la rupture)

Pour le test sous hydrogène, figure II-43, on remarque une alternance de zones fragiles et ductiles, sur une distance d'environ 50µm à partir du fond de l'entaille, ensuite le faciès de rupture redevient identique à celui obtenu pour un essai d'éclatement sous méthane.

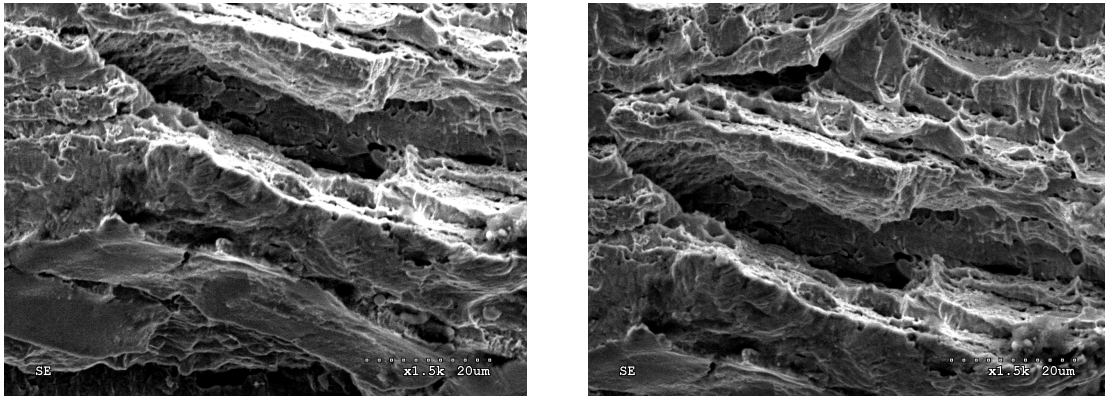


Figure II-43 : Faciès de rupture sous l'entaille pour le test sous hydrogène (acier API 5L X52).

A la suite de ces analyses, nous concluons sur le fait que la rupture, pour l'essai d'éclatement sous méthane, s'effectue suivant un mécanisme de bandes de cisaillement. En présence d'hydrogène, nous observons un mode de rupture mixte, avec des zones de rupture fragile et des zones de rupture ductile.

II-3] Ténacité

II-3-1] Eprouvettes utilisées

Nous avons mesuré la ténacité de ces deux tuyaux, de deux manières différentes. La première fait appel à un essai de rupture en flexion 3 points sur une éprouvette Tuile Romaine, et la seconde, plus normalisée, suit la norme Afnor qui permet d’obtenir la valeur du Facteur d’Intensité de Contraintes critique [1].

Ces deux types d’éprouvettes sont entaillées. Contenu des dimensions des deux tuyaux, les entailles ne seront pas dans la même direction. Les figures II-44 et II-45 permettent de comprendre comment ont été extraites ces deux éprouvettes.

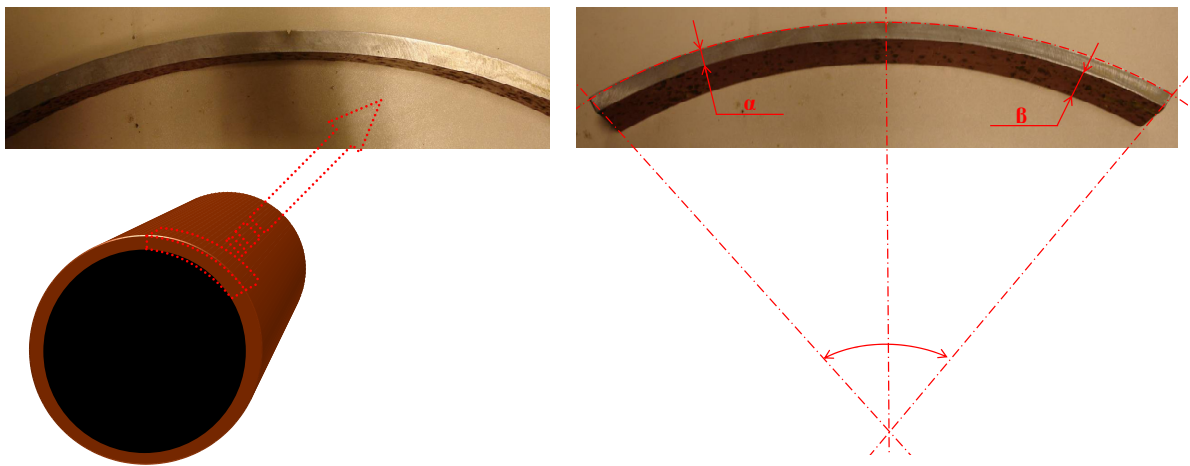


Figure II-44 : Epreuve Tuile Romaine (sens d’extraction et dimension).

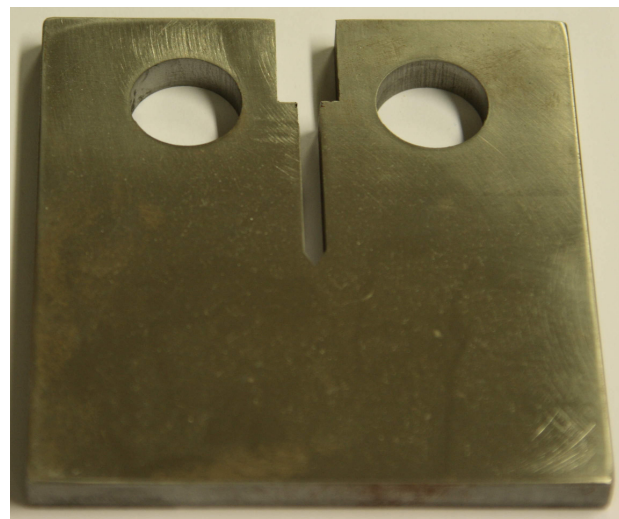
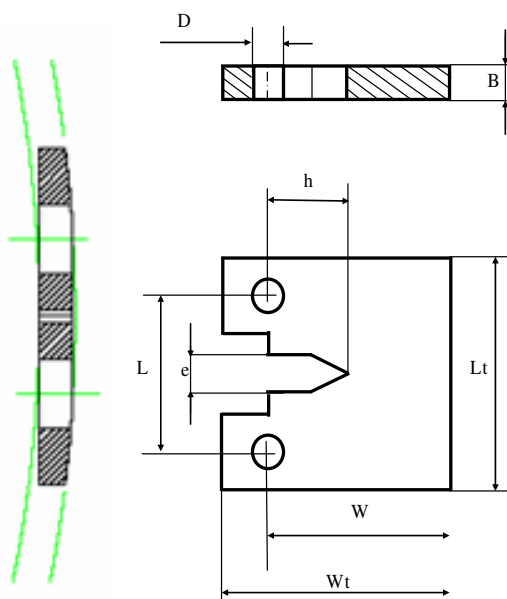


Figure II-45 :Epreuve CT (sens d’extraction et dimension).

Le tableau II-10 résume les dimensions de ces différentes éprouvettes, pour chacun des deux tuyaux.

	Eprouvettes tuyau Ø219	Eprouvettes tuyau Ø610
L_t	24	120
L	11	55
D	5	20
B	4	10
W	20	100
W_t	25	125
e	1,25	5
h	6	46
α	6,1	11
β	60	40
θ	160°	70°

Tableau II-10 : Dimensions des éprouvettes CT et TR.

Le chargement en hydrogène électrolytique est réalisé simultanément, sur deux éprouvettes, dans la cellule de chargement sous hydrogène électrolytique pour les essais statiques, paragraphe I-2-2, de ce chapitre. Comme pour les essais de chargement sur les éprouvettes de traction, seule une zone bien définie est exposée aux effets de l'hydrogène. Le restant de l'éprouvette est recouvert d'une peinture à base Epoxy.

La surface non recouverte de peinture, tout autour de l'entaille, sur les éprouvettes Tuile Romaine, est de 6 cm², et de 9 cm², respectivement pour le gros et le petit tuyau. Seules les éprouvettes CT, issues du gros tuyaux, sont testés sous hydrogène. La surface de chargement est de 16 cm². Différentes électrodes auxiliaires étant utilisées, il est important de veiller que la surface de l'électrode soit supérieure à la surface de la zone à charger.

La fissure sur les éprouvettes CT est amorcée à l'air et propagée sur une longueur de 10mm, sous une charge moyenne de 4125N, une amplitude de 3375N, et une fréquence de 15 Hz. Les éprouvettes Tuile Romaine ne sont pas fissurées, et la longueur du ligament restant sous l'entaille mécanique, est de 8,8 mm.

Les éprouvettes CT pré-fissurées sont alors chargées en hydrogène électrolytique. La vitesse de déplacement de la traverse de la machine 1341 est identique, pour l'éprouvette CT ou pour l'éprouvette TR, soit 0,02mm/s. Une trentaine de minutes sont donc nécessaires pour la réalisation de chaque essai.

L'acier API 5L X52, étant trop ductile, il n'était pas possible d'obtenir une valeur du Facteur d'Intensité de Contraintes critique K_{Ic} , paragraphe I-1-2 de ce même chapitre, ou du Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille critique $K_{\rho,c}$.

Nous avons donc décidé d'évaluer la valeur de la ténacité de cet acier non pas en fonction des charges critiques relevées, mais en fonction des charges permettant d'obtenir l'amorçage de la fissure, et ce en utilisant les données acoustiques enregistrées au cours des différents essais.

II-3-2] Facteur d'intensité de contrainte d'entaille à l'amorçage : $K_{\rho,i}$

L'obtention de la valeur du Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille à l'amorçage $K_{\rho,i}$, nécessite tout d'abord, la réalisation d'essais de rupture en flexion 3 points, sur des éprouvettes Tuiles Romaines. Ces essais permettent de déterminer la charge critique, charge permettant d'obtenir l'amorçage de la fissure au fond de l'entaille. La figure II-46 montre la détection de cet amorçage par émission acoustique.

Ces explications sont à généraliser, elles sont valables quelque soit la géométrie de la Tuile Romaine considérée, pour le gros ou le petit tuyau.

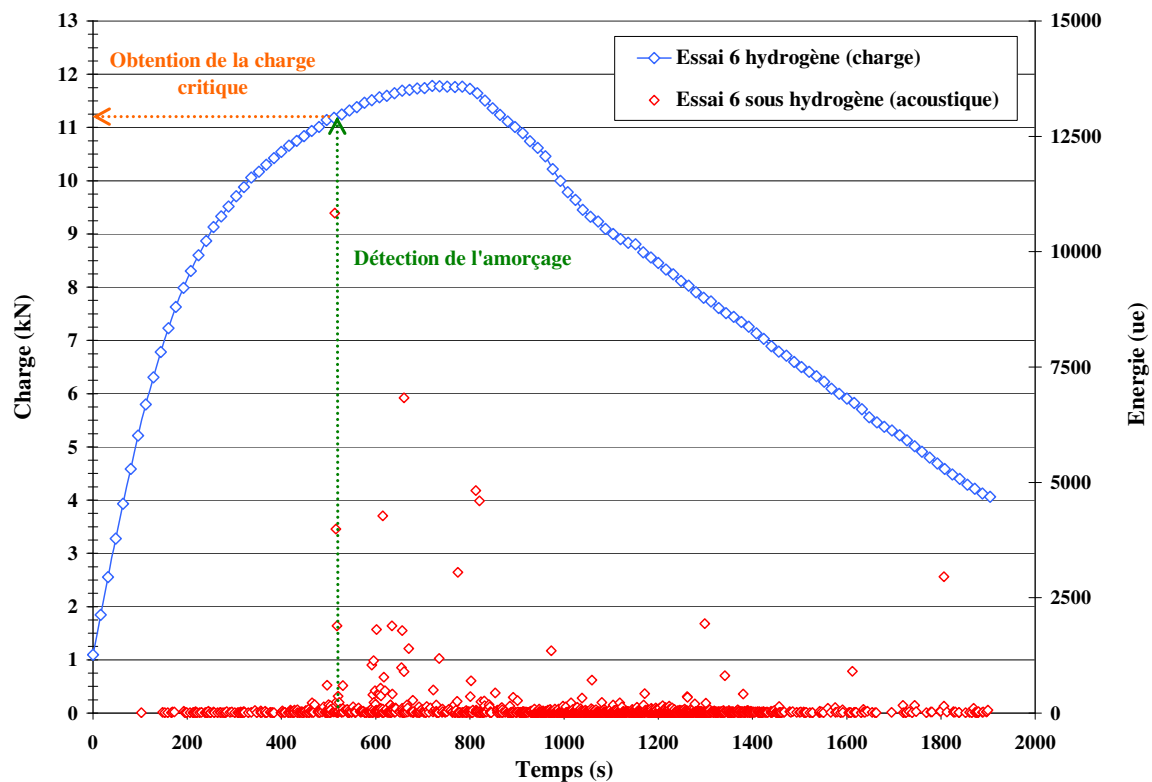


Figure II-46 : Détection de l'amorçage par émission acoustique (acier API 5L X52).

Une fois cette charge critique déterminée, nous pouvons l'introduire dans notre simulation en éléments finis.

La modélisation de l'essai de flexion 3 points, sur le logiciel d'éléments finis, MSC Marc 2005-r3, permet de calculer la répartition de la contrainte le long du ligament sous l'entaille, à la charge critique.

La modélisation est réalisée à l'aide d'éléments quadratiques plans, à 8 nœuds, figure II-47. Pour des raisons de symétrie évidentes, seule une moitié de l'éprouvette Tuile Romaine est modélisée, figure II-48. L'application de la charge se fait par chargement nodal. Le contact entre l'éprouvette et le cylindre est géré avec un coefficient de frottement de 0,2, l'éprouvette étant considérée comme un solide déformable, et le cylindre comme un solide indéformable.

Les calculs sont réalisés en élastoplasticité. La loi de comportement, définie au paragraphe I-1-2 de ce chapitre, est introduite dans le code de calculs.

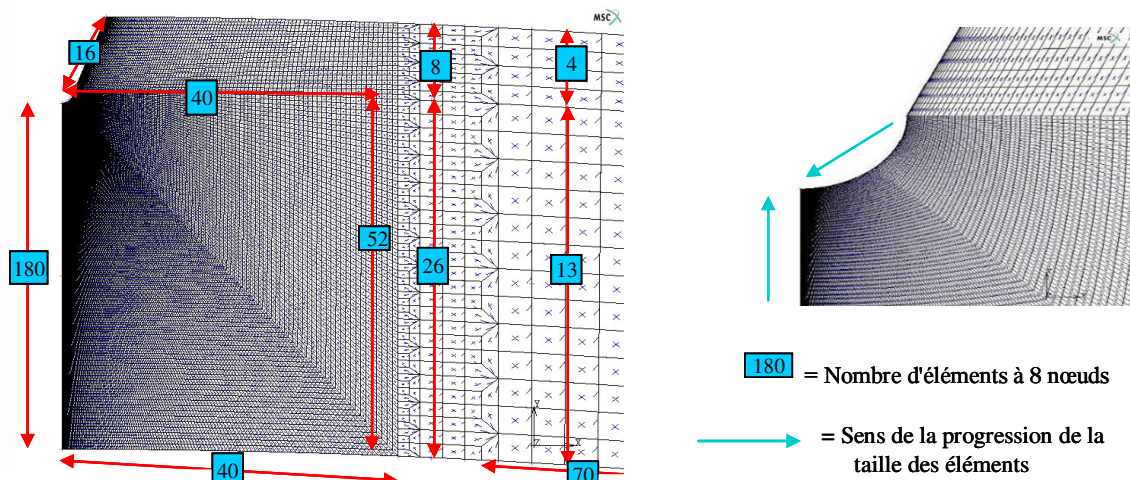


Figure II-47 : Maillage de l'éprouvette et de l'entaille.

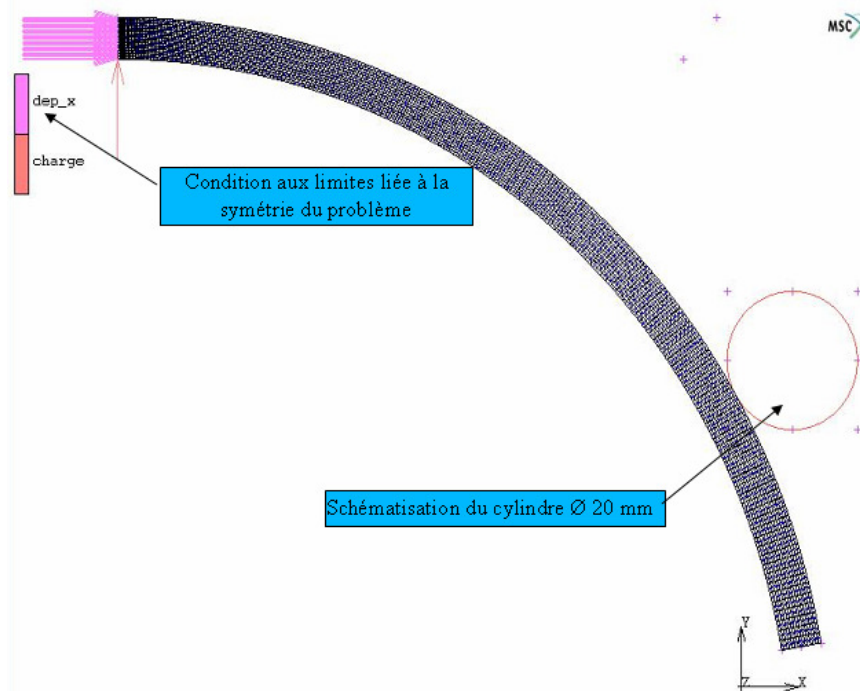


Figure II-48 : Conditions aux limites utilisées.

L'application de la méthode volumétrique, à cette distribution, donne la valeur de la distance effective, et de la contrainte effective, figure II-49, pour définir le Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille à l'amorçage, selon l'équation I-15 explicitée au chapitre I.

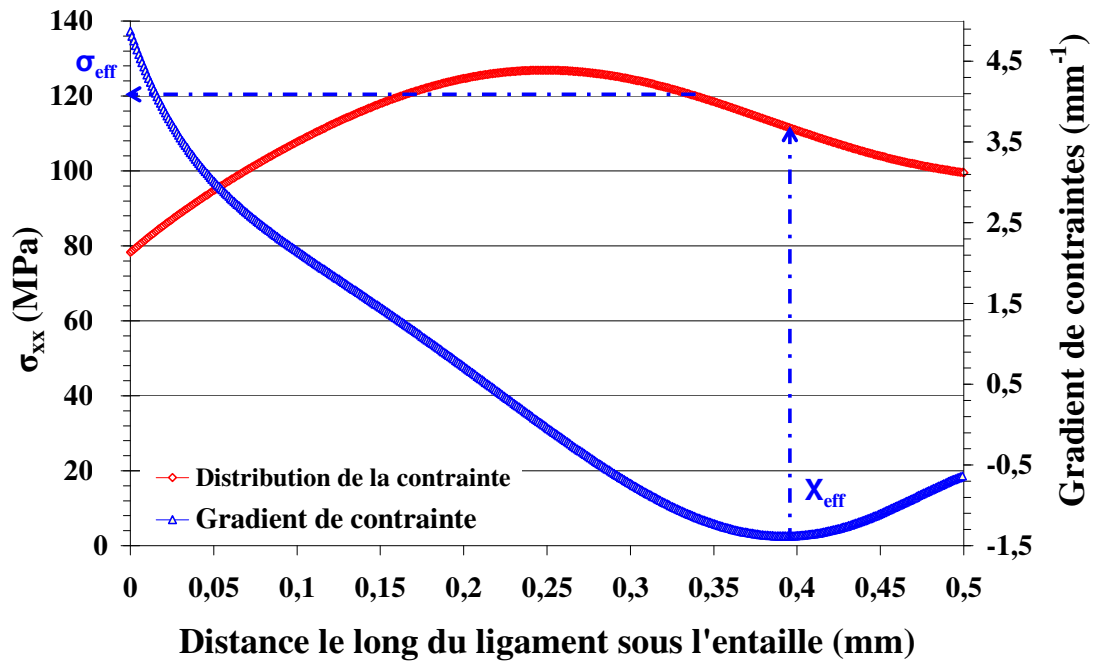


Figure II-49 : Distance et contrainte effective.

	$K_{p,i}$ (MPa \sqrt{m}) Eprouvettes tuyau Ø219	$K_{p,i}$ (MPa \sqrt{m}) Eprouvettes tuyau Ø610
1	58,41	69,77
2	57,22	62,99
3	57,22	70,53
4	58,41	69,08
5	57,22	65,45
6	56,20	70,53
7	56,86	79,12
8	56,86	66,51
9	57,05	xxx
10	57,22	xxx
11	56,63	xxx
Moyenne	57,21	69,25
Ecart type	0,67	4,81

Tableau II-11 : Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille à l'amorçage, pour l'acier API 5L

X52.

Le tableau II-11 résume l'ensemble des essais de références réalisés pour obtenir la valeur du Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille à l'amorçage à l'air ambiant. La valeur de ce facteur est de $69,25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour le diamètre 610mm, et de $57,21\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour le diamètre 219mm. La différence entre ces deux résultats est de l'ordre de 17%. Ce résultat s'explique par le fait que leurs compositions chimiques et leurs propriétés mécaniques ne sont pas identiques.

Comme la valeur du Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille à l'amorçage est plus faible pour le petit tuyau, nous utiliserons cette valeur dans l'analyse finale avec le Diagramme Intégrité Rupture. Ce qui permettra d'avoir un résultat plus conservatif.

Des essais similaires, mais avec des éprouvettes chargées en hydrogène électrolytique, vont permettre de conclure quant à l'influence de l'hydrogène sur cette propriété mécanique.

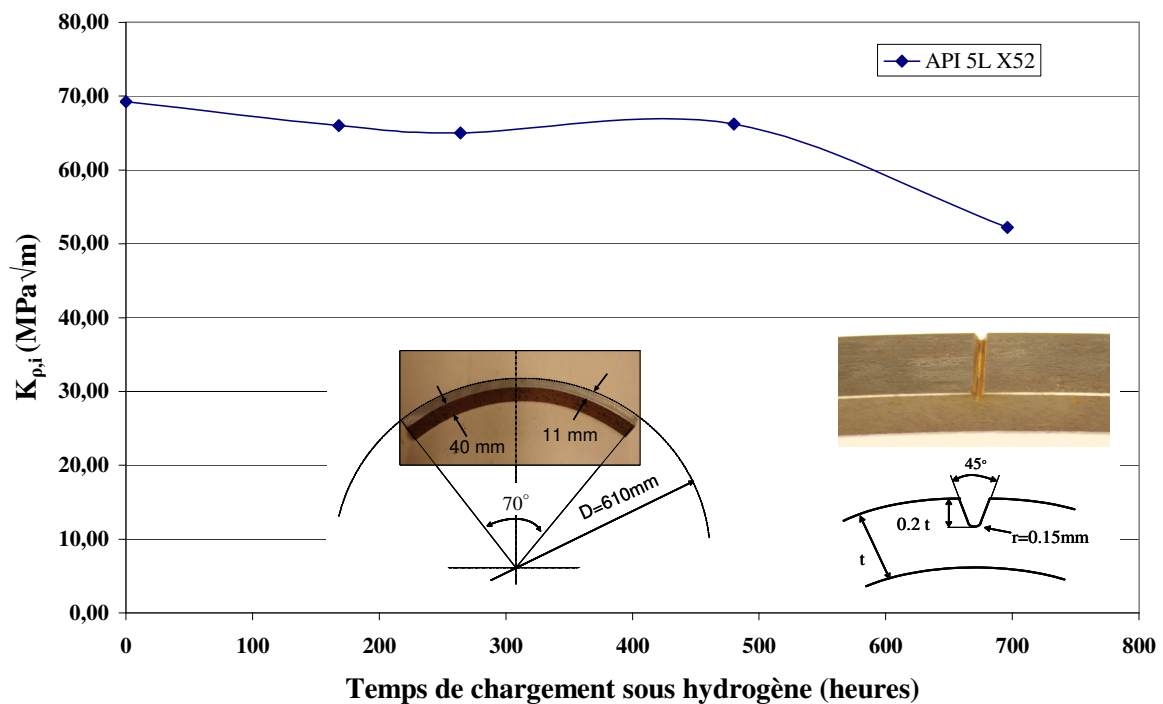


Figure II-50 : Evolution de la ténacité sous hydrogène, pour le tuyau Ø610mm.

La figure II-50 révèle clairement l'effet de l'hydrogène sur la ténacité du gros tuyau, exprimée en terme de Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille à l'amorçage. La ténacité passe de $69,25$ à $52,2\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, après un chargement sous hydrogène de 29 jours. Soit une diminution de 24%.

Nous montrerons plus tard qu'il n'est pas utile de charger un échantillon plus longtemps, la concentration d'hydrogène admissible par le matériau est saturée.

Deux autres essais, effectués sur le petit tuyau, confirment l'influence de l'hydrogène sur la ténacité de l'acier API 5L X52. En effet, pour le temps de chargement le plus important, on obtient une valeur de 41,78 MPa√m, tableau II-12. La ténacité décroît donc de 27%, et la tendance, par rapport aux essais effectués sur le tuyau de diamètre 610mm, est bien respectée.

	Temps de chargement (heures)	$K_{\rho,i}$ (MPa√m)
1	144,5	47,68
2	329	41,78

Tableau II-12 : Influence de l'hydrogène sur la ténacité du tuyau de diamètre 219mm.

II-3-3] Facteur d'Intensité de Contraintes à l'amorçage K_{II}

Le Facteur d'Intensité de Contraintes à l'amorçage est obtenu en utilisant des éprouvettes CT. Etant donné les dimensions du petit tuyau, faible diamètre pour une forte courbure, et les résultats que nous venons de présenter sur les éprouvettes Tuiles Romaines, nous nous sommes limités, dans ce paragraphe à l'étude des éprouvettes CT, issues du tuyau de diamètre 610mm.

Comme nous l'avons déjà vu précédemment, paragraphe II-3-1, une fissuration en fatigue sur 10mm, est réalisé avant l'essai de rupture. La rupture se faisant à 0,02mm/s, nous enregistrons la charge appliquée par le vérin de la machine hydraulique, l'activité acoustique, et l'ouverture des lèvres de l'entaille à l'aide du capteur d'ouverture, figure II-24.

La charge, qui donne naissance au début de la propagation stable de la fissure, est détectée par les deux capteurs acoustique, figure II-51. Cette charge permet de connaître la valeur de l'ouverture de l'entaille. En effectuant un retour élastique à partir de cette charge, nous séparons la partie élastique et la partie plastique relatives à cette ouverture.

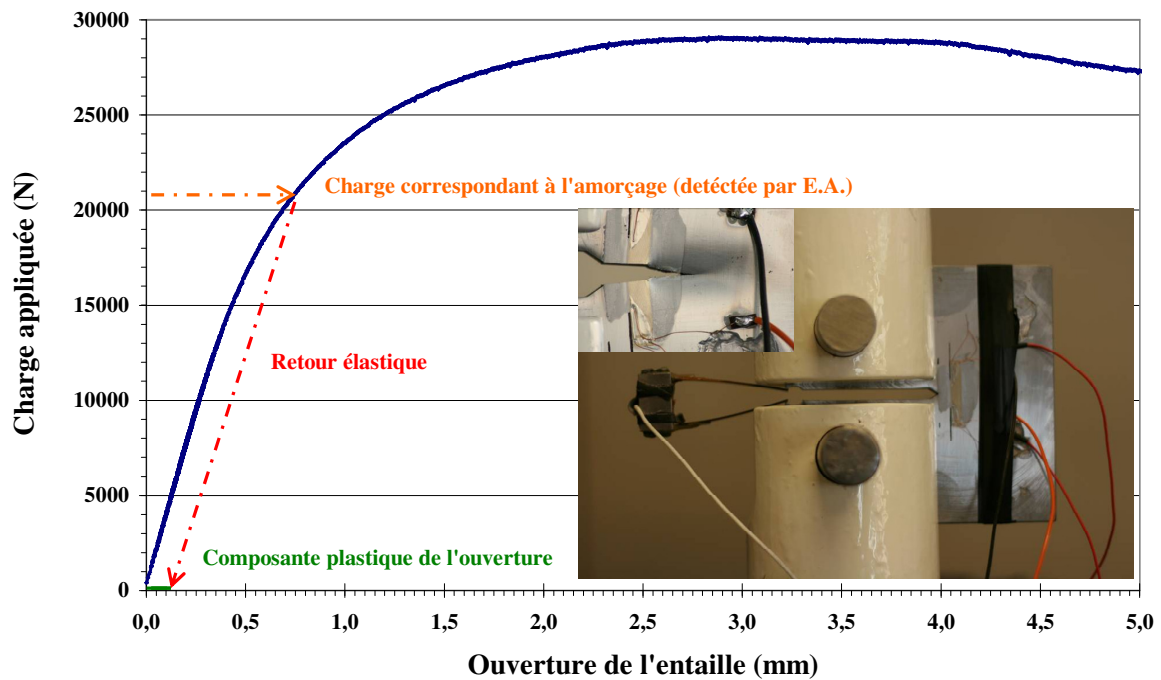


Figure II-51: Courbe charge-ouverture d'entaille d'une éprouvette CT (acier API 5L X52).

En appliquant les équations II-1 et II-2, issues de la norme Afnor A03-182 [2], il est possible d'obtenir la valeur du Facteur d'Intensité de Contraintes à l'amorçage et de l'écartement à fond de fissure à l'amorçage (CTOD) :

$$\delta_i = \frac{K_{li}^2 (1 - \nu^2)}{2R_{p0,2}} + \frac{0,4(W - a_0)}{(0,4W + 0,6a_0 + z)} \nu_p \quad (\text{II-1})$$

$$K_{li} = \frac{F_i}{BW^{1/2}} f_{(a_0/W)} \quad (\text{II-2})$$

Avec : F_i la charge à l'amorçage, B l'épaisseur de l'éprouvette, W la largeur utile de l'éprouvette, $f_{(a_0/W)}$ une fonction qui dépend du type d'éprouvette et de la longueur initiale de la fissure, δ_i la valeur de l'ouverture des lèvres de l'entaille à l'amorçage, K_{li} le Facteur d'Intensité de Contraintes à l'amorçage, ν le coefficient de Poisson, a_0 la longueur initiale du défaut (entaille mécanique + fissure de fatigue), ν_p la composante plastique de l'ouverture mesurée, et z la distance entre l'arête des couteaux et l'axe de chargement de l'éprouvette compacte.

Le tableau II-13 résume les essais réalisés sur les éprouvettes de référence et celles chargées en hydrogène. Un chargement électrolytique d'une semaine a été réalisé.

		$K_{I,i}$ (MPa \sqrt{m})	$K_{I,i,moyen}$ (MPa \sqrt{m})	Influence (%)	δ_i (mm)	$\delta_{i,moyen}$ (mm)	Influence (%)
Air	CT1	97,59	95,54	13,44	0,21	0,18	48,61
	CT2	93,49			0,14		
Hydrogène	CT1	85,55	82,69		0,10	0,09	
	CT2	79,84			0,08		

Tableau II-13 : Influence de l'hydrogène sur la ténacité (K_{II}) du tuyau de diamètre 610mm.

La diminution de la ténacité est réelle, de l'ordre de 13%, mais n'est pas aussi significative à travers les résultats relevés lors des essais réalisés sur les éprouvettes Tuiles Romaines. Ceci peut s'expliquer par le fait que dans ces deux types d'essais, la direction de l'entaille est différente. Comme nous l'avons vu lors du paragraphe I-1-2 dans ce chapitre, la structure micrographique et les propriétés mécaniques, diffèrent quelque peu, en fonction du sens, transversal ou longitudinal.

Par contre, l'effet est très net sur l'écartement critique à fond de fissure (δ_i), puisque nous relevons une diminution de 48,61%, après un chargement en hydrogène. Ceci tendrait à dire que l'hydrogène faciliterait l'amorçage de la propagation stable de la fissure. Les résultats des essais de fatigue nous permettront de conclure sur cet effet.

III] ESSAIS DE FATIGUE : INFLUENCE DE L'HYDROGENE SUR L'ACIER API 5L X52

III-1] Loi de propagation sur des éprouvettes CT normalisées

III-1-1] Réalisation de l'essai

Pour obtenir la valeur de la vitesse de propagation, nous utilisons des éprouvettes CT équipées de jauges de propagation, paragraphe II-3-1. Cette vitesse est mesurée pendant la phase de préfissuration des éprouvettes CT utilisées pour le calcul du Facteur d'Intensité de Contraintes à l'amorçage (cf. paragraphe II-3-3).

Les jauges sont collées, figure II-52, à 5mm après le fond de l'entaille, pour que la mesure puisse se faire dans la zone où la propagation de la fissure est stable.

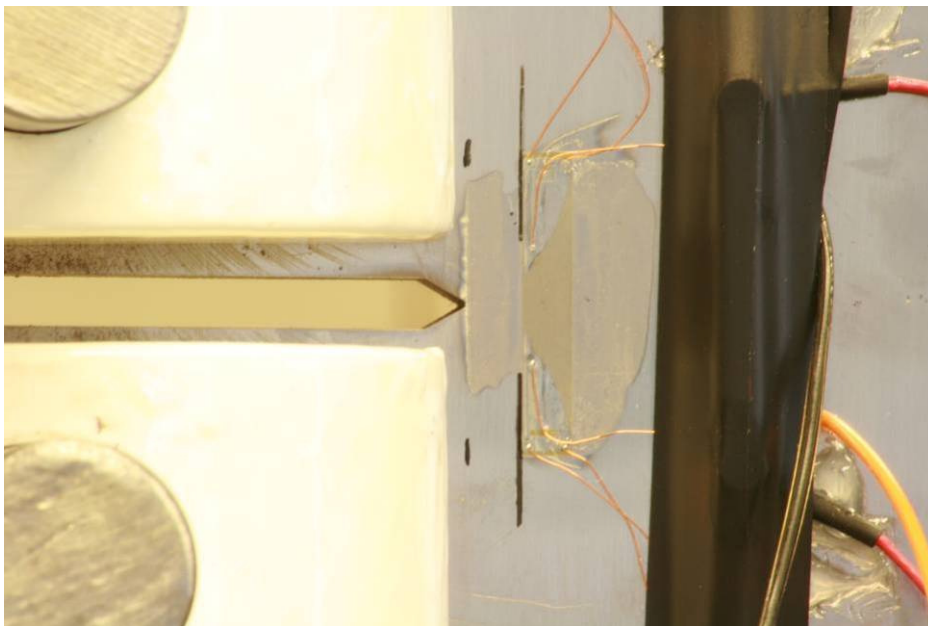


Figure II-52 : Epreuve CT équipée d'une jauge de propagation de fissure.

Ces essais obéissant aux directives données dans la norme Afnor A 03-404 [10]. Ils sont réalisés à amplitude de charge constante, c'est à dire que la variation du Facteur d'Intensité de Contraintes, ΔK , sera croissante. Le rapport de charge, fixé à 0,1, est donc maintenu constant tout au long de l'essai. La charge moyenne appliquée est de 4125N, avec une amplitude de $\pm 3375N$, et un de profil de signal sinusoïdal ayant une fréquence de 15Hz. La cellule de charge dynamique de capacité $\pm 10kN$ est utilisée.

III-1-2] Résultats

La vitesse de propagation de fissure, dans l'acier API 5L X52, est mesurée à l'aide d'éprouvettes CT, issues du tuyau de Ø610mm, pour permettre la réalisation d'une propagation de fissure stable sur 5mm, et ainsi avoir une courbe de propagation sur une plage plus importante. Deux essais, présentés dans la figure II-53, permettent d'obtenir la vitesse de fissuration à l'air.

Ces résultats, utilisés dans la première partie du chapitre III, permettront une qualification déterministe de la nocivité des défauts.

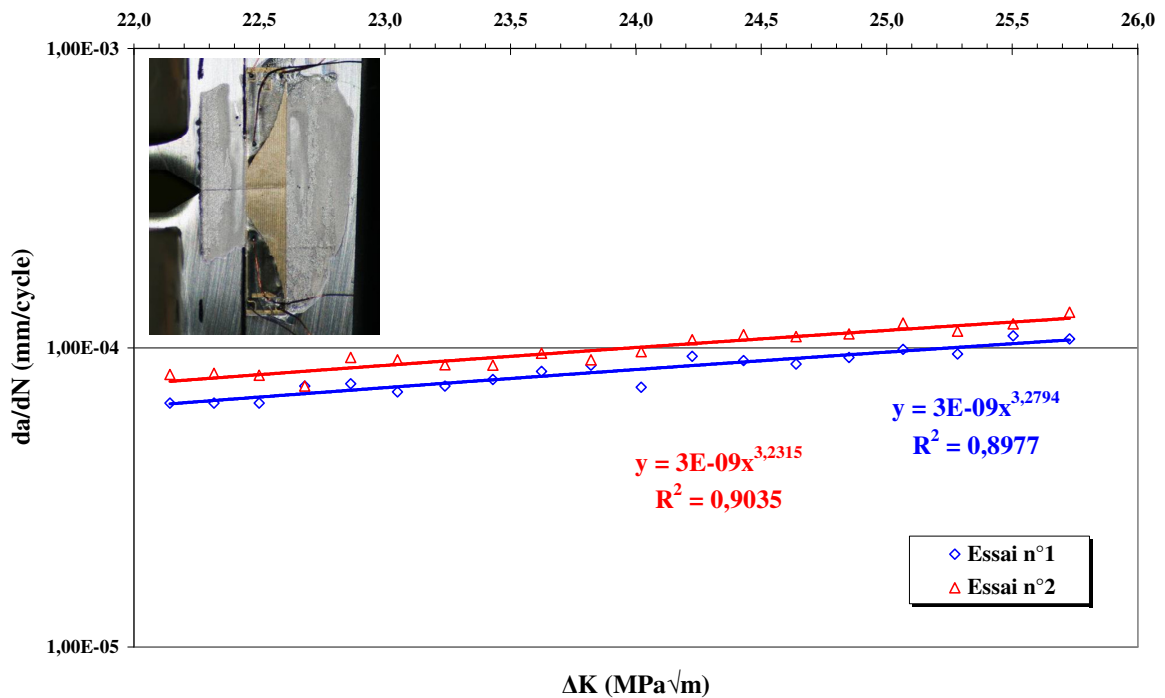


Figure II-53: Vitesse de propagation dans l'acier API 5L X52.

Le tableau II-14, résume les coefficients de la loi de Paris, équation I.31, obtenus pour ces essais de propagation. Ces valeurs sont proches, de ce que l'on peut trouver dans la littérature pour des aciers ferrito-perlitique proche de l'acier API 5L X52 [11].

	C	m
Essai 1	$2,52 \cdot 10^{-9}$	3,28
Essai 2	$3,47 \cdot 10^{-9}$	3,23
Moyenne	$2,99 \cdot 10^{-9}$	3,26
Littérature	$1 \cdot 10^{-10}$	3

Tableau II-14 : Paramètres de la loi de Paris.

L'obtention de la vitesse de fissuration sous hydrogène électrolytique est actuellement impossible. Cet essai, très ambitieux, s'est avéré beaucoup plus compliqué que prévu. Le fonctionnement de l'électrolyse est perturbé par la taille de la zone à charger et par la taille du montage, difficile à isoler électriquement. Une méthode, basée sur l'utilisation des capteurs d'émission acoustique, est en cours de validation.

III-2] Amorçage et tenue en fatigue

III-2-1] Déroulement de l'essai

Le but de ces essais est de montrer l'influence de l'hydrogène sur l'amorçage en fatigue à partir d'une entaille. Pour se faire, nous avons réalisé un certain nombre d'essais de fatigue, en flexion 3 points, sur des éprouvettes Tuile Romaine. La courbe de Wöhler, à l'air et sous hydrogène, est déterminée.

L'utilisation des capteurs d'émission acoustique, tout au long de ces essais, enrichit la courbe de Wöhler, traditionnellement donnée à la rupture, par une seconde courbe représentant l'amorçage de la fissure, à l'air et sous hydrogène.

Les éprouvettes sont sollicitées en fatigue selon un chargement sinusoïdal. Les fréquences des cycles sont comprises entre 1 et 2Hz pour les essais à l'air, et de 0,05Hz pour les essais sous hydrogène. A l'air, il est possible de changer la fréquence d'un essai à un autre, ce qui n'est pas le cas dans les autres milieux, notamment lors d'essai de corrosion [12].

Le rapport de charge est de 0,5. Cette valeur a été choisie en tenant compte des conditions en service. Selon des données internes de Gaz de France, la variation de

pression admissible est comprise entre 40 et 67,7 bars, soit un rapport de contrainte de 0,59. Mais la pression de service ne varie en général que de 10 bars.

Le choix de la fréquence, sous hydrogène, relève d'un compromis au sein des différents partenaires du contrat NaturalHy. Car l'hydrogène, comme tout phénomène de corrosion a besoin de temps pour pénétrer et affecter l'acier [13]. Il faut être sûr que l'amorçage ou la rupture ne soient pas dues exclusivement à la sollicitation mécanique de l'éprouvette. Mais il est impossible d'effectuer des essais trop long, surtout pour la réalisation d'une courbe de Wöhler, nécessitant plusieurs points pour être complète et fiable.

Pour des raisons de temps, seule une partie de la courbe de Wöhler sera étudiée. La partie de la courbe, qui s'approche de la limite d'endurance, n'est pas réalisable à la fréquence que nous utilisons pour les essais sous hydrogène, dans des temps raisonnables. Dans la partie de fatigue oligocyclique, l'effet des contraintes mécaniques est prépondérant à celui de la corrosion, il n'est donc pas intéressant de s'attarder sur cette partie de la courbe.

III-2-2] Résultats

La courbe de Wöhler en flexion 3 points est obtenue à partir d'essais de fatigue sur des éprouvettes Tuiles Romaines. Ces courbes, figure II-55, sont doubles, puisque l'utilisation des capteurs acoustiques permet de repérer l'amorçage de la fissure de fatigue, figure II-54.

Les points de la courbe de Wöhler sont lissés par une fonction puissance pour obtenir les coefficients de la loi de Basquin, donnée par l'équation II-3 :

$$\Delta\sigma = \sigma_f' (N_R)^b \quad (\text{II-3})$$

Avec σ_f' la résistance en fatigue, et b l'exposant de Basquin.

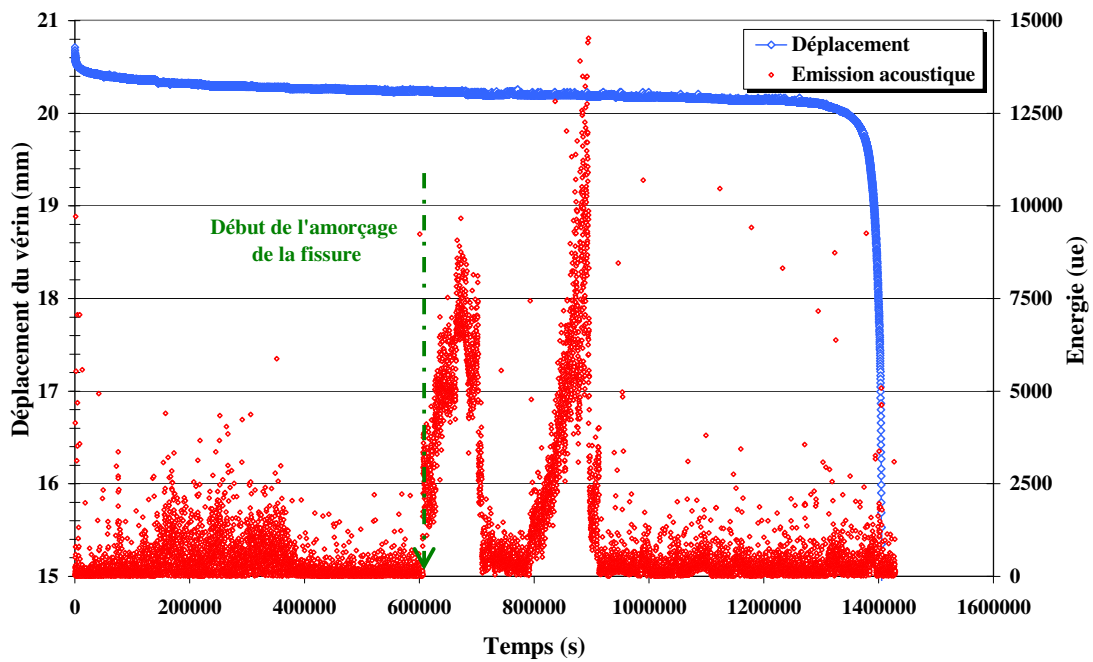


Figure II-54 : Détection de l'amorçage de la fissure de fatigue (essai 1 sous hydrogène).

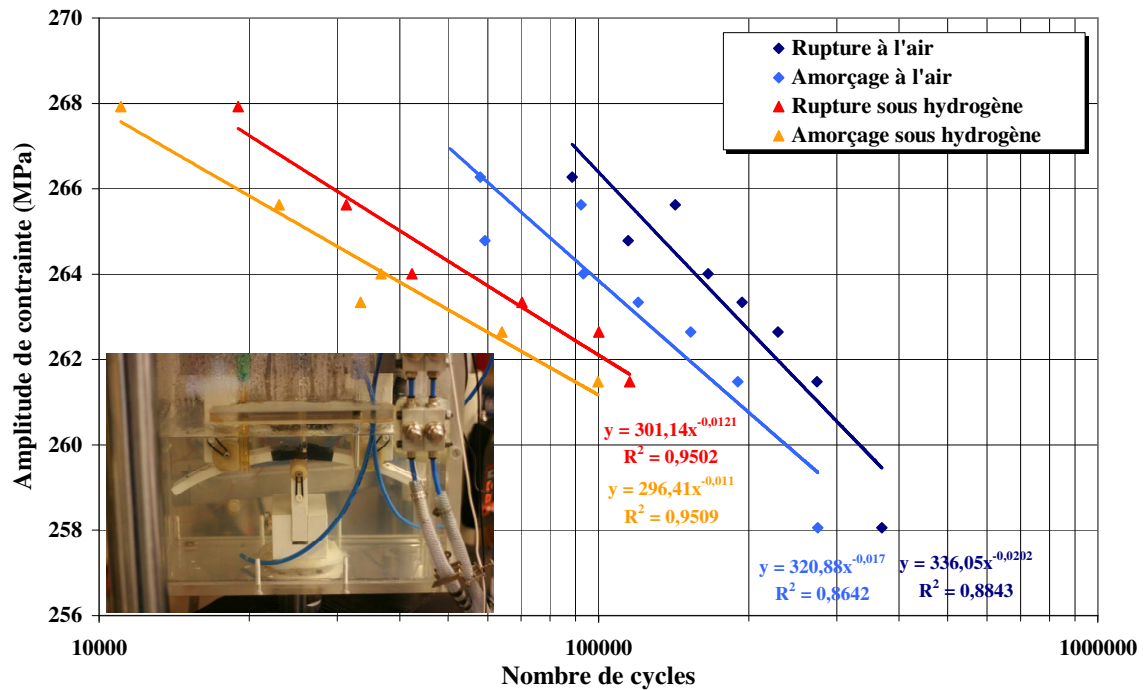


Figure II-55 : Courbes de Wöhler pour le tuyau Ø610mm (acier API 5L X52).

Le tableau II-15 résume les différentes valeurs des paramètres de la loi de Basquin dans chacune des configurations.

	Air		Hydrogène	
	Amorçage	Rupture	Amorçage	Rupture
Résistance à la fatigue (MPa)	320,88	336,05	296,41	301,14
Exposant de Basquin	-0,017	-0,020	-0,011	-0,012

Tableau II-15 : Valeurs des paramètres de la loi de Basquin (tuyau Ø610mm).

La comparaison des courbes de Wöhler à l'amorçage, figure II-55, montre déjà un premier effet de l'hydrogène. Lors des essais de référence à l'air, nous remarquons que l'amorçage de la fissure représente en moyenne 62% de la durée de vie totale, alors que sous hydrogène, elle correspond toujours, en moyenne, à 78%. Cet effet est très important, il met en évidence le fait qu'il faudra détecter très rapidement les amorçages de fissures, lors des campagnes de vérification des canalisations. Une fois la fissure amorcée, le temps de propagation jusqu'à la rupture est beaucoup plus court que pour une fissure à l'air.

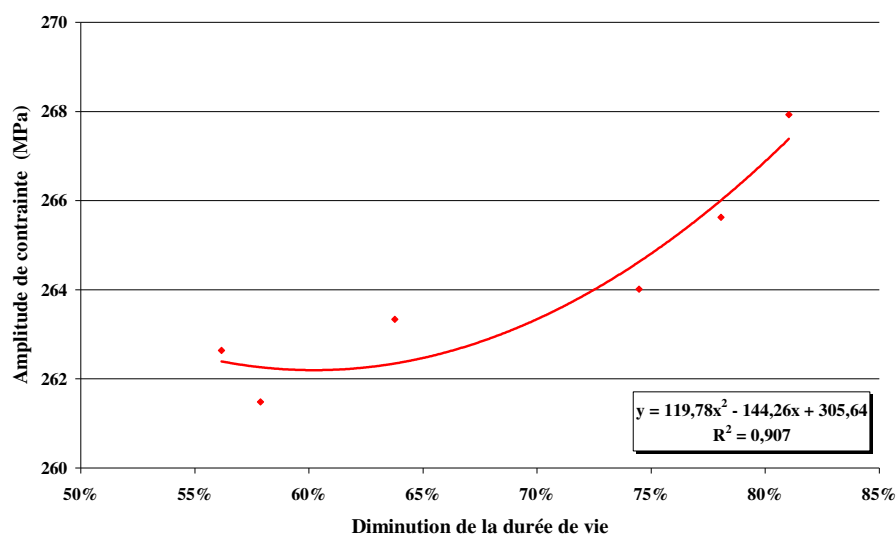


Figure II-56: Influence de l'hydrogène sur la durée de vie en fatigue (acier API 5L X52).

La figure II-56 montre clairement le second effet de l'hydrogène sur la tenue en fatigue de notre acier. A un niveau de contrainte le plus élevé, on relève une diminution de 81% de la durée de vie en fatigue. La diminution moyenne, sur l'ensemble de nos essais, est de l'ordre de 68%.

Pour confirmer ces résultats, nous avons pratiqué une autre série d'essais, sur le second tuyau, Ø 219mm, mais sans utiliser la détection de l'amorçage par émission acoustique.

La remarque notée précédemment, pour les essais réalisés sur le tuyau de Ø610mm, est donc validée par cette seconde série de tests. La diminution de la durée de vie oscille, en fonction du niveau de contrainte appliqué, entre 43 et 78%, figure II-57. Ce qui donne une diminution moyenne, pour ces essais réalisés sur des Tuiles Romaines issues du tuyau de Ø219mm, de 66%. L'hydrogène a donc un effet néfaste sur la tenue en fatigue de l'acier API 5L X52.

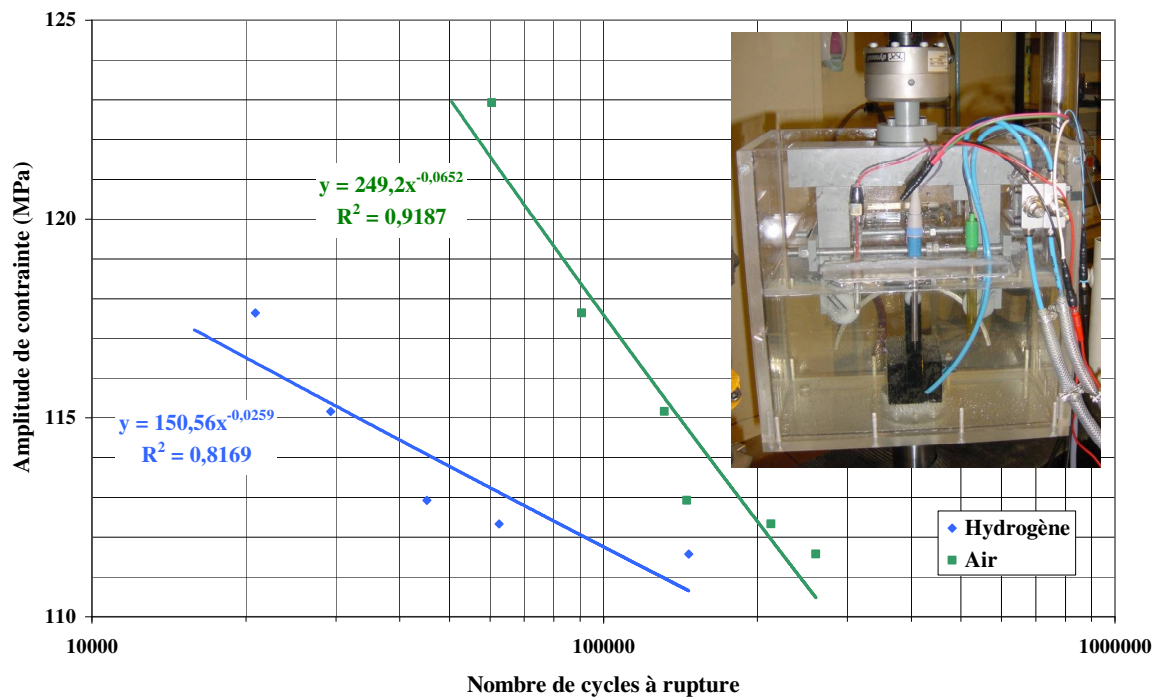


Figure II-57: Courbes de Wöhler pour le tuyau Ø219mm (acier API 5L X52).

IV] MODELISATION D'UN TUYAU ENTAILLE SOUMIS A UNE PRESSION INTERNE

La construction de notre Diagramme Intégrité Rupture Modifié, nécessite la connaissance du Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille relatif au tube entaillé. Ce facteur est déterminé en utilisant la Méthode Volumétrique. Il est donc nécessaire de connaître la répartition de la contrainte circonférentielle sous l'entaille. Nous avons donc eu recours à un modèle éléments finis.

IV-1] Modélisation Eléments Finis du tuyau

Une modélisation en Eléments Finis est utilisée pour décrire l'évolution des contraintes circonférentielles, d'un tuyau entaillé soumis à une pression interne de fonctionnement. La géométrie de l'entaille et du tuyau sont définies à l'aide d'un logiciel de conception CAO, Pro/Engineer WildFire 2.0. Le tuyau est ensuite maillé sur un logiciel dédié à cette tâche, Hypermesh 8.0. La géométrie et le maillage sont ensuite introduites dans le code de calcul MSC Marc 2005-r3.

La figure II-59 précise les dimensions de l'entaille réalisée dans le tuyau. L'entaille est similaire à celle réalisée sur les tuyaux utilisés dans les essais d'éclatement sous pression. Le tuyau sera soumis à une pression de 70 bars, ce qui correspond à la pression moyenne en service (environ 70% du réseau européen [14]).

La modélisation en élasto-plasticité est réalisée sur un quart de tuyau, pour des raisons de symétrie. Un maillage structuré en éléments quadratiques à 8 nœuds est utilisé. La loi de comportement de notre acier, obtenue par des essais de traction, est intégrée dans le code.

La figure II-58 récapitule les conditions aux limites utilisées :

- Blocage en translation suivant l'axe \vec{x} des nœuds situés dans l'épaisseur de la longueur du tuyau (flèches mauves),
- Blocage en translation suivant l'axe \vec{y} des nœuds situés dans l'épaisseur de la longueur du tuyau, côté entaille (flèches vertes),

- Blocage en translation suivant l'axe \vec{z} des nœuds situés dans l'épaisseur de la circonférence du tuyau, côté entaille (flèches jaunes),
- Blocage en translation suivant les axes \vec{x} , \vec{y} , et \vec{z} des nœuds situés dans l'épaisseur de la circonférence du tuyau (flèches roses),
- Une pression est appliquée sur la surface interne du tuyau.

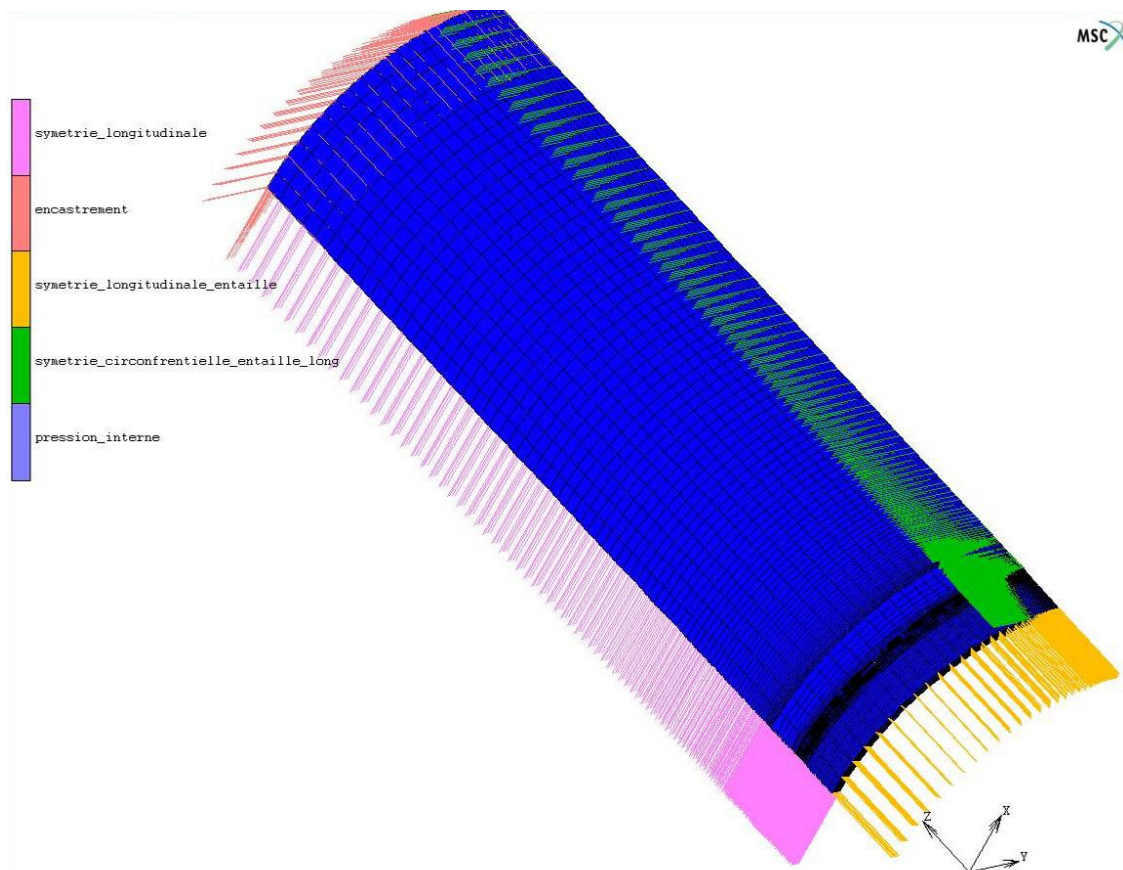


Figure II-58 : Conditions aux limites de la modélisation.

Cette simulation servira de comparaison avec les résultats expérimentaux, et donnera les informations nécessaires à l'utilisation du Diagramme Intégrité Rupture Modifié, notamment, la valeur de la contrainte effective, la distance effective, la contrainte circonférentielle et le Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille.

Remarque : la modélisation ne concerne que le tuyau de diamètre 219mm.

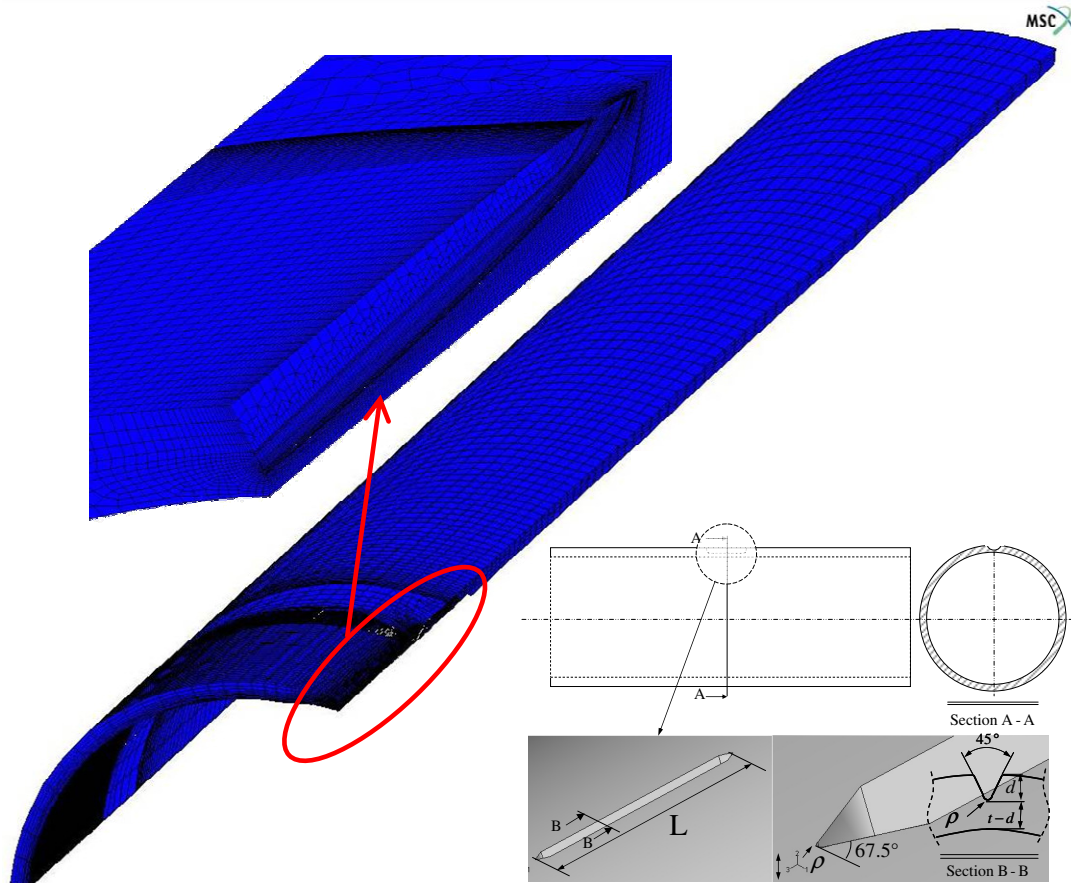


Figure II-59 : Maillage du tuyau et géométrie de l'entaille.

($t = 6,1\text{mm}$, $d = t/2$, $d/L=0,1$, $\rho = 0,15\text{mm}$)

IV-2] Calcul des contraintes équivalentes pour un tuyau entaillé soumis à une pression interne

La figure II-60 représente l'évolution de la contrainte circonférentielle le long du ligament sous l'entaille mécanique, pour une pression de service de 70 bars. L'application de la Méthode Volumétrique à cette distribution de contrainte permet de connaître la valeur de la distance effective et de la contrainte effective. Le Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille s'obtient alors par application de la relation II.4 :

$$K_{\rho} = \sigma_{eff} \sqrt{2\pi X_{eff}} \quad (\text{II-4})$$

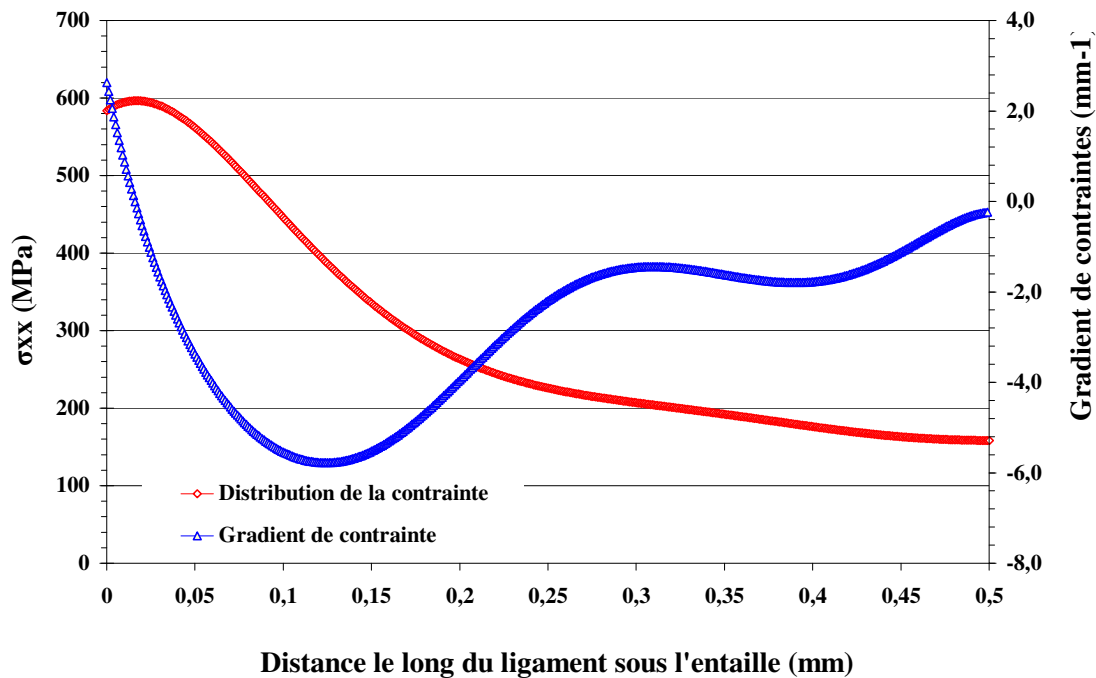


Figure II-60 : Distribution et gradient de contrainte au niveau du ligament sous l'entaille
($P_{interne} = 70$ bars).

Le tableau II-16 résume les différentes valeurs obtenues à l'aide de cette modélisation. Ces données seront utilisées dans le prochain chapitre, lors de l'utilisation du Diagramme Intégrité Rupture Modifié, pour obtenir les valeurs des coefficients de sécurité et de sûreté.

σ_{eff} (MPa)	X_{eff} (mm)	K_p (MPa \sqrt{m})
520,3	0,125	14,6

Tableau II-16 : Récapitulatifs des grandeurs obtenues à la suite de la modélisation en EF.

La figure II-61 représente l'évolution de la contrainte circonférentielle le long du ligament sous l'entaille, en fonction de la pression appliquée. La rupture du tuyau à 120 bars, lors des essais d'éclatement permet de déterminer la distance du ligament nécessaire à la plastification pour obtenir la rupture par éclatement, 0,32mm, ce qui correspond au tiers de l'épaisseur du ligament.

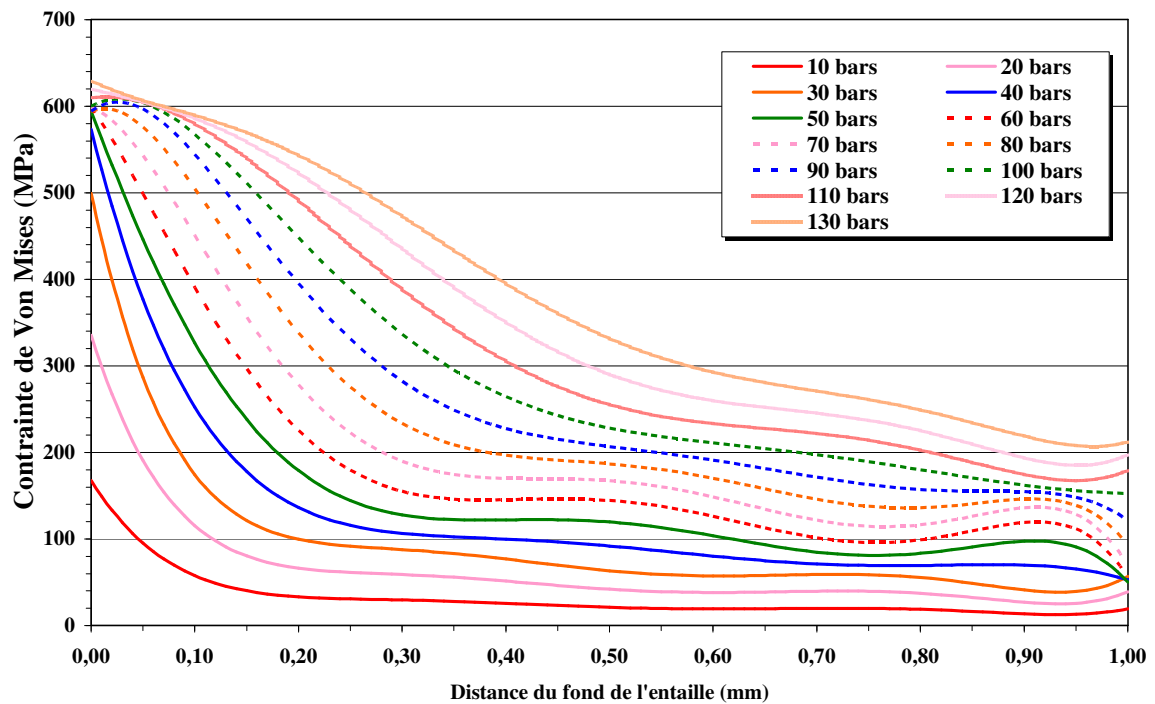


Figure II-61 : Evolution de la contrainte circonférentielle en fonction de la pression appliquée (acier API 5L X52).

Le fond de l'entaille commence à se plastifier vers 30 bars, puisque la contrainte est déjà supérieure à la limite d'élasticité du matériau (431 MPa à l'air). Sous la pression qui a engendrée l'éclatement lors des essais, 120 bars, nous remarquons qu'un tiers du ligament sous l'entaille est plastifié.

V] CONCLUSION PARTIELLE

Un des premiers effets, de l'hydrogène sur l'acier API 5L X52, est de réduire de manière significative, environ 30%, sa déformation à rupture, sans modifier son comportement élastique, la limite d'élasticité reste inchangée, et sans modifier sa résistance ultime. Ces remarques sont généralisables quelque soit le sens du tuyau : longitudinal ou transversal.

Une seconde série d'essais a mis en exergue, que la ténacité à l'amorçage, aussi bien en terme de Facteur d'Intensité de Contraintes, K_{II} , ou de Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille $K_{p,i}$, était sensible à l'hydrogène. Une diminution de 25%, dans le pire des cas est relevée. Au niveau de l'écartement à fond de fissure, l'hydrogène engendre une diminution de 48%. C'est l'aspect le plus important puisqu'il indique que l'hydrogène tendrait à faciliter l'amorçage et la propagation des fissures.

Les essais de fatigue, permettent de vérifier cette hypothèse, puisque la tenue en fatigue est réduite, en moyenne de 68%. De plus, sous hydrogène, 78% de la durée de vie de l'acier se passe en amorçage contre 62% à l'air. Ce qui tend à montrer l'importance de la détection des fissures, puisqu'une fois la fissure amorcée, elle se propage beaucoup plus rapidement jusqu'à la rupture finale.

Enfin, les essais d'éclatement statique confirme les résultats obtenus sur les éprouvettes de traction chargées en hydrogène. L'hydrogène n'affecte que très peu l'acier en sollicitation statique, même si nous remarquons un faible changement au niveau des mécanismes de rupture.

Toutes ces conclusions et résultats sont repris dans le chapitre III, pour renseigner le Diagramme Intégrité Rupture Modifié, et permettre ainsi de quantifier l'impact qu'aurait l'utilisation d'hydrogène dans les conduites de gaz du réseau de transport et de distribution Européen.

Références bibliographiques du chapitre II :

- [1] NF A 03-180, “Détermination du facteur d’intensité de contrainte critique des aciers”, Afnor, (1981)
- [2] NF A 03-182, “Détermination de l’écartement à fond de fissure (CTOD)”, Afnor, (1987)
- [3] VISHAY, Strain Gages and Sensor for Test & Measurement, Crack propagation, <http://www.vishay.com/docs/11521/crackpro.pdf>
- [4] NATURALHY, “Preparing for the Hydrogen Economy by using the Existing Natural Gas System as a Catalyst”, Project Contract n° SES6/CT/2004/502661, (2004)
- [5] Décret no 99-1046 du 13 décembre 1999 relatif aux équipements sous pression, Modifié par les décrets n° 2003-1249 du 22 décembre 2003 et 2003-1264 du 23 décembre 2003
- [6] A. BRASS, J. CHENE, L. COUDREUSE, “Fragilisation des aciers par l’hydrogène : étude et prévention”, Les Techniques de l’Ingénieurs, M175, (2000)
- [7] J.L. CROLET, G. BERANGER, “Corrosion en milieu aqueux des métaux et alliages”, Les Techniques de l’Ingénieurs, M150, (1998)
- [8] P. MORALES-GIL et al., “Corrosion inhibition of pipeline steel grade API 5L X52 immersed in a 1 M H₂SO₄ aqueous solution using heterocyclic organic molecules”, *Electrochimica Acta* 49, pp. 4733–4741 (2004)
- [9] NF A 03-001, NF EN 10002-1, “Essai de traction”, Partie 1 : Méthode d’essai (à la température ambiante), Afnor (1990)
- [10] A 03-404, “Pratique des essais de vitesse de propagation de fissure en fatigue”, Afnor (1991)
- [11] P.G. FAZZINI, J.C. BELMONTE, M.D. CHAPETTI, J.L. OTEGUI, “Fatigue assessment of a double submerged arc welded gas pipeline”, *International Journal of Fatigue* 29, pp 1115-1124 (2007)
- [12] Y. ZHONGPING, J. ZHAOHUA, S. XUETONG, X. SHIGANG, W. ZHENDONG, “Influence of the frequency on the structure and corrosion resistance of ceramic coatings on Ti–6Al–4V alloy produced by micro-plasma oxidation”, *Materials Chemistry and Physics* 92, pp 408–412, (2005)

- [13] International Standard ISO 7539-9, “Corrosion of metals and alloys – Stress corrosion testing”, Part 9 : Preparation and use of pre-cracked specimens for tests under rising load or rising displacement, (2003)
- [14] 6th Report of the European Gas Pipeline Incident Data Group, 1970-2004, (2005)

CHAPITRE III

Nocivité des défauts et **perspectives d'avenir**

I] QUALIFICATION DETERMINISTE DE LA NOCIVITE DES DEFAUTS

I-1] Défaut non évolutant

I-1-1] Définition de ce type de défaut

Rappelons tout d'abord, que chaque point de fonctionnement, se définit, dans le Diagramme Intégrité Rupture Modifié, par un couple de coordonnées, S_r et $K_{\rho,r}$. S_r étant le rapport entre la contrainte circonférentielle ($\sigma_{\theta\theta}$) et la limite d'écoulement conventionnelle (σ_0), et $K_{\rho,r}$ étant le rapport, entre le Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille appliqué ($K_{\rho,app}$) et le Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille critique ($K_{\rho,c}$).

On peut qualifier un défaut de non évolutant, tout défaut dont la géométrie ou les efforts qu'il subit, ne sont pas suffisant pour le faire propager. Dans la partie II-7, du chapitre I, on a défini un seuil en deça duquel la propagation ne se fera pas.

Le Diagramme Intégrité Rupture Modifié, décrit au chapitre I, peut être utilisé pour classer le niveau de dangerosité des défauts rencontrés. Le point de fonctionnement du DIRM est défini par deux paramètres, $K_{\rho,r}$ et S_r .

Par définition, le rapport S_r est indépendant de la géométrie du défaut, puisqu'il ne tient compte que de la contrainte appliquée et de la limite conventionnelle d'écoulement. La connaissance de la valeur du seuil de fissuration permet alors d'obtenir le Facteur d'Intensité de Contraintes à la limite de la propagation, et donc de déterminer le point de fonctionnement correspondant à cet état. Il est alors possible de définir une zone dans laquelle la fissure ne pourra se propager, figure III-1.

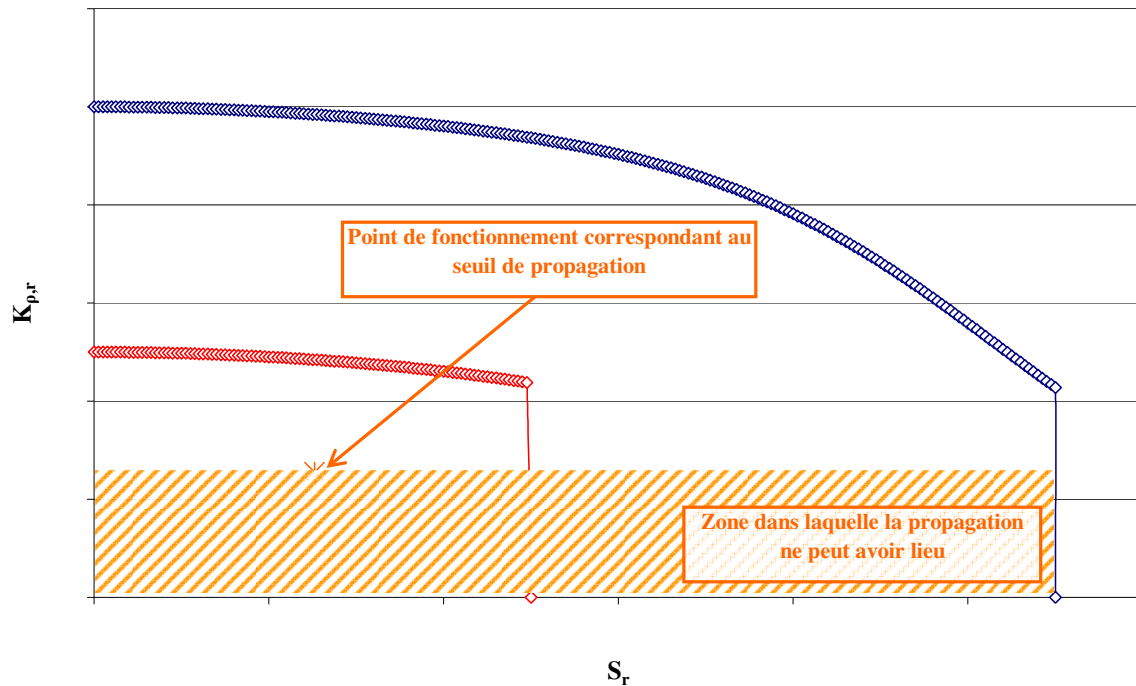


Figure III-1 : Point limite de propagation dans le DIRM.

I-1-2] Application à notre cas d'étude

Pour définir la zone dans laquelle la propagation n'aura pas lieu, il est nécessaire de connaître le seuil de propagation de fissure. Nous utilisons alors les résultats de propagation de fissure obtenus dans la partie III-1 du chapitre II.

Selon la norme AFNOR [7], une régression linéaire est nécessaire sur un minimum de cinq couples de points (ΔK ; da/dN), dans la zone où la vitesse de propagation est la plus faible. Cette régression permet alors de calculer la valeur de ΔK correspondant à une vitesse de propagation de fissure de 10^{-7} mm/cycle.

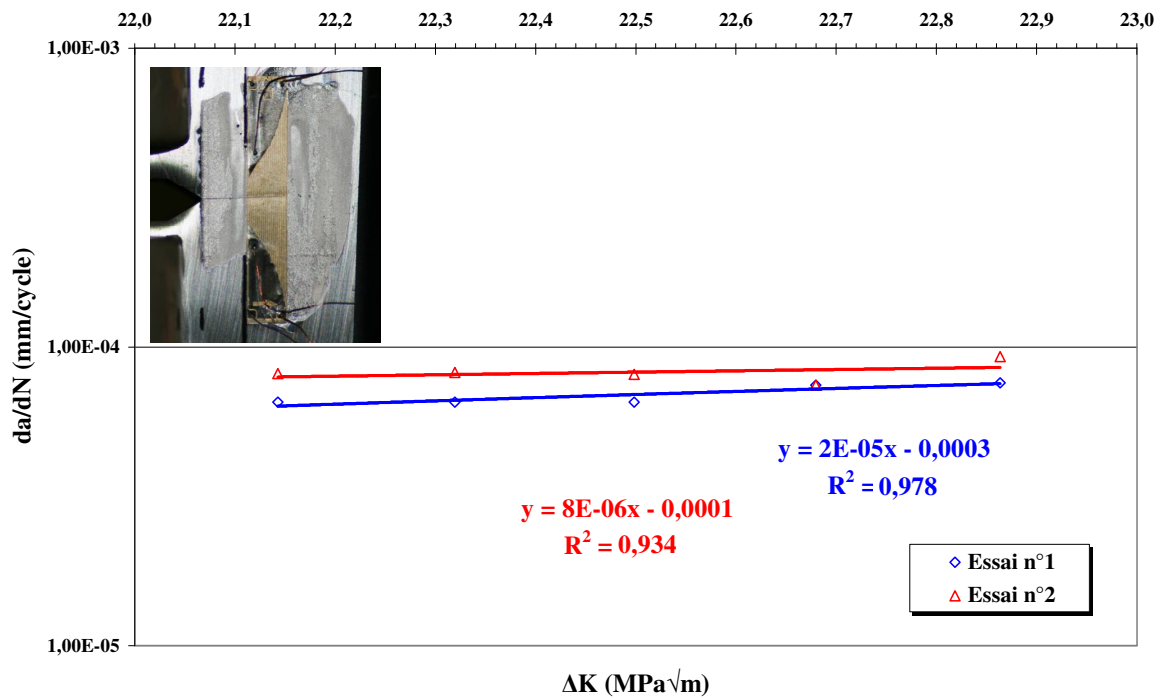


Figure III-2 : Régressions linéaires permettant le calcul du seuil de propagation.

Les régressions linéaires, effectuées sur les 2 essais, figure III-2, permettent d'obtenir une loi de propagation de fissure sous la forme :

$$da/dN = a.\Delta K + b \tag{III-1}$$

Le tableau III-1 donne la valeur moyenne du seuil de propagation de fissure, pour l'acier API 5L X52.

	ΔK (MPa√m)
Essai 1	15,1
Essai 2	12,5
Moyenne	13,76

Tableau III-1 : Seuil de propagation de fissure.

En utilisant la valeur de ce seuil, $\Delta K = 13,76$ MPa√m, cette valeur est proche de ce que préconise la norme BS 7910, 10 MPa√m, ou de ce que l'on peut trouver dans la littérature, 9,66 MPa√m [9], pour un acier aux propriétés voisines de celles de l'API 5L X52. Nous calculons la valeur du facteur de concentration de contrainte maximum dans cette configuration, K_{max} . Ce qui donne, pour un rapport de charge R de 0,1, une valeur de 15,17

MPa \sqrt{m} . Nous pouvons alors renseigner le Diagramme Intégrité Rupture Modifié, pour obtenir la zone de définition des défauts non évoluant, figure III-3.

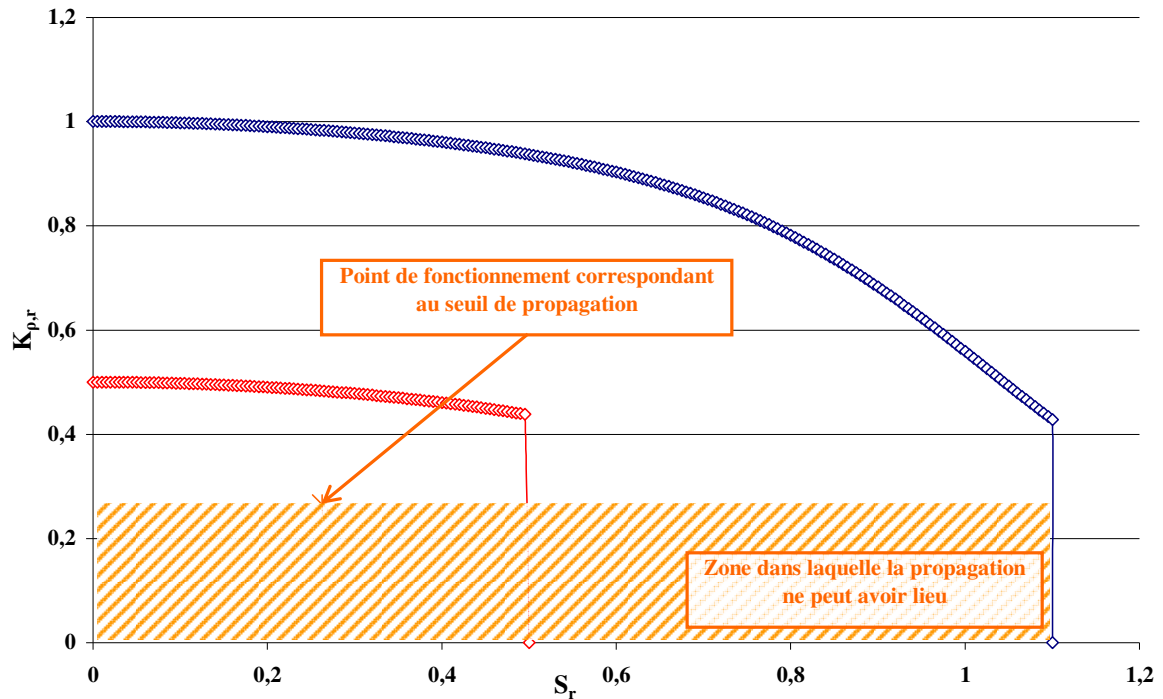


Figure III-3 : Zone dans laquelle le défaut est considéré comme non évoluant.

Nous remarquons sur la figure III-3, que la zone dans laquelle le défaut est considéré comme non évoluant, est comprise dans la zone de sûreté. Ceci n'est valable que pour notre étude, mais non généralisable.

I-2] Défauts évoluant

I-2-1] Définition d'un défaut évoluant

La notion de défaut évoluant est alors plus simple à cerner. Tout défaut, qui engendrera un point de fonctionnement au-dessus de la zone de non propagation, sera considéré comme un défaut évoluant. Le déplacement du défaut lors de sa propagation se fera, sur une ligne verticale, puisque sa coordonnée S_r est constante, figure III-4.

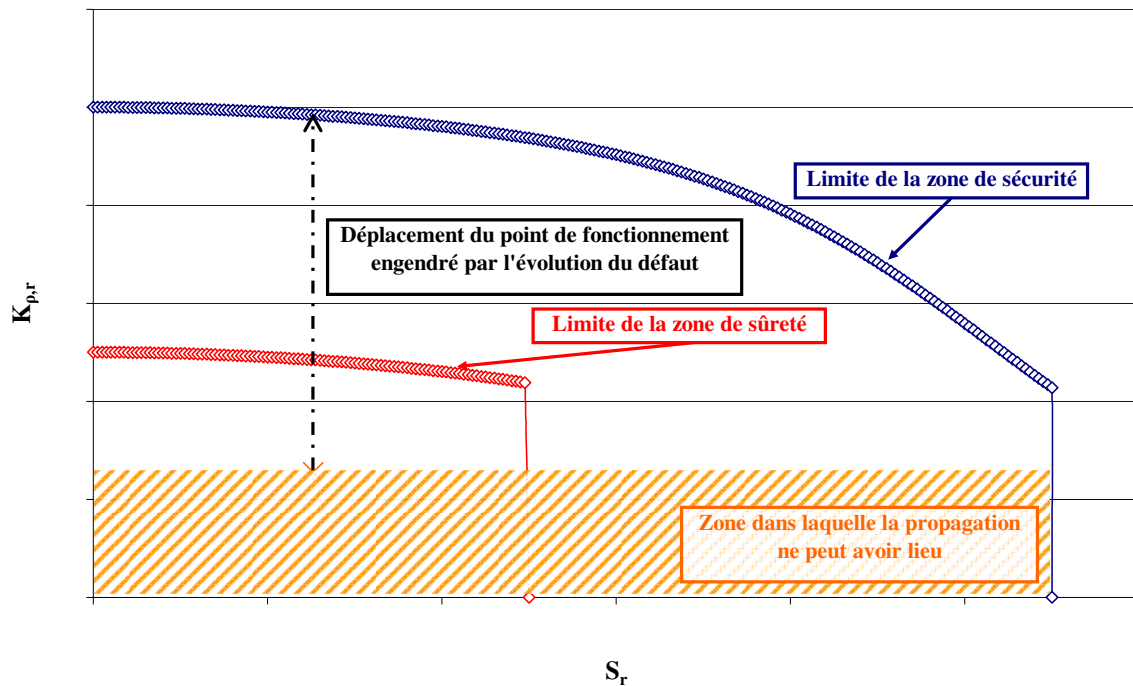


Figure III-4 : Déplacement du point de fonctionnement lors de l'évolution du défaut.

I-2-2] Application à notre cas d'étude

Comme nous l'avons défini dans le chapitre II, tous les points de fonctionnement du Diagramme Intégrité Rupture Modifié, situés au dessus de la zone de propagation, qualifient les défauts qu'ils représentent, comme défauts évoluant.

La figure III-5, représente différents points de fonctionnement permettant de suivre l'évolution d'un défaut qui se serait propagé.

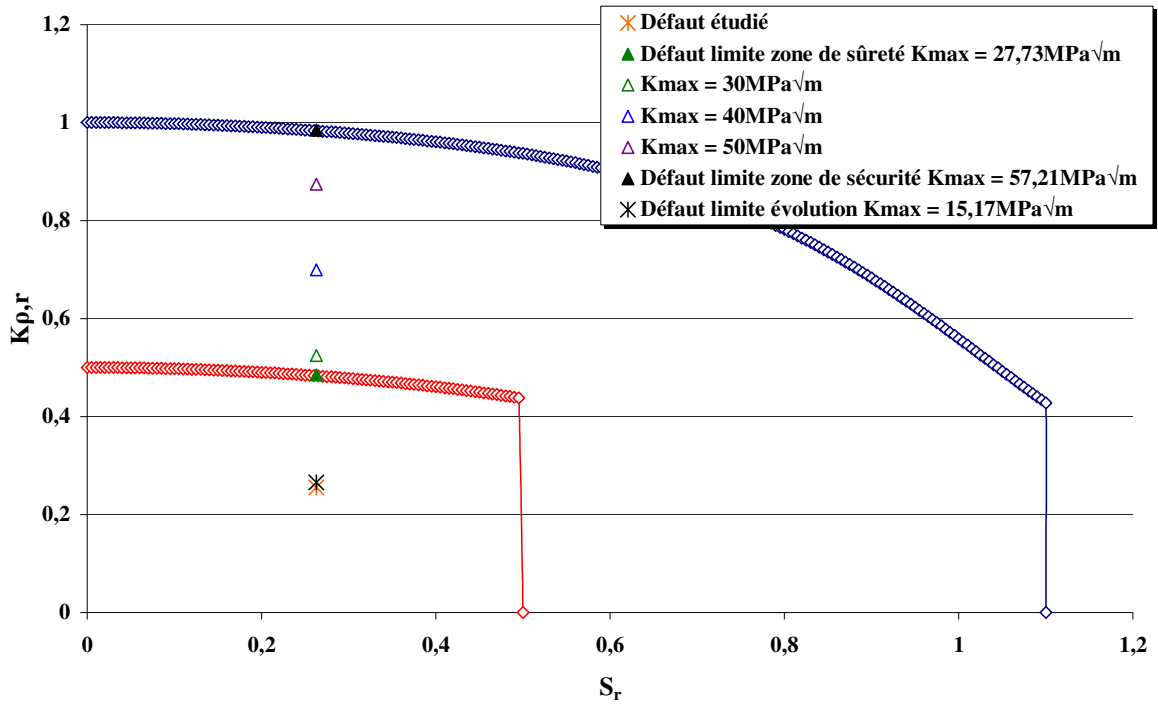


Figure III-5 : Evolution du défaut dans le Diagramme Intégrité Rupture Modifié.

I-3] Validation du cas étudié dans le Diagramme Intégrité Rupture

Le tableau III-2 résume la valeur des différents paramètres permettant le positionnement des deux points de fonctionnement, à l'air et sous hydrogène.

	$K_{\rho,app}$ (MPa√m)	$K_{\rho,c}$ (MPa√m)	$\sigma_{\theta\theta}$ (MPa)	R_e (MPa)	R_m (MPa)	σ_0 (MPa)	$(S_r ; K_{\rho,r})$
Air	14,6	57,21	125,7	431	526	478,5	(0,26 ; 0,25)
Hydrogène	14,6	41,78	125,7	450	547	498,5	(0,25 ; 0,35)

Tableau III-2 : Récapitulatifs des valeurs de S_r et $K_{\rho,r}$.

Le calcul de la contrainte circonférentielle est obtenu en utilisant la relation I-6, pour une pression de service de 70 bars, et des dimensions du petit tuyau (épaisseur 6,1 mm et diamètre 219,1 mm).

L'influence de l'hydrogène, sur les coefficients de sécurité et de sûreté, est récapitulée dans le tableau III-3.

Facteur de sécurité		
Air	Hydrogène	Influence (%)
3,06	2,54	17,01
Facteur de sûreté		
Air	Hydrogène	Influence (%)
1,75	1,35	22,96

Tableau III-3 : Influence de l'hydrogène sur les coefficients de sécurité et de sûreté.

Les facteurs, de sécurité et de sûreté, sont diminués sous hydrogène, d'environ 20%. Nous remarquons également, figure III-6, que le point de fonctionnement, dans la configuration hydrogène, reste dans le domaine défini comme étant la zone de sûreté. De plus, le coefficient de sécurité, sous hydrogène, est supérieur à 2, coefficient généralement adopté en mécanique.

En comparant les figures III-1 et III-6, on s'aperçoit, que le point de fonctionnement à l'air, est situé, simultanément à l'intérieur de la zone de non propagation, et sous la courbe de sûreté.

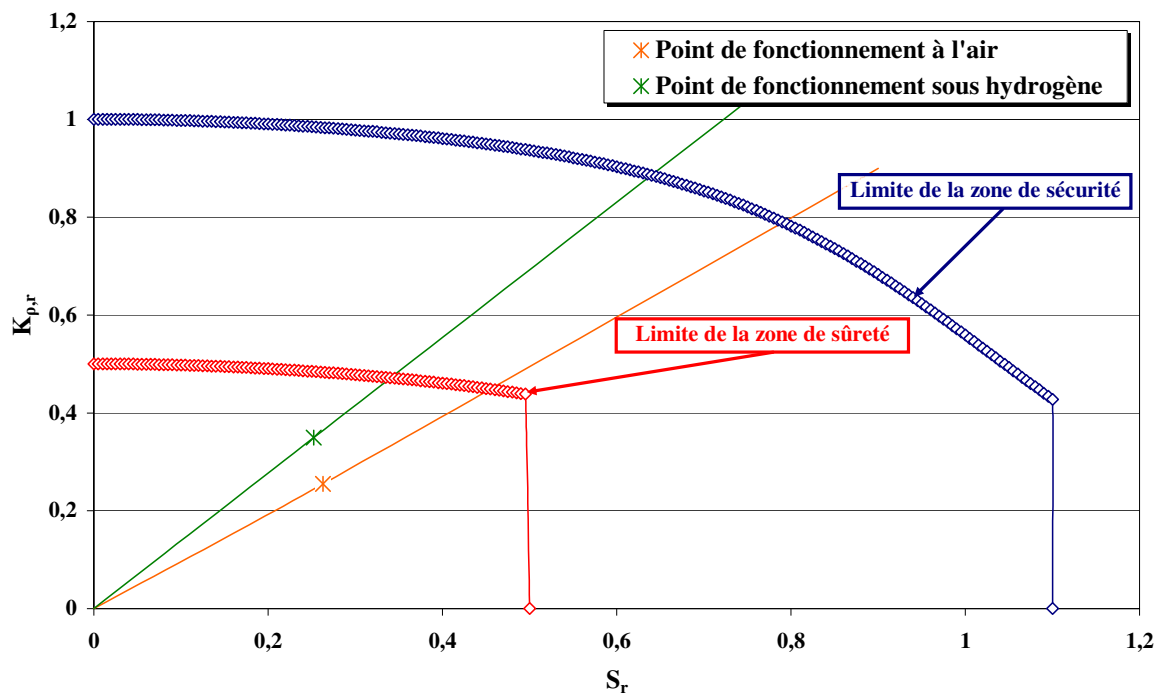


Figure III-6 : Evolution du point de fonctionnement .

II] DISCUSSION

II-1] Influence de la limite d'élasticité sur la fragilisation hydrogène

II-1-1] Evolution de la ténacité en fonction de la limite d'élasticité à l'air

Comme nous l'avons vu dans le chapitre I, la tendance des compagnies gazières est de s'orienter vers des nuances d'acier à plus haute limite d'élasticité. Ce qui permet d'augmenter le diamètre des tuyaux, ainsi que la pression de service, dans le but de transporter de plus grandes quantités de gaz.

Dans cet objectif, nous avons pu obtenir deux morceaux de tuyau auprès d'un de nos partenaires portugais du contrat NaturalHy, ISQ (Instituto de Soldadura e Qualidade). La composition chimique de ces deux aciers, API 5L X70 et API 5L X100, est présentée dans le tableau III-4. Elle est conforme à ce que nous pouvons trouver dans la littérature [3,4]. La faible teneur en carbone de l'acier X100, et la présence significative d'éléments d'addition dans sa composition chimique, tel que le Molybdène, le Titane, le Niobium, ou encore le Vanadium, permettant de conclure que l'acier est un « micro-allié ».

	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	S	Cu	Ti	Nb	Al
X70	0,125	1,68	0,27	0,051	0,04	0,021	0,005	0,045	0,003	0,033	0,038
X100	0,059	1,97	0,315	0,024	0,23	0,315	0,002	0,022	0,022	0,046	0,037

**Tableau III-4 : Composition chimique des deux aciers à haute limite d'élasticité
(proportion massique en %).**

La figure III-7 permet de comparer les deux nuances d'acier. L'acier X70 possède le même type de caractéristiques que l'acier X52. Nous remarquons qu'il est essentiellement composé de grains de ferrite polygonale (blanc) et de perlite (noir), organisés en bandes. Ce type de microstructure, engendré par la ségrégation des éléments de manganèse (Mn) et de phosphore (P), est courante pour les aciers de nuances API 5L X70 [1,2].

L'acier API 5L X100 ne possède pas de structure en bandes organisées, et a une taille de grains beaucoup plus petite que celle de l'acier X70. Il est composé de grains de ferrite et de bainite.

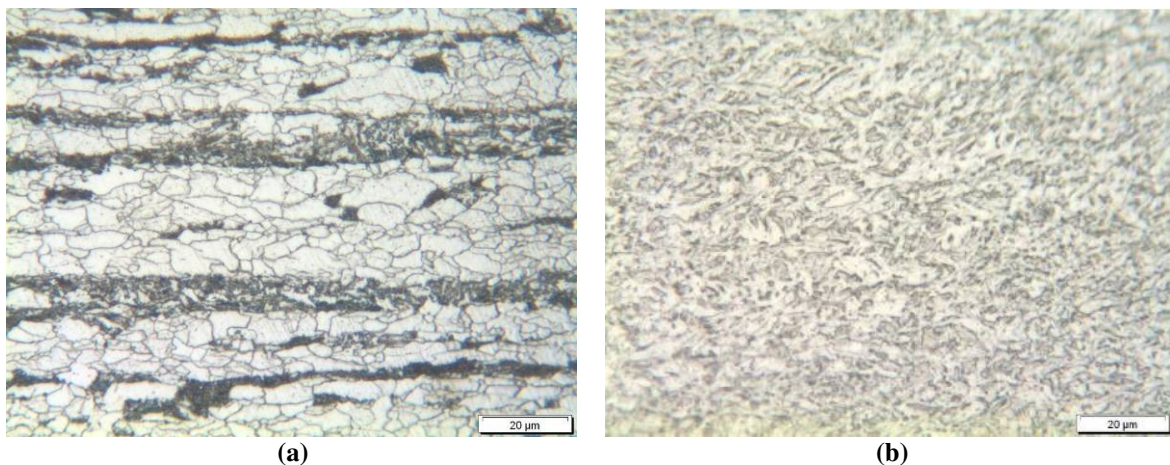


Figure III-7 : Micrographie dans la section transversale des tuyaux (x500).

(a) API 5L X70

(b) API 5L X100

Des essais de traction, figure III-8, réalisés sur des éprouvettes de dimensions similaires à celles utilisées pour l'acier API 5L X52, permettent de déterminer les principales caractéristiques de ces aciers, dans le sens circonférentiel.

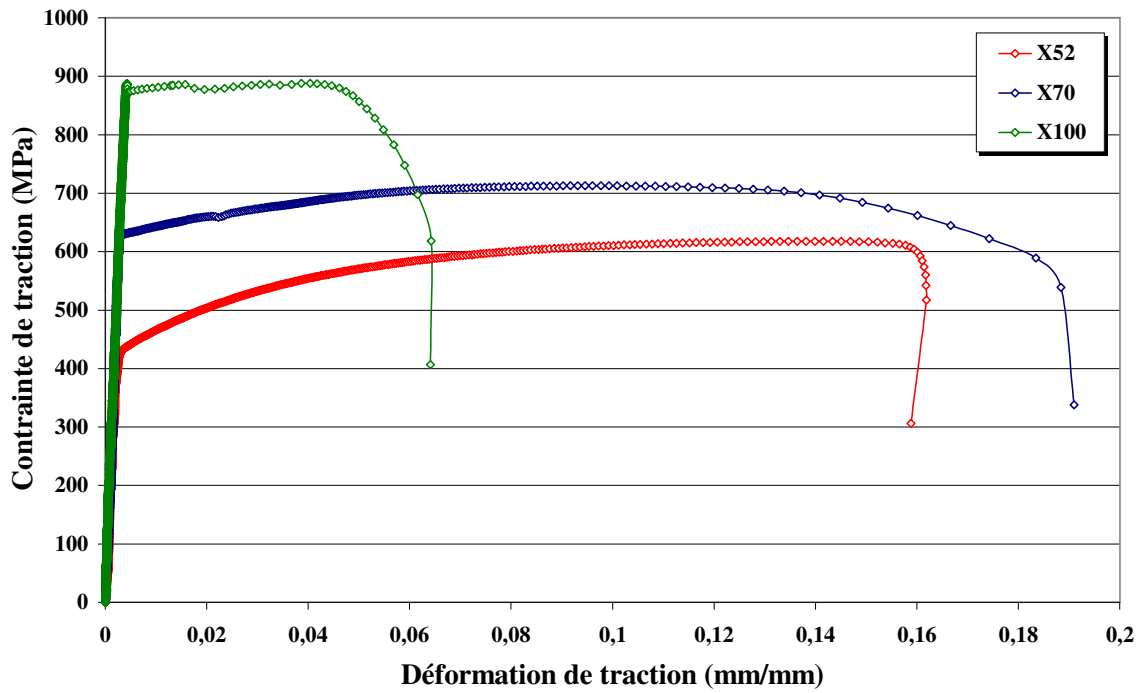


Figure III-8 : Courbes de traction pour les 3 aciers à l'air (sens longitudinal).

Le tableau III-5 rassemble l'ensemble des caractéristiques mécaniques obtenues pour ces deux nuances d'acier.

	Module d'Young E (MPa)	Limite d'élasticité R_e (MPa)	Résistance ultime R_m (MPa)	Allongement A_r en %
API 5L X52	194 000	437	616	23,14
API 5L X70	215 000	590	712	18,3
API 5L X100	210 000	866	880	6,75

Tableau III-5 : Propriétés mécaniques des 3 nuances d'aciers.

		$K_{I,i}$ (MPa \sqrt{m})	$K_{I,i,moyen}$ (MPa \sqrt{m})	δ_i (mm)	$\delta_{i,moyen}$ (mm)
X52	CT1	97,59	95,54	0,21	0,18
	CT2	93,49		0,14	
X70	CT1	117,99	118,59	0,102	0,112
	CT2	119,19		0,123	
X100	CT1	159,98	151,82	0,125	0,108
	CT2	143,66		0,091	

Tableau III-6 : Ténacité des 3 nuances d'aciers.

La ténacité de ces deux aciers est exprimée en fonction du Facteur d'Intensité de Contraintes à l'amorçage, $K_{I,i}$, obtenu sur des éprouvettes CT, dans les mêmes conditions de sollicitations que pour les éprouvettes en X52. Le tableau III-6, résume l'ensemble des valeurs obtenues.

Selon la figure III-9, la ténacité K_{Ii} des trois types d'acier évolue linéairement en fonction de leur limite d'élasticité respective.

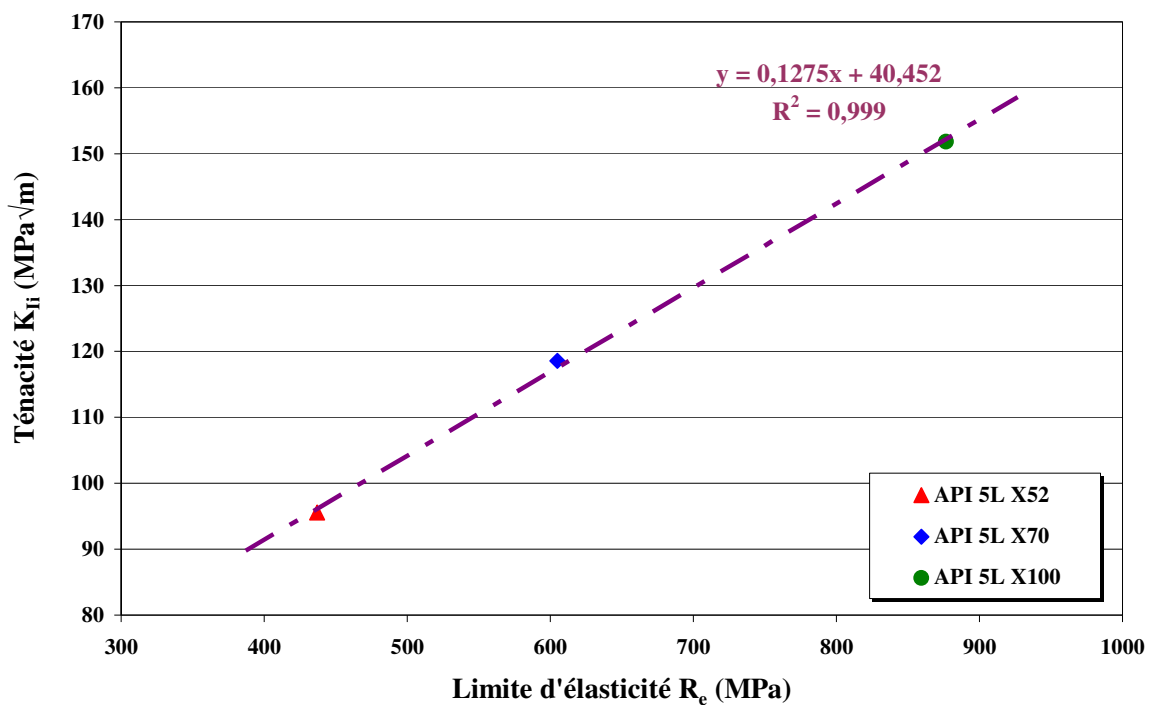


Figure III-9 : Evolution de la ténacité en fonction de la limite d'élasticité.

II-1-2] Evolution de la ténacité en fonction de la limite d'élasticité sous hydrogène

Des essais de traction sur des éprouvettes, chargées en hydrogène électrolytique, ont permis de déterminer les caractéristiques mécaniques de ces deux aciers en présence d'hydrogène.

La figure III-10 représente l'impact de l'hydrogène au niveau des courbes de traction contraintes-déformation, pour ces aciers à plus haute limite d'élasticité.

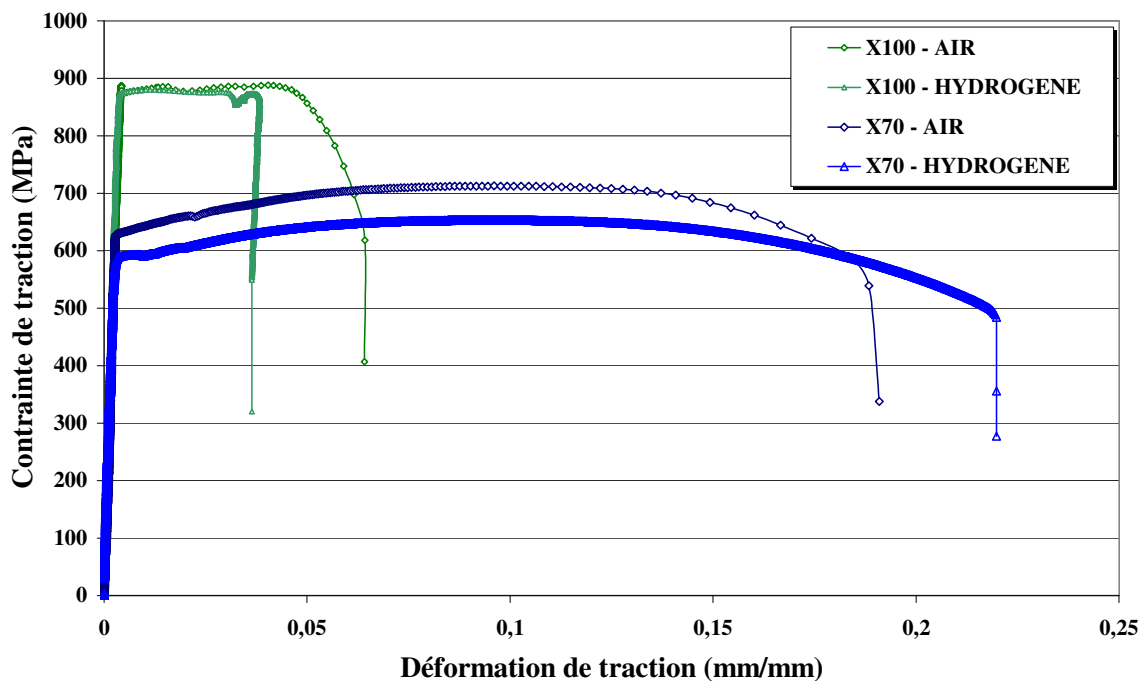


Figure III-10 : Courbes de traction après chargement en hydrogène électrolytique pour les aciers à haute limite d'élasticité.

Comme pour l'acier X52, nous remarquons que certaines propriétés mécaniques sont affectées par l'hydrogène, tableau III-7. La résistance ultime diminue, à hauteur de 9% pour l'acier X70 et de 2% pour l'acier X100. Contrairement à l'acier X52, l'allongement à rupture n'est pas modifié. L'acier X100 semble être moins sensible à l'hydrogène. Sa structure ferrito-bainitique, ou sa composition chimique d'acier micro-allié, peuvent en être les explications.

	Module d'Young (MPa)		Limite d'élasticité R_e (MPa)		Résistance ultime R_m (MPa)		Allongement A_r en %	
	Air	H ₂	Air	H ₂	Air	H ₂	Air	H ₂
	API 5L X70	215000	195000	590	591	712	653	18,8
API 5L X100	210000	213970	866	862	880	869	6,75	9,34

Tableau III-7 : Propriétés mécaniques après chargement en hydrogène électrolytique des aciers à haute limite d'élasticité.

Le tableau III-8, rassemble les résultats obtenus pour des éprouvettes CT chargées en hydrogène électrolytique.

		$K_{I,i}$ (MPa \sqrt{m})		$K_{I,i,moyen}$ (MPa \sqrt{m})		δ_i (mm)		$\delta_{i,moyen}$ (mm)	
		Air	H ₂	Air	H ₂	Air	H ₂	Air	H ₂
		X70	CT1	117,99	111,10	118,59	112,97	0,102	0,096
	CT2	119,19	114,84	0,123	0,083				
X100	CT1	159,98	155,85	151,82	150,61	0,125	0,094	0,108	0,121
	CT2	143,66	145,37			0,091	0,147		

Tableau III-8 : Ténacité après chargement en hydrogène électrolytique des aciers à haute limite d'élasticité.

La ténacité de ces 3 aciers évolue, également, de façon linéaire après un chargement en hydrogène électrolytique, figure III-11. On remarque une faible différence entre les résultats obtenus à l'air et ceux sous hydrogène.

Le temps de chargement en hydrogène électrolytique est fixée à 7 jours, soit 168 heures. Ce temps permet une saturation en hydrogène de ces trois différents matériaux (cf. partie II-4 de ce chapitre).

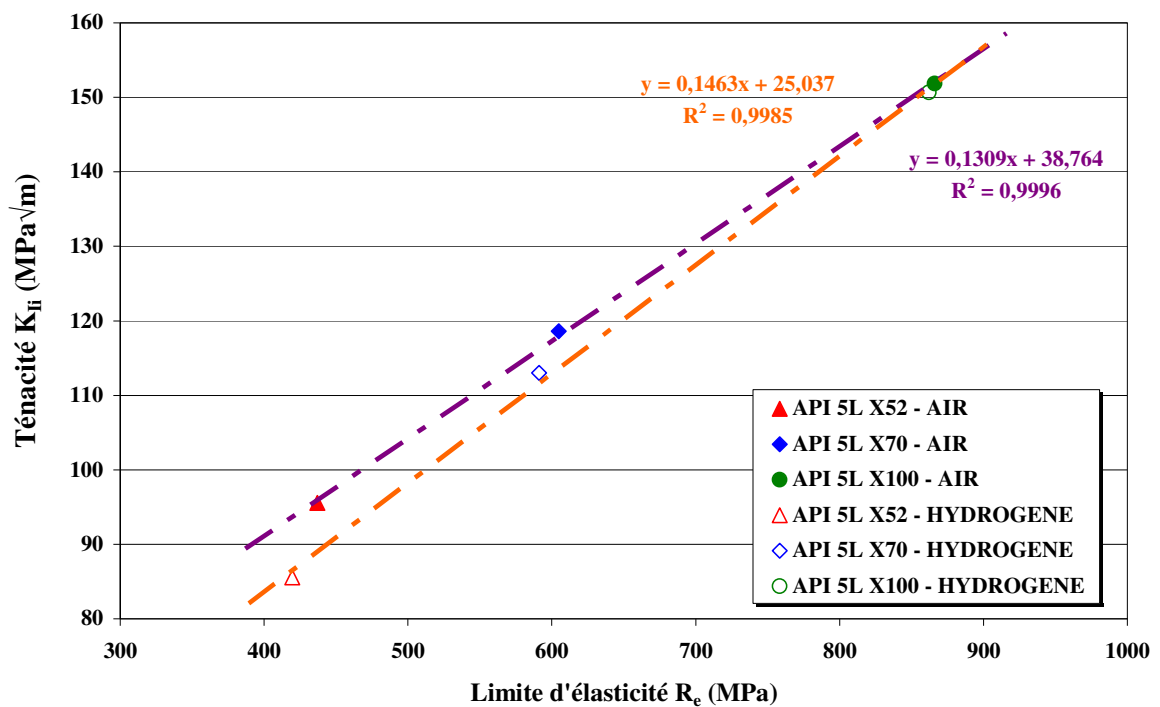


Figure III-11 : Evolution de la ténacité après chargement en hydrogène électrolytique en fonction de la limite d'élasticité.

II-1-3] Conclusion

L'acier X70 étudié se comporte, sous hydrogène, sensiblement de la même manière que l'acier X52. Son seul avantage est de posséder une limite d'élasticité plus élevée, environ 30% de mieux. Ce qui laisserait envisager la possibilité d'utiliser des tuyaux de plus grosse section, sous une pression interne de service plus importante.

L'acier X100, comparé aux deux autres aciers, ne possède que des avantages par rapport aux deux autres, mise à part sa faible déformation à rupture. Sa limite d'élasticité est le double de l'acier X52. Ses propriétés mécaniques de traction, et sa ténacité, ne sont que faiblement affectées par l'hydrogène. Ce type d'acier, micro-allié, serait donc la nuance à choisir pour transporter un mélange gaz naturel/hydrogène.

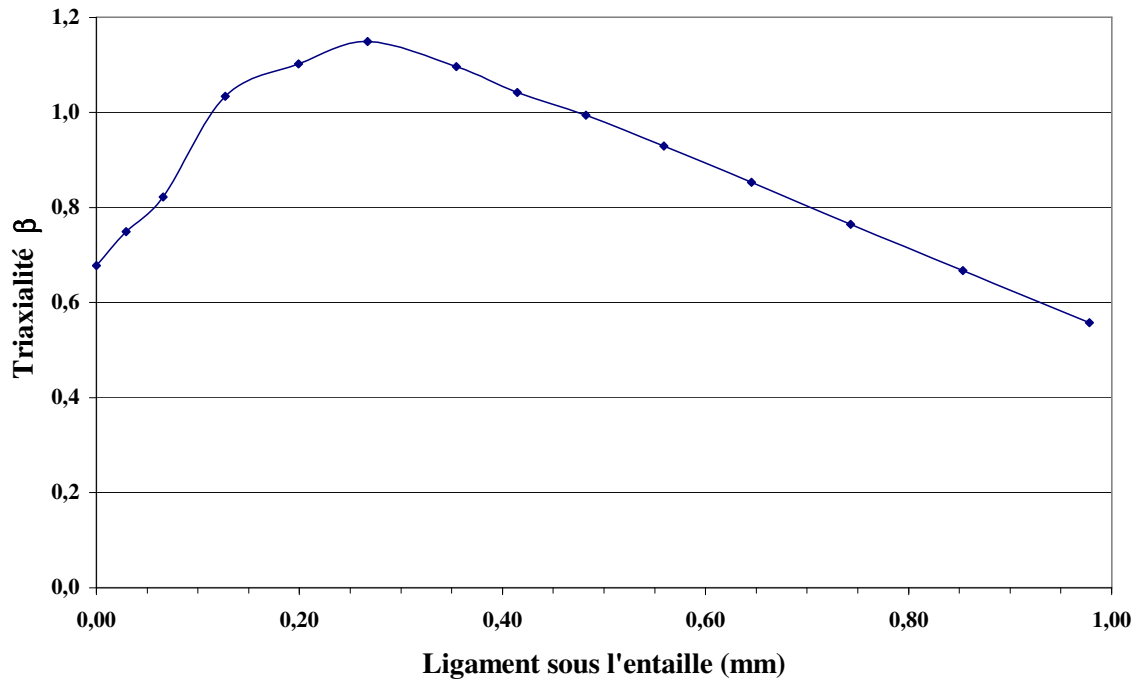
II-2] Triaxialité et concentration en hydrogène en tête du défaut*II-2-1] Calcul de β* 

Figure III-12 : Evolution de la triaxialité le long du ligament pour le tube entaillé.

En utilisant la relation donnée dans le chapitre I, nous obtenons la valeur de la triaxialité des contraintes le long du ligament sous l'entaille. La figure III-12 représente cette évolution, dans le cas d'un tube entaillé soumis à une pression interne. La valeur maximale est de 1,15.

La figure III-13 représente l'évolution de la triaxialité des contraintes sur le ligament sous l'entaille, dans le cas d'une éprouvette Tuile Romaine. Elle est issue du tuyau de diamètre 610 mm, et est sollicitée en flexion 3 points. La valeur maximale de la triaxialité est de 2,17.

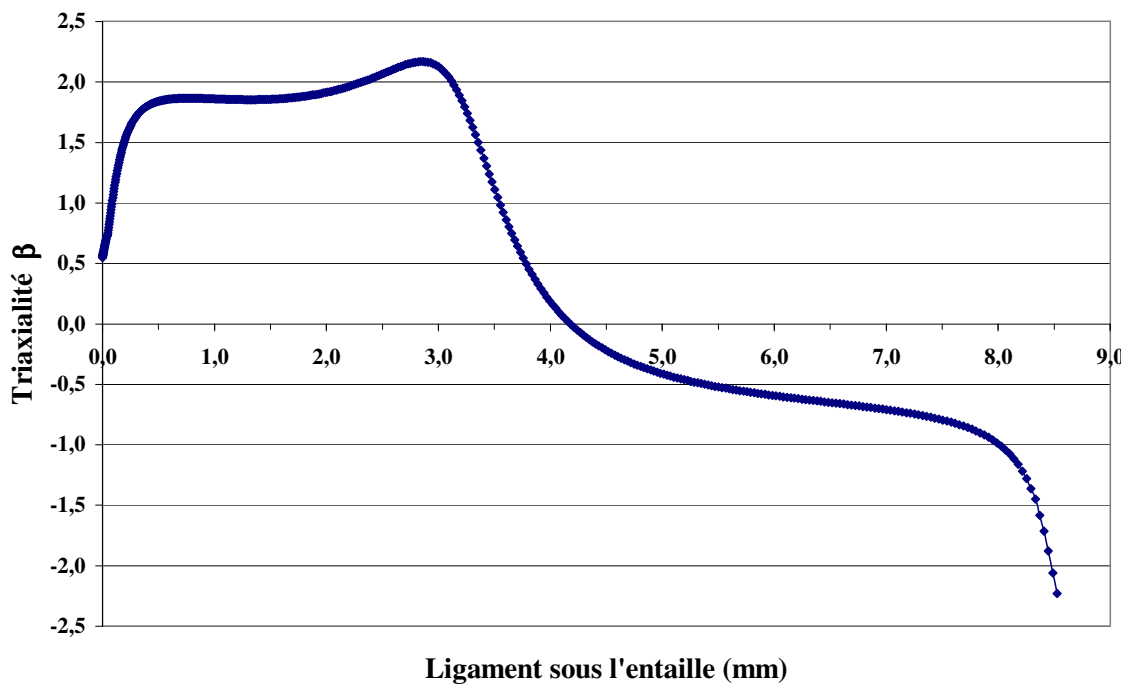


Figure III-13 : Evolution de la triaxialité le long du ligament pour une Tuile Romaine.

La triaxialité des contraintes est quasiment deux fois plus importante dans la configuration Tuile Romaine.

Le taux de triaxialité moins important, pour le tube, pourrait, selon Sofronis [8] être une des raisons du faible impact de l'hydrogène lors d'essai d'éclatement. La concentration en hydrogène est sensible à la triaxialité. Plus elle est importante, plus le matériau serait susceptible d'absorber de l'hydrogène.

II-2-2] Répartition de la concentration en hydrogène

Le calcul est réalisé en utilisant la géométrie du tuyau qui a servi lors des essais d'éclatement, figure III-14. Le modèle du Pr. Sofronis [6] est choisi.

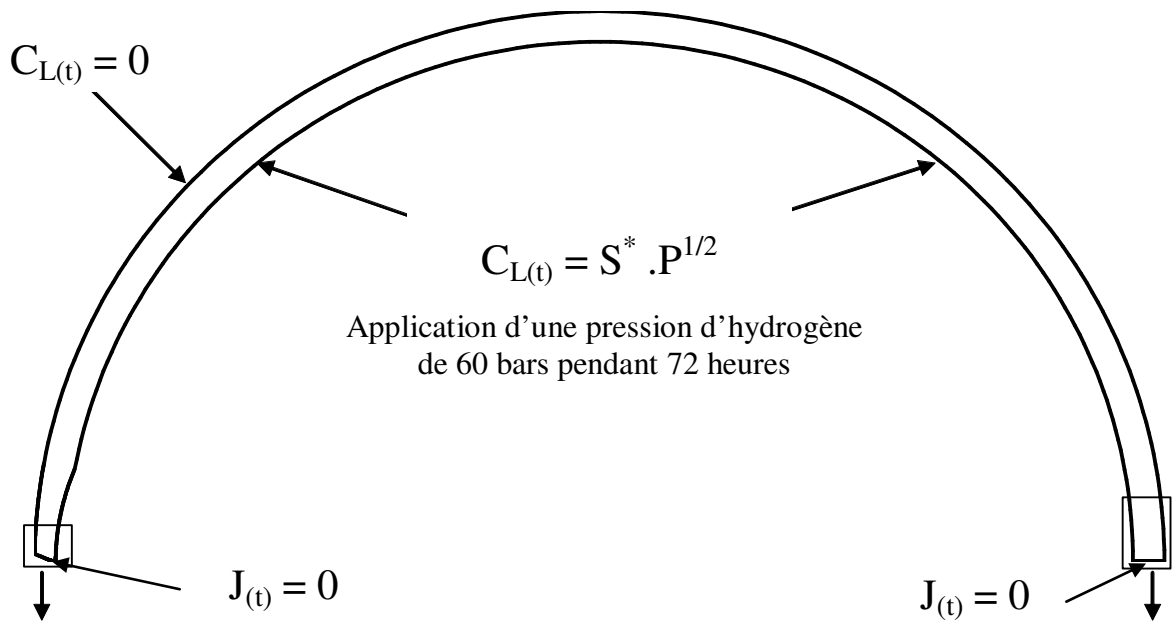


Figure III-14 : Principe de l'analyse.

Les conditions aux limites utilisées sont :

- Le flux d'hydrogène J est nulle sur les faces de symétrie du tuyau,
- La concentration en hydrogène, sur la paroi interne du tuyau est donnée par la loi de Sievert :

$$C_{L(t)} = S^* \cdot P^{1/2} \quad (\text{III-2})$$

Avec : $C_{L(t)}$ la concentration en hydrogène ($\text{atomes} \cdot \text{m}^{-3}$), S^* le coefficient de la loi de Sievert ($6,59 \cdot 10^{18} \text{ atomes} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{Pa}^{-1/2}$), et P la pression interne (Pa).

- La concentration initiale sur la paroi externe du tube est nulle,
- La pression à l'extérieur du tuyau est de 1 bar.

La modélisation de la mise sous pression est résumée dans la figure III-15. Une pression d'hydrogène gazeux de 60 bars est appliquée durant 72 heures.

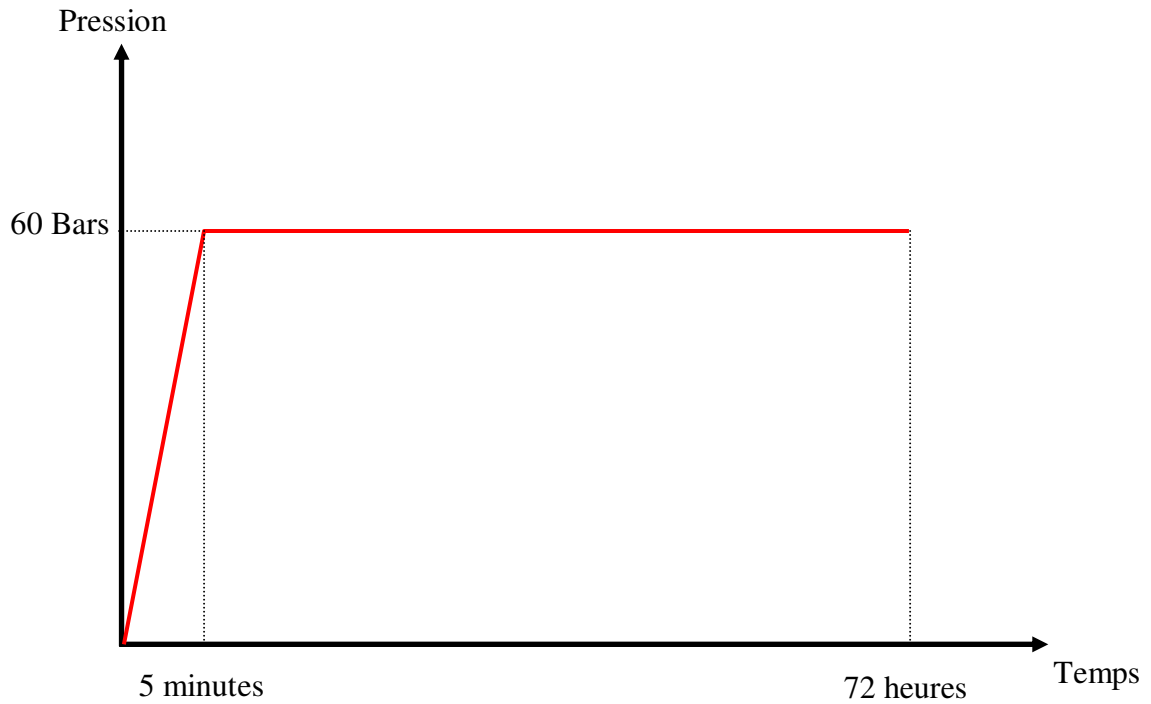


Figure III-15 : Modélisation de la mise sous pression.

II-2-3] Résultat

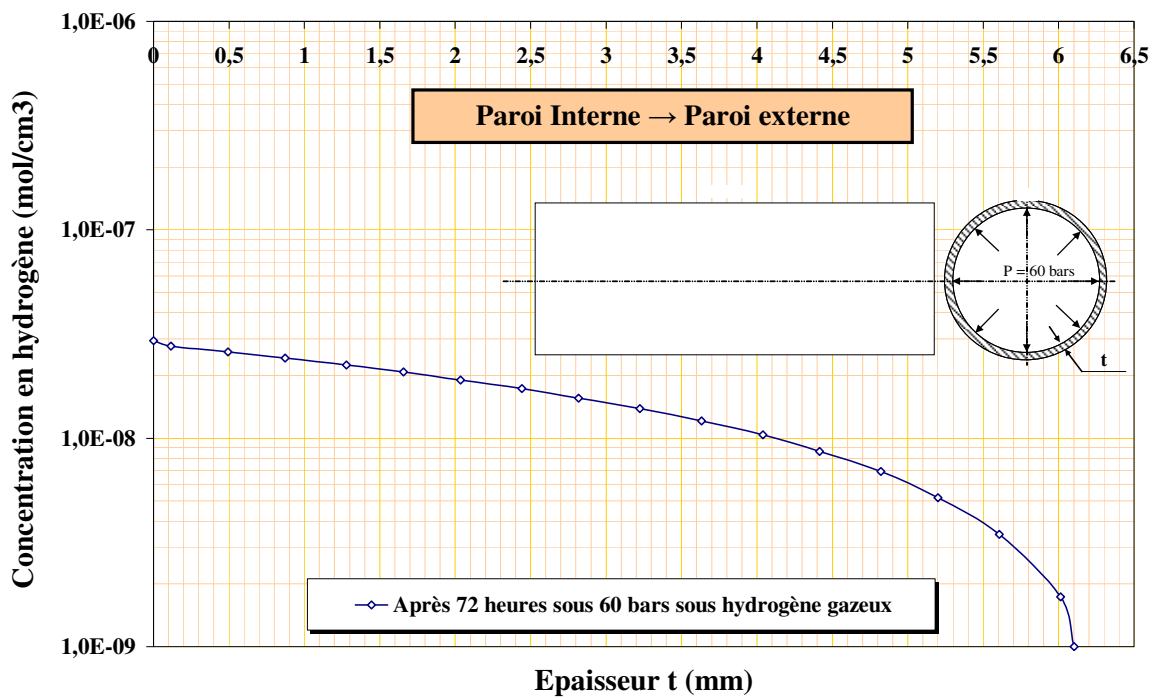


Figure III-16 : Evolution de la concentration en hydrogène dans l'épaisseur du tube.

L'analyse de cette simulation permet de connaître l'évolution de la concentration en hydrogène dans l'épaisseur du tuyau, ainsi que dans le ligament sous l'entaille. La figure III-16 donne le profil de la concentration dans l'épaisseur du tuyau (loin du défaut). On remarque un rapport de 17 entre la valeur maximale, paroi interne du tuyau, et la valeur minimale, paroi externe.

L'effet d'entaille, qui augmente significativement la triaxialité des contraintes à cet endroit, est également très influent au niveau de la concentration en hydrogène, figure III-17. La concentration au fond de l'entaille est 44 fois plus importante que celle relevée au niveau de la paroi externe du tuyau et 2,5 fois plus qu'une niveau de la paroi interne.

Mais cette modification de la concentration d'hydrogène, par rapport à la répartition de cette dernière dans l'épaisseur du tuyau loin de l'entaille, ne s'effectue que sur une très faible distance, de l'ordre de 56 μm . Ce qui tend à conforter les observations micrographiques, obtenues à la suite des essais d'éclatement. Nous remarquons un changement de mécanisme de rupture, sur une distance du même ordre de grandeur, environ 50 μm .

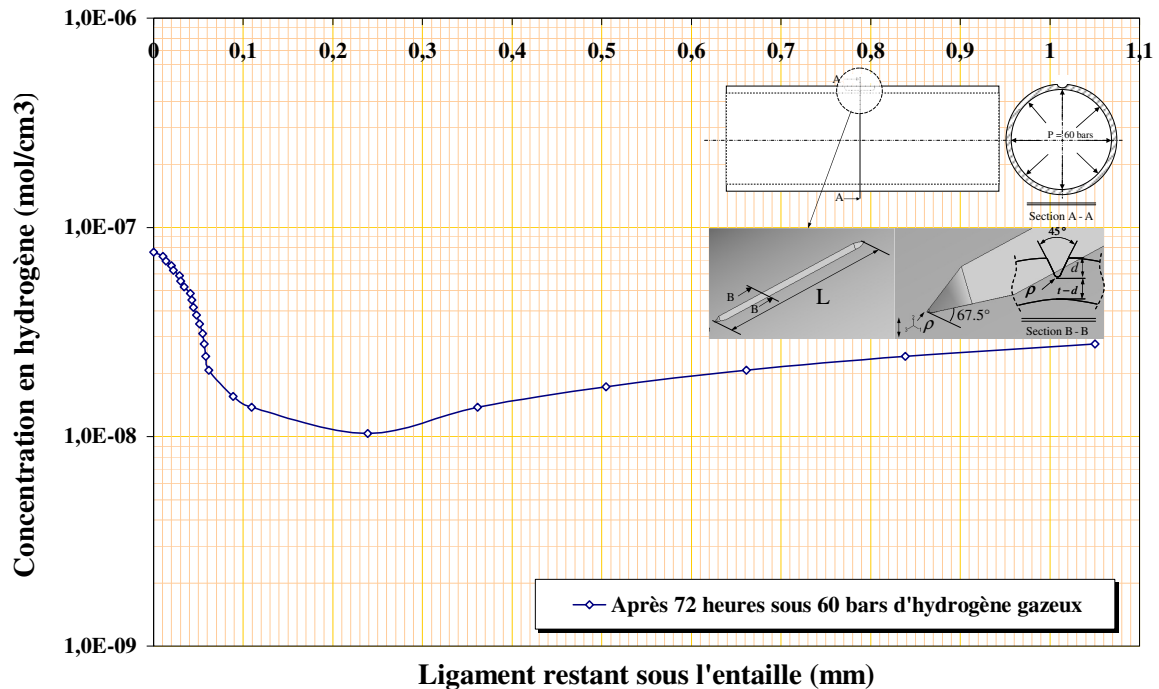


Figure III-17 : Evolution de la concentration en hydrogène le long du ligament sous l'entaille.

II-3] Comparaison du volume affecté par l'hydrogène et du volume d'élaboration du processus de rupture

La modélisation effectuée à la fin du chapitre II, concernant la mise sous pression du tuyau entaillé, permet d'obtenir la variation de la contrainte circonférentielle dans le ligament sous l'entaille. Les deux modèles sont comparés à la même pression interne, 60 bars.

L'application de la méthode volumétrique, sur la distribution de la contrainte circonférentielle sous l'entaille, donne le volume d'élaboration du processus de rupture, figure III-18.

Le volume de concentration élevée en hydrogène est défini comme étant la zone où la concentration reste supérieure à la valeur maximale trouvée dans l'épaisseur du tube loin de l'entaille.

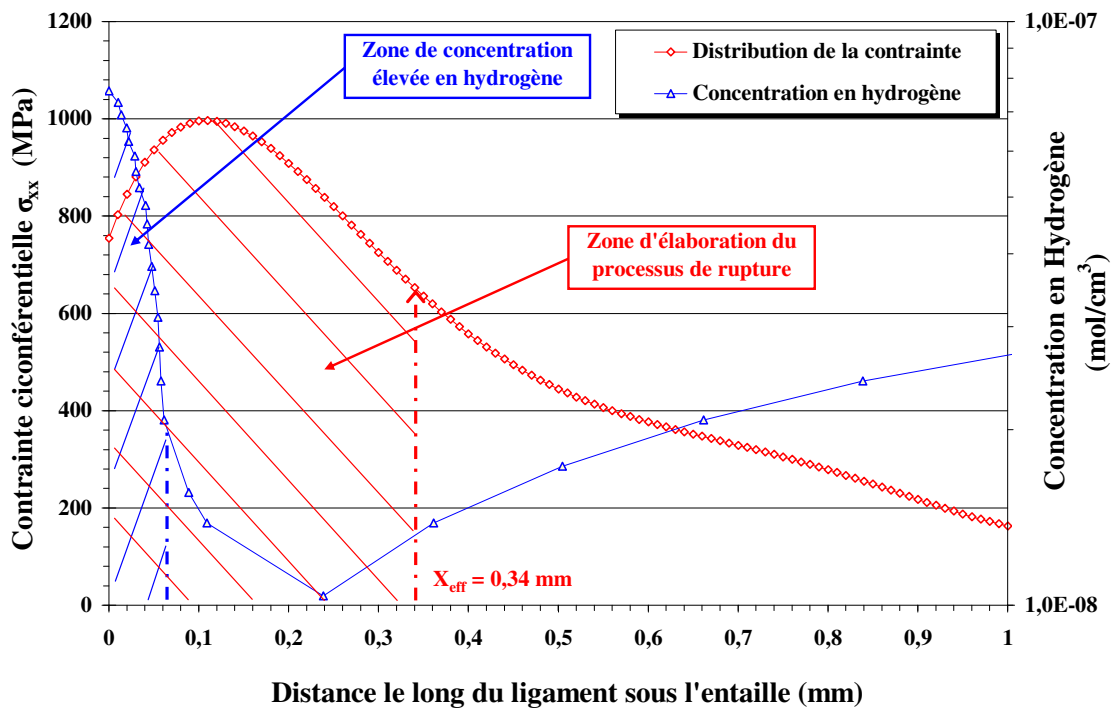


Figure III-18 : Concentration en hydrogène et distribution des contraintes le long du ligament sous l'entaille.

La figure III-18 montre que le volume, où la concentration en hydrogène est la plus forte, est beaucoup plus petit que le volume d'élaboration du processus de rupture. Ceci permet d'expliquer que la pression d'éclatement du tuyau est inchangée, que l'on soit sous une pression de méthane ou sous une pression d'hydrogène. Tant que les deux volumes

seront aussi différents, il n'y aura aucun changements significatifs au niveau des différentes pressions d'éclatement. La contrainte qui va permettre la rupture est une contrainte purement mécanique.

II-4] Concentration d'hydrogène absorbée lors d'un chargement électrolytique

En adaptant la méthode proposée par Yan M. et Weng Y. [5], à notre étude, nous pouvons chiffrer la quantité d'hydrogène absorbée par nos trois nuances d'acier, durant leur chargement électrolytique.

Les temps de chargement sont compris entre 1 heure et 150 heures. Par contre, le temps de décharge est fixé à 1 heure.

La figure III-19 représente les courbes de quantité d'hydrogène créée et absorbée en fonction du temps, pour les 3 nuances d'aciers.

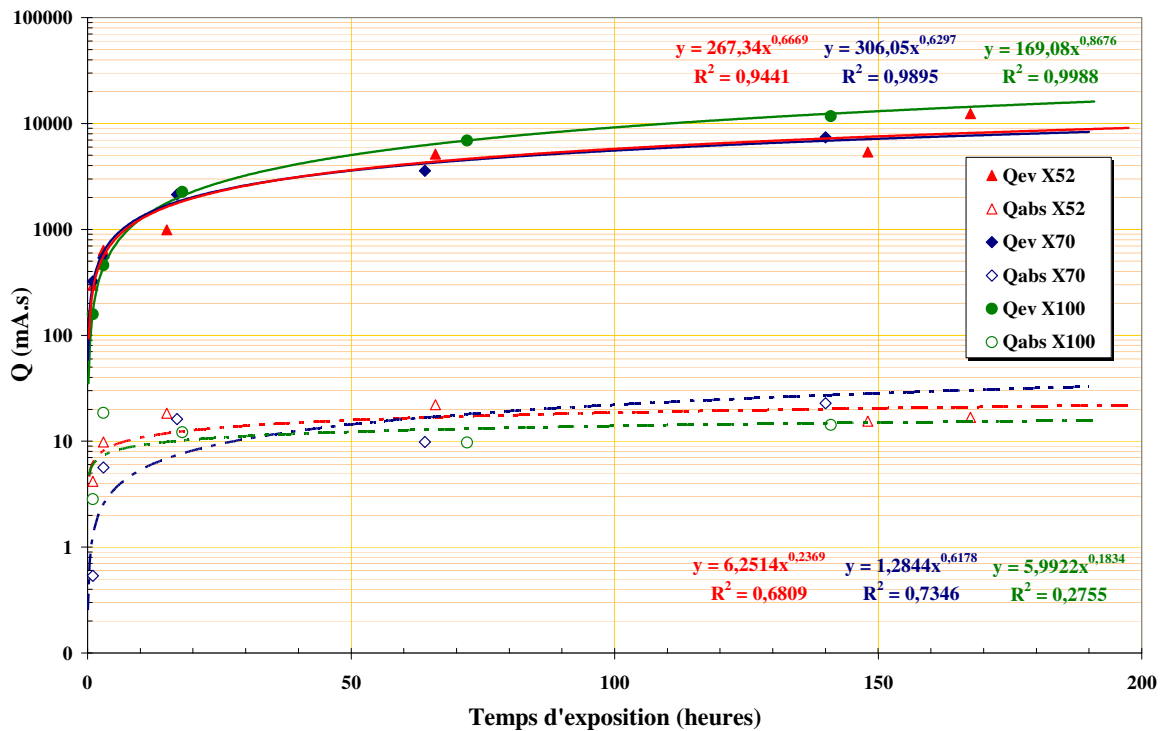


Figure III-19 : Quantité d'hydrogène créée et absorbée par les aciers.

La figure III-19 met en évidence un phénomène de saturation en hydrogène des trois matériaux. A partir de 50 heures de chargement, les quantités d'hydrogène absorbées n'évoluent quasiment plus. L'évolution des quantités d'hydrogène créée ou absorbée, en fonction du temps, peut être approximée par une loi puissance.

En utilisant l'équation I-69, nous obtenons les courbes représentant l'évolution de la concentration d'hydrogène dans les matériaux en fonction du temps de chargement en hydrogène électrolytique, figure III-20.

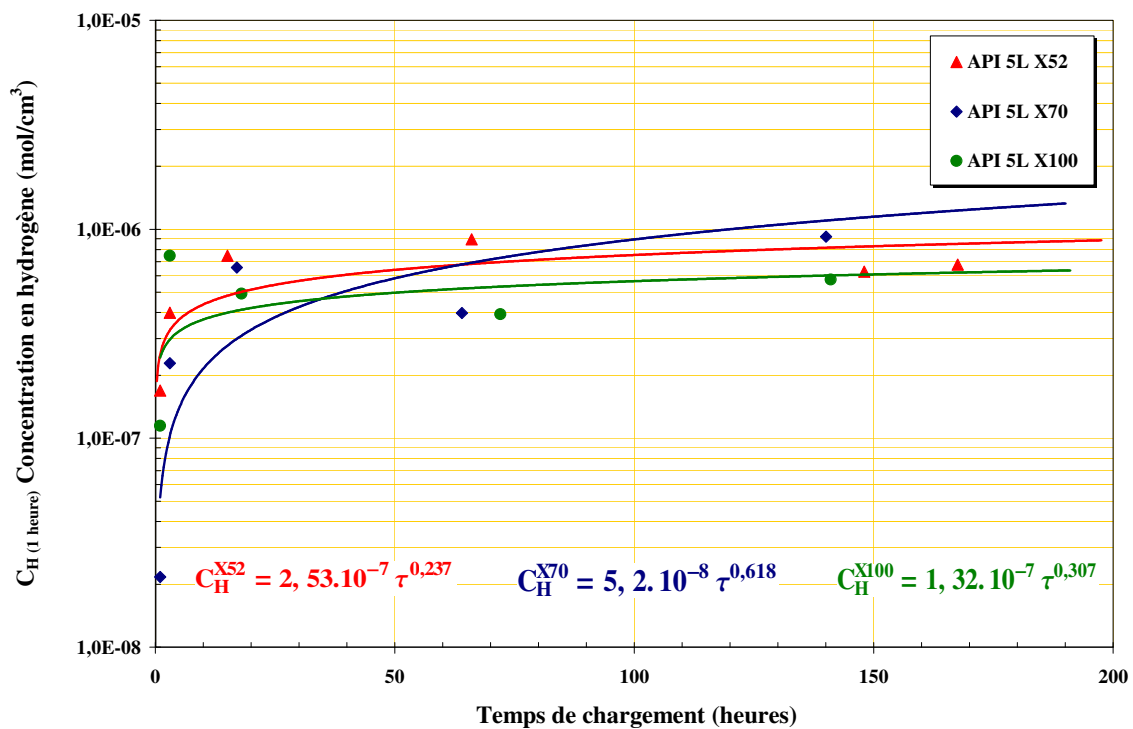


Figure III-20 : Evolution de la concentration en hydrogène en fonction du temps de chargement.

L'équation III-3, permet de convertir les valeurs de concentration sous une forme plus couramment utilisée en chimie ou par les compagnies gazières.

$$ppm = C_H * \frac{V_m}{M_m} \quad (III-3)$$

Avec :

- ppm : parties par million,
- C_H : concentration en hydrogène,
- V_m : volume molaire (24,45 L.mol⁻¹ à 25°C et sous 760 mm Hg),
- M_m : masse molaire (pour l'hydrogène : 2 g.mol⁻¹).

$C_H^{\text{Nuance de l'acier}} = A \tau^m$			
	A (mol/cm ³)	A' (ppm)	m
API 5L X52	2,53. 10 ⁻⁷	3092,93	0,237
API 5L X70	5,20. 10 ⁻⁸	635,7	0,618
API 5L X100	1,32. 10 ⁻⁷	1613,7	0,307

Tableau III-9 : Loi d'évolution de la concentration en hydrogène.

La figure III-21 met en évidence l'efficacité du chargement électrolytique. On introduit que très peu d'hydrogène dans le métal, par rapport aux quantités créées, environ 2% pour l'acier X52, 1% pour l'acier X70 et 4% pour l'acier X100. On remarque également, que l'efficacité maximale du chargement n'est pas proportionnelle au temps de chargement. Une dizaine d'heures suffit dans les trois cas, pour obtenir le rendement maximum. Ce qui tendrait à dire que le matériau se sature rapidement en hydrogène.

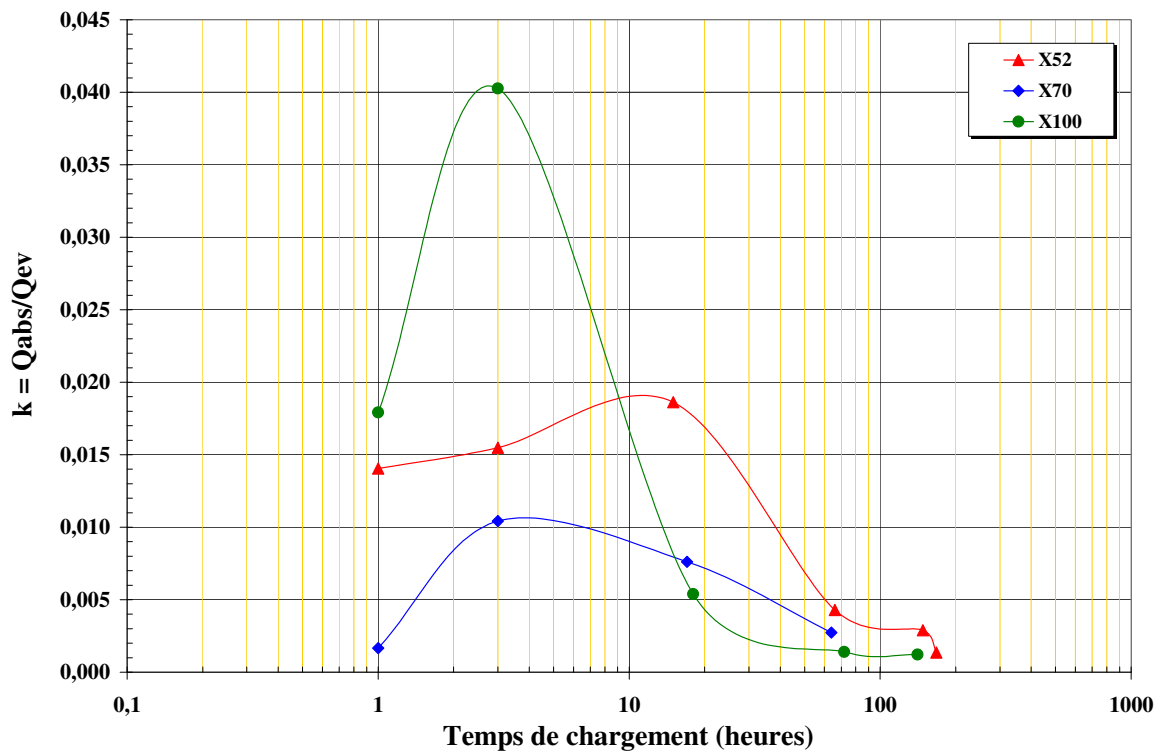


Figure III-21 : Efficacité du chargement.

En utilisant les résultats obtenus par application du modèle du Pr. Sofronis, donnant l'évolution de la concentration en hydrogène dans l'épaisseur du tuyau sous une pression gazeuse d'hydrogène, figure III-16, il est possible d'approximer la concentration moyenne d'hydrogène présente dans le tube, après 72 heures sous 60 bars. Il suffit d'intégrer la fonction, représentant l'évolution de la concentration le long de l'épaisseur du tuyau, qui s'écrit :

$$C_{H,tuyau} = \frac{1}{V_{tuyau}} \cdot \int_0^L \int_0^{2\pi R_{ext}} \int_{R_{int}} C_{H(r)} \cdot r dr d\theta dl \quad (III-4)$$

Avec :

- V_{tuyau} : volume du tuyau (cm^3),
- $C_{H(r)}$: concentration radiale en hydrogène ($mol.cm^{-3}$),
- L : la longueur du tuyau (cm),
- R_{int} : rayon intérieur du tuyau (cm),
- R_{ext} : rayon extérieur du tuyau (cm).

La variation de la concentration radiale en hydrogène, figure III-16, peut être approchée par la relation (III-5) :

$$C_{H(r)} = 4.10^{-6} \cdot r^6 - 2,56.10^{-4} \cdot r^5 + 6,83.10^{-3} \cdot r^4 - 9,72.10^{-2} \cdot r^3 + 7,78.10^{-1} \cdot r^2 + 3,32 \cdot r + 5,91$$

En utilisant la relation III-5, nous obtenons alors la valeur moyenne de la concentration en hydrogène dans le tuyau :

$$C_{Hgaz,tuyau} = 1,45.10^{-8} \text{ mol.cm}^{-3}$$

La loi d'évolution de la concentration en hydrogène électrolytique en fonction du temps, pour l'acier API 5L X52, étant connue, à la suite des essais précédents, nous pouvons alors comparer les deux principes de chargement.

$$C_{Hélectrolytique} = 6,97.10^{-7} \text{ mol.cm}^{-3} \text{ soit une concentration 48 fois plus importante.}$$

Le fait que la concentration en hydrogène soit 48 fois plus importante lors des essais sous hydrogène électrolytique, va dans le bon sens. Ceci permet d'avoir une conclusion conservatrice quant au risque d'utiliser de l'hydrogène gazeux dans le réseau de transport européen. Cette valeur est basée sur une comparaison avec un modèle théorique, comportant plus d'une quinzaine de paramètres.

III] CONCLUSION PARTIELLE

L'utilisation du Diagramme Intégrité Rupture Modifié permet de statuer sur l'effet de l'hydrogène, dans son utilisation dans des tuyaux en acier API 5L X52. Dans ces conditions précises (géométrie du défaut, pression de service,...), le coefficient de sécurité reste très conservatif au-dessus de la valeur conventionnelle de 2.

Une classification des défauts a également été réalisée en fonction de leur capacité à évoluer ou non. Ces résultats sont donnés pour un fonctionnement à l'air. La connaissance de la loi de propagation, sous hydrogène électrolytique, permet d'obtenir un classement identique sous hydrogène.

L'influence de l'hydrogène sur des aciers à plus haute limite d'élasticité (API 5L X70 et X100) a été mise en évidence. Il ressort que les aciers micro-alliés seraient les plus aptes, pour ce type de sollicitation, dans un environnement contenant de l'hydrogène.

Enfin, la nocivité de l'hydrogène électrolytique, comparée à l'hydrogène gazeux, a pu être effectuée. Dans les conditions de réalisation de nos essais, la concentration en hydrogène électrolytique, introduite dans l'acier, est 48 fois plus importante. Il faut tout de même nuancer ce résultat, puisque la comparaison est faite par rapport à un modèle théorique, comprenant plusieurs dizaines de paramètres et de coefficients différents. Un moyen de comparaison plus fiable, pourrait être étudié dans l'avenir. Il s'agit de réaliser un chargement sous pression en hydrogène gazeux d'une éprouvette quelconque, et d'en extraire l'hydrogène à posteriori, à l'aide d'une machine qui est en quelque sorte, un four d'extraction amélioré.

Références bibliographiques du chapitre III :

- [1] F. CARBONI, A. PIGANI, DR. G. MEGAHED, DR. S.K. PAUL, “The development of new steel grades and products – casting and rolling of API X70 grades for arctic applications in a thin slab rolling plant” Buenos Aires (2008)
- [2] J.T. BULGER, B.T. LU, J.L. LUO, “Microstructural effect on near-neutral pH stress corrosion cracking resistance of pipeline steels”, *J Mater Sci* 41, pp 5001–5005 (2006)
- [3] B. TANGUYA, T.T. LUUA,B, G. PERRINB, A. PINEAUA, J. BESSONA, “Plastic and damage behaviour of a high strength X100 pipeline steel: Experiments and modelling”, *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 85, pp 322–335 (2008)
- [4] S. YONG SHIN, B. HWANG, S. KIMB, S. LEE, “Fracture toughness analysis in transition temperature region of API X70 pipeline steels”, *Materials Science and Engineering A* 429, pp 196–204 (2006)
- [5] YAN M., WENG Y., “Study on hydrogen absorption of pipeline steel under cathodic charging”, *Corrosion Science* 48, p432–444, (2006)
- [6] P. SOFRONIS, Y. LIANG, N. ARAVAS, “Hydrogen induced shear localisation of the plastic flow in metals and alloys”, *Eur. J. Mech. A/Solids* 20, 857-872, (2001)
- [7] A 03-404, “Pratique des essais de vitesse de propagation de fissure en fatigue”, Afnor (1991)
- [8] Y. LIANG, P. SOFRONIS, R.H. DODDS Jr, “Interaction of hydrogen with crack-tip plasticity: effects of constraint on void growth”, *Materials Science and Engineering A* 366, pp 397-411 (2004)
- [9] P. HUTAR, S. SEITL, Z. KNESL, “Effect of constraint fatigue crack propagation near threshold in medium carbon steel”, *Computational Materials Science* 37, pp 51-57 (2006)

CONCLUSION
GENERALE

Cette étude, met en évidence, l'impact que l'hydrogène peut avoir sur des aciers utilisés ou en phase de développement, dans le réseau de transport/distribution de gaz Européen. Elle permet également de répondre à la question posée par le programme de recherche européen NaturalHy :

« Le réseau de gazoducs européen est-il capable de transporter/distribuer un mélange gazeux composé de Gaz Naturel et d'Hydrogène ? ».

Les inconvénients connus de l'hydrogène sur les aciers sont décrits dans le chapitre I. La limite d'élasticité n'est que peu affectée. Par contre, l'allongement à rupture, la résistance ultime, la résilience et la ténacité sont diminués. Divers mécanismes sont présentés pour expliquer ces effets, à savoir, le piégeage et le transport par les dislocations ou les défauts de la matière, la diminution des forces de cohésions atomiques, et la diffusion le long des joints de grains ou de manière interstitielle. Dans ce premier chapitre, nous avons également posé les bases de la mécanique de la rupture nécessaires à cette étude.

Dans le chapitre II, nous démontrons, par un nombre conséquent d'essais de diverses natures (ténacité, pression d'éclatement, fatigue, hydrogène électrolytique, hydrogène gazeux), les effets induits par l'hydrogène sur la nuance d'acier API 5L X52. Les essais statiques permettent de quantifier la diminution de la déformation à la rupture et de la ténacité (environ 30%). Aucun effet n'est remarqué au niveau des pressions d'éclatements, même si, un changement des mécanismes de rupture, très localisé, a pu être détecté. Les essais de fatigue montrent, clairement, l'effet de l'hydrogène sur l'amorçage et la propagation des fissures. La tenue en fatigue chute de 68% et le temps, nécessaire à l'amorçage, passe de 62% à l'air à 78% sous hydrogène de la durée de vie totale.

Les différents résultats obtenus, notamment pour l'acier API 5L X52, sont intégrés dans le Diagramme Intégrité Rupture Modifié, présenté dans la chapitre III. Ceci permet d'aboutir à une conclusion très importante, quant à l'utilisation de cette nuance d'acier dans le transport d'un mélange de gaz naturel et d'hydrogène. Cette conclusion est justifiée en tenant compte des différents paramètres utilisés dans notre étude, à savoir, les

dimensions du tuyau et de l'entaille, la nature de la solution électrolytique, ou encore les sollicitations imposées...

Le coefficient de sécurité du Diagramme Intégrité Rupture Modifié, pour une étude sous hydrogène, reste supérieur à 2, une valeur généralement admise en construction mécanique. De plus, ce résultat est très conservatif, puisque nous montrons, dans le chapitre III, que l'hydrogène est beaucoup plus agressif sous sa forme électrolytique, que sous sa forme gazeuse.

Les perspectives, à ce travail, sont amorcées en fin du chapitre III. Le comportement d'aciers à plus hautes limites d'élasticité est testé. Les premières conclusions sont encourageantes, puisqu'un acier à haute limite d'élasticité tel l'API 5L X100, est beaucoup moins sensible à l'hydrogène électrolytique que les deux autres (API 5L X52 et X70). Des essais similaires à ceux conduits pour l'acier X52 sont programmés.

Les attentes sont l'aboutissement à la création de Diagrammes Intégrité Rupture Modifiés pour ces deux nuances. La connaissance de ces diagrammes, ainsi que l'évolution des défauts dans ces différents matériaux, vont créer un outil permettant de faire de la maintenance préventive. En fonction de la taille du défaut rencontré, il est possible de connaître ses perspectives d'évolution, en fonction de la position du point de fonctionnement dans le Diagramme Intégrité Rupture Modifié.

Ceci pourrait aider dans le choix de la voie à suivre en matière de nuance d'acier, de pression de service et de temps de contrôle des gazoducs utilisés pour le transport de ce type de mélange gazeux. Tout en sachant que dans un futur proche, le mélange transporté tendra à devenir un gaz unique : l'hydrogène.