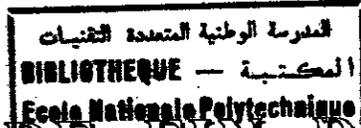


ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Departement : METALLURGIE



PROJET DE FIN D'ETUDES

Pour l'Obtention du Diplome d'Ingenieur d'Etat
en Metallurgie

THEME

**INFLUENCE DES INCLUSIONS SUR LA
CORROSION D'UN ASSEMBLAGE
SOUDE**

Proposé par :
N.CHERMAT
C.R.D (SONATRACH)

Etudié par :
A.SARI

Dirigé par :
M.LARIBI

Promotion Septembre 1992

E.N.P 10, Avenue Hacén Badi El-Harrach - ALGER-

A Ma Mère

A Mon Père

A Mes Frères et Sœurs

REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer ma reconnaissance et ma gratitude à :

- Monsieur LARIBI, mon promoteur pour ses multiples conseils prodigues à mon égard tout au long de la réalisation du projet.
- M^{lle} CHERMAT ingénieur au laboratoire de corrosion (C R D de Boumerdes) pour sa précieuse et sincère collaboration.
- Monsieur MAGNOUCHE, responsable du département procédés métallurgiques (HCR) ainsi que M^r SOUAMI du laboratoire microscopie électronique (HCR) pour l'aide et la disponibilité dont ils ont fait preuve.
- Messieurs F.HELLAL , M.KERKAR , S.SOUAMI ainsi que M^{lle} N.CHERMAT d'avoir accepté de juger ce travail.
- Monsieur MESRATI, chef de notre département pour m'avoir permis de travailler dans de bonnes conditions.
- Tous les Enseignants de notre département pour m'avoir fait bénéficier de leur savoir tout au long de ma spécialité.

Qu'il me soit permis de remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin, et ils sont nombreux, à la réalisation de cet ouvrage.

Chapitre i

INTR ODUCTION

La présente étude s'inscrit dans le cadre d'un projet d'amélioration du comportement à la corrosion du joint soudé en milieu salé et désaéré : l'assemblage de deux pipes est réalisé par soudage en cinq passes à l'arc électrique manuel à l'aide d'électrodes enrobées basiques du type OK 48.00 .

Le but recherché est d'évaluer la performance à la corrosion des soudures en multipasses pour mettre en évidence l'interdépendance entre les facteurs métallurgiques (composition chimique, structures métallurgiques, taille des grains , forme et distribution des inclusions) et le phénomène de corrosion.

Ce phénomène est observé au sud Algérien, dans le champ de gaz d'Alrar (a 120 Km de Ain-Amenas) au niveau des installations de surface où les différentes sections de 22 mm d'épaisseur et de 203 mm de diamètre extérieur composant cette installation sont changées régulièrement tous les dix mois sinon tous les six mois malgré la présence d'inhibiteur de corrosion. Ceci met en cause la qualité et les propriétés mécaniques du joint soudé et entraîne d'énormes dépenses.

L'examen de ces sections corrodées montre une attaque très prononcée du cordon de soudure, jugé de bonne qualité et supposé protégé par un inhibiteur de corrosion.

L'analyse de ces facteurs de corrosion par rapport aux spécifications du champ de gaz d'Alrar (Fig 1.1) peut nous permettre de supposer que la corrosion s'est développée par :

- 1/ Corrosion électrochimique attribuée à la présence de 4,39 % de CO_2 et 100 mg/l à 200 mg/l de sels contenus dans le gaz brut.
- 2/ Corrosion galvanique pouvant être accordée aux hétérogénéités chimiques présentes dans les différentes zones de soudure (zone fondue et métal de base) conférant au joint soudé une tendance élevée à la formation de piles galvaniques.
- 3/ Corrosion - érosion due aux particules solides telles que le sable provenant du puits, entraînées par le gaz à une vitesse atteignant 13 à 15 m/s.
- 4/ Corrosion sous tension et corrosion par fatigue résultant des conditions d'exploitation sévères sont liées à la géométrie de l'installation , aux sollicitations cycliques de nature mécanique radicale.

Le travail que nous présentons a concerné l'étude de l'influence des inclusions sur la corrosion de l'assemblage soudé. Hormis l'étude bibliographique, ce travail s'articule autour de trois parties principales:

Dans un premier temps, nous avons caractérisé au microscope optique l'assemblage soude par observation de la forme et la distribution des inclusions.

La composition chimique des inclusions est déterminée par analyse qualitative à l'aide d'un spectromètre à dispersion

d'énergie [EDAX] couplé au microscope électronique à transmission.
Les structures de solidification et de recuit ainsi que les mesures de dureté sont regroupées à la fin de l'ouvrage (Annexe), où elles y sont commentées.

Dans un second temps, nous avons effectué des tests de corrosion par immersion totale des éprouvettes préalablement préparées, dans une enceinte en P.V.C (Polychlorure de vinyl) contenant une solution aqueuse désaérée de chlorure de sodium pour lesquelles on a fait varier les paramètres temps et concentration.

L'investigation menée sur les éprouvettes corrodées est réalisée par évaluation statistique de l'intensité de corrosion basée sur le comptage du nombre de piqûres des surfaces de chaque échantillon.

Enfin, notre étude est achevée par des corrélations des facteurs métallurgiques intrinsèques du joint soudé, à savoir les différents types d'inclusions et de structures avec le résultat statistique de l'essai de corrosion. Ceci nous permettrait de localiser la région du joint soudé présentant une plus grande sensibilité à la corrosion.

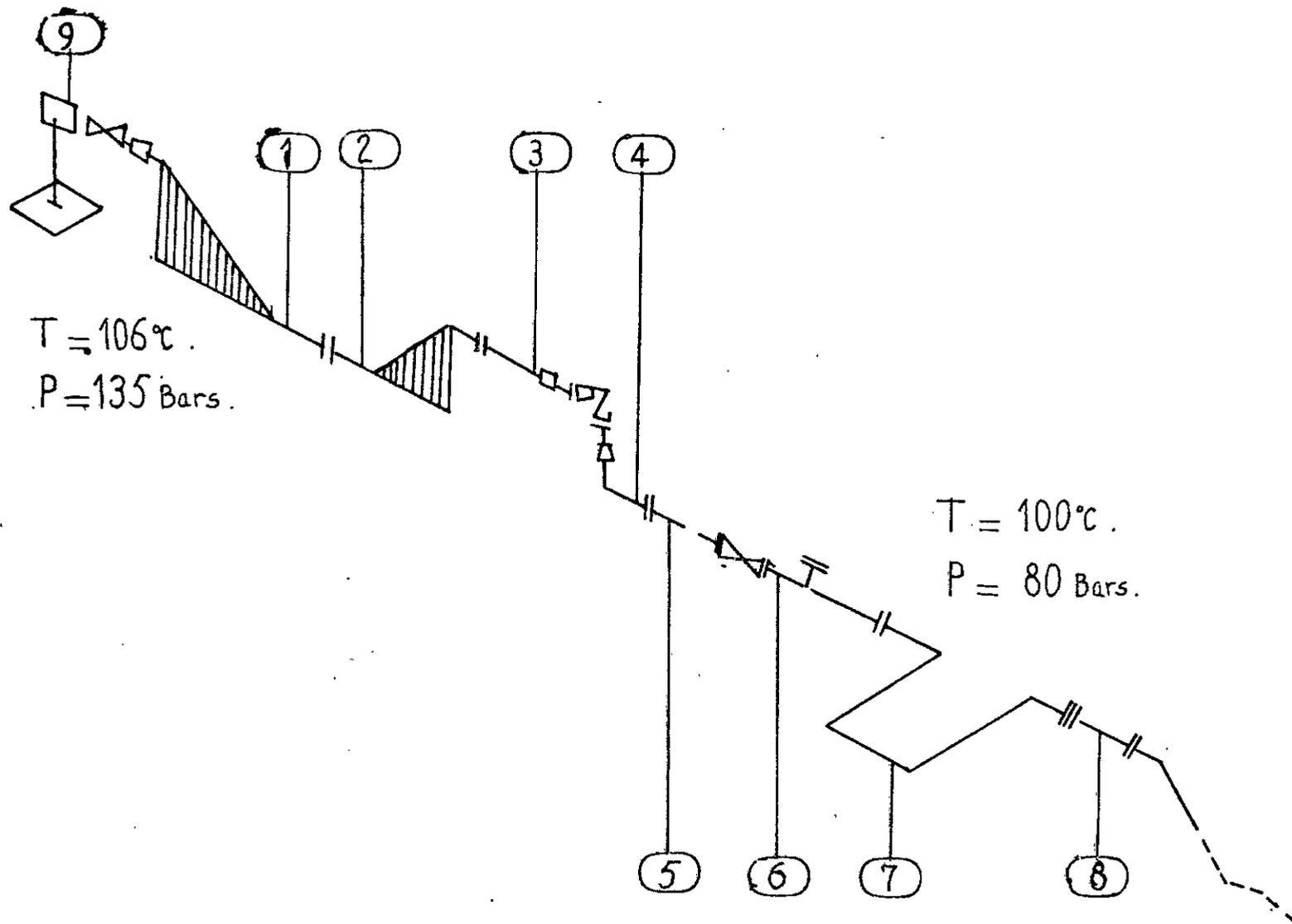


Fig.1.1 - Profil isométrique d'une installation de surface
du champ de gaz d'Alrar (Aïn-Aménas). [18].

- 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 et 8 Manchettes .
- 9 Puits producteur de gaz .

Chapitre II

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

- Les caractéristiques des inclusions.
- Influence des inclusions sur les propriétés mécaniques
- Influence des inclusions sur la résistance à la corrosion.
- Effets d'autres facteurs métallurgiques sur la corrosion.
- Effets de la dissolution des sels sur la corrosion.
- Mécanisme électrochimique de la formation d'une piqûre.
- Evaluation de l'intensité de la corrosion.
- Présentation de l'assemblage soudé.

Les oxydes et les sulfures sont depuis fort longtemps considérés comme des substances étrangères et nocives. Ce sentiment est certainement fondé pour les inclusions de grande taille et solubles dans le milieu aqueux. Mais comme tous les aciers contiennent des inclusions de toutes tailles, jusqu'à quelques nanomètres, et que certaines sont utiles, on doit admettre leur présence, étudier leur nature et leurs comportements et contrôler au mieux leurs formations.

Etant donné que les connaissances de la teneur en Oxygène, Soufre et autres métalloïdes est insuffisante pour prévoir les propriétés des aciers et particulièrement vis à vis de la corrosion, on examinera successivement la nature des inclusions, leur origine, leur distribution, leur comportement pendant la transformation de l'acier et pendant leur utilisation.

2.1 Les caractéristiques des inclusions :

Les inclusions sont des composés chimiques qui se forment par un processus physico-chimique avant et au cours de la solidification liquide. Ces inclusions n'ayant pas les propriétés métalliques de la matrice, qui groupées en amas et même isolées modifient nettement les caractéristiques mécaniques et la résistance à la corrosion du métal.

Leur nombre ne peut diminuer mais peut augmenter par pollution en surface; elles peuvent se déformer plastiquement par suite d'un carroyage.

Les inclusions sont regroupées en quatre types :

- * Inclusion de Sulfures.
- * Inclusion d'Oxydes .
- * Inclusion d'Alumine .
- * Inclusion de Silicate .

Leurs caractéristiques mécaniques et électriques figurent sur le tableau 2.1

2.1.1 Germination et croissance des inclusions :

Les inclusions sont réparties en général en deux groupes :

A / Inclusions exogènes :

Elles proviennent de l'entraînement accidentel pendant le soudage tel que le laitier et les soufflures; leur étude est délicate et compliquée du fait de la variation de la condition de formation [1].

Cependant elles sont facilement identifiées aux autres inclusions endogènes par :

TABLAU 2.1

CARACTERISTIQUES DES 4 TYPES D'INCLUSIONS [18].

Types d'inclusions	Sulfures		Oxydes		Silicate	Alumine
	FeS	MnS	FeO	MnO	—	Al ₂ O ₃
Propriétés						
Point de fusion (°C)	980	1600	1400	1700	1720	2050
Réseau cristallin	Hexagonal	Cubique (Isotrope)	Cubique (Isotrope)	Cubique (Isotrope)	Triclinique	Hexagonal
Etat électrique	Conducteur	Conducteur	Faible	—	Isolant	Isolant
Densité	4,6	4	5,8	5,5	2,3	3,9
Malléabilité	Très malléable		Très peu malléable		Malléable	Non malléable
Forme	Globulaire ou en réseau		Sphères vitreuses et petites dendrites		Aspect vitreux	Grains dispersés ou en amas
en Fond noir	Sombres		Oxydes sombres et la silice brillante		Plus ou moins brillants	Sombres
en Fond clair	Claires		Sombres		Sombres	Sombres

- Leur taille généralement importante.
- Leur apparition sporadique.
- Localisation préférentielle dans le lingot ou la pièce moulée.
- Structure complexe.
- Localisation en surface.

B / Inclusions endogènes :

L'Oxygène et le Soufre, étant présents à tous les stades d'élaboration, entrent en réaction chimique avec les métaux soit à l'état liquide, soit par diminution de la solubilité des éléments Oxygène et Soufre pendant le refroidissement.

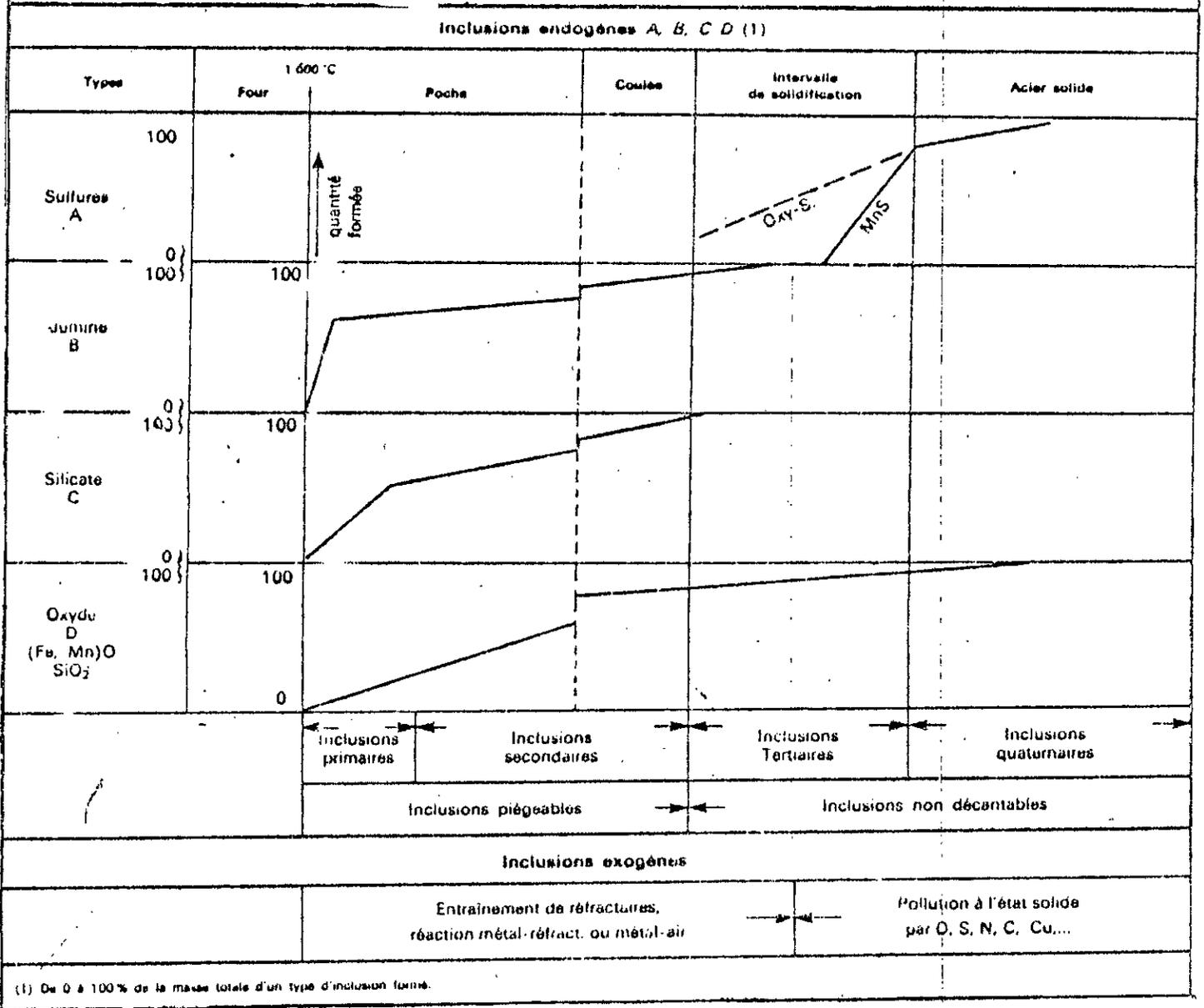
Lors de l'adjonction d'un désoxydant (Mn, Si, Al, etc...) la formation des inclusions s'effectue en plusieurs étapes :

- a** - Dissolution du désoxydant qui crée localement une sursaturation.
- b** - Germination de la phase oxyde, ce qui suppose une sursaturation suffisante pour induire une germination homogène, ou une sursaturation insuffisante pour une germination hétérogène (par épitaxie sur des particules existant dans le métal liquide); pratiquement la germination est hétérogène même pour les désoxydants forts.
- c** - Lorsque la sursaturation diminue localement, la germination est remplacée par la croissance d'oxydes, alimentée par la diffusion.
- d** - Ces particules ont tendance à décanter et à s'agglomérer. Le liquide restant contient encore de l'Oxygène mais sa sursaturation est plus faible pour donner d'autres oxydes.
- e** - Pour éliminer davantage l'Oxygène, une réintroduction des désoxydants est souhaitable.
- f** - Les inclusions primitives apparaissant au moment de l'introduction des désoxydants sont suivies de :
 - * La formation d'inclusions secondaires, par diminution de solubilité des éléments pendant le refroidissement du liquide.
 - * L'apparition d'inclusions due à la solubilité faible des éléments d'alliage dans le fer solide, donc pendant la solidification.

Les inclusions endogènes ont tendance à être réparties assez uniformément. En fait, cette répartition uniforme est une de leurs caractéristiques.

Le tableau 2.2 illustre l'époque de formation des inclusions.

Tableau 2.2 Schéma des époques de formation des inclusions. [4].



2.1.2 Morphologie des inclusions :

Les inclusions naissent dans le métal liquide avant ou pendant la solidification sous des formes définies : Sphériques, anguleuses ou creuses. Elles sont ensuite plus ou moins déformées par carroyage.

La figure 2.1 présente les différents formes d'inclusions complexes.

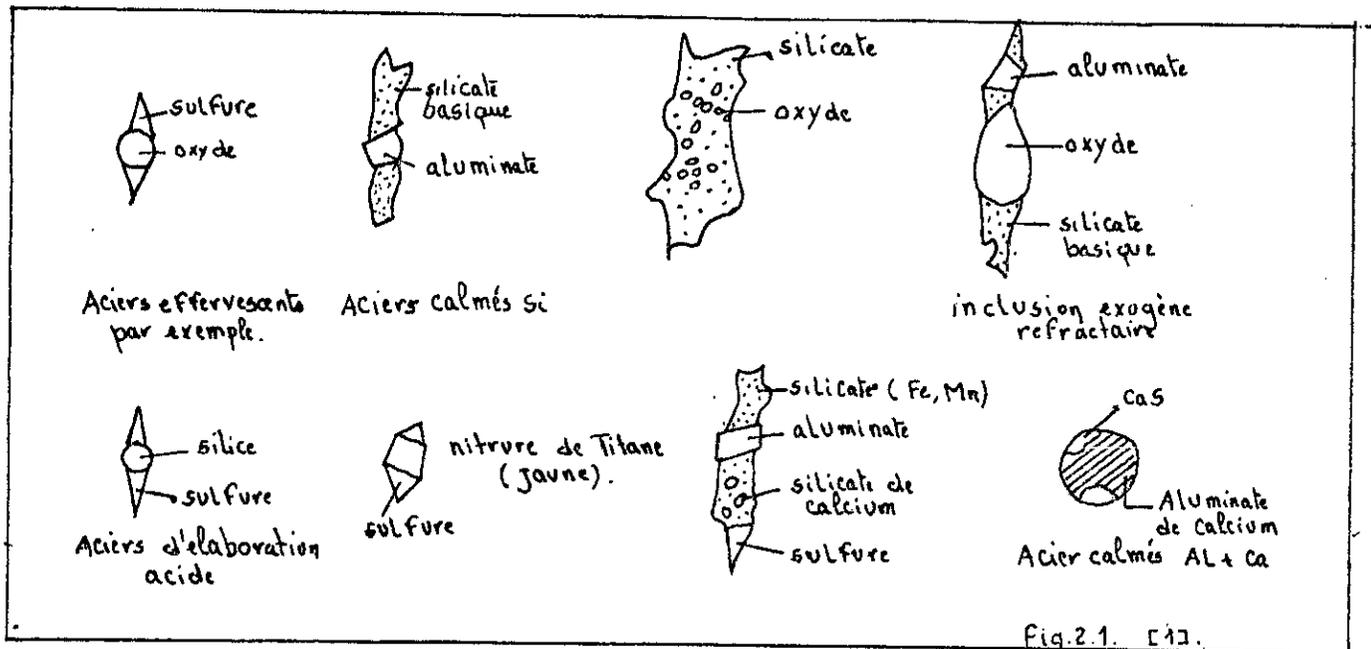


Fig.2.1. [1].

2.1.3 Localisation des inclusions :

Au cours et après leur formation, les inclusions sont soumises à des phénomènes de décantation dont la vitesse est calculable par la loi de stocks applicable à une particule sphérique :

$$v = \frac{a^2 \cdot \Delta \rho}{18\eta} \cdot g \quad (\text{cm/min}) [1]$$

- a = diamètre de la particule (µm).
- $\Delta \rho$ = différence entre densité métal et densité inclusion.
- g = force de gravité.
- η = viscosité du métal liquide.

Elles sont en outre soumises à des phénomènes d'agglomération entre elles ou de blocage par le front de solidification alors que le reste est piégé dans le métal solide et constitue les inclusions.

2.2 INFLUENCE DES INCLUSIONS SUR LES PROPRIETES MECANIQUES :

La glôbularisation des inclusions sulfures par traitement à l'aciérie permet ainsi d'améliorer la résilience dans le domaine ductile, mais ne change pas la transition ductile-fragile, celle-ci n'est changée que par modification de la structure du métal.

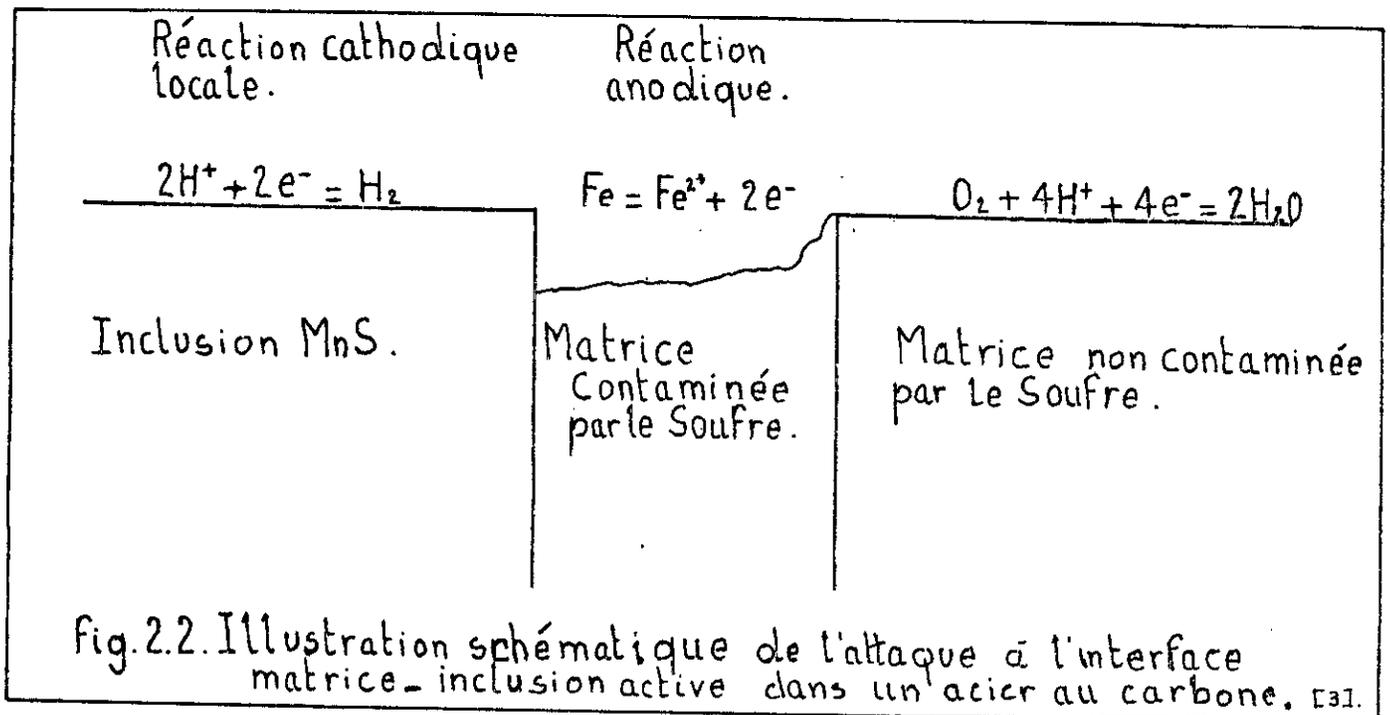
Les éléments d'addition (Al, Nb, V, Ti) dans les aciers au Carbone interviennent à des teneurs de quelques centièmes pour cent sous forme de particules très dispersées insolubles dans l'Austénite au dessous de 900° C ainsi que dans la ferrite. [2]

Le Titane est volatil et, en soudage à l'arc, la perte qui en résulte dans le métal fondu le destabilise et dégrade la résilience et la soudabilité de la zone fondue.

Ainsi la présence d'éléments dispersoïdes (Carbone, Nitrate, Carbonitruure) permet-elle, à la limite d'élasticité égale, une moindre teneur en Carbone d'ou une meilleure soudabilité.

2.3 INFLUENCE DES INCLUSIONS SUR LA RESISTANCE A LA CORROSION :

Dans les aciers au Carbone et dans les inox, les piqûres s'amorcent aux inclusions de sulfure généralement MnS [3]. Car ces derniers sont plus solubles en milieu acide. Dans les aciers au Carbone l'attaque démarre à l'interface inclusion-matrice (fig.2.2).



En milieu acide, certaines inclusions sont plus solubles que d'autres, ce phénomène est étroitement lié au produit de solubilité et à la nature du milieu entourant l'inclusion. Le tableau 2.3 donne les valeurs du produit de solubilité et de l'énergie libre de formation de quelques sulfures les plus courants.

Elément	Sulfure	ΔG° , Kj /mole de S à 25° C	Produit de solubilité K_s
Mn	MnS	- 209	13
Fe	FeS	- 97,5	17
Ni	NiS	- 114	20
Cu	Cu ₂ S	- 86	36
Mo	MoS ₂	- 112	Insoluble dans les acides.
Al	Al ₂ S ₃	- 163	Facilement soluble dans les acides.
Ti	TiS		Insoluble dans les acides.
Cr	CrS	- 150	Partiellement soluble dans les acides.

Tableau 2.3: Solubilité et énergie libre de formation des sulfures ayant une grande influence sur les propriétés de corrosion des aciers. [3]

EKLUND [4] a observé que les fines dispersions de MnS sont plus actives que les particules grosses; cette appréciation peut être expliquée par le phénomène de diffusion selon lequel ce mécanisme se fait du milieu le plus concentré vers le milieu le moins concentré. D'autre part ses recherches sur la piqûration des monocristaux du nickel pur (0,01 - 0,02 % S) ont montré que dans ce cas, aussi, les piqûres sont initiées aux inclusions sulfures (Ni₂S₃) [5] et que le chauffage prolongé du nickel réduit fortement le nombre de piqûres [6] ceci résulte probablement de la coalescence de la phase sulfure.

Une fois la piqûre atteint une certaine profondeur, elle passe de l'état d'amorce ou nucléation vers l'état de propagation dont le mécanisme électro-chimique est similaire dans l'acier au Carbone et l'acier inoxydable [3]. Ce mécanisme en outre, dépend de la formation d'une pile de concentration dans laquelle la solution de la piqûre est plus riche en sel et pauvre en oxygène que la masse de la solution à l'extérieur de la piqûre.

2.4 EFFETS D'AUTRES FACTEURS METALLURGIQUES SUR LA CORROSION:

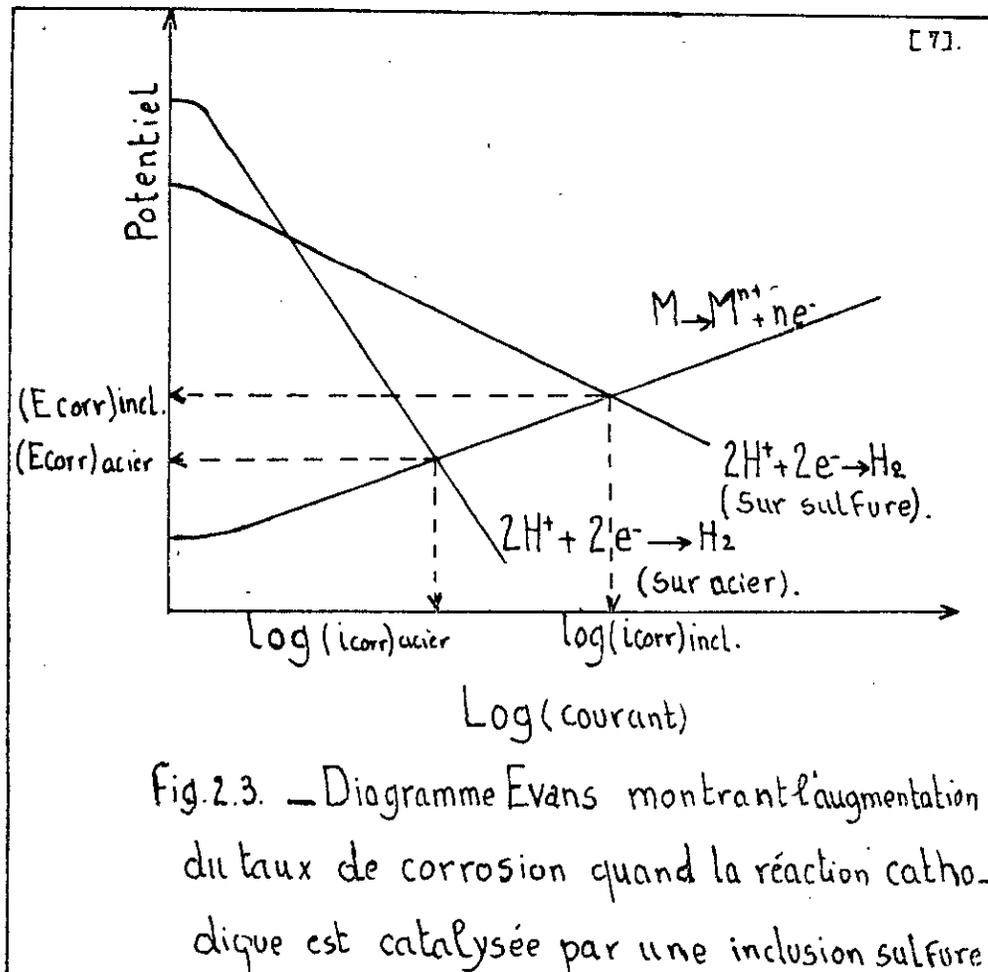
De nombreux facteurs métallurgiques et aqueux jouent un rôle important sur les propriétés de résistance à la corrosion des aciers, on cite :

A / Effet de la composition:

Le Carbone ne modifie pas la résistance à la corrosion de l'acier s'il est en solution solide, par contre il devient nocif s'il persiste sous forme de Carbone lamellaire vu que ces carbures fins constituent le siège cathodique d'évolution de l'hydrogène.

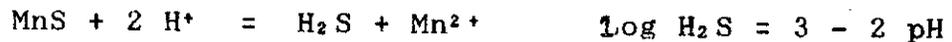
D'autre part la présence du Manganèse et du Soufre dans l'acier donne naissance à des inclusions MnS incohérentes avec la matrice métallique où la corrosion s'amorce sous l'influence du milieu aqueux.

Les sulfures MnS catalysent les réactions cathodiques; ceci se manifeste par une élévation du taux de corrosion et le potentiel de corrosion devient donc plus positif. (fig.2.3) [7]. Ce type de corrosion se produit localement où des piqûres sont observées à l'interface inclusion-matrice.



De leur côté, CLEARLY et GREEN [8] ont observé que les teneurs en soufre et en phosphore, limitées respectivement à 0.01 % et 0.03 %, n'ont pas d'influence sur la résistance à la corrosion des aciers XC 20 dans un milieu acide et neutre.

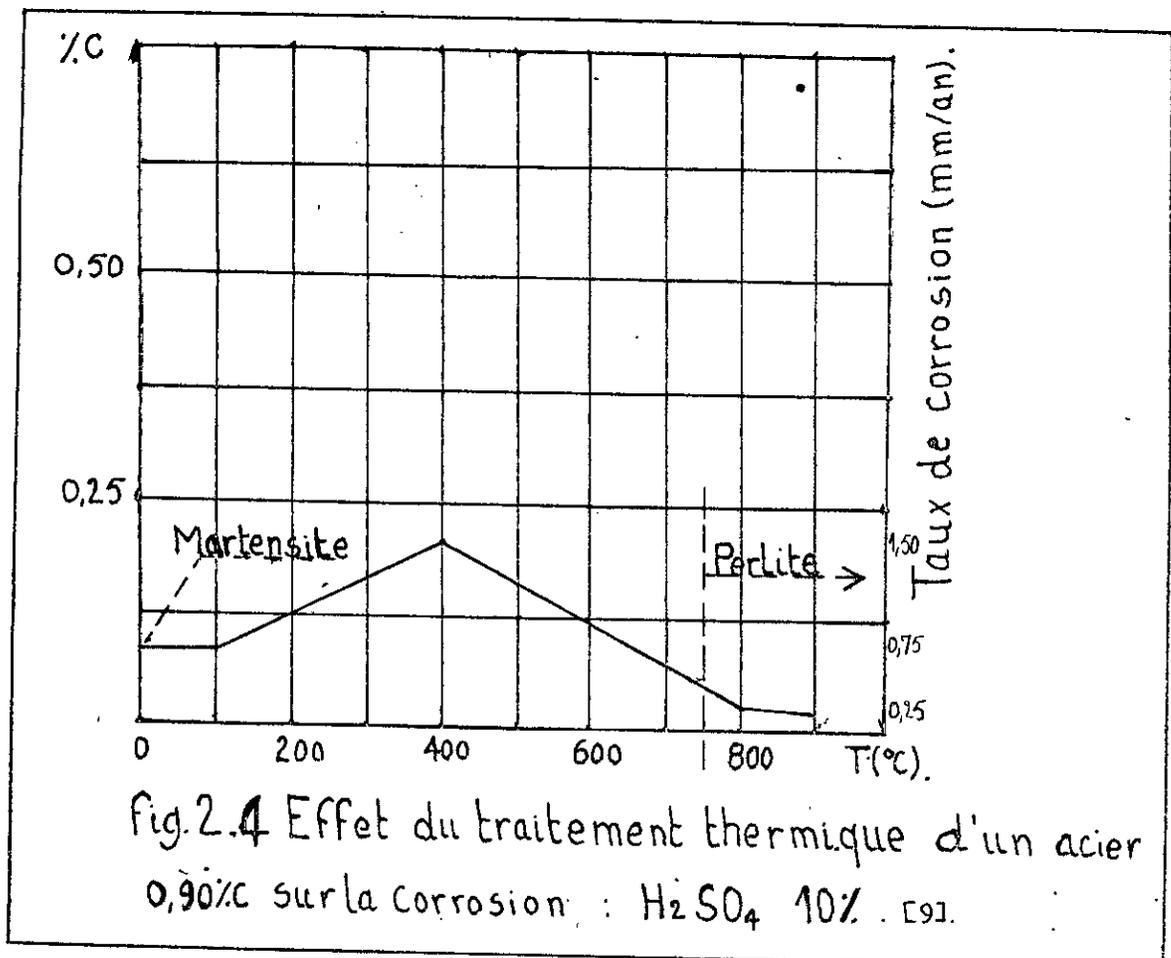
La teneur en Manganèse est supérieure à 0.9 %, nous pouvons nous attendre à la formation de sulfure de manganèse dont la dissolution est stimulée par l'acidité du milieu à l'intérieur de la piqûre selon la réaction :



Par leur dissolution, les inclusions Mns contribuent à la formation d'un vide à l'interface matrice-inclusion à travers lequel peut circuler un courant anodique en entraînant les ions ferreux vers la cathode. Par contre les ions chlorures migrent de la masse de la solution vers l'intérieur de la piqûre qui s'enrichit progressivement en sel.

B / Effet de la structure métallurgique :

HEYNE et BAUER [9] ont observé qu'en présence de la cémentite de revenu l'action galvanique en milieu acide est maximale (fig. 2.4); cette action diminue avec une cémentite coalescée par un chauffage ultérieur, ce phénomène a été expliqué par le fait que les particules fines sont plus solubles que les particules grossières ayant une surtension cathodique élevée ce qui diminue le taux de corrosion.



PETROV et OSADCHUK [10], par ailleurs, ont montré que la microstructure Ferrito-perlitique est plus stable en milieu acide que la martensite (fig.2.4). Elle devient moins stable dans une solution neutre à 3 % NaCl et aérée.

Cr. POLI et LILIANA FELLONI [8] ont montré que l'acier API5L grade X52 est mal adapté au milieu agressif d'acide sulfurique et d'acide chlorhydrique (0.1 N), les milieux étant désaérés.

La corrélation entre dégradation de ce matériau et sa microstructure est liée aux inclusions de sulfure de manganèse allongées et parallèles aux agrégats de perlite.

Il serait donc bon de réduire la concentration en Carbone et en Soufre ou en Manganèse et contrôler le taux d'Aluminium.

2.5 Effets de la dissolution des sels sur la corrosion :

Parmi les chlorures AgCl , Hg_2Cl_2 et PbCl_2 sont peu solubles dans l'eau, ainsi que les sels basiques de Bismuth, d'Aluminium et d'Étain. Les autres chlorures se dissolvent bien [11].

La teneur en Cl^- est l'un des paramètres principaux caractéristiques du milieu agressif, définissant le type de corrosion: localisée en milieu neutre et chloruré [12].

Du point de vue théorie du film d'oxyde, l'ion Cl^- pénètre à travers les pores du film entraîné par le courant anodique et par son absorption élevée [13] où l'ion chlorure pourrait affaiblir les liaisons ioniques du complexe $\text{Fe}(\text{OH})_2$.

Selon KABANOV [14], les ions Cl^- s'adsorbent la surface du métal en compétition avec O_2 . Une fois en contact avec la surface du métal, l'ion Cl^- catalyse l'hydratation de celui-ci. Une diminution de surtension cathodique est observée, ce qui augmente alors le taux de corrosion (tableau 2.4) [3], par conséquent le potentiel de piqûration est déplacée dans la direction des potentiels actifs (fig.2.5) [15].

La figure 2.5 montre schématiquement l'initiation de la piqûre à un interface inclusion-métal sous l'influence des ions Cl^- ; pour la tension E_p de piqûration cette piqûre peut se développer en présence d'une concentration suffisante en agent-oxydant : O_2 ou se repassiver en dessous $E_R < E_p$.

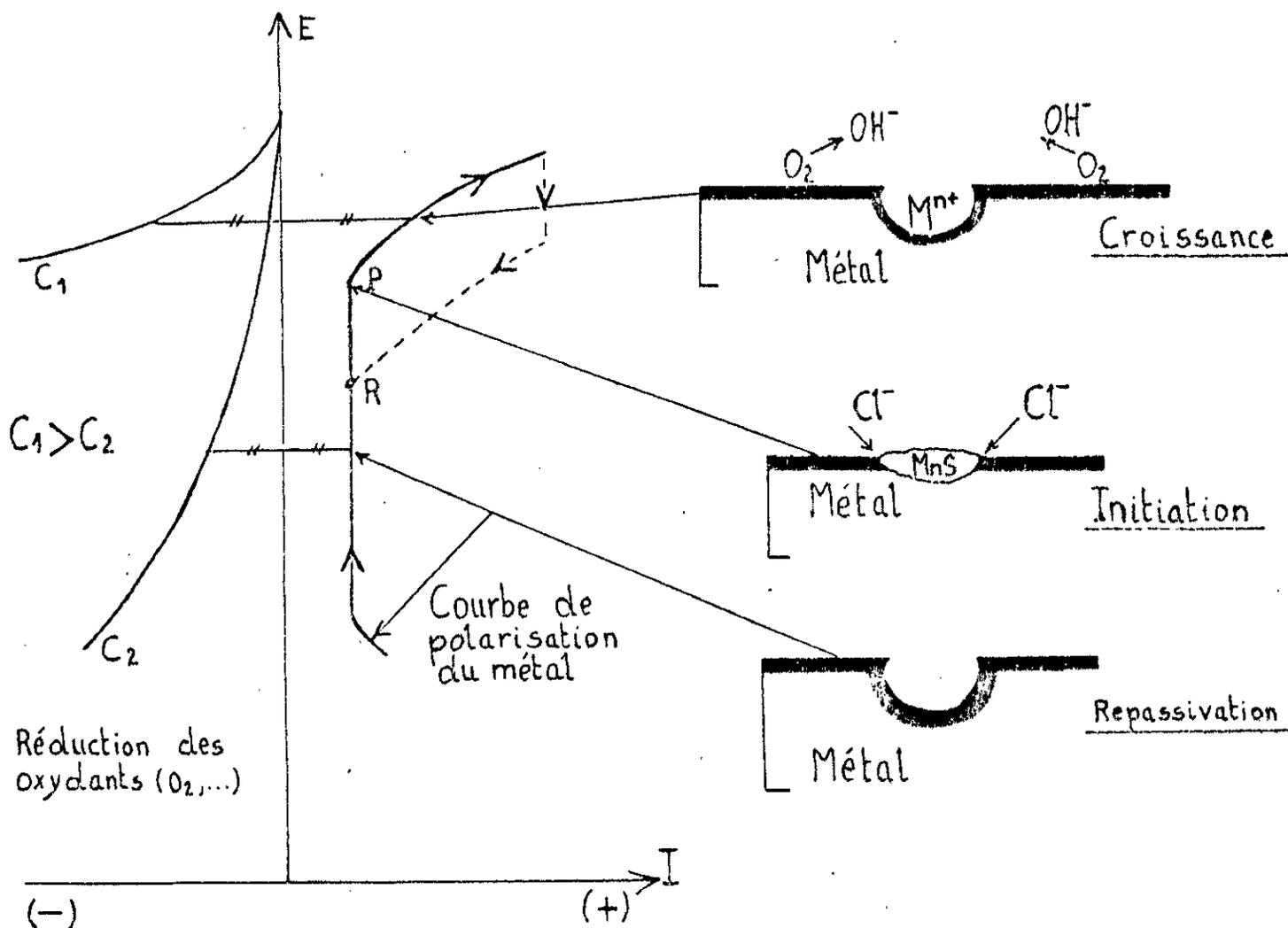
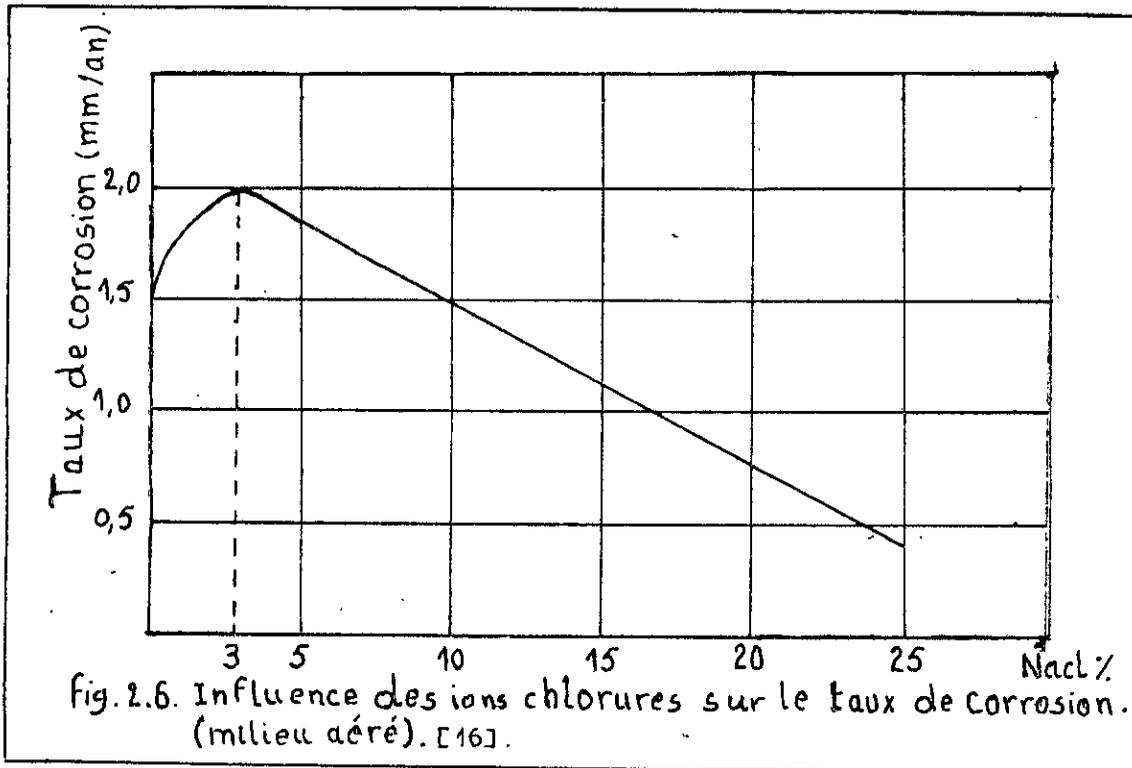


Fig.2.5. Représentation schématique de la piqûration. [15]

OH ⁻	Cl ⁻
Faible polarisation molaire. Faible adsorbabilité. Surtension élevée.	Polarisation molaire élevée. Adsorbabilité élevée. Surtension faible.
Passivation. Corrosivité faible.	Activation. Corrosivité élevée.

Tableau 2.4. Propriétés électrochimiques des ions Cl⁻ et OH⁻. [3].

La figure 2.6 illustre l'effet des chlorures sur la corrosion d'un acier doux, dans un milieu aéré. A des concentrations inférieures à 3 % NaCl, le taux de corrosion augmente et s'explique par une conductibilité faible de la solution due à la solubilité élevée de l'Oxygène et forme des lors des surfaces cathodique aux voisinages des zones anodiques. Toutefois la conductibilité élevée de la solution (NaCl > 3 %) conduit à une réduction dans la solution de l'Oxygène et en conséquence du taux de corrosion [16].



2.6 MECANISME ELECTROCHIMIQUE DE LA FORMATION DES PIQURES :

Le joint soudé est exposé au milieu aqueux et agressif vu sa structure hétérogène; en conséquent, chaque zone réagit différemment vis à vis de la corrosion.

Généralement les études faites sur la corrosion électrochimique découlent souvent d'un milieu aéré vu le rôle de l'Oxygène et sa contribution à la corrosion .

Quelque soit le milieu, la réaction anodique ne change pas; par contre la réaction cathodique change selon la concentration de l'électrolyte .

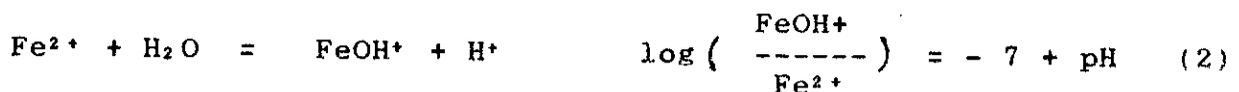
Les réactions chimiques et électrochimiques impliquant la piqûration de l'acier [3] se résument comme suit :

1 A l'intérieur de la piqûre :

Réaction anodique :



Hydrolyse des ions ferreux :



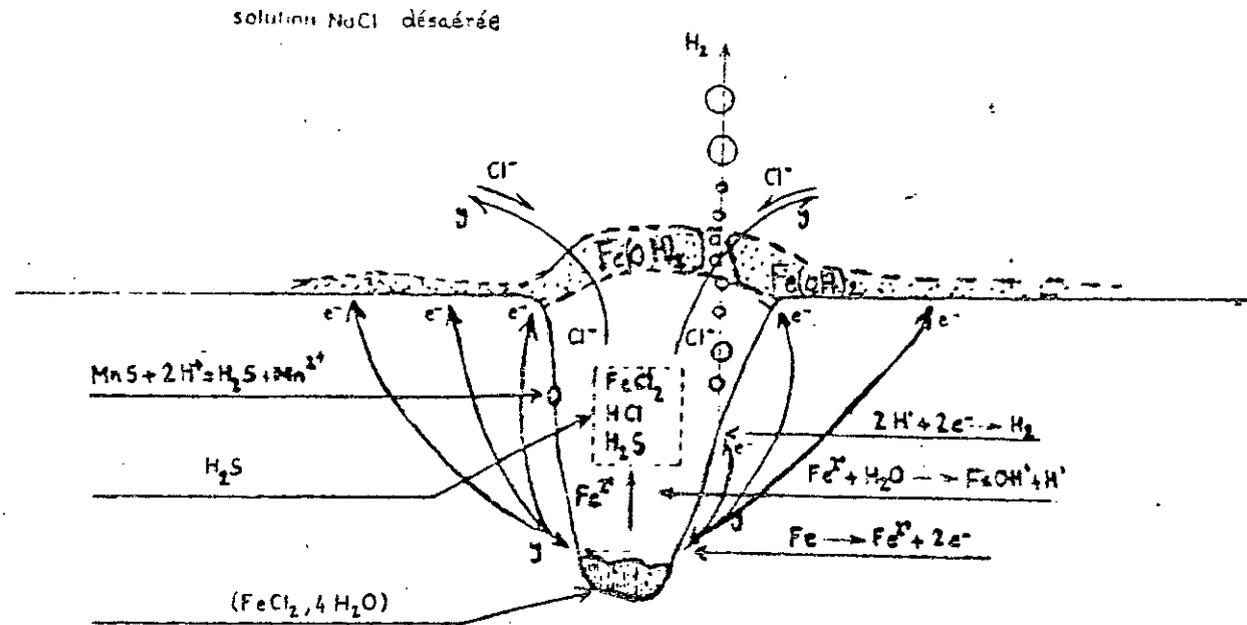


Fig.2.7 - Schéma du mécanisme de formation de la piqure en un milieu neutre et désaéré. [3].

Dissolution des sulfures :



Evolution de l'hydrogène cathodique :



La dissolution rapide du métal (fig.2.7) alimentée par (3) à l'intérieur de la piqure tend à produire les charges positives (1) résultant de la migration des chlorures pour y maintenir l'électroneutralité [17]. Entre autre, une grande concentration du sel hydraté FeCl_2 se forme à l'intérieur de la piqure résultant de l'hydrolyse (2). Ensemble, l'hydrogène atomique et l'ion chlorure stimulent la dissolution du métal.

2 A l'extérieur de la piqure:

Les ions ferreux entraînés vers l'extérieur des piqures par les courants anodiques réagissent aux voisinages des anodes (piqures) avec les ions hydroxyles et forment progressivement aux cathodes des barrières de diffusion (films d'oxydes) selon les réactions suivantes :

Réaction anodique :



Dissociation de l'eau :



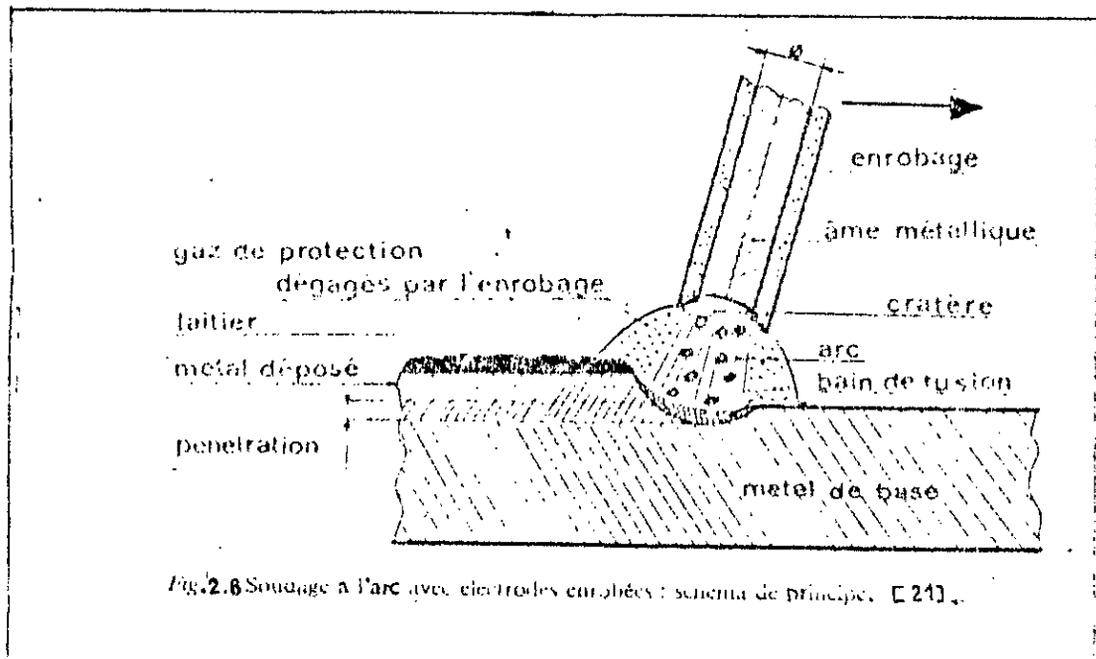
La réaction globale : (1) + 2(5)



2.7 PROCÉDE DE SOUDAGE A L'ARC ELECTRIQUE MANUEL :

2.7.1 Principe :

Un générateur à courant électrique permet de produire un arc électrique entre l'électrode et la pièce, la chaleur dégagée par cet arc fait fondre simultanément la pièce et l'électrode enrobée basique créant un bain de fusion. (fig.2.8)



L'enrobage basique de l'électrode est à base de carbonate de calcium avec addition de fluorure de calcium qui constitue un laitier bien désulfurant et isolant thermiquement le métal fondu.

L'enrobage a une action ionisante grâce à la présence des Silicates qui se traduit par un apport de chaleur afin de créer une dilution entre le métal d'apport et le métal de base. Les électrodes basiques présentent les meilleures caractéristiques mécaniques, notamment en ce qui concerne la résilience. Elles sont utilisées pour les assemblages de haute sécurité et à chaque fois qu'on a affaire à des aciers difficilement soudables.

A / Avantage du procédé :

Il permet de souder pratiquement tous les types de joints, en toutes positions (même sur les chantiers) et pour toutes les épaisseurs ($e > 1 \text{ mm}$) avec un faible coût en équipement.

B / Inconvénients du procédé :

La productivité du soudage à l'arc électrique manuel avec électrodes enrobées est faible au regard des procédés semi-automatiques et automatiques. D'une part, la vitesse de soudage est moins rapide, il faut remplacer l'électrode et retirer le laitier par piquage [20].

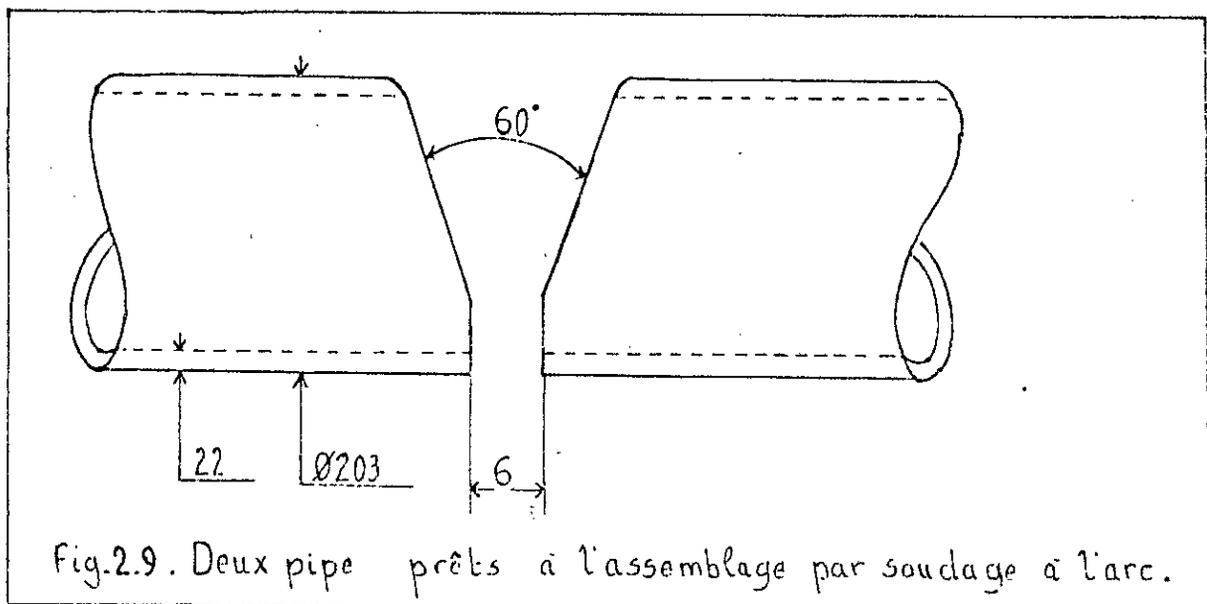
D'autre part, l'obtention d'un joint soudé d'excellente qualité exige du soudeur une très grande qualification.

La faible énergie de soudage ($E < 20 \text{ KJ}$) nécessite pour le soudage des aciers à haute limite élastique et de certains aciers faiblement alliés, un préchauffage ou un poste-chauffage afin d'éviter une structure trop fragile du joint-soudé.

2.8 Mode de réalisation du joint soudé :

Les deux pipe line sont chanfreinés en V à leur extrémités en vue de soudage (fig.2.9).

La position du soudage est circulaire, une température de 300°C [18] respectée entre chaque phase passe à la fin de l'opération du soudage, le joint soudé est contrôlé par radiographie pour estimer la perfection de la soudure.



On détermine la soudabilité en calculant la valeur du Carbone équivalent [8] :

$$C_{eq} = C + \frac{Mn}{6} + \frac{Cr+Mo+V}{5} + \frac{Ni+Cu}{15}$$

Où la teneur des divers éléments est exprimée en pourcentage massique. Dans notre cas le Carbone équivalent est inférieur à la limite critique ouïlerisque de fragilisation évalué à 0,38 % [21].

2.9 Mode d'observation et identification des inclusions :

Le métal de base se présente sous forme d'un produit fini ayant la composition chimique proche de l'acier A Pl 5L grade X 52, leur limite d'élasticité élevée les rend par contre difficilement formables à froid [22] c'est ainsi que ces aciers microalliés sont obtenus par corroyage à chaud et d'autres par moulage; tout dépend des dimensionnements.

Le métal de base (acier corroyé) et la zone fondue ou la zone d'élaboration (acier moulé) présentent des inclusions dont les caractères morphologiques y sont différents. Ce critère, avec l'appui des images-types, nous permet d'identifier les types d'inclusions observées au M.O sans préjuger leur nature.

A / Aciers corroyés :

Les inclusions sont classées en quatre types principaux en fonction de leurs caractères morphologiques [23]:

1/ Type Sulfure :

Inclusion malléable de forme allongée (cigare), en général de couleur grise en fond clair et opaque en fond noir (Fig. 2.40).

2/ Type Alumine :

Inclusion en forme de grain présentant des réflexions internes en lumière réfléchie et apparaissant vitreuse en fond noir.

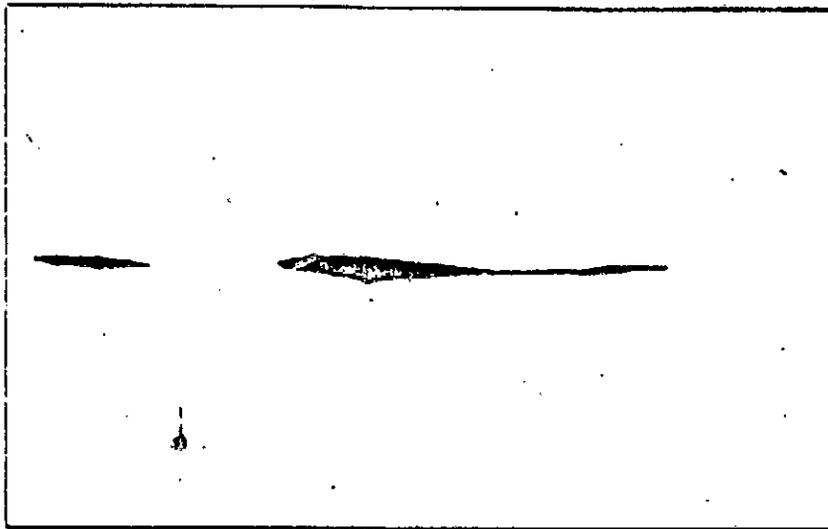
Ces inclusions sont généralement présentes sous forme d'amas (Fig. 2.11).

3/ Type Silicate :

Inclusion peu malléable, allongée mais brisée, grise avec des reflets internes en lumière réfléchie et vitreuse en fond noir (Fig. 2.42).

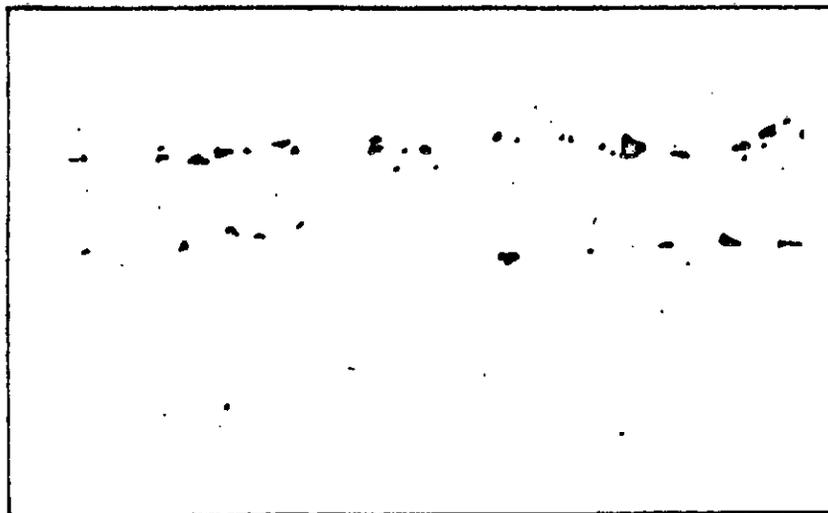
4/ Type Oxyde (de Fe - Mn) :

Inclusions de forme globulaire réparties d'une façon homogène, grises en lumière réfléchie et opaques en fond noir (Fig. 2.43).



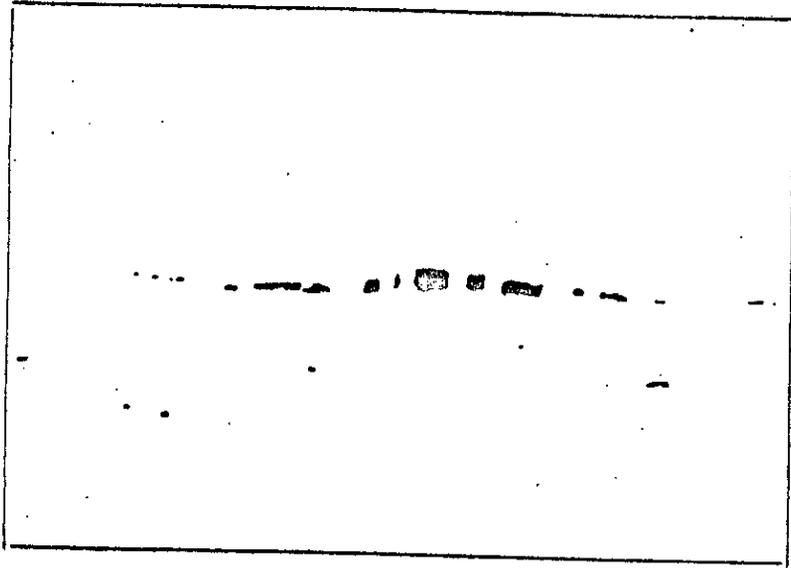
X 500

Figure 2.10 - Aciers corroyés — Inclusion de sulfure



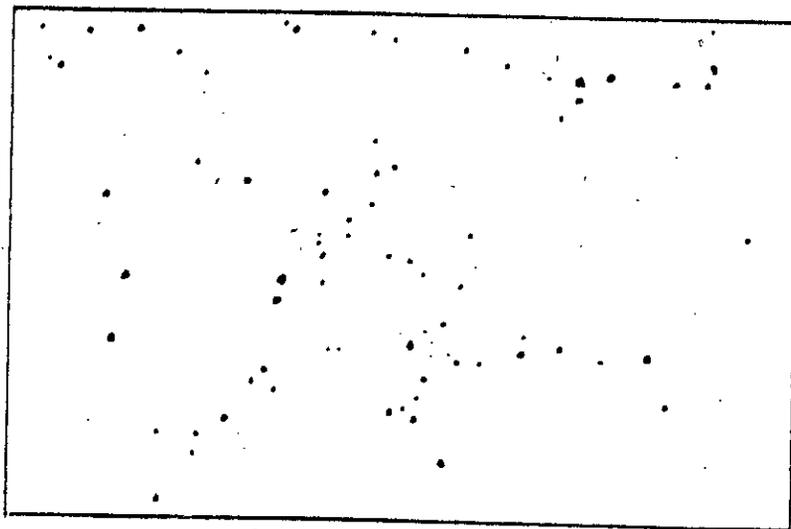
X 350

Figure 2.11 - Aciers corroyés — Alignement d'inclusion d'alumine



X 100

Figure 2.12 - Aciers corroyés — Inclusion de silicate



X 100

Figure 2.13 - Aciers corroyés — Inclusion d'oxyde

B / Aciers moulés :

Les inclusions sont classées en quatre types principaux en fonction de leur nature de leur nature.

1/ Type Sulfure :

- Type I : Globulaire (Fig.2.14.a).
- Type II : En réseau (Fig.2.14.b).
- Type III : Petites inclusions polyédriques dispersées (Fig.2.14.c).

2/ Type Alumine :

Inclusions généralement sous forme de grains dispersés d'âmes (Fig.2.15).

3/ Type Silicate :

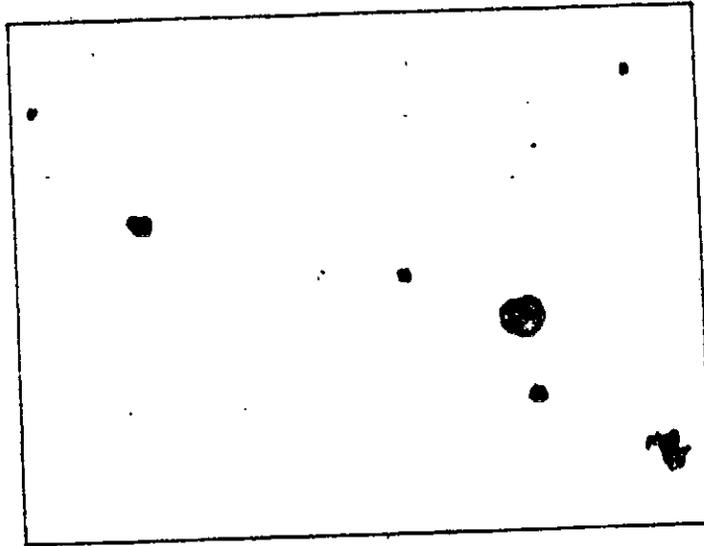
Inclusions vitreuses , globulaires plus ou moins homogènes (Fig.2.16).

4/ Type Oxyde (de Fe - Mn) :

Inclusions de formes plus ou moins arrondies ; ce type d'inclusion n'est pratiquement jamais rencontré dans les aciers moulés calmes.

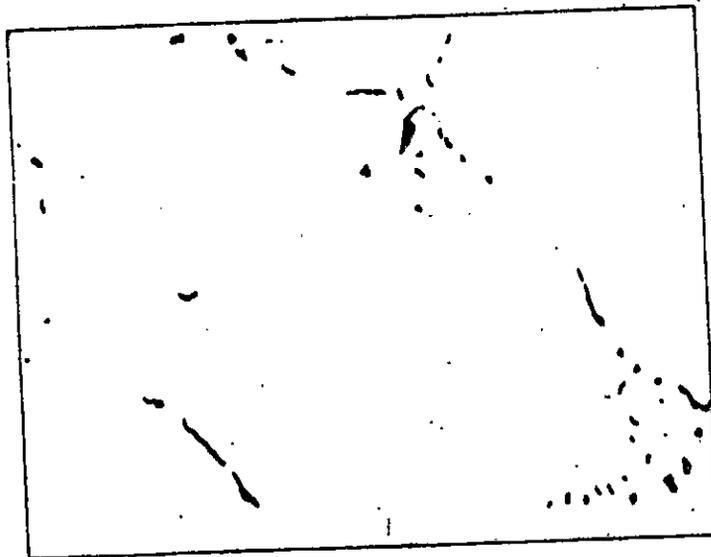
Aciers moulés — Inclusions de sulfure

Figure 2.14



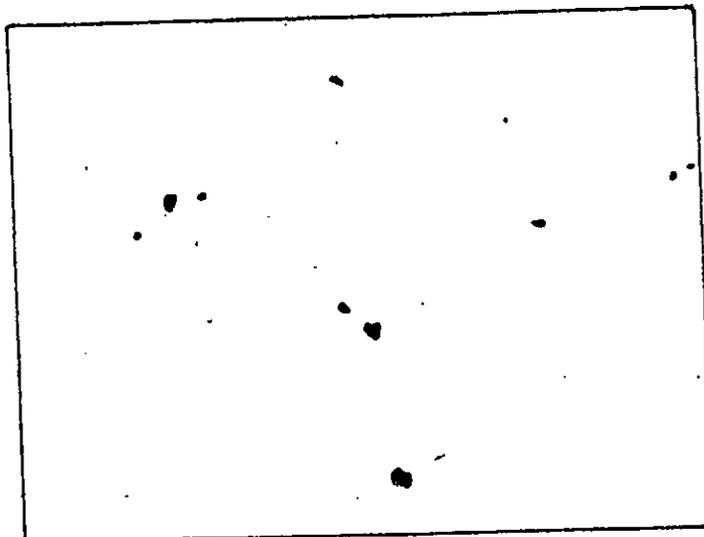
— a — Type I

X 500



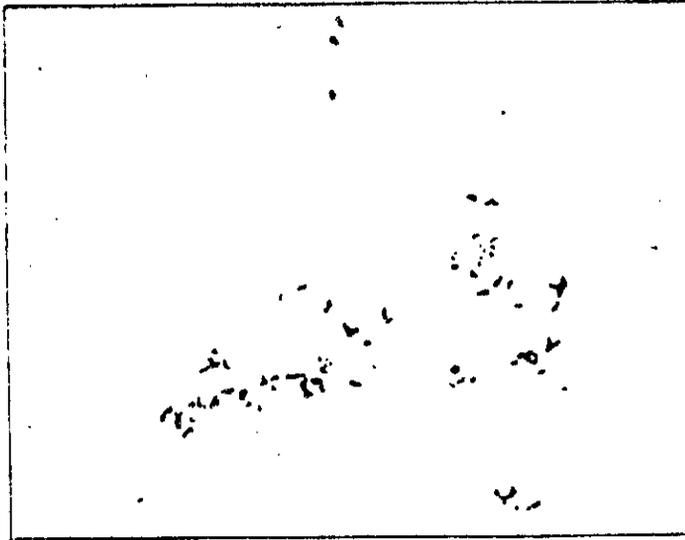
— b — Type III

X 500



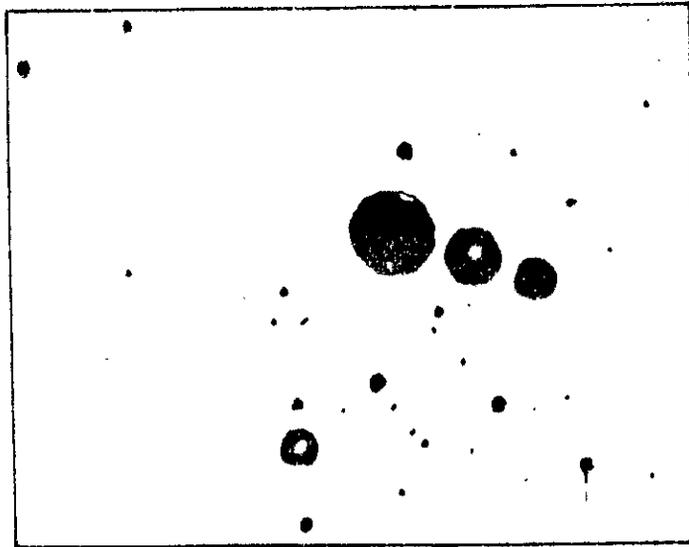
— c — Type III

X 500



X 500

Figure 2.15— Aciers moulés — Inclusions d'alumine



X 500

Figure 2.16— Aciers moulés — Inclusions de silicate

Chapitre III

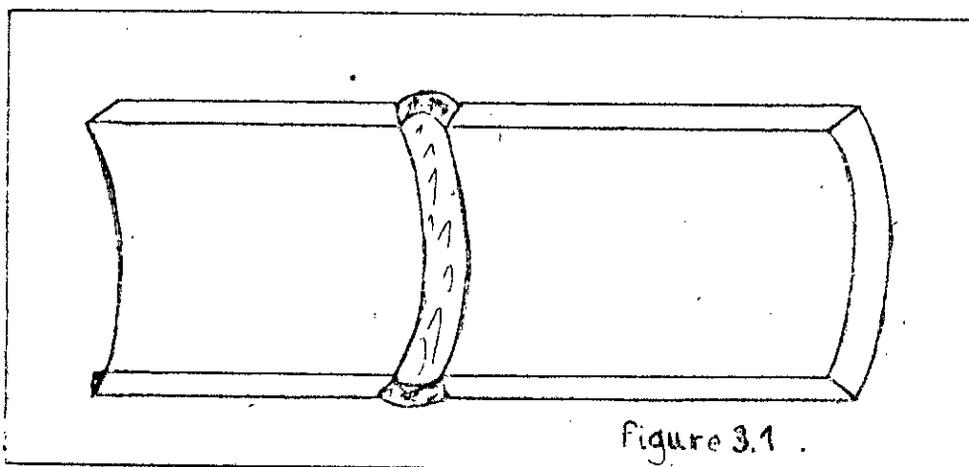
METHODES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III METHODES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES :

3.1 Matériaux étudiés :

Le matériau étudié est un acier au Carbone-manganèse. Il se présente sous forme d'un tube de 22 mm d'épaisseur et de 203 mm de diamètre. Ce matériau est assemblé par soudage réalisé en cinq passes à l'arc électrique manuel et à l'aide des électrodes enrobées basiques du type OK 48 00.

La figure 3.1 représente l'ensemble soudé en coupe longitudinale.



La composition chimique du métal de base et du métal fondu (cordon de soudure) est obtenue par un spectromètre de type DV.4. Elle est regroupée dans le tableau 3.1

La composition chimique ainsi que les caractéristiques mécaniques de l'électrode enrobée basique sont regroupées dans les tableaux 3.2 et 3.3 [18].

TABLEAU 3.1

COMPOSITION CHIMIQUE DE L'ASSEMBLAGE SOUDE

	Métal de base	Métal fondu		Métal de base	Métal fondu		Métal de base	Métal fondu
C (%)	0,21	0,10	Al (%)	0,031	0,028	As (%)	0,0041	0,0036
S (%)	0,014	0,010	Ni (%)	0,024	0,023	Nb (%)	0,007	0,007
P (%)	0,035	0,031	Cr (%)	0,023	0,021	Sn (%)	0,006	0,006
Cu (%)	0,017	0,015	Ti (%)	0,0018	0,0017	Pb (%)	< 0,00011	< 0,00011
Si (%)	0,26	0,25	V (%)	0,0041	0,0039	Zr (%)	< 0,005	< 0,005
Mo (%)	0,013	0,012	W (%)	0,014	0,014	Co (%)	0,006	0,006
Mn (%)	0,915	0,908	B (%)	0,0002	0,0002	Ceq* (%)	0,373	0,261

* Carbone equivalent

TABLEAU 3.2 [18].

COMPOSITION CHIMIQUE DU METAL D'APPORT

C (%)	S (%)	P (%)	Mn (%)	Si (%)
0,10	-	-	0,50	0,90

TABLEAU 3.3 [18].

CARACTERISTIQUES MECANQUES DU METAL D'APPORT

Rm (N/mm ²)	A (%)	Re (N/mm ²)	Kv (joules)
510 - 550	30 %	410 - 450	+ 20° C 150 J - 20° C 80 J

3.2 PRESENTATION DE L'ASSEMBLAGE SOUDE :

3.2.1 Examen macroscopique de l'assemblage soudé :

L'assemblage soudé coupé longitudinalement à l'aide d'une scie mécanique sur une longueur de 40 mm est attaqué par un réactif spécifique [18] composé de 15 ml d'acide aseptique, 85 ml d'eau distillée et de 5 ml de méthanol (fig.3.2) .

L'examen qualitatif nous révèle la présence de trois zones présentant une anisotropie de contraste :

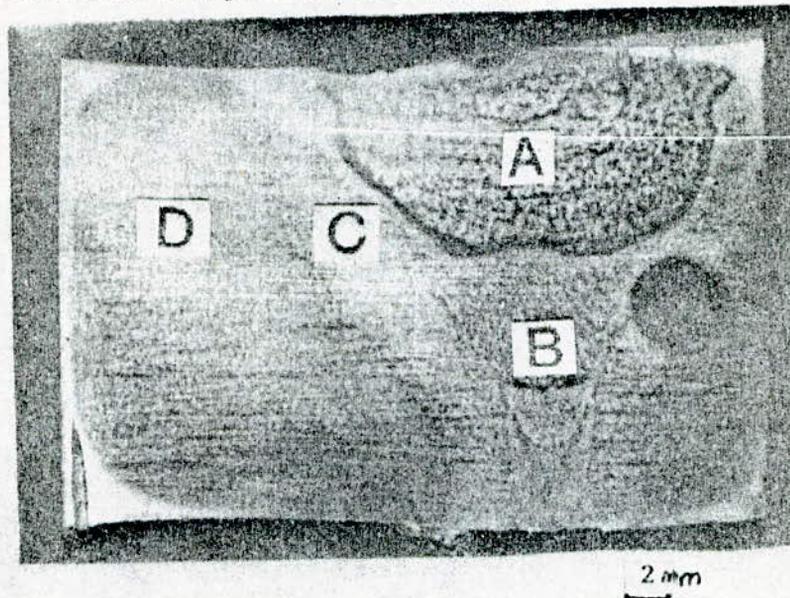


FIG.3.2 : Macrostructure montre la zone de fusion, zone thermiquement affecté et le métal de base, 5 passes successives, 85 ml H₂O+ 15 ml HNO₃+ 5 ml méthanol. [18].

- A : Zone fondue (Z.F)
- B : Zone réchauffée (Z.R)
- C : Zone de liaison (Z.L)
- D : Zone thermiquement affectée (Z.A.T)

- Zone fondue (A) : dilution du métal de base et le métal d'apport à 1500 °C.
- Zone de liaison (C).
- Métal de base affecté par la chaleur ou zone affectée thermiquement (D).

3.2.2 Examens macroscopiques des inclusions :

La normalisation AFNOR propose pour les produits sidérurgiques deux types d'examens macrographiques [15] décrits ci-après:

A/Méthode par impression aux sels d'argents et à l'acide sulfurique (dite de "Baumann") NF A 05-151.

Elle s'applique aux aciers alliés ou non alliés (S < 0,1%)

L'examen a pour but de révéler, par impression sur papier sensible photographique préalablement imbibé d'une solution d'acide sulfurique, la position des aires contenant des inclusions sulfureuses présentes dans le métal. Après avoir retiré le papier, le métal montre un noircissement local révélant la présence des sulfures.

B/ Attaque aux acides minéraux forts (NF A 05-152)

Ce type d'examen ne connaît pas de limite d'emploi.

Le réactif agit par une dissolution à vitesse inégale de la surface métallique et crée ainsi des différences de niveau permettant l'observation.

Cette méthode permet de révéler :

- Les hétérogénéités chimiques (ségrégations...).
- La présence d'inclusions ou de défauts de très petites dimensions.
- Hétérogénéités physiques (fissures, porosités...).
- Hétérogénéités structurales (trempe, décarburation..).

3.2.3 Caractérisation des inclusions au microscope optique:

3.2.3.1 Généralités :

Le but principal de l'observation micrographique est de donner les renseignements relatifs à :

- La forme et les dimensions de l'inclusion.
- La distribution des inclusions.
- Les caractéristiques morphologiques.

Cette observation micrographique peut être complétée par une série d'attaques sélectives permettant de déterminer le type d'inclusions sans cependant, préjuger de la nature exacte de l'inclusion en l'occurrence la présence des inclusions de sulfures est confirmée par une solution aqueuse d'acide acétique à 10 % [18].

Il est à noter que l'examen micrographique des inclusions n'est valable que pour des types d'inclusions mono ou biphasées. Pour des inclusions plus complexes, d'autres moyens d'investigation tels que la microsonde sont utiles pour déterminer la nature exacte de l'inclusion.

3.2.4 Micro analyse élémentaire par sonde électronique [EDAX] :

Cet examen a pour principal objectif de caractériser qualitativement les inclusions ; ce qui nécessite l'utilisation d'un microscope électronique à transmission couplé à un analyseur ou spectromètre à dispersion d'énergie [EDAX].

* Microscopie électronique :

Identifier la nature des inclusions revient à déterminer les concentrations des éléments chimiques composant l'inclusion par une analyse soigneusement poussée par un microscope électronique à transmission "PHILIPS" dont le grossissement varie de 800 X à 10⁶ X, dans notre cas le grossissement utilisé sont 2400 X et 1600X.

L'analyse est obtenue par bombardement de l'échantillon mince à l'aide des électrons de Tungstène possédant une énergie de 20 Kev.

Ces électrons forment un faisceau électronique, ce dernier est calibré par des bobines magnétiques de façon à ce que le faisceau soit bien aligné avant d'atteindre l'échantillon mince. L'interaction rayonnement - matière donne des photons X sélectionnés pour l'analyse grâce à un spectromètre de RX à dispersion d'énergie [EDAX] couplé au M.E.T, Le diamètre du spot est de l'ordre de 1 μ m [19].

A / Inconvénients du M.E.T :

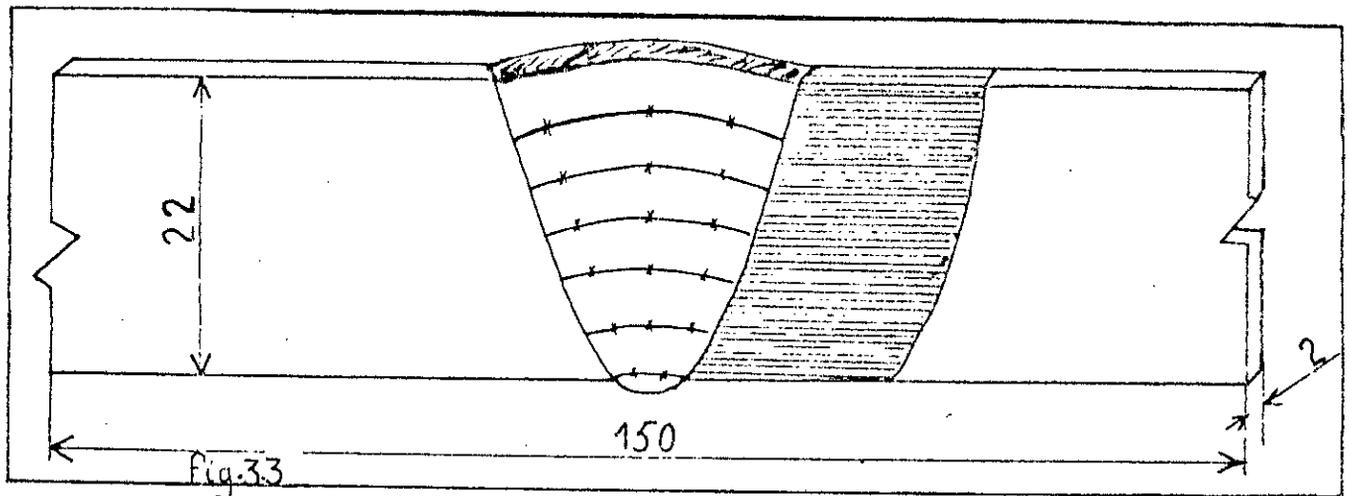
- Faible précision pour les analyses quantitatives (5 à 15 %).
- Il n'autorise pas les échantillons massive pour l'analyse mais seulement des lames minces soigneusement préparées ce qui exige un temps important pour la la préparation des échantillons.
- Les éléments chimiques dont le numéro atomique est inférieur à 11 ne sont pas détectables. Ce qui nous laisse entendre que la technique est limitée.

B / Avantages du M.E.T :

- Il affecte pour chaque spectre l'élément chimique correspondant après l'analyse.
- Possibilité de corriger les données quantitatives par programmation en améliorant les concentrations des résultats précédents.
- Possibilité de donner les concentrations massiques et atomiques.

3.3 Prélèvement et préparation des éprouvettes :

A partir d'un tronçon de l'assemblage soudé nous avons effectué douze coupes à l'aide d'une scie mécanique lubrifiée à l'eau.

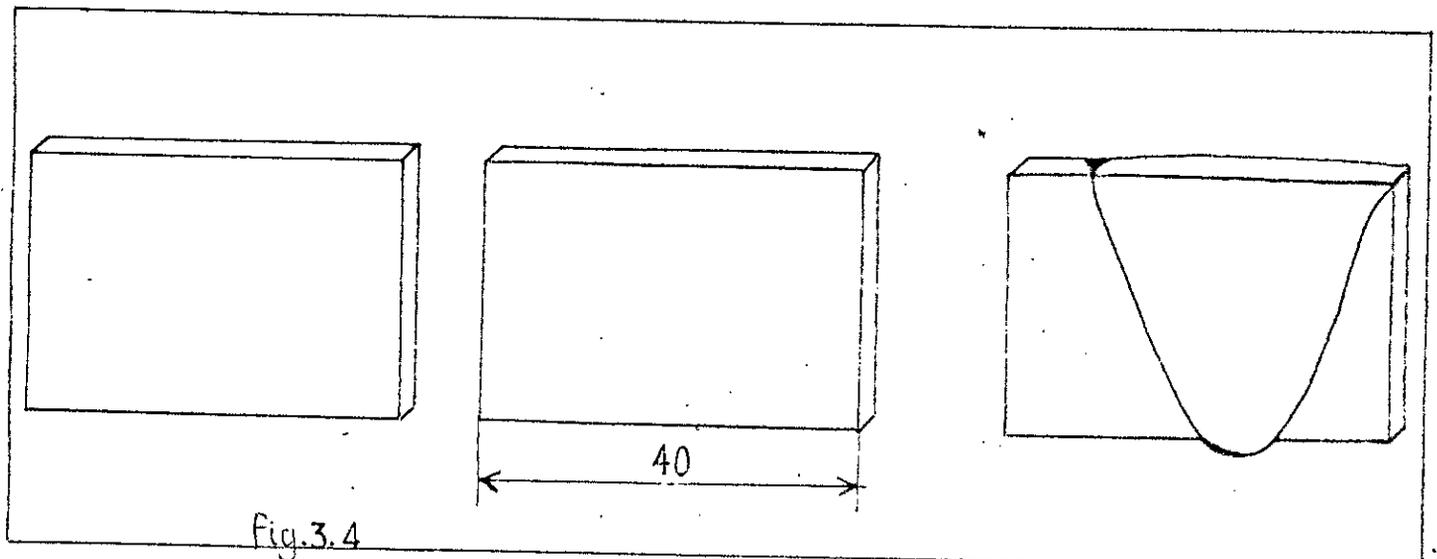


Ces coupes sont faites, suivant le plan longitudinal tous les 2 mm du joint soudé, dans les conditions standardisées [7].

Les dimensions des éprouvettes en nombre de 12 sont représentées par la figure 3.3

On procède ensuite sur les (12) douze éprouvettes à un usinage particulier qui consiste à polir par surfacage mécanique les surfaces planes, éliminant ainsi les couches rugueuses de l'acier. Enfin par une tronçonneuse à disque abrasif lubrifié d'huile, on découpe ces éprouvettes en trois zones distinctes (fig. 3.4), de façon à obtenir la surface d'examen.

Le nombre des éprouvettes prélevées a été fixé de manière à donner aux examens microscopiques et à l'essai de corrosion une efficacité suffisante.



3.3.1 Pré-polissage de la surface d'examen :

L'éprouvette étant polie sous eau sur des disques abrasifs de granulométries de plus en plus finies (400-600-800-1200) tournant à la vitesse de rotation de 150 tours/min. A chaque changement de granulométrie nous lavons et séchons l'éprouvette respectivement à l'eau distillée et à l'air comprimé, de plus on fait subir à l'éprouvette une rotation de 90° à chaque changement de granulométrie de façon à éliminer successivement les traces de polissage précédent.

3.3.2 Polissage de finition à l'alumine:

Les éprouvettes polies sont encore avantagées par le polissage sur des disques de feutre, imbibés d'une suspension d'alumine fine, la durée du polissage est plus ou moins longue (2 à 3 minutes); ce qui donne une surface brillante et exempte de toutes rayures, un lavage au bain ultrason (eau distillée) pendant 4 min puis un séchage à l'air comprimé achèvent le mode préparatoire des éprouvettes destinées aux examens microscopiques optiques et à l'essai de corrosion.

3.4 Prélèvement et préparation des lames minces :

Des lames ont été judicieusement prélevées dans la zone fondue, zone affectée thermiquement et le métal de base.

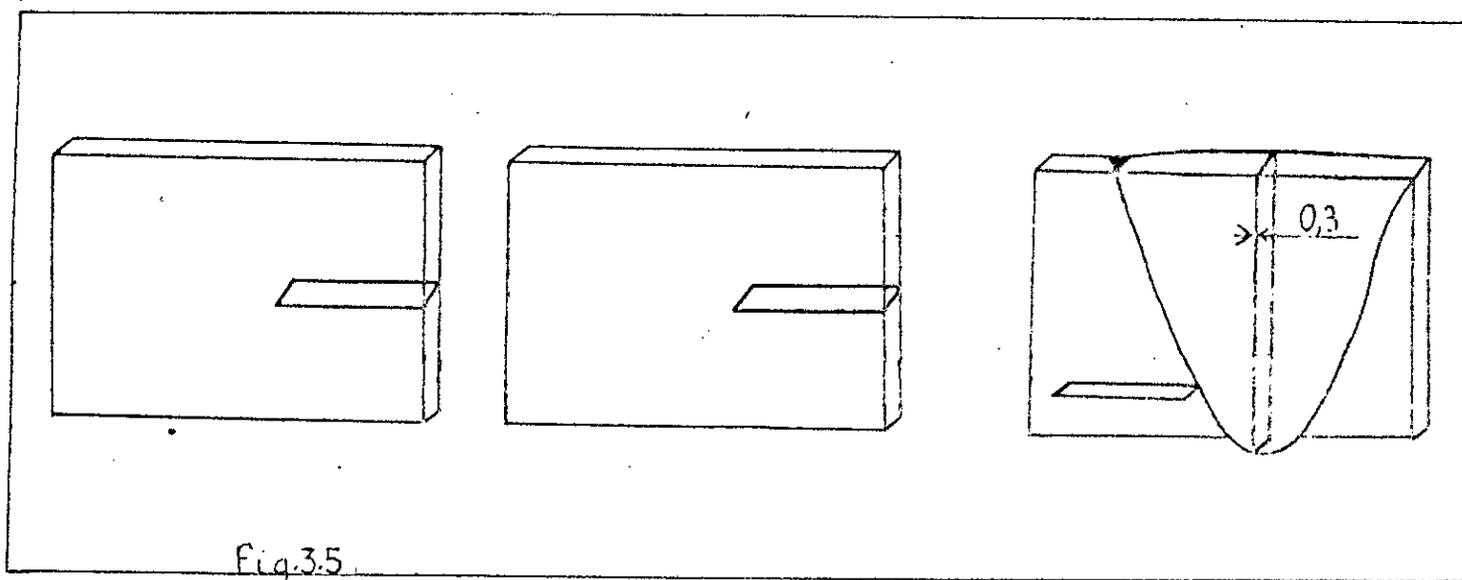


Fig.3.5.

Le prélèvement des lames était le plus long, nous avons remarqué qu'une coupe de 1 cm de longueur sur 2 mm d'épaisseur a duré plus de 2 heures environ.

Une tronçonneuse à meule à diamant, permet de couper la zone fondue en deux parties égales, le métal de base et la zone affectée thermiquement aussi sont coupés de cette façon.

Les échantillons ainsi obtenus sont découpés en une à 2 lames par zone à l'aide d'une microtrouçonneuse dont l'épaisseur de la meule est de 1 mm (fig. 3.5)

3.4.1 Amincissement des lames :

Un prépolissage des lames sous l'eau, sur un disque abrasif de granulométrie 1200 tournant à la vitesse de rotation de 100 tours/min, permet d'amincir la lame obtenue jusqu'à 100 microns. L'échantillon ainsi aminci doit avoir les dimensions : 100 μm d'épaisseur et 3 mm de longueur conformément aux dimensions du porte échantillon du M.E.T pour permettre l'analyse spectrale.

Pendant l'amincissement, les lames sont fixées au porte échantillon à l'aide de la résine qu'on peut refondre. Une fois le prépolissage terminé, on lave l'échantillon mince à l'acétone puis on le sèche à l'air comprimé.

3.4.2 Polissage de finition à la pâte diamantée :

Le polissage se fait sur un disque de drap à la pâte diamantée (1 micron), réparti à l'aide d'un diluant sur le disque tournant à 100 tours/min.

La lame mince est ensuite lavée à l'acétone puis soigneusement séchée tout en évitant les empreintes digitales sur la surface à examiner.

Nous avons évité l'utilisation de la poudre d'alumine pour ne pas erroner les analyses, car les grains d'alumine peuvent s'accrocher sur la surface pendant le polissage puis par la suite fausser l'analyse spectrale lors de l'exploitation des lames minces au M.E.T.

3.5 Essai de corrosion :

3.5.1 Description de l'appareillage :

Quatre cellules en polychlorure de vinyl (P.V.C) (fig3.6) sont conçues pour essai de corrosion par piqûres.

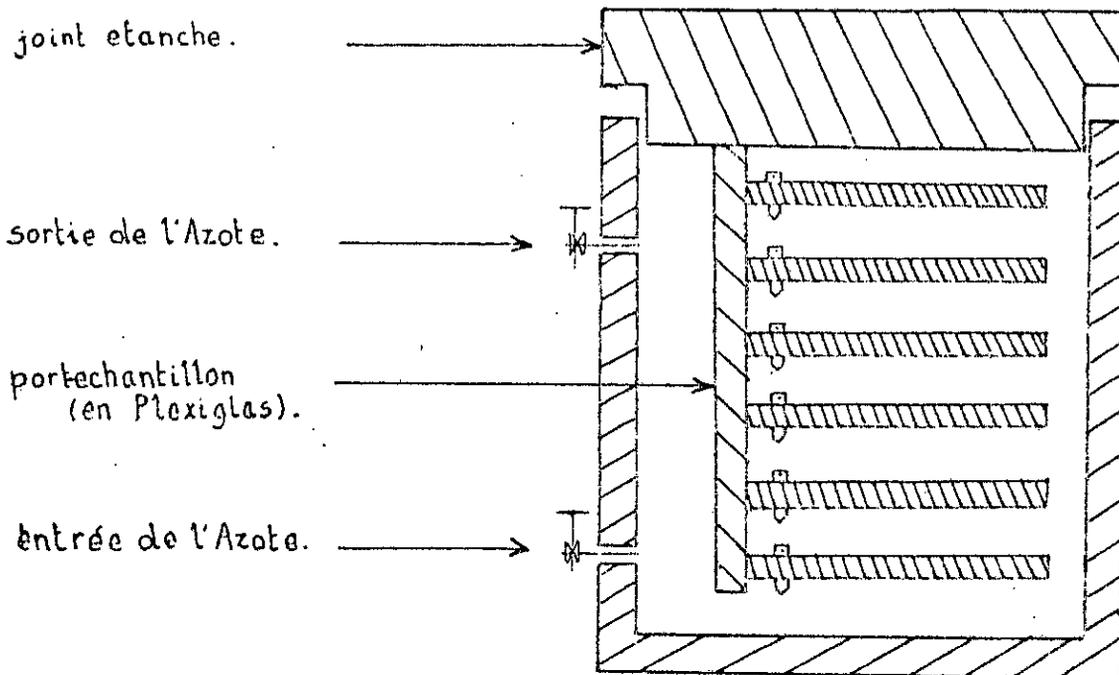


Fig.3.6'. Cellule d'essai d'immersion.

Les cellules peuvent être soumises à une agitation en rotation continue grâce à un dispositif approprié.

3.5.2 Conduite de l'essai d'immersion :

a/ Préparation des solutions :

Les solutions sont préparées à partir d'eau distillée dans une fiole jaugée (250 ml) par addition de chlorure de sodium solide selon les concentrations des solutions désirées : 100 mg/l et 10.000 mg/l en NaCl.

b/ Conditions opératoires :

1) Le temps de barbotage par l'azote :

Généralement dans les laboratoires, les solutions sont désaérées après 1/2 heure à 1 heure de barbotage par l'azote.

On retient dans une étude un temps de désaération d'une heure.

2) L'essai est effectué à l'abris d'air durant l'immersion et dans des conditions de température ambiante et de pression normale.

c/ Mode opératoire :

- 1) Les échantillons en nombre de vingt quatre ont subi un prépolissage judicieux exempté de rayures avant d'être immergés dans les solutions.
- 2) Pendant l'essai de corrosion, l'agitation des solutions est supprimée.
- 3) Dans chaque cellule contenant une solution neutre de NaCl et désaérée, six échantillons seront introduits ; les durées d'immersion des échantillons dans les différents milieux corrosifs seront :

$$t_1 = 2 \text{ Semaines} \quad ; \quad t_2 = 4 \text{ Semaines}$$

4) Nettoyage des échantillons :

Les échantillons seront polis mécaniquement au papier emery (600) dégraissés à l'acétone et soigneusement lavés à l'eau distillée avant d'être séchés sous un courant d'air comprimé.

Cette préparation des échantillons assurera l'élimination de toute trace d'ions chlorures susceptibles de stimuler la dissolution du métal d'une part et rendre les piqûres plus visibles pendant le comptage d'autre part.

L'utilisation du bain ultra-son n'a pas été retenue pour le dégraissage des particules inertes piégées sur la surface des échantillons afin d'éviter la propagation des piqûres sous le choc acoustique de l'appareil.

3.5.3 Calcul de la densité de piqûration :

Calculer la densité de piqûres du joint soudé, consiste d'abord à déterminer sur des photomicrographies ($\times 100$) ayant les surfaces constantes S , le nombre de piqûres que l'on divise ensuite par cette surface.

Le dénombrement des piqûres est effectué sur un papier calque que l'on superpose sur une photomicrographie afin de passer au pointage à l'encre de toutes les piqûres qui semblent visibles à travers le papier calque.

A partir de ces résultats, suivis d'un commentaire, nous dressons un tableau pour construire un graphe portant la densité de piqûres en fonction des spécimens corrodés.

REMARQUE : Lors du comptage des piqûres nous n'avons pas tenu compte :

* Des piqûres fines de 1 à 5 μm de diamètre.

* Des piqûres floues qui sont à l'origine du réglage de la visibilité au microscope optique

Chapitre IV

RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV RESULTATS ET DISCUSSION :

Dans ce qui suit, nous présenterons les résultats des inclusions observées au M.O, leurs analyses par le microanalyseur [EDAX] ainsi que les photomicrographies des piqûres de corrosion.

Ces résultats sont ensuite interprétés sur la base des photomicrographies et des spectres d'analyses ainsi obtenus.

4.1 Micrographies inclusionnaires :

L'examen des inclusions au microscope optique a permis d'obtenir les micrographies caractéristiques des différentes zones de l'assemblage soudé.(fig. 4.1.a à 4.1.i). Celles-ci mettent en évidence la forme et la distribution des inclusions, nous relevons que l'aspect micrographique des inclusions, observées avec un grossissement 100, montre que la zone fondue (fig.4.1.a) est plus dense en inclusions que le reste des zones composant le joint soudé (fig.4.1.b et 4.1.e).

La distribution des inclusions, dans la zone de liaison, la zone affectée thermiquement et le métal de base, est caractérisée au grossissement 500 dont les micrographies (fig.4.1.g à 4.1.i) présentent des inclusions orientées selon une direction privilégiée, cette orientation est attribuée à la déformabilité des inclusions, qui varie avec leurs natures chimiques et physiques, par suite d'un laminage ou d'un corroyage.

Dans la zone fondue, la majorité des inclusions ont la forme sphérique et sont dispersées et peu regroupées (fig.4.1.f). La raison pour laquelle les inclusions adoptent cette forme sphérique, est relative au phénomène de diffusion isotrope à l'interface matrice-inclusion alimentée par le régime thermique du soudage imposé.

La zone fondue est considérée comme zone où le métal liquide s'y solidifie, en épousant la forme du chanfrein, et prend l'aspect d'un acier moulé dans lequel les inclusions naissent sphériques. L'identification des types d'inclusions est fondée sur la comparaison de l'aspect micrographique à l'aspect schémas-types (fig. 3.11 à 3.13) de la norme française A 05-150 [23]. La zone de liaison, la zone affectée thermiquement et le métal de base, considérés comme produits corroyés, présentent des inclusions allongées; ce qui fournit un critère supplémentaire d'identification en comparant l'aspect micrographique cité plus haut à l'aspect schémas-types (fig. 3.7 à 3.10).

La globularisation des inclusions sulfures par suite d'un traitement thermique, comme dans le cas de la zone affectée thermiquement, confère au matériau une bonne résilience et améliore le domaine ductile [1]. Ce domaine ne change pas tant que la grosseur du grain au chauffage et l'analyse en éléments dissous n'ont subi aucune modification.

Maintenant qu'on a identifié les types d'inclusions présentes dans les différentes zones composant le joint soudé grâce à l'apport des schémas-types, on a jugé utile de confirmer nos résultats par d'autres investigations.



Fig.4.1.a_inclusions dans la Z.F_(x100).

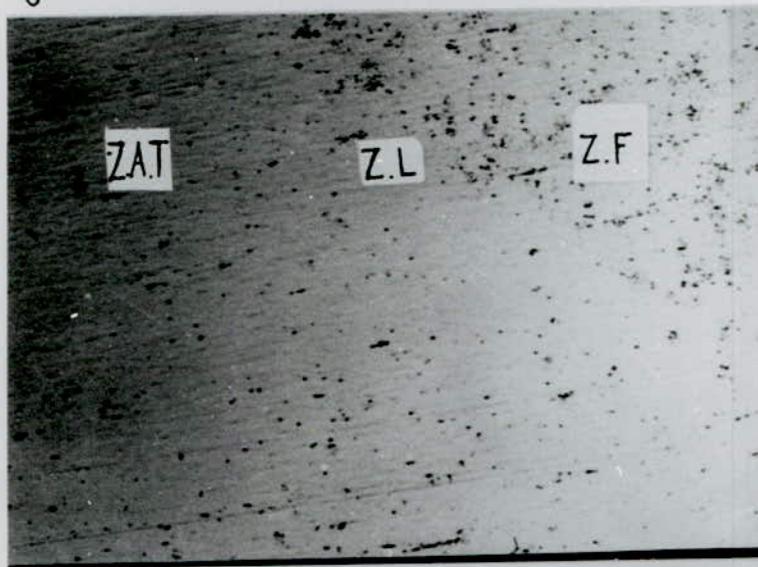


Fig.4.1.b_inclusions dans la Z.L_(x100).

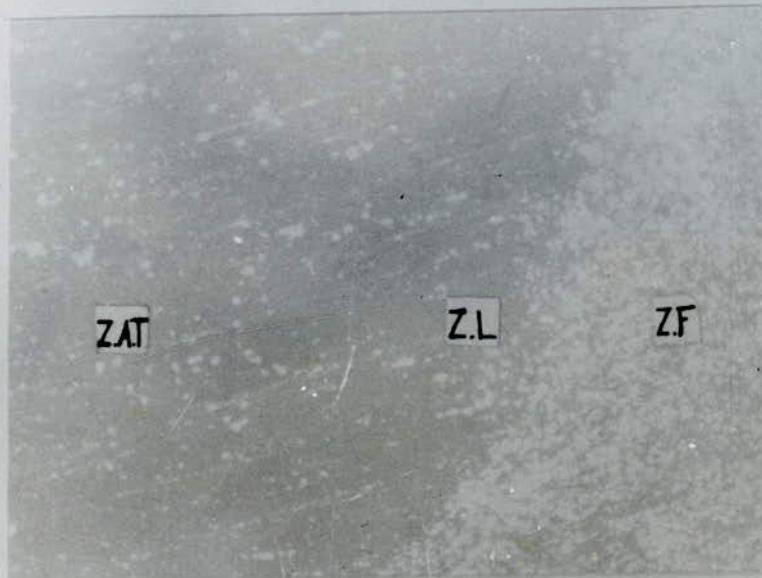


Fig.4.1.C_Z.L en fond noir_ (x100).



Fig.4.1.d_inclusions dans la Z.A.T_ (x100).

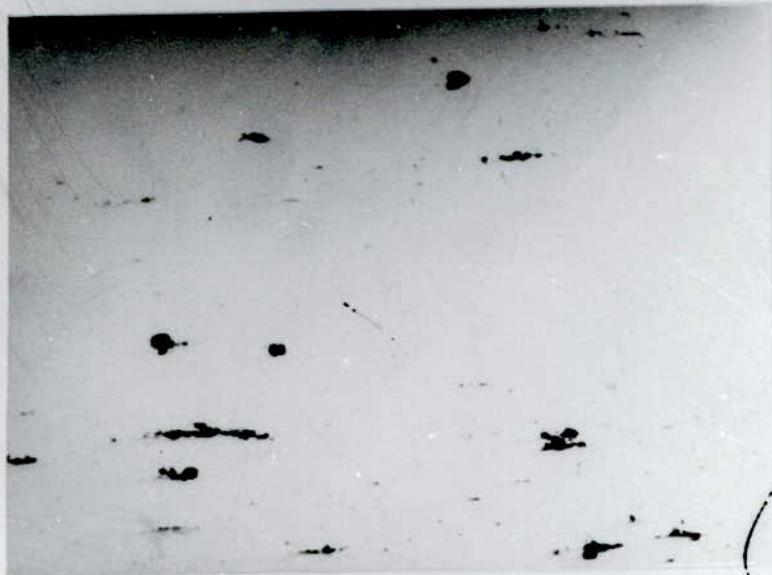


Fig.4.1.e_inclusions dans le M.B_ (x100).



Fig.4.1.f_ inclusions dans la Z.F_ (x500).



Fig.4.1.g_ inclusions dans la Z.L à 3 mm de
la Z.F_ (x500).



fig.4.1.h - inclusions dans la Z.A.T à 20mm de la Z.F. (x500).



fig.4.1.i - inclusions dans le M.B à 40mm de la Z.F. (x500).

Pour cela, nous avons procédé à la détermination de la nature des inclusions par analyse qualitative par rayons X [EDAX] couplé au microscope électronique à transmission "Philips"

4.2 Microanalyse inclusionnaire et matricielle :

L'analyse spectrale réalisée par un microanalyseur couplé au M.E.T a concerné successivement la Z.F, Z.L, ZAT et le M.B.

Les résultats d'analyses inclusionnaires sont représentés par:

- Les figures (4.2.a à 4.2.d) pour la Z.F.
- Les figures (4.2.f et 4.2.g) pour la Z L.
- Les figures (4.2.h et 4.2.i) pour la Z A T.
- Les figures (4.2.l et 4.2.m) pour le M.B.

A quelques micromètres des inclusions, ont été réalisées les analyses matricielles. Nous avons indiqué les endroits des analyses par un astérisque (Voir figure 4.2.1 à 4.2.5). Les résultats de ces analyses sont illustrés par les figures (4.2.e , 4.2.k et 4.2.n).

Nous interprétons les spectres d'analyses sur des bases théoriques notamment l'affinité où les enthalpies de formations à l'état standard de quelques éléments sont données par le tableau 2.3 du deuxième chapitre.

Comme les analyses par [EDAX] ne détectent pas l'Oxygène, cela se manifeste par une incertitude du degrés d'oxydation d'un élément (Fe, Mn, Si..). En conséquence on se limitera seulement à l'analyse qualitative matricielle et inclusionnaire.

On peut toutefois classer approximativement les affinités croissantes des métaux vis à vis du Soufre et de l'Oxygène [1]:

- Désulfurants : B, C, Si, Co, Ni, Fe, W, Mo, Cr, Al, V, Nb, Mn, Ti, Zr, Ba, Ca.
- Désoxydants : Mn, Cr, Nb, V, B, Ti, Al, Zr, Ba, Cu.

Les analyses matricielles des différentes zones composant le joint soudé montrent la présence des éléments suivants: Al, Si, Mn, Ti.

Le Manganèse présente un pic plus intense que l' Al, Le Si et le Ti. Le Manganèse se substitue aux atomes de fer pour former des carbures ou de la cémentite alliée alors que le silicium non carburigène se retrouve en solution de ferrite dans la matrice.

D'autre part, les analyses matricielles donnent des spectres identiques (fig. 4.2.e, 4.2.k, 4.2.n); cela indique que la répartition de ces éléments détectés dans les différentes zones est bien homogène, ce résultat est en accord avec la composition chimique du métal de base de la zone fondue obtenue par analyse spectrométrique (tableau 3.3), ceci répond à l'un de ces critères de performance du cordon de soudage et de la continuité de la matière. Nous avons constaté en outre l'absence du Soufre dans l'ensemble des matrices.

Les analyses spectrales effectuées au niveau du métal de base, montrent que la composition chimique des inclusions 9 et 10 (fig. 4.2.5) sont riches en Manganèse et en Soufre. La même constatation est d'ailleurs observée au niveau de la zone affectée thermiquement lors de l'analyse de l'inclusion 8 (fig.4.2.i). Les inclusions analysées sont par conséquent des inclusions MnS.

Le Manganèse peut aussi être associé à d'autres inclusions comme les sulfures (fig.4.2.c) et d'autres part aux Silicates (fig. 4.2.c).

Les inclusions MnS identifiées dans le métal de base, la zone affectée thermiquement et la zone fondue, sont distribuées sous deux formes différentes:

- Allongées : Inclusions 8 et 9 (fig.4.2.4 et 4.2.5).
- Globulaire: Inclusions 3 et 10 (fig.4.2.2 et 4.2.5):

Nous avons constaté également la présence occasionnelle du Titane associé aux inclusions MnS dans la zone affectée thermiquement et en particulier dans la zone fondue où le Titane se manifeste sous forme d'inclusion TiS très stable (fig.4.2.c).

Après considération relative de l'intensité des pics correspondants aux analyses spectrales des inclusions dans les différentes zones, il s'est avéré que le Manganèse est l'élément métallique majeur dans la composition chimique des inclusions, exception faite dans la zone de liaison où le Manganèse est associé aux inclusions Silicate sous forme d'élément libre étant donné que l'inclusion est exempte du Soufre (fig 4.2.f).

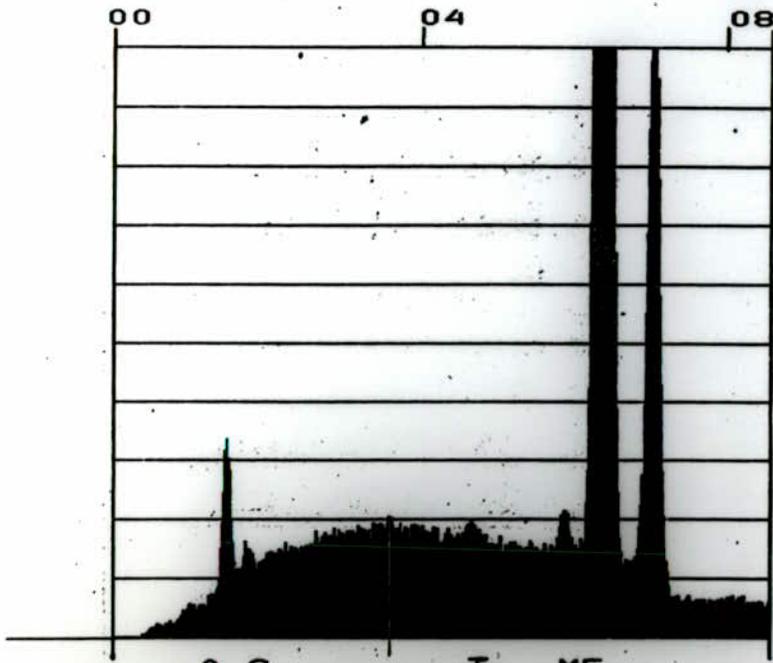
Il est à noter que la teneur du Manganèse dans les inclusions des Sulfures augmente quand le taux Mn/S de la composition chimique des différentes zones caractéristiques augmente aussi [24].

Dans la zone fondue, ce rapport vaut 90,8 ce qui montre que le Manganèse est l'élément métallique majeur dans les inclusions Sulfures, donc susceptible de former des inclusions MnS. Toutefois ce rapport ne vaut que 65,36 dans le métal de base, cette diminution est compensée par la présence du Titane en teneur = 0,0018 % qui reste insuffisant à la formation d'inclusions TiS, le Ti se retrouve donc dans la matrice sous forme de Carbures ou libre en compétition avec le Manganèse libre aussi (fig 4.2.m).



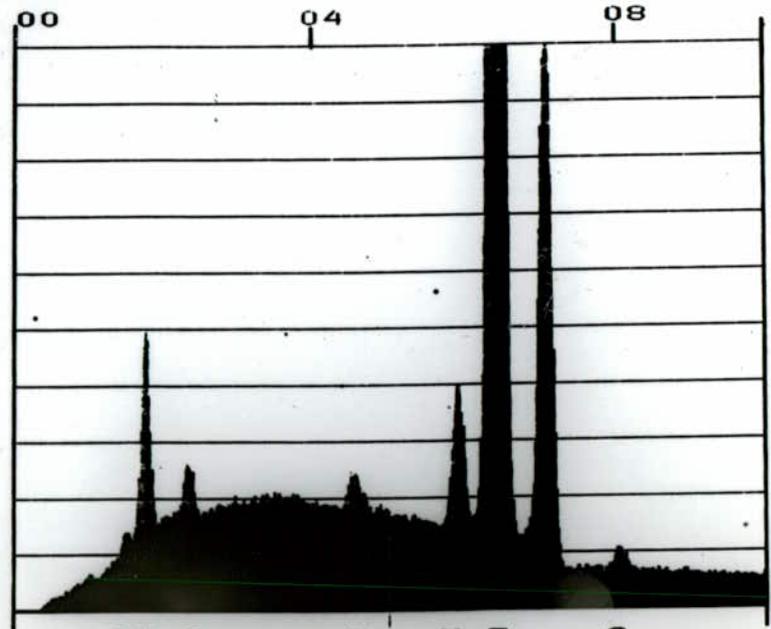
Fig.4.2.1_ inclusions dans la Z.F_ (x2400)
(sans attaque chimique.)

06-APR-92 00:25:13
 RATE: CPS TIME 165LSEC
 00-40KEV:20EV/CH PRST: OFF
 A: B:
 FS- 3003 MEM: A FS- 25



CURSOR <KEV>-03.600 EDAX

07-APR-92 00:08:01
 RATE: CPS TIME 167LSEC
 00-40KEV:20EV/CH PRST: OFF
 A: B:
 FS- 4946 MEM: A FS- 25



AS S T M F C
 LI S I N E U
 CURSOR <KEV>-05.000 EDAX

Fig.4.2.a_ analyse qualitative par rayons X de l'inclusion (1)_

Fig.4.2.b_ analyse qualitative par rayons X de l'inclusion(2)_

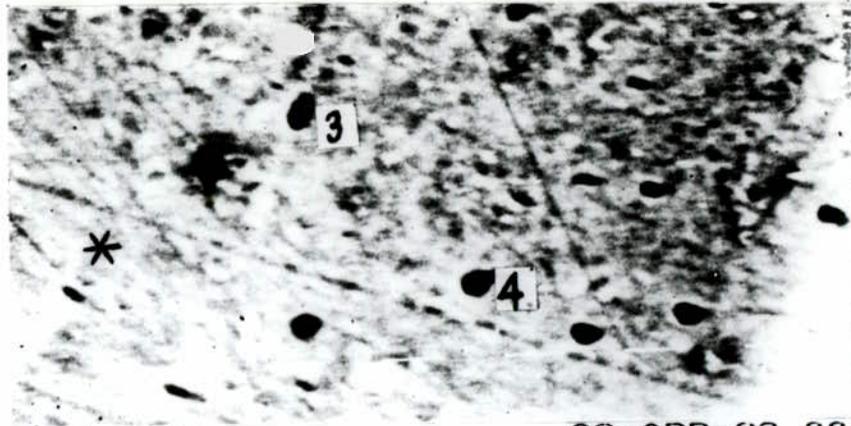


Fig.4.2.2_inclusions dans la Z.F.(x2400)
(sans attaque chimique).

08-APR-92 00:13:59 177LSEC
 RATE: CPS TIME OFF
 00-40KEV:20EV/CH PRST:
 A: B: A FS- 25
 FS- 2206 MEM: A FS- 25

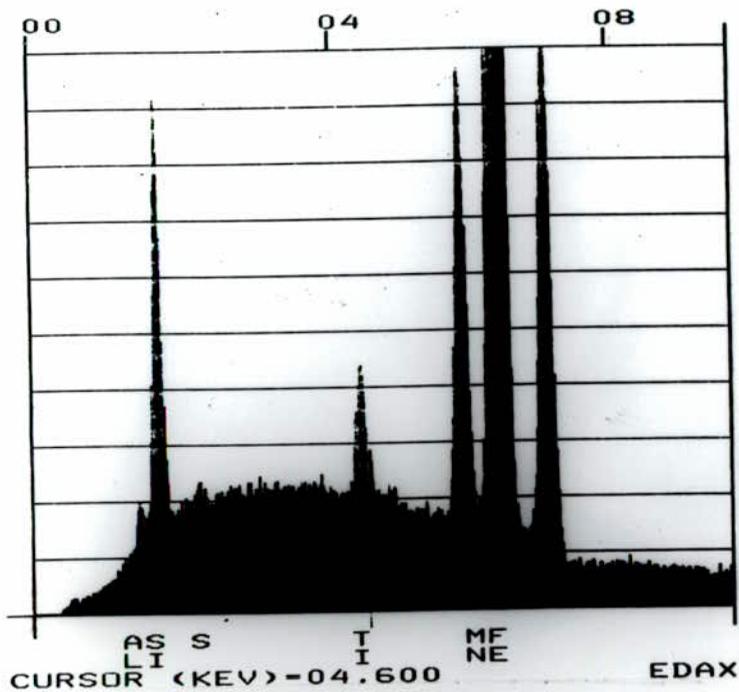


Fig.4.2.c_analyse qualitative par rayons x de l'inclusion (3)_

08-APR-92 00:35:09 192LSEC
 RATE: CPS TIME OFF
 00-40KEV:20EV/CH PRST:
 A: B: A FS- 25
 FS- 3088 MEM: A FS- 25

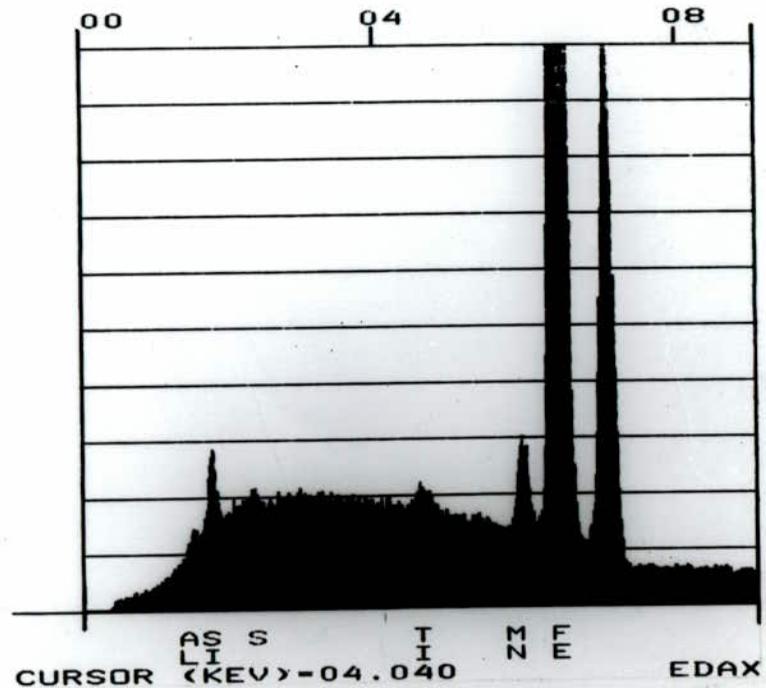


Fig.4.2.d_analyse qualitative par rayons x de l'inclusion (4)_

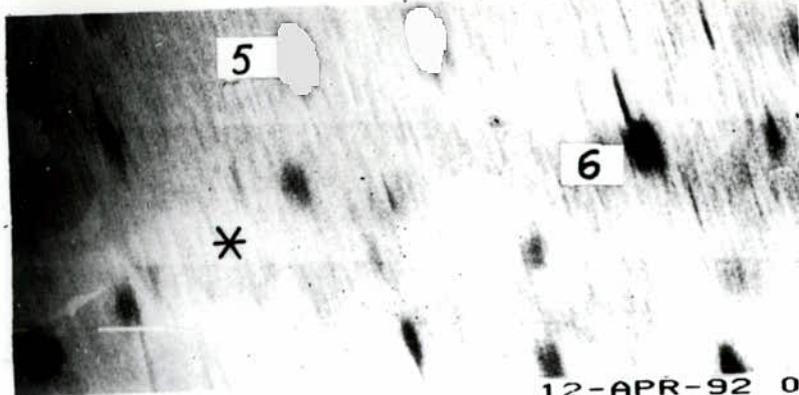
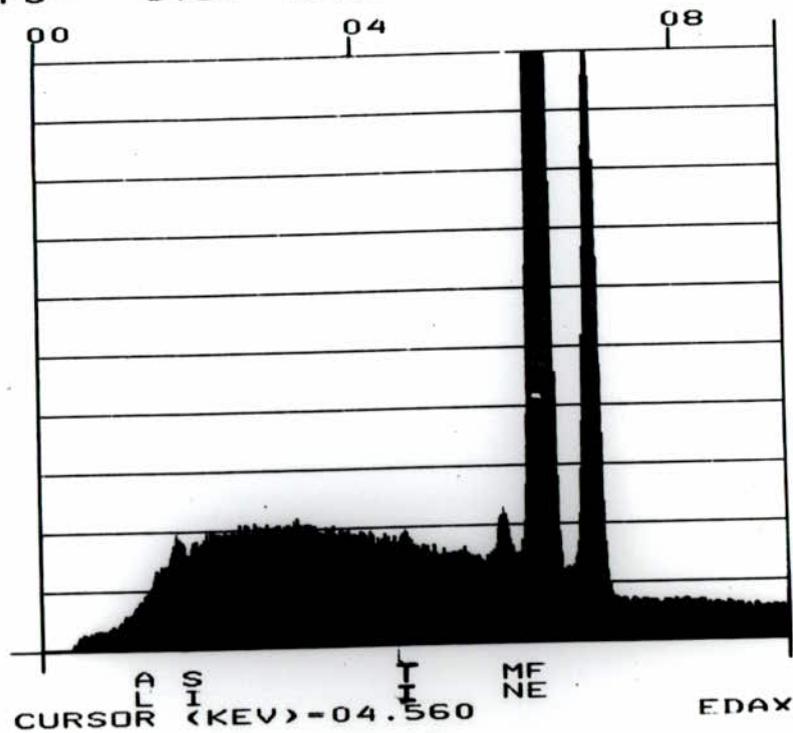
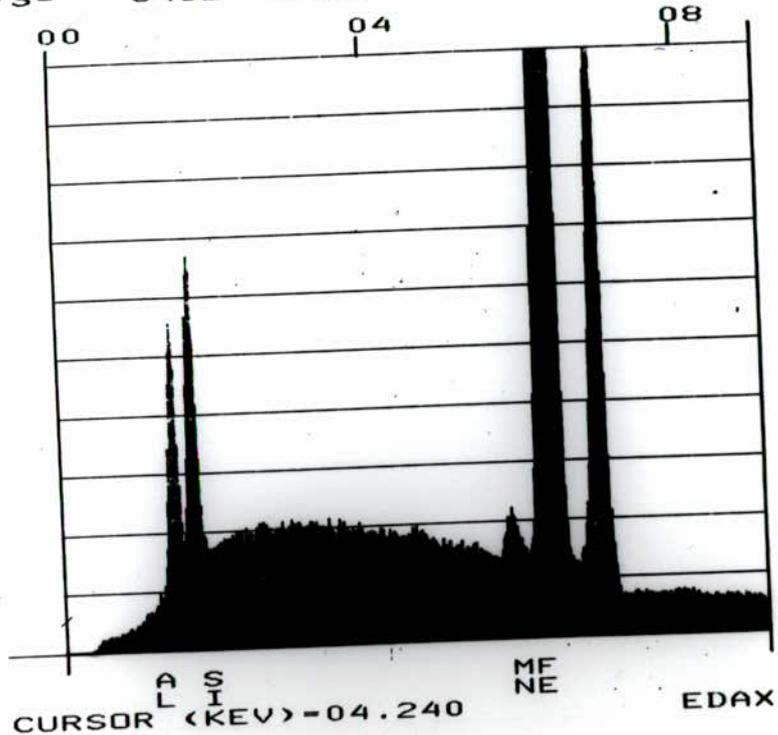


Fig.4.2.3_inclusions dans la Z.L à 3mm de la Z.F. (x1600)
(sans attaque chimique).

08-APR-92 01:02:30
 RATE: CPS TIME 170LSEC
 00-40KEV:20EV/CH PRST: OFF
 A: B: A FS- 25
 FS- 3432 MEM: A FS- 25

12-APR-92 04:36:37
 RATE: CPS TIME 179LSEC
 00-40KEV:20EV/CH PRST: OFF
 A: B: A FS- 25
 FS- 5139 MEM: A FS- 25



52

Fig.4.2.f_ analyse qualitative par rayons X de l'inclusion (5)_

Fig.4.2.g_ analyse qualitative par rayons X de l'inclusion (6)_

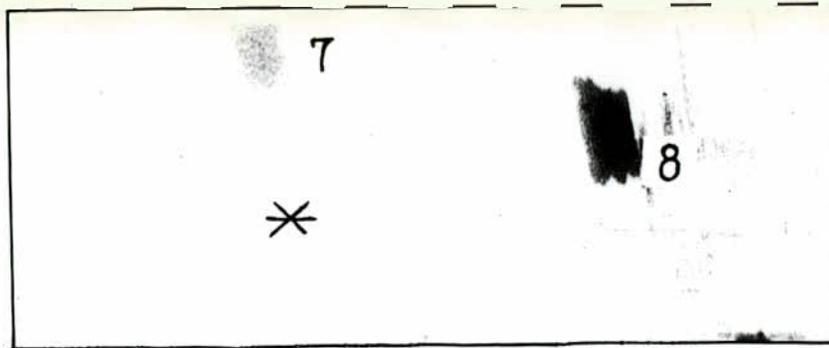


Fig.4.2.4_ inclusions dans la Z.A.T à 20mm
de la Z.F_ (x 1600).
(Sans attaque chimique).

12-APR-92 04:56:31
RATE: CPS TIME 185LSEC
00-40KEV:20EV/CH PRST: OFF
A: B:
FS= 2655 MEM: A FS= 25

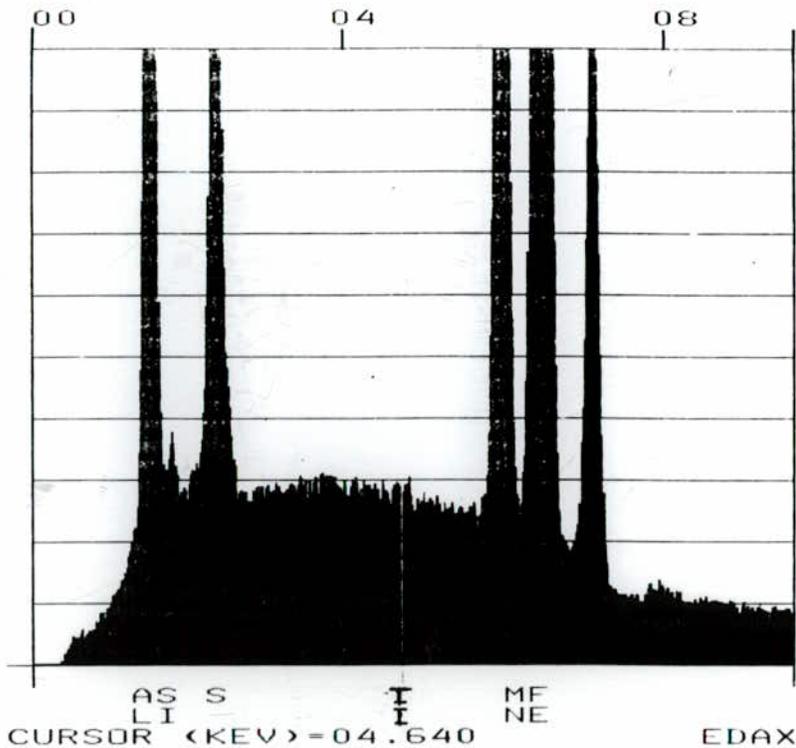


Fig.4.2.h_ analyse qualitative par rayons X de l'inclusion (7)_

12-APR-92 05:33:45
RATE: CPS TIME 130LSEC
00-40KEV:20EV/CH PRST: OFF
A: B:
FS= 4901 MEM: A FS= 25

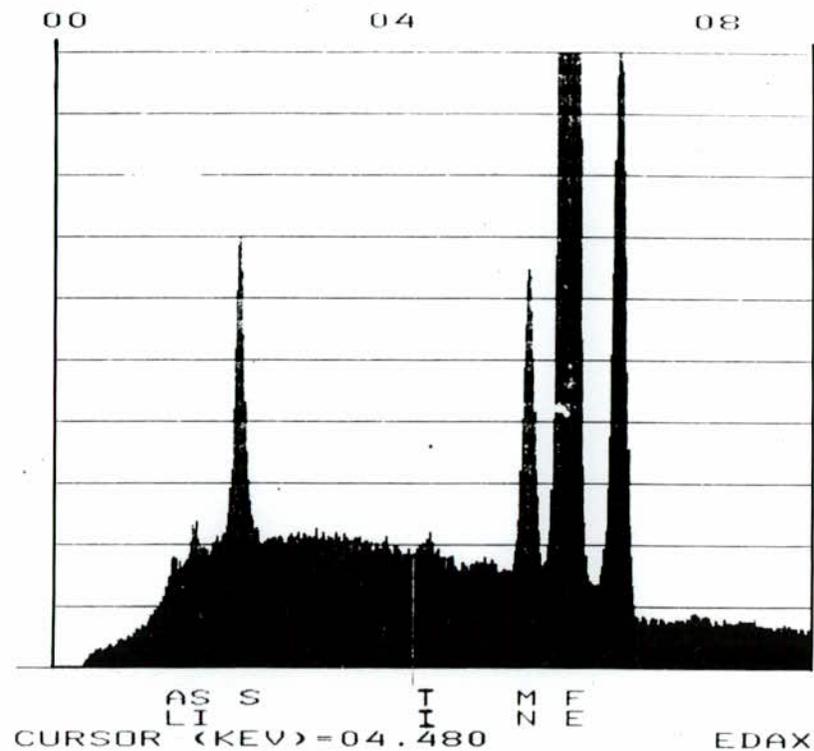


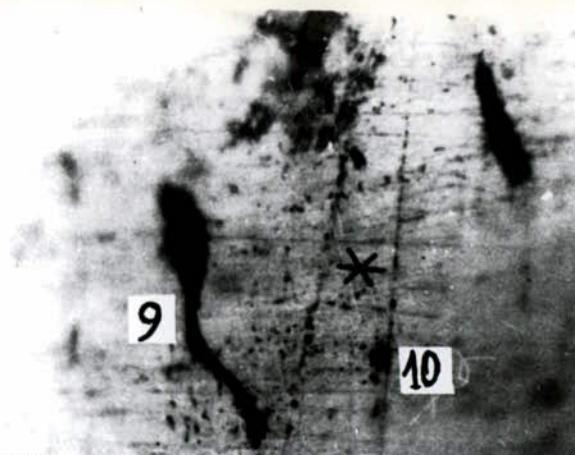
Fig.4.2.i_ analyse qualitative par rayons X de l'inclusion (8)

(X 500)

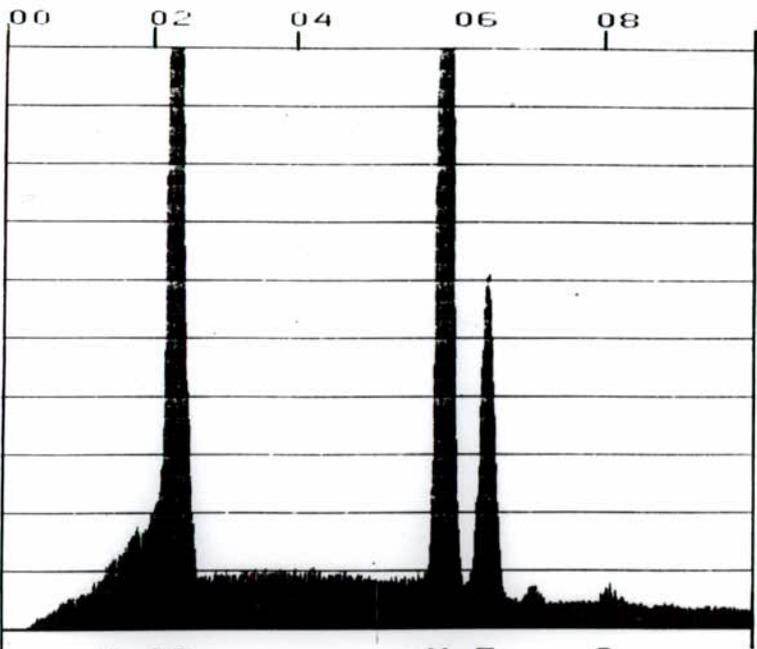


Fig 4.2.5_inclusions dans le M.B à 40mm de la Z.F_ (x1000)

(X1000)

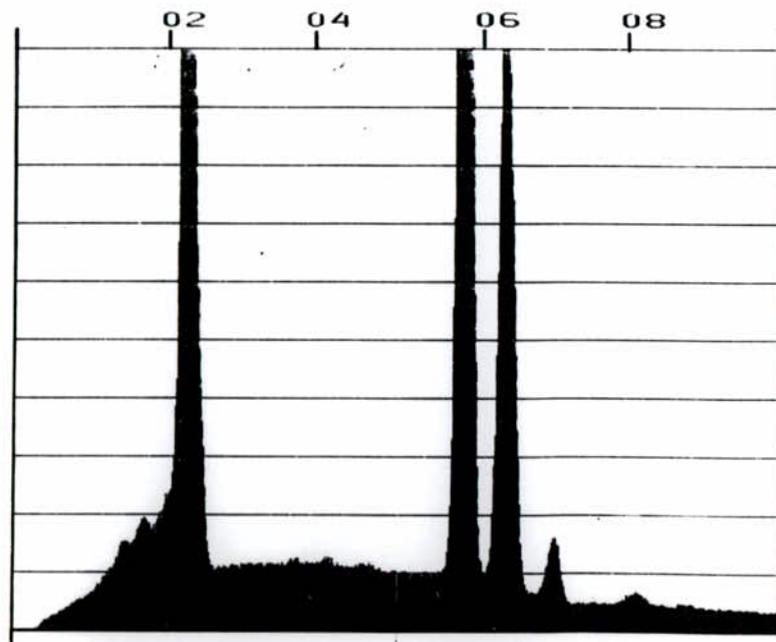


20-MAY-92 00:12:46
RATE: CPS TIME 174LSEC
00-20KEV:10EV/CH PRST: OFF
A: B:
FS- 2220 MEM: A FS- 50



A S S L I M N F E C U
CURSOR (KEV) = 05.000 EDAX

20-MAY-92 01:47:23
RATE: CPS TIME 423LSEC
00-20KEV:10EV/CH PRST: OFF
A: B:
FS- 7593 MEM: A FS- 50



A S S L I M N F E C U
CURSOR (KEV) = 05.040 EDAX

Fig 4.2.1_analyse qualitative par rayons X de l'inclusion (9)_

Fig 4.2.m_analyse qualitative par rayons X de l'inclusion (10)

54

07-APR-92 01:03:19
RATE: CPS TIME 173LSEC
00-40KEV:20EV/CH PRST: OFF
A: B:
FS= 2739 MEM: A FS= 25

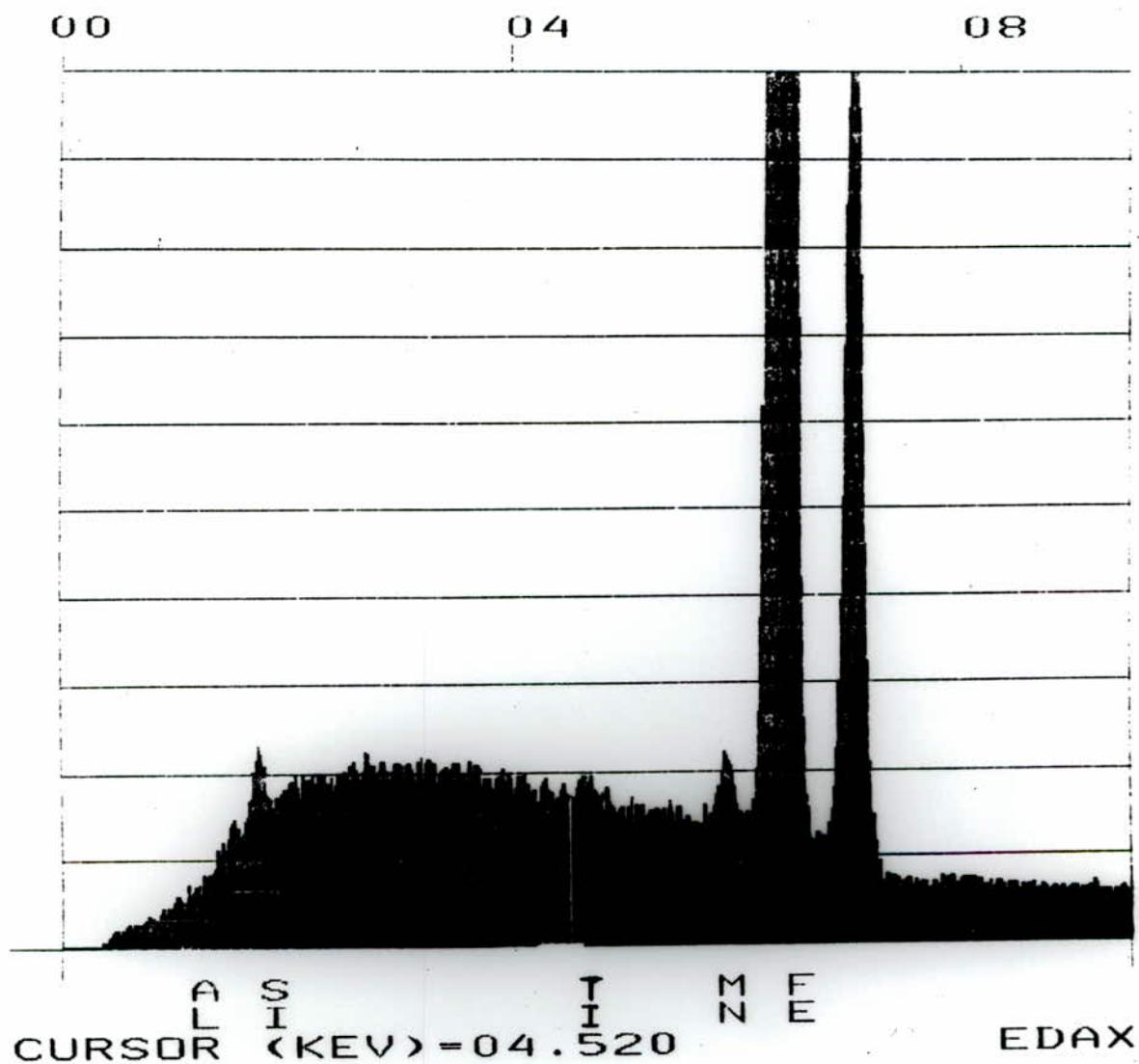


Fig.4.2.e_analyse qualitative par rayons x de la matrice (Z.F)
indiquée par * -

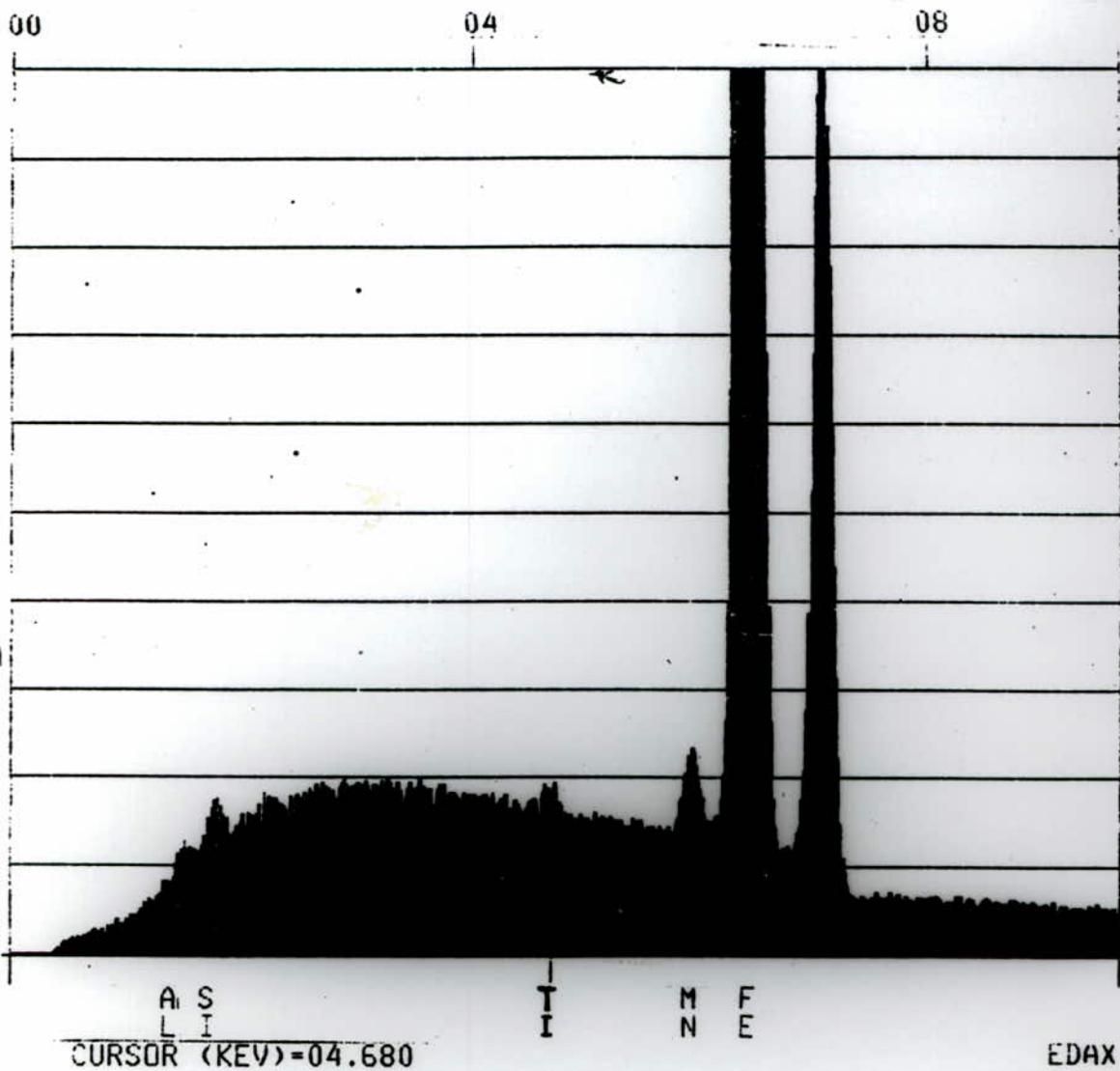
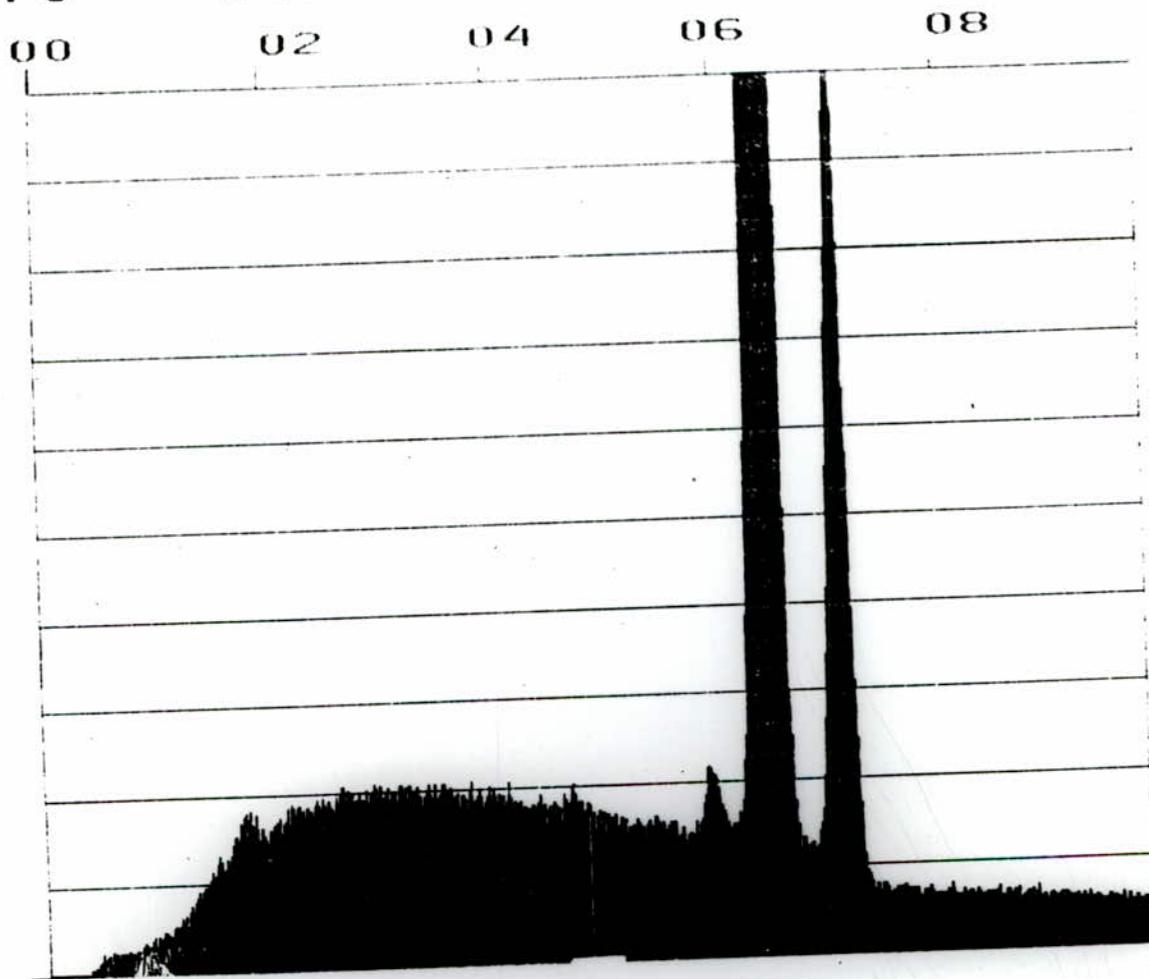


fig.4.2.k - analyse qualitative par rayons X de la matrice Z.A.T (à 20mm de la Z.F) indiquée par * -

20-MAY-92 00:34:19
 RATE: CPS TIME 212LSEC
 00-20KEV:10EV/CH PRST: OFF
 A: B:
 FS= 2468 MEM: A FS= 25



AS LI TIME NE EDAX
 CURSOR (KEV) = 04.800

fig.4.2.n_ analyse qualitative par rayons X de la matrice M.B (à 40mm de la Z.F) indiquée par * _

4.3 Essai de corrosion :

Nous avons mesuré pour chaque zone, trois densités de piqûration où \bar{d}_p représente leur valeur moyenne de piqûration.

Les photomicrographies qui ont servi aux calculs des densités sont regroupées sous forme de planches légendées et classées selon les conditions opératoires de temps et de concentration (fig.4.3.1 à 4.3.16).

Les résultats des densités et des densités moyennes de piqûration sont regroupés dans les tableaux (4.3.1 et 4.3.2).

Pour mieux suivre l'évolution de la corrosion par piqûre des différentes zones nous avons présenté graphiquement la densité moyenne de piqûration en fonction des échantillons (ZF, ZL, ZAT, MB), ces derniers sont classés sur les courbes dans l'ordre croissant de piqûration.

La densité moyenne de piqûration représente le rapport des nombres des piqûres à la surface délimitant ces piqûres, où cette surface est celle des photographies : $s = 80,85 \text{ cm}^2$.

Nous avons observé une nette augmentation de la densité moyenne de piqûration dans l'ensemble des zones étudiées et cela dans le sens :

- de l'augmentation de la durée d'immersion de $t_1 = 14$ jours (courbe I) à $t_2 = 28$ jours (courbe III)
- de l'augmentation de la concentration de 0,1 g/l (courbe I) à 10 g/l (courbe II).

Nous remarquons que la densité de piqûration est une fonction linéaire de temps et de concentration. [25], toutefois, on ne saurait considérer cette constatation comme une règle.

D'après nos constatations faites sur l'ensemble des courbes au nombre de quatre, la piqûration est sévère dans la zone fondue qui sera désormais, considérée comme zone plus dense en inclusions MnS.

Par leur présence dans la matrice, les inclusions MnS catalysent la réaction cathodique qui se manifeste par élévation de l'intensité de piqûration (fig. 2.3.1). D'autre part, l'augmentation de la concentration des ions chlorures provoque la coalescence des diamètres des piqûres (fig. 4.13) due à la dissolution de la matrice activée par l'adsorption des ions chlorures à l'interface matrice-solution aqueuse. Toutefois la taille des piqûres dans l'ensemble des zones reste originale à celle des inclusions caractéristiques pour la concentration de 0,1 g/l de NaCl.

Dans l'ensemble des courbes, la zone de liaison est la moins sensible à la piqûration pour les concentrations 0,1 g/l et 10 g/l de NaCl respectivement.

Ce comportement ou cette tenue à la corrosion est liée à l'absence d'inclusions actives en milieu acide en particulier les inclusions MnS, leur formation est entravée par l'absence du Soufre dans les inclusions (fig.4.2.f).

La présence d'Aluminium en teneur 0,031 % dans la matrice et sa détection dans les inclusions (fig.4.2.f) sous forme de Nitrure ou d'Alumine nous laisse entendre que la structure de la zone de liaison garde sa qualité à grains fins [26]. Cette texture confère à la zone de liaison une bonne tenue à la piquuration.

Le Titane et le Cuivre présents, dans la zone fondue et le métal de base respectivement, sous forme d'inclusions stables (fig. 4.2.c et 4.2.m) ne semblent pas transmettre au matériau une bonne résistance à la corrosion car leur teneur (tableau 3.3) est suffisamment faible pour pouvoir former des inclusions insolubles en milieu désaéré de chlorure de Sodium.

— Distribution des piqûres dans le temps pour 100 mg/l de NaCl — (x100)



Fig.4.3.1_ZF_ $t_1=14j.$ $\bar{d}_p = 5770/m^2$

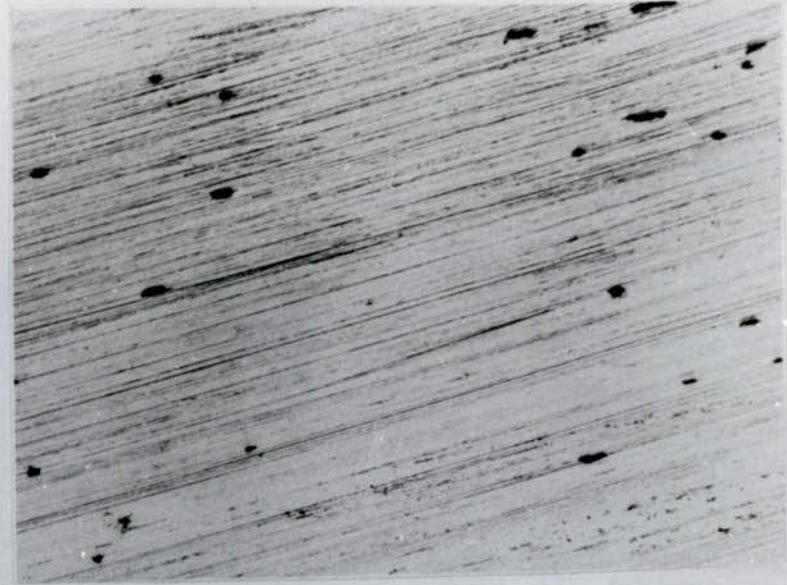


Fig.4.3.2_ZL_ $t_1=14j.$ $\bar{d}_p = 3340/m^2$

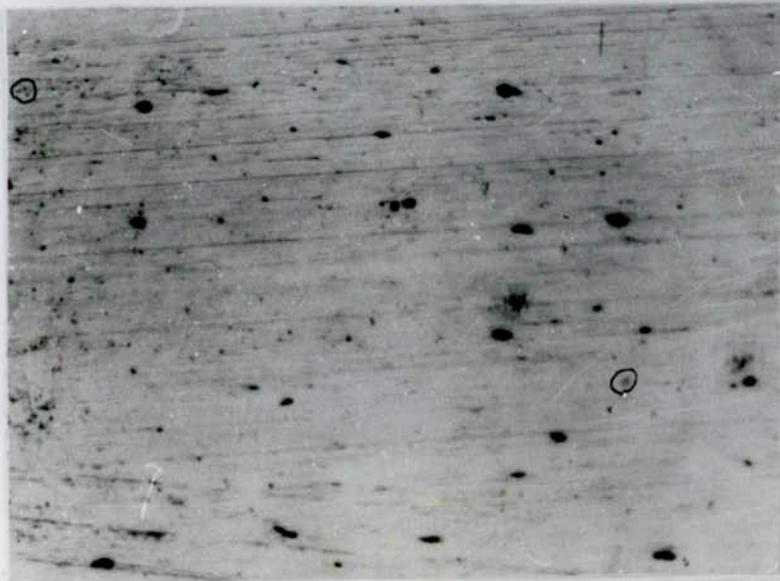


Fig.4.3.3_Z.A.T_ $t_1=14j.$ $\bar{d}_p = 8287/m^2$



Fig.4.3.4_M.B_ $t_1=14j.$ $\bar{d}_p = 8700/m^2$

— Distribution des piqûres dans le temps pour 10.000mg/l de NaCl — (x100).



Fig.4.3.5_ Z.F_ $t_1 = 14j.$ $\bar{d}_p = 16737/m^2$



Fig.4.3.6_ Z.L_ $t_1 = 14j.$ $\bar{d}_p = 8285/m^2$



Fig.4.3.7_ Z.A.T_ $t_1 = 14j.$ $\bar{d}_p = 11463/m^2$



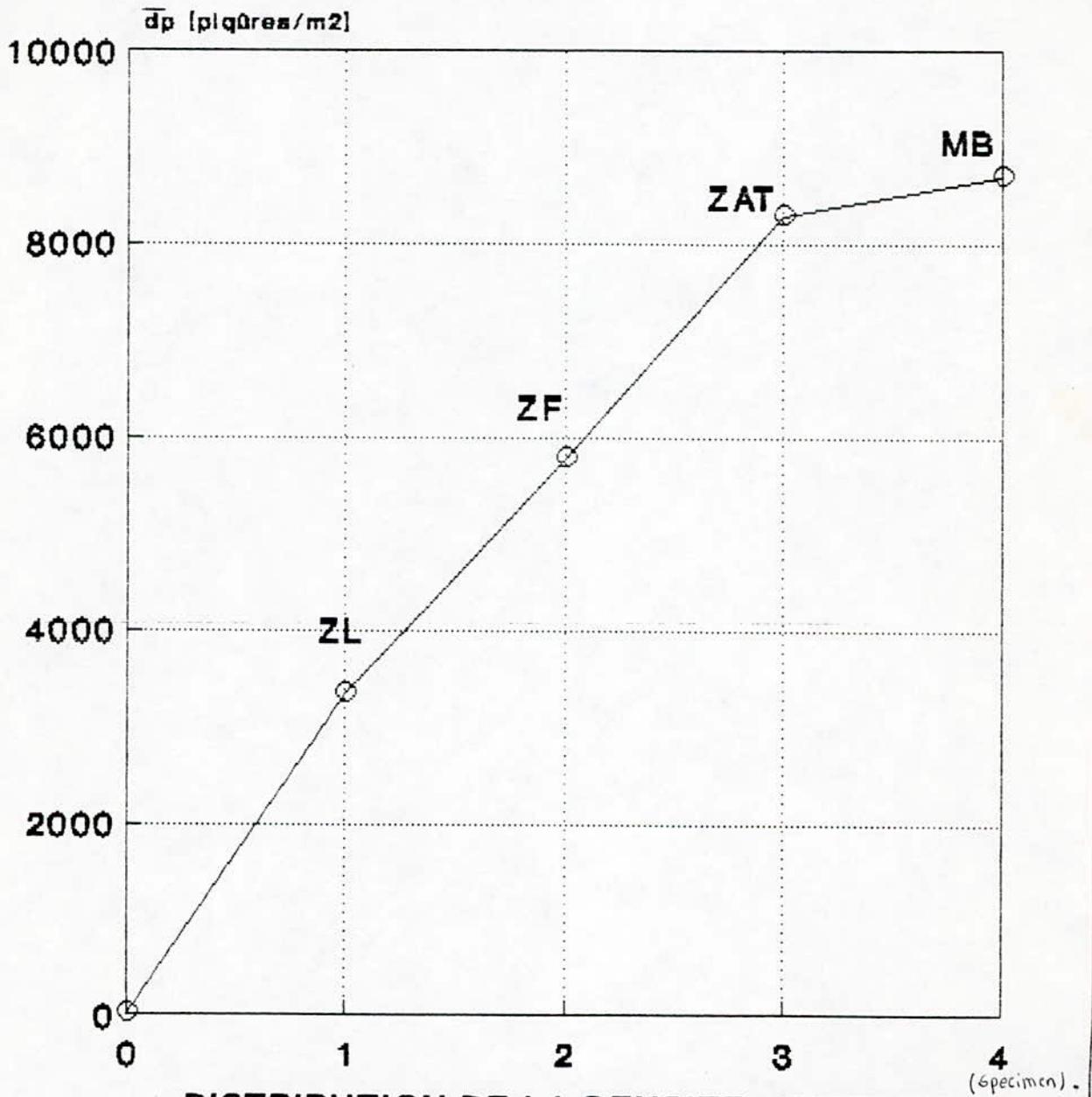
Fig.4.3.8_ M.B_ $t_1 = 14j.$ $\bar{d}_p = 10183/m^2$

TABLEAU 4.3.1

NaCl Durée	100 mg/l 14 jours				10 000 mg/l 14 jours			
	d ₁	d ₂	d ₃	\bar{d}_p	d ₁	d ₂	d ₃	\bar{d}_p
densité de piqûration (/m ²) spécimens								
Zone fondue (Z.F)	5320	5810	6180	5770	9150	18300	22760	16737
Zone de liaison (Z.L)	—	2970	3710	3340	—	5320	11250	8285
Zone affectée thermiquement (Z.A.T)	7910	8290	8660	8287	10140	11250	13000	11463
Metal de base (M.B)	7420	8040	10640	8700	7790	9400	10183	10183

\bar{d}_p : densité moyenne de piqûration.

COURBE I



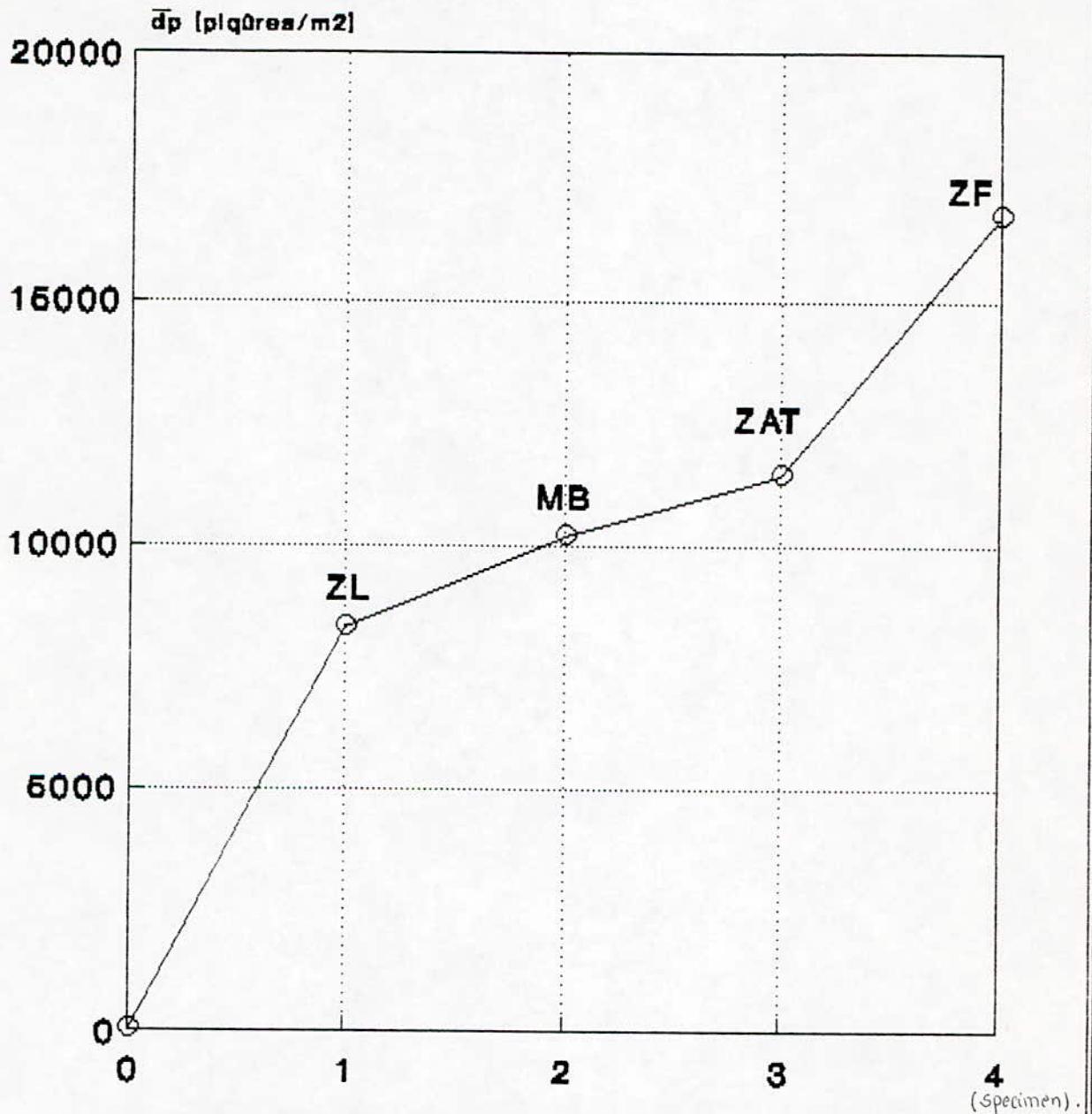
DISTRIBUTION DE LA DENSITE MOYENNE

DE PIQURATION

TEMPS = 14 Jours

[NaCl] = 0.1 g/l

COURBE. II



DISTRIBUTION DE LA DENSITE MOYENNE
DE PIQURATION

TEMPS = 14 jours

[NaCl] = 10 g/l

— Distribution des piqûres dans le temps pour 100mg/l de NaCl — (x100).



Fig.4.3.9_Z.F_ $t_2=28j.$ $\bar{d}_p=18510/m^2$



Fig.4.3.10_Z.L_ $t_2=28j.$ $\bar{d}_p=8400/m^2$

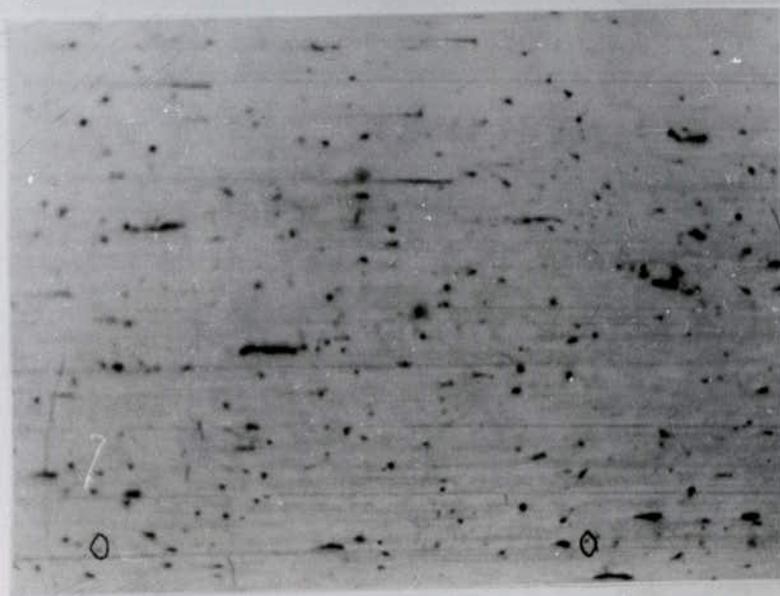


Fig.4.3.11_Z.A.T_ $t_2=28j.$ $\bar{d}_p=15627/m^2$



Fig.4.3.12_M.B_ $t_2=28j.$ $\bar{d}_p=9443/m^2$

— Distribution des piqûres dans le temps pour 10.000 mg/l de NaCl — (x100).



Fig.4.3.13_ Z.F_ $t_2 = 28j.$ $\bar{d}_p = 19667/m^2.$



Fig.4.3.14_ Z.L_ $t_2 = 28j.$ $\bar{d}_p = 13295/m^2.$



Fig.4.3.15_ Z.A.T_ $t_2 = 28j.$ $\bar{d}_p = 10183/m^2.$



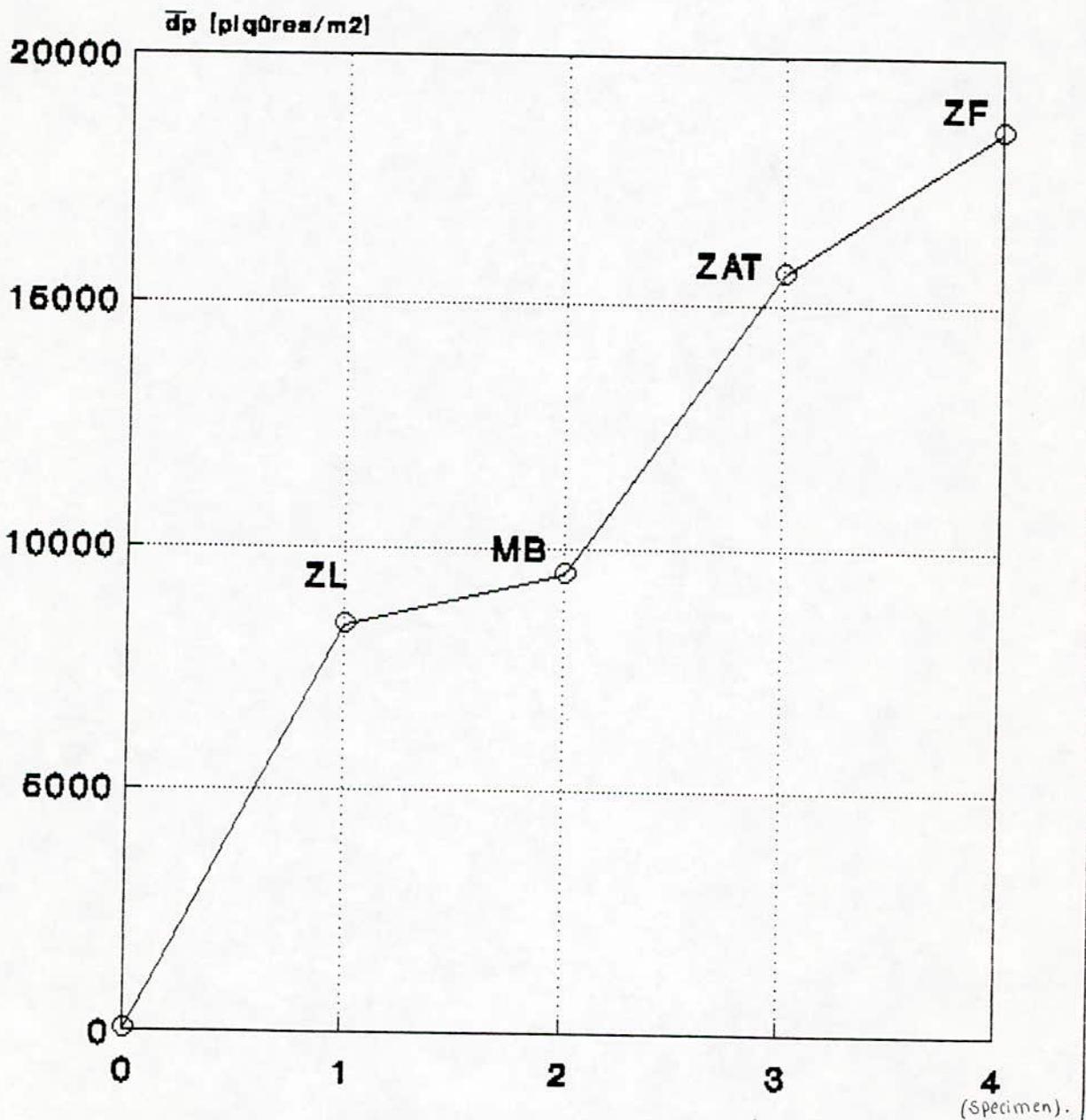
Fig.4.3.16_ M.B_ $t_2 = 28j.$ $\bar{d}_p = 14230/m^2.$

TABLEAU 4.3.2

°NaCl8 Durée	100 mg/l 28 jours				10 000 mg/l 28 jours			
	d ₁	d ₂	d ₃	\bar{d}_p	d ₁	d ₂	d ₃	\bar{d}_p
densité de piqûration (/m ²) spécimens								
Zone fondue (Z.F)	6310	16820	32400	18510	12370	20160	26470	19667
Zone de liaison (Z.L)	—	3690	13110	8400	—	10260	16330	13295
Zone affectée thermiquement (Z.A.T)	14600	14840	17440	15627	5070	8780	16700	10183
Metal de base (M.B)	6310	10020	12000	9443	12490	13600	16600	14230

\bar{d}_p : densité moyenne de piqûration.

COURBE.III

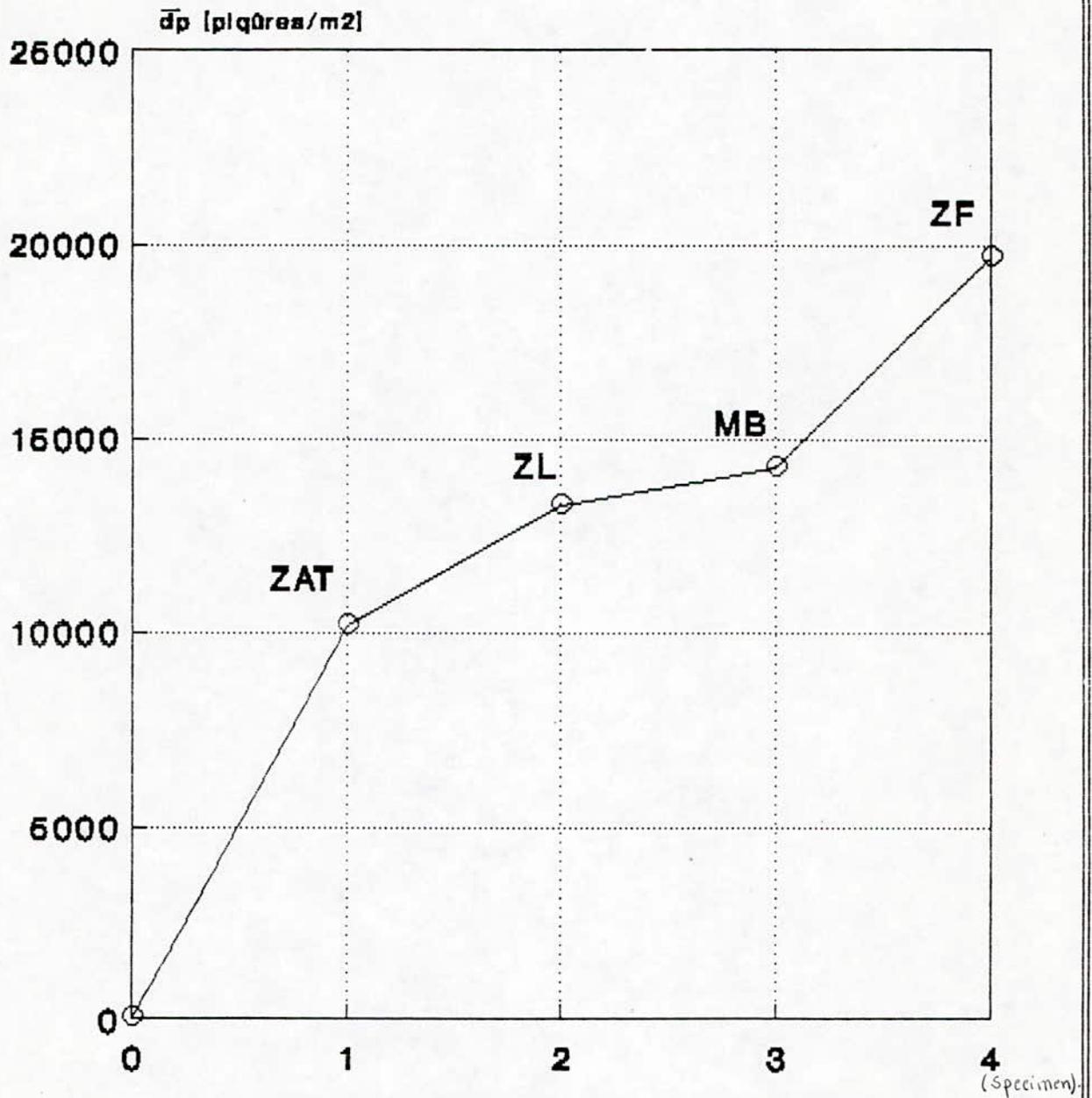


DISTRIBUTION DE LA DENSITE MOYENNE
DE PIQURATION

TEMPS = 28 jours

[NaCl] = 0.1 g/l

COURBE.IV



DISTRIBUTION DE LA DENSITE MOYENNE
DE PIQURATION

TEMPS = 28 jours

[NaCl] = 10 g/l

. CONCLUSION .

L'étude que nous nous sommes proposé de développer a été menée à terme notamment par l'utilisation des équipements d'analyses spectrales et la microscopie optique et électronique. En effet on a pu faire une étude qualitative des inclusions, présentes dans l'assemblage soude, au microscope électronique à transmission puis une évaluation de la densité de piqûration au microscope optique.

Il ressort de cette étude ce qui suit :

L'attaque prononcée de la zone fondue rend le joint soude, ainsi que par repercussion l'assemblage soude, moins fiables notamment en cas où ces piqûres sont révélées profondes, ces attaques sont à l'origine des inclusions actives notamment sulfure de Manganèse identifiées par la microanalyse à RX. Toutefois l'absence des inclusions MnS dans la zone de liaison rend celle-ci moins susceptible à la corrosion par piqûration.

Il est raisonnable de diminuer la densité de piqûration par addition convenable d'un inhibiteur de corrosion que de diminuer la quantité des inclusions nocives, vu le prix élevé de ces opérations.

Nous souhaitons que les résultats et les informations obtenus soient suivis par une étude électrochimique qui permettrait de déterminer les caractéristiques du potentiel de piqûration de l'assemblage soude dans un milieu chloruré avec et sans inhibiteur de corrosion.

Ainsi toutes ces études réunies contribueraient à une meilleure approche du problème posé et de se prononcer sur la manière de le résoudre de façon irrefutable.

ANNEXE [8]

Structure métallurgique de l'assemblage soudé :

Le comportement du joint soudé vis-à-vis de la corrosion, dans les conditions d'exploitation sévère, dépend de nombreux facteurs métallurgiques et chimiques du joint soudé; il en découle des transformations de phases différentes susceptibles de résister différemment à la corrosion .

L'étude métallographique d'une section latérale polie attaquée au nital de composition 2 à 5 ml d'acide nitrique ($d = 1,33$ à 20°C) et de 100 ml de méthanol pur, fait apparaître au microscope optique une évolution structurale de la zone fondue et du métal de base résultant du cycle thermique imposé.

L'origine des structures obtenues est gérée par le mécanisme de germination et croissance alimentée par la diffusion, pendant le cycle thermique.

A / Structure métallurgique de la zone fondue :

La micrographie de cette zone est représentée par la planche N° 1, ces transformations structurales sont dues, d'une part au processus de solidification du joint soudé contrôlé par une vitesse de refroidissement et le mécanisme de croissance épitaxiale, et d'autre part, par l'influence du régime thermique imposé pendant le soudage, sur les passes antérieures.

Vu la complexité du phénomène , les transformations structurales ne sont pas complètes. Nous nous retrouvons avec des taux de transformation de phases solides différentes donnant lieu à la formation des structures isotropes et orientées :

A-1 Structure basaltique:

Cette structure, obtenue par solidification du métal liquide, est contrôlée par une croissance épitaxiale:

Les atomes du métal liquide sont rapidement déposés sur les sites préexistants limitrophes du métal de base solide (fig.3.6.9 et 10).

Les différences relevées entre les micrographies citées sont attribuées au grains de l'interface de la structure solide et au processus de croissance unidirectionnelle durant la solidification qui conduit à la formation de structure à grains en colonne (structure de Widmanstätten).

A-2 Structures de recuit:

Les micrographies de recuit , peuvent être classées, suivant la forme des grains ferritiques, en trois classes:

1- Structure à grains ferritiques équiaxes obtenue par recristallisation de la structure à grains en colonne, déposée initialement (fig.1.5 et 7)

PLANCHE N°1 : Microphotographies caractéristiques de la zone fondue, de la 1ère passe vers la 5ème passe, 2% Nital, 500 X.

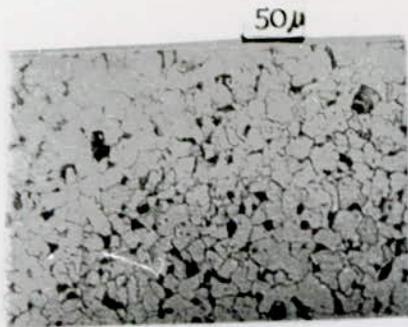


Fig.1 : Structure constituée de ferrite équiaxique (en blanc) et la perlite (en noir) déposée aux deux joints de grains (E1) - Taille moyenne des grains est de : 9μ .



Fig.2 : Microstructure avec une ferrite à grains entrelimités et une perlite déposée aux joints de grains (E2) Taille moyenne des grains = $6,6\mu$.



Fig.3 : Microstructure de la ferrite de Widmanstätten et des gros grains de ferrite allongés, légèrement en colonne. (E 3).

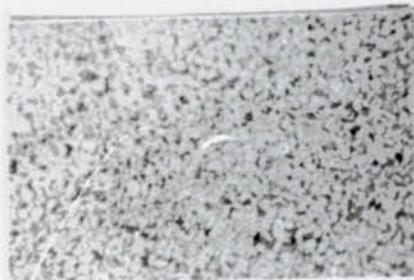


Fig.4 : Microstructure avec une ferrite à grains entrelimités et la ferrite déposée aux joints de grains (E.4). Taille moyenne des grains = $4,9\mu$.



Fig.5 : Microstructure constituée de ferrite équiaxique et des amas de perlite aux joints de grains ; on note la croissance de certains grains ferritiques. Taille moyenne des grains : 7μ

Fig.6 : Structure de Widmanstalten
avec une ferrite à gros grains
allongés en colonne (E.5).



Fig.7: Structure constituée de ferrite
equiaxique et la perlite (E.6).



Fig.8: Micrographie comportant une ferrite
polygonale et des amas de per-
lite déposée aux joints de grains
9,8 μ



Fig.9: Micrographie composée de ferrite
en colonne et de ferrite aciculaire.

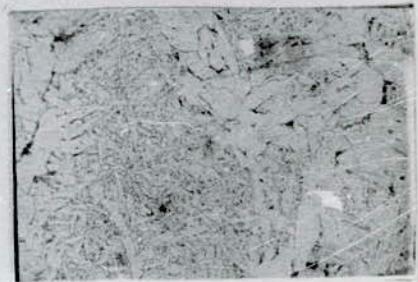
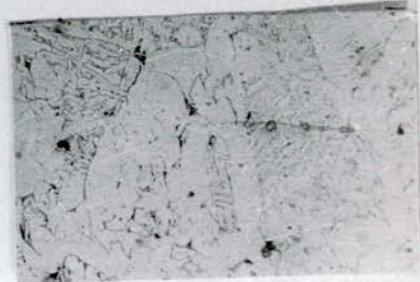


Fig.10: Microstructure contenant des
inclusions et des agrégats de
carbure de ferrite avec des gros
grains de ferrite en colonne.



2- Structure à grains ferritiques entrelimités, elles résultent d'une croissance de grains ferritiques entravée par la rencontre d'autres, il en découle un interface caractéristique dû au déroulement d'une seconde recristallisation (fig.2 et 4).

3- Structure à grains ferritique polygonaux obtenue par un traitement de recristallisation à grains en colonne (fig.8).

Les différences relevées entre les structures de recuit peuvent être produites par l'orientation cristallographique des grains, la température d'austenitisation et de réaustenitisation atteinte par les différentes structures. Elles peuvent aussi être produites par la vitesse de refroidissement imposée par la vitesse d'écoulement de la chaleur dans l'assemblage soudé pendant et après la déposition des phases successives.

B / Structures métallurgiques de la zone affectée thermiquement :

La micrographie de cette zone est représentée par la planche N°2.

Le métal base affecté par la chaleur est composé de structure ferrito - perlitique, on distingue selon la microstructure, trois zones en traversant la zone de fusion vers le métal de base:

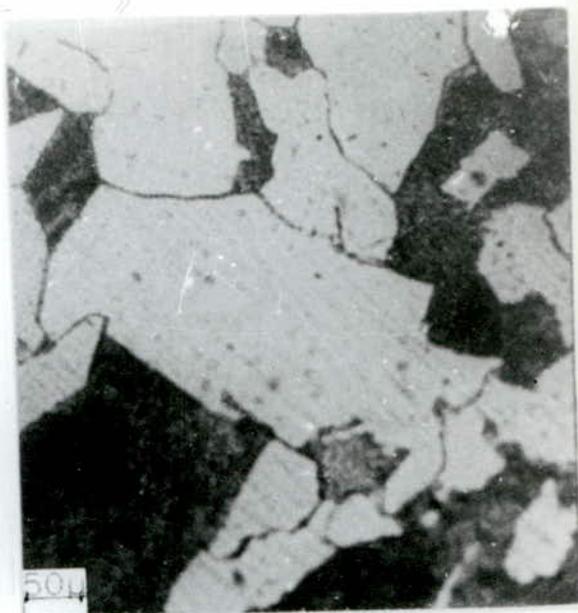
B-1 Une zone de croissance de grains adjacente à l'interface de la soudure, cette zone est contrôlée par la température et le temps de séjour à une température favorisant la surchauffe des grains austénitiques. (voir a) de la planche n°2).

B-2 Une zone affinée obtenue par un cycle thermique à basse température dans la zone d'austenitisation des grains fins.(voir b) de la planche n°2).

B-3 Une zone de transformation partielle. Elle est attribuée à une région de reaustenitisation, qui comporte des structures à gros grains et grains fins allongés dans le sens du refroidissement.(voir c) de la planche n°2).



a) - Métal de base affecté par la chaleur, à 10 mm de la lère passe de ZF



b) - Métal de base affecté par la chaleur à 20 mm de la ZF



c) - Métal de base affecté par la chaleur à 30 mm de la ZF.



d) - Métal de base non affecté par la chaleur

Planche n°2 : Micrographies caractéristiques du métal de base affecté (ZAT) et non affectée par la chaleur

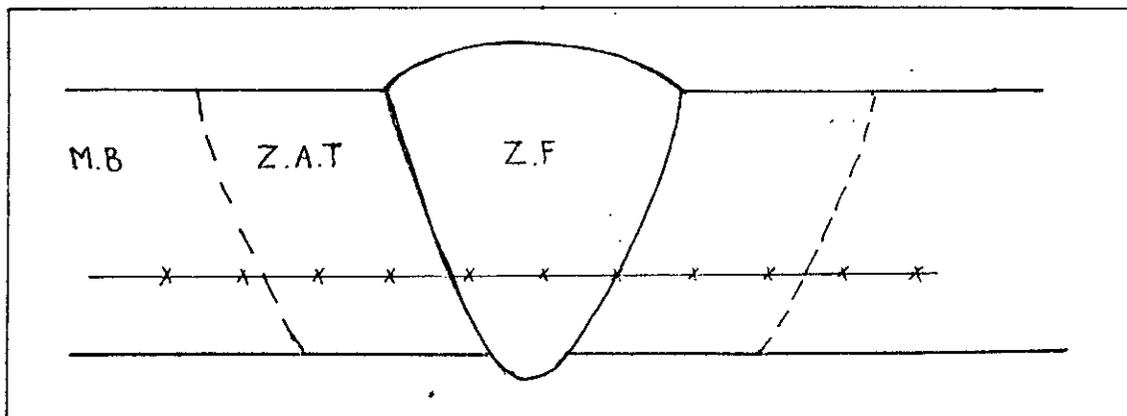
Mesure de dureté :

Les mesures de dureté prélevées par les trois méthodes de détection [18] dans le joint soudé déterminent une propriété mécanique qui ne peut être expliquée seulement par la composition chimique et la vitesse de refroidissement. Elle permettent de suivre l'évolution structurale du joint soudé d'une part, et de confirmer le risque de fragilisation estimé à 350 HV causé par la formation de structure fragile de solidification d'autre part.

Les mesures de dureté ont été relevées par trois méthodes après avoir poli et attaqué au Nital la surface à observer.

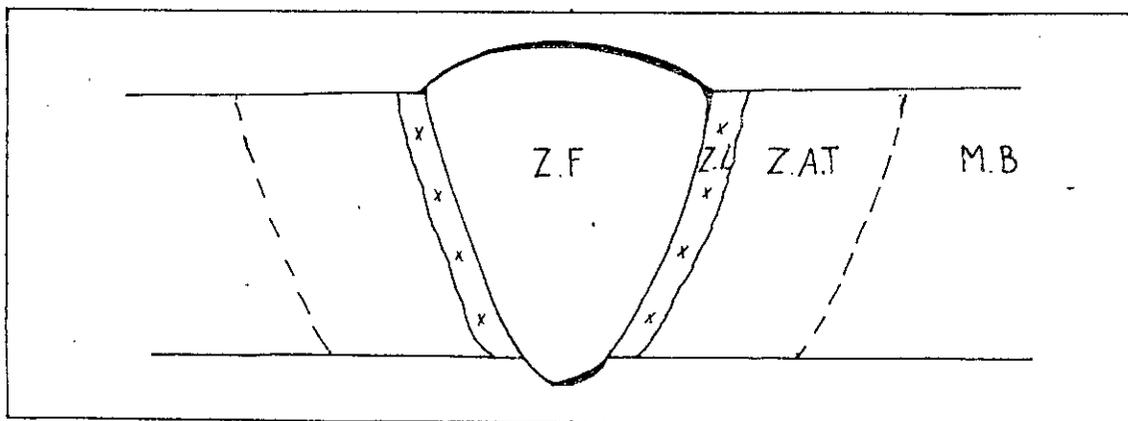
A / La méthode tangentielle

Mesure la dureté dans les zones de transformation.



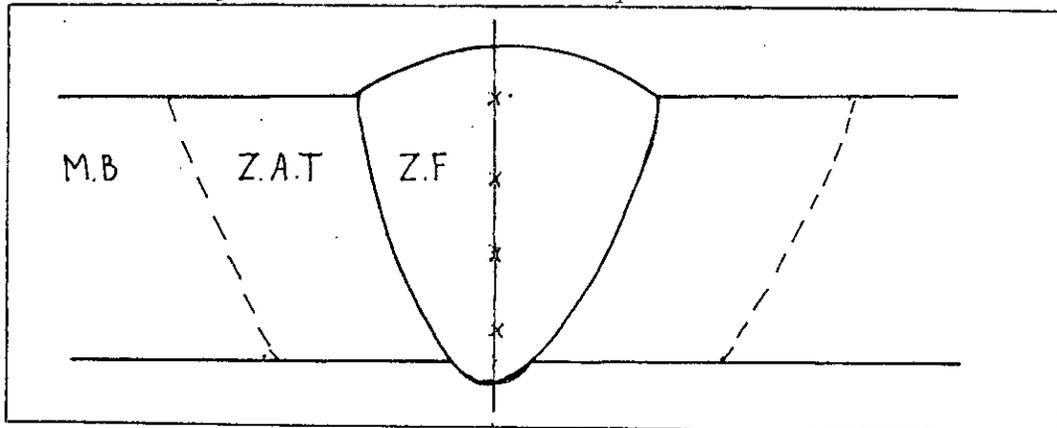
B / La méthode de profil

Les duretés sont prélevées dans la zone de liaison dans laquelle certaines formes de pénétration peuvent présenter des durcissements importants

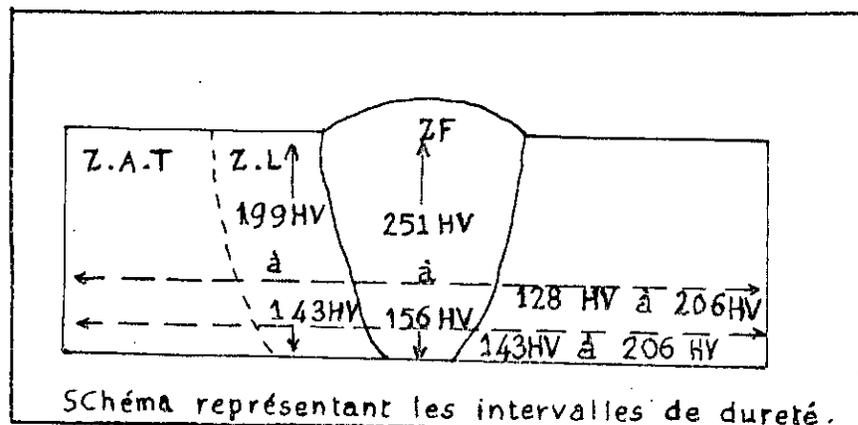


C / La méthode longitudinale

La filiation de dureté est perpendiculaire à la filiation tangentielle dans la zone fondue. Cette méthode présente l'avantage de suivre la variation de dureté dans la zone fondue obtenue par une soudure multipasses



D / Mesure de dureté de l'assemblage soudé :



Elle résume l'évolution de la dureté dans l'assemblage soudé sous forme d'intervalle.

D'après les filiations de dureté dans l'ensemble soudé, le risque de fragilisation par formation de structure dure de Martensite est écarté étant donné que sa dureté critique estimée à 380 Vickers, pour un acier à 0,18 % de carbone, n'a pas été relevée [27]. Fort heureusement, les précautions à prendre en l'occurrence l'énergie de soudage et le respect de la température (300 °C) entre passes demeurant respectées [18].

. ABREVIATION ET SIGLE .

Z.F	:	Zone de fusion.
Z.L	:	Zone de liaison.
Z.A.T	:	Zone affectée thermiquement.
M.B	:	Métal de base.
Z.R	:	Zone réchauffée.
M.O	:	Microscope optique.
M.E.T	:	Microscope électronique à transmission.
[EDAX]	:	Analyse par rayon X a dispersion d'énergie.
P.V.C	:	Polychlorure de vinyl.
i_{corr}	:	Densité du courant de corrosion.
E_{corr}	:	Potentiel de corrosion.
E_p	:	Potentiel de piqûration.
E_R	:	Potentiel de repassivation.
E	:	Energie de soudage.
d_p	:	Densité de piqûration.
\bar{d}_p	:	Densité moyenne de piqûration.
K_s	:	Produit de solubilité.
ΔG°	:	Enthalpie de formation.
j	:	Joules.
s	:	Surface.
R_e	:	Limite d'élasticité.
R_m	:	Charge de rupture.
NF	:	Norme française.

REFERENCES

- [1] Techniques de l'ingénieur M 220(4U).
- [2] H.GRANJON, Bases métallurgiques du soudage, 1972.
- [3] Corrosion sciences, volume 14 n° 15, pp.331 à 349, 1974.
- [4] G.EKLUND, SCAND. J.Métall, vol. 1, p. 331, 1972.
- [5] W.SCHATT and H.WORCH, Corros. sci. vol 11, p. 623, 1971.
- [6] I.GARZ, H.WORCH and W.SCHATT, Corros. sci.vol.9, p.71, 1969.
- [7] Metals Handbook, Edit. 9, vol.9, 1986.
- [8] LILIANA FELLONI, P.CAMMAROTA, G.PALOMBARINI and Cr. POLI, British corrosion journal, vol.13 N° 4, p. 167, 1978.
- [9] HEYN et BAUER, Effets des traitements thermiques, 1909.
- [10] PETROV et OSADSCHUK Effets du carbone et structure trempée sur la corrosion des aciers, 1982
- [11] V.ALEXÉEV, Analyse quantitative, 1980.
- [12] G.P.RAY, R.A.JARMAN and J.G.THOMAS, corros.sci.vol.25 N° 3, pp.171 to 184, 1985.
- [13] SEDRICKS, corrosion of stainless steels, 1979.
- [14] R.BURSTEIN, B.KABANOV, Discussions Faraday S.O.C, vol.1, p. 250, 1979.
- [15] J.BARRALIS et CT.MAEDER, Précis de métallurgie, Avril 1990.
- [16] H.UHLIG, Corrosion and corros.control, 1961.
- [17] JOSEPH F.BOSICH, Prevention de la corrosion, 2° édition mise à jour , 1977.
- [18] N.CHERMAT, Etude du comportement d'un assemblage soudé vis à vis de la corrosion et de son inhibition, vol. 2, 1991.
- [19] J.P EBERHART , Analyse structurale et chimique des matériaux, Mars 1989.
- [20] R . VARISELLAZ , "Soudage" éléments de conception et de réalisation, Mai 1982.
- [21] B.BARTHELEMY, Notions pratiques de mécanique de la rupture 1980.
- [22] J.M.DORLOT, J.P.BAILLON et J. MASOUNAVE, Des matériaux, Décembre 1986.
- [23] Norme Française: NF A 05.150, Décembre 1985.
Source : INAPI (Institut National Algérien pour la Normalisation et Propriétés Industrielles).
- [24] A.BALL, corrosion science, vol. 47 N° 5 . 1991.

- [25] Cr.P.RAY, corrosion science, vol.48 N° 2 , 1992.
- [26] F.HELLAL , Etude de l'évolution de la taille du grain austenitique en fonction du traitement de haute température (Acier 0,27 % C et 1,05 % Mn),M.F.E. Juin 1983.
- [27] S.CEFERIEN, Métallurgie de soudage, 1962.