Diffraction X en traitements thermiques : dosage de l'austénite résiduelle par diffraction des rayons X

M. Bach, N. Broll, A. Cornet, L. Gaide

► To cite this version:

M. Bach, N. Broll, A. Cornet, L. Gaide. Diffraction X en traitements thermiques : dosage de l'austénite résiduelle par diffraction des rayons X. Journal de Physique IV Proceedings, 1996, 06 (C4), pp.C4-887-C4-895. 10.1051/jp4:1996485 . jpa-00254368

HAL Id: jpa-00254368

<https://hal.science/jpa-00254368>

Submitted on 1 Jan 1996

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.

Diffraction X en traitements thermiques : dosage de l'austénite résiduelle par diffraction des rayons X

M. Bach, N. Broll, A. Cornet et L. Gaide*

LMCM, ENSAIS, 24 boulevard de la Victoire, 67084 Strasbourg, France

** SATT, 1 rue Ampère, 67120 Duttlenheim, France*

Abstract : X-ray diffraction allows the analysis of residual austenite either by summation of multiple peak (Co and Mo tubes) for each phase α and γ or from a couple of peaks (Co tube). Some perturbation can occur as carbide peak superposition with ferrite and austenite peaks or as lamination texture effects or as micro-bending due to quenching.

Micro-bending enlarge the peaks. This phenomena is underscored when the annealing reduces the stress.

The measuring out by x-ray diffraction allows to determine the best thermal treatment according to the expected mechanical properties. The measure of residual austenite allows to assess dimensionnal variation of the treated pieces due to the transformation of austenite in martensite.

Résumé : la diffraction X permet le dosage de l'austénite résiduelle soit en cumulant l'intensité de plusieurs raies (tube de cobalt, tube de molybdène) pour chaque phase α et γ , soit à partir d'un couple de raies (tube de cobalt). Des phénomènes perturbateurs peuvent apparaître selon la nature de l'acier étudié :

- superposition des pics de carbures (tube de cobalt) aux pics correspondant aux phases de ferrite et d'austénite,
- présence d'effets de texture,
- présence de micro-déformations induites par la trempe.

Les micro-déformations élargissent les pics. Ce phénomène est mis en évidence lorsqu'on diminue les contraintes dans la matière par des revenus de détente.

Le dosage par diffraction X permet de déterminer le meilleur traitement en fonction des caractéristiques mécaniques désirées, il permet également d'évaluer les variations dimensionnelles après traitement et d'en minimiser les effets, car l'austénite résiduelle peut se décomposer en martensite d'où une modification des cotes des pièces.

I. GENERALITES ET BUT

La quantité d'austénite transformée en martensite ne varie pas linéairement avec la température.

La transformation de l'austénite lors du refroidissement depuis la température de trempe jusqu'à la température ambiante peut ne pas être totale : il peut subsister au retour à l'ambiante une certaine quantité d'austénite non transformée appelée "austénite résiduelle". Il en est en particulier ainsi lorsque la température Mf de fin de transformation martensitique est inférieure à la température ambiante, comme c'est le cas pour les aciers à forte trempabilité tels que les aciers à haute résistance, les aciers à outils et les aciers cimentés ou carbonitrurés.

Dans un acier allié et riche en carbone cette austénite résiduelle peut selon les conditions d'austénisation et de refroidissement, être stabilisée à température ambiante.

Cette austénite résiduelle a une influence sur :

- les caractéristiques mécaniques
- la tenue à la fatigue (abaissement de la limite d'endurance à partir d'un taux d'austénite limite)

Cette austénite résiduelle peut aussi se décomposer, de façon plus ou moins incontrôlée en service, en donnant de la martensite d'où une modification des cotes des pièces (dans les roulements, réalisés généralement en 100 C 6, on prévoit un jeu supplémentaire à cause de l'austénite résiduelle), d'où l'importance du dosage de l'austénite résiduelle pour le Z160 CDV 12-1, afin de pouvoir quantifier les variations dimensionnelles pour chaque type de traitement et de pouvoir en minimiser les effets.

On peut doser l'austénite résiduelle par :

- diffraction des rayons X
- microscopie quantitative (avec analyseur d'image)
- mesures magnétiques (l'austénite est amagnétique)
- dilatométrie différentielle

Pour cette étude le dosage de l'austénite résiduelle a été fait par diffraction des rayons X.

II. METHODE EXPERIMENTALE

Les mesures de diffraction ont été effectuées avec un diffractomètre Siemens D500 et avec des tubes de cobalt et de molybdène. Les domaines angulaires balayés en 2θ sont respectivement compris entre 30 et 140° (de 48 à 55° si on se limite au premier couple de raies) dans le cas du tube de cobalt, et entre 18 et 42° dans le cas du tube de molybdène.

Les échantillons de Z160CDV12 ont été fournis par la société Thyssen, trempés (entre 980°C et 1080°C) et revenus (entre 180 et 600°C) sous vide par la société SATT (Société Alsacienne de Traitement Thermique)

III. METHODES DE CALCUL

Le dosage peut se faire en cumulant l'intensité de plusieurs raies pour chaque phase α et γ ou à partir d'un seul couple de raies.

Dans le premier cas on utilise la formule suivante :

$$C_{\gamma}/C_{\alpha} = (\Sigma K_{\alpha}/\Sigma K_{\gamma})(\Sigma I_{\gamma}/\Sigma I_{\alpha})$$

avec C_{α} et C_{γ} représentant respectivement la concentration en ferrite et en austénite ; K_{α} et K_{γ} étant les facteurs analytiques des différentes raies considérées et I_{α} et I_{γ} les intensités de chaque raie.

De plus, on a la relation suivante $C_{\alpha} + C_{\gamma} = 1$

Dans le second cas si on utilise la raie correspondant au plan 110 de la ferrite et la raie 111 de l'austénite, et en tenant compte des superpositions de raies, la formule se réduit, dans le cas d'un tube de cobalt, à :

$$C_{\gamma} = 1/(1+0,75(I_{110}/I_{111}))$$

Pour un tube de cobalt les différents coefficients et les positions des pics sur les courbes de diffraction sont :

Austénite

h k l	d(hkl) Å°	2θ (CoKα)	K _γ
1 1 1	2,070	51,21°	104
2 0 0	1,793	59,87°	46,5
2 2 0	1,267	89,78°	25,8
3 1 1	1,081	111,69°	42,3
2 2 2	1,035	119,61°	14,4

Ferrite

h k l	d(hkl) Å°	2θ (CoKα)	K _α
1 1 0	2,0268	52,38°	142
2 0 0	1,4332	77,24°	19,9
2 1 1	1,1702	99,71°	45,3
2 2 0	1,0134	123,93°	23,3
3 1 0	0,9064	161,38°	169

Dans le cas d'un tube de molybdène on a :

Austénite

h k l	d(hkl) Å°	2θ (MoKα)	K_γ
1 1 1	2,070	19,77	
2 0 0	1,793	22,86	550
2 2 0	1,267	32,58	345
3 1 1	1,081	38,38	390

Ferrite

h k l	d(hkl) Å°	2θ (MoKα)	K_α
1 1 0	2,0268	20,2	
2 0 0	1,4332	28,71	250
2 1 1	1,1702	35,36	500
2 2 0	1,0134	41,06	145

Pour le rayonnement du molybdène, les deux raies principales (110) α et (111) γ sont confondues et ne sont donc pas utilisables.

IV. EXEMPLE D'APPLICATION : Evolutions dimensionnelles du Z160CDV12

Après trempe la structure est essentiellement martensitique, et contient plus ou moins d'éléments en solution selon la température d'austénitisation. Le pourcentage d'austénite résiduelle est également variable selon la température d'austénitisation, il varie d'environ 12% pour une température de 980°C à 35% pour une température de 1080°C (fig 1a). Pour cette raison on observe selon les cas une augmentation ou une diminution du volume après trempe (fig 1b), l'austénite venant compenser ou non l'augmentation de volume entraînée par la formation de martensite.

Figure 1a : Evolutions du pourcentage d'austénite résiduelle après trempe pour le Z160CDV12.

Figure 1b : Evolutions des variations dimensionnelles du Z160CDV12 en fonction de la température d'austénitisation.

La martensite de trempe évolue pendant le revenu vers une structure plus denses : carbures ϵ . Le revenu provoque donc une contraction des cotes (fig 2a) obtenues à la trempe, d'autant plus importante que la température est plus élevée.

Figure 2a : Evolutions des variations dimensionnelles du Z160CDV12 en fonction de la température de revenu et de la dureté (Température d'austénitisation : 1030 °C).

Figure 2b : Evolutions du pourcentage d'austénite résiduelle en fonction de la température de revenu (Température d'austénisation : 1030 °C).

Pour des températures de revenus avoisinant les 300°C, les carbures ϵ coalescent, la cémentite se dissout, et on observe une augmentation de la contraction de volume. Ce phénomène s'accompagne d'un abaissement sensible de la dureté.

Par la suite l'austénite se transforme en martensite secondaire (fig 2b). La déstabilisation de l'austénite est la conséquence d'une modification de sa composition chimique par suite de la précipitation des carbures et d'une remontée du point M_s . Ce phénomène, qui est une phase très importante du revenu, s'accompagne d'une dilatation d'autant plus forte (fig 2a) que le taux d'austénite résiduelle dans la structure initiale est plus élevée. La précipitation des carbures spéciaux, se situe dans un même domaine de température que la déstabilisation de l'austénite et entraîne soit un retard à l'adoucissement (980°C) soit un durcissement secondaire important. Ce phénomène qui est lié à l'échange du carbone entre la cémentite et les carbures spéciaux s'accompagne également d'une forte dilatation.

CONCLUSION

Dans le cas du tube de cobalt lorsque la détermination de l'austénite résiduelle se fait à partir de deux raies principales (110) α et (111) γ , des difficultés apparaissent car les raies des carbures se superposent à ces deux raies. Un comptage préliminaire des carbures peut, par exemple être effectué par comptage micrographique. Mais néanmoins l'utilisation du logiciel DIFFRACT-AT3.2, qui permet la décomposition des pics et la suppression du fond, a rendu possible cette détermination à partir des raies (110) α et (111) γ (fig 3).

On peut admettre que la méthode de décomposition symétrique compense l'erreur due à la présence des carbures. Il est également possible d'utiliser d'autres raies mais dans le cas d'un tube de cobalt les intensités sont très faibles et souvent perturbées par des effets de statistiques de comptage (fig. 4). Dans le cas du cobalt il n'est possible d'estimer le pourcentage d'austénite résiduelle que dans le cas de teneur supérieure à 10%. Il est également possible d'utiliser un tube de molybdène de longueur d'onde plus courte, suffisamment éloignée des discontinuités d'absorption des éléments constituant l'acier trempé. Ce tube s'il ne permet en aucun cas l'exploitation des raies (110) α et (111) γ révèle néanmoins les autres raies avec

plus d'intensité. De plus la diminution de l'intervalle de mesure permet un gain important de temps, dans le cas où il est nécessaire d'exploiter l'ensemble des raies (fig 5a et 5b, même temps de mesure)

Figure 3 : Décomposition des raies (110) α et (111) γ (tube de cobalt).

Figure 4 : Spectre de diffraction d'un acier trempé (tube de cobalt).

Figure 5a : Spectre de diffraction d'un acier trempé (tube de cobalt).

Figure 5b : Spectre de diffraction d'un acier trempé (tube de molybdène).

D'autres phénomènes perturbateurs peuvent s'ajouter à la superposition des pics de carbures aux pics des phases de ferrite et d'austénite. Mis à part les effets de texture (sens du laminage) qui peuvent être compensés par un système de rotation permettant à l'échantillon de tourner sur lui même pendant l'enregistrement goniométrique, il faut savoir que le dosage de l'austénite résiduelle dans les aciers par diffraction des rayons X est une analyse de surface.

L'épaisseur vue en diffraction n'excède pas 40 micromètres et pour 1 cm² de surface irradiée le volume est de l'ordre de 2 à 4 millimètres cubes, soit une masse de matière ne dépassant pas 40 milligrammes. La mesure d'austénite résiduelle peut donc être remise en cause par l'inhomogénéité de la matière. Des phénomènes de ségrégation et même d'oxydation peuvent influencer également la détermination de l'austénite résiduelle, ainsi que des erreurs de préparation (polissage de la surface). De plus des microdéformations, résultant du traitement thermique, viennent déformer les pics de diffraction et les élargir, ce qui influence également les résultats. Ce phénomène est mis en évidence lorsqu'on analyse le pourcentage d'austénite après trempe pour différentes températures de revenu (fig 6). Le pourcentage d'austénite ne doit pas évoluer jusqu'à une température de déstabilisation (environ 480°C pour le Z160CDV12).

Figure 6 : Spectre du Z160CDV12 pour différentes températures de revenu.