

Vpliv oligoelementov na prekaljivost in hladno deformacijsko sposobnost ogljikovega ali manganogljikovega jekla

Y. Desalos*, R. Laurent*
P. Rousseau**, D. Thivellier**

I. UVOD

Uporaba vedno večje količine starega železa v proizvodnji ogljikovega jekla, namenjenega za deformacijo v hladnem in/ali toplotno obdelavo, zahteva bolj natančno poznavanje vpliva oligoelementov, katerih ni mogoče odstraniti med izdelavo jekla. Predvsem je lahko naraščajoča koncentracija oligoelementov (Cu, Ni, Mo, Sn, As, Sb...) problematična pri izdelavi elektro jekla, kjer uporabljamo v proizvodnji staro železo, ki često ni sortirano. Druge elemente, na primer Cr in P, lahko več ali manj odstranimo med izdelavo jekla, bodisi z oksidacijo ali reakcijo z žlindrom, vendar za ceno večje izgube železa in povečane uporabe reducentov. V teh pogojih je proizvodnja jekla z nizko koncentracijo neželenih elementov zelo draga, oziroma je racionalno, da se jekla namenijo za uporabo, kjer so ti elementi nujno potrebnii.

Mnogo se razpravlja o prisotnosti oligoelementov v jeklih, namenjenih za deformacijo v hladnem^{2, 3, 4}. Ti elementi v določenih koncentracijah povisujejo mejo raztezanja jekla, torej tudi silo⁵ in obrabo orodja med deformacijo v hladnem. Majhno znižanje duktilnosti jekla lahko prav tako prispeva k širjenju razpok kot posledica prisotnih površinskih napak⁶. Na žalost je le težko razločiti vpliv elementa na deformacijsko sposobnost ferita od indirektnega vpliva (odvisnega od kemične sestave in toplotne obdelave) na pogoje transformacije gama-alfa in njenih posledic (velikost zrna, relativna količina posameznih komponent mikrostrukture). To razлага, zakaj je precej sporen tudi vpliv najbolj pogosto prisotnih oligoelementov⁷⁻¹².

Vpliv oligoelementov na kaljivost jekla v širšem smislu je sporen, ker je potrebno upoštevati vplive majhnih količin, ker ni linearnosti med vplivom in spremembami koncentracije in zaradi sinergičnih vplivov. Povečanje kaljivosti zaradi oligoelementov je v splošnem dobrodošlo pri masivnem in površinskem kaljenju nizko legiranih jekel, vendar je potrebno vplive ovrednotiti, da bi dobili ponovljive rezultate s talinami različnega izvora.

Težišče raziskovalnega dela je bilo zato usmerjeno na kaljivost in sposobnost jekla za deformacija-

Influence des éléments résiduels courants sur la trempabilité et la ductilité à froid des aciers au carbone ou carbone — manganèse

I. INTRODUCTION

L'utilisation en quantités croissantes de ferrailles recyclées pour obtenir des aciers fins au carbone destinés à la fabrication de pièces obtenues par formage à froid et/ou soumises à un traitement thermique nécessite des connaissances plus précises sur le rôle des éléments impossibles à éliminer au cours de l'élaboration de l'acier. En premier lieu, les teneurs croissantes en ces éléments résiduels (Cu, Ni, Mo, Sn, As, Sb...) risquent de pénaliser les élaborations du type four électrique qui absorbent beaucoup de ferrailles souvent peu triées. Par ailleurs, d'autres éléments, tels que Cr ou P, peuvent être plus ou moins laborieusement éliminés par oxydation ou réaction avec le laitier mais au prix de pertes en fer et d'une consommation accrue de réducteurs. Dans de telles conditions, l'obtention d'aciers à basses teneurs en éléments «a priori indésirables» est relativement coûteuse, et il convient de réservier rationnellement de tels aciers aux utilisations pour lesquelles cette spécification est indispensable¹.

Un des aspects les plus discutés de l'influence des résiduels sur les propriétés d'emploi est l'aptitude à la mise en forme à froid^{2, 3, 4}. Ces éléments augmentent en effet dans une certaine mesure la limite d'écoulement de l'acier, donc les efforts⁵ et l'usure des outils lors du formage à froid. Une légère baisse de ductilité du métal pourrait également accroître les risques de fissuration à partir de défauts superficiels⁶. Il n'est malheureusement pas facile de dissocier l'influence propre d'un élément sur la déformabilité de la ferrite de son influence indirecte (fonction de la composition de l'acier et de son traitement) sur les conditions de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ et ses conséquences (taille de grain, proportion relative des constituants micrographiques...). Ceci explique que les contributions respectives, même des éléments résiduels, les plus courants, soient très controversées⁷⁻¹¹.

Le rôle des résiduels sur la trempabilité au sens large est également controversé du fait des faibles variations à prendre en considération, de la non linéarité de ces variations avec les teneurs, et d'éventuels effets synergétiques. Bien que les gains de trempabilité dus aux résiduels soient généralement bienvenus dans les cas de trempe

* — IRSID, Saint German-en-Laye

** — Centre de Recherche d'Ugine

cijo v hladnem pri kontroliranem dodatku v jeklo enega ali več naslednjih oligoelementov: Cu, Cr, Ni, Si ($\leq 0,5\%$), Mo ($\leq 0,10\%$), P ($\leq 0,050\%$), Sn ($\leq 0,050\%$) v kvalitetnih ogljičnih jeklih (XC 10 in XC 42) in jeklih z majhnim dodatkom mangana (20 M5). Izbera sestave jekla je prilagojena analizi specifične vloge oligoelementov na naslednjih področjih:

- klasična kaljivost pri jeklih XC 42 in 20 M5
- sposobnost za površinsko kaljenje pri jeklu XC 42
- utrjevanje ferita pri jeklu XC 10
- globalna sposobnost za deformacijo v hladnem pri jeklih 20 M5 in XC 42 v normaliziranem in sferoidizacijsko žarjenem stanju.

II. EKSPERIMENTALNE TALINE IN TOPLITNA OBDELAVA

Petdeset talin s težo 25 kg je bilo izdelanih v visokofrekvenčni peči pod zaščitnim plinom argonom. V tabelah 1, 2 in 3 so prikazane kemične sestavine posameznih jekel, vrst XC 10, 20 M5 in XC 42.

Tab. 1: Kemična sestava talin XC 10. Compositions chimiques des coulées XC 10 (ppm)

št. šarže No coulée	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Al	S	P	Cu	Sn
297	101	205	612	044	068	014	017	016	007	042	004
148	102	183	619	044	068	014	005	018	006	297	005
157	097	181	634	044	060	014	011	016	005	491	004
161	095	183	605	047	065	014	014	016	006	740	004
166	097	179	611	050	075	014	010	016	023	039	005
169	095	204	619	047	071	014	011	016	046	039	005
176	100	194	613	044	504	014	008	016	006	039	004
188	097	188	621	500	064	014	008	015	006	039	005
191	094	482	616	040	060	014	005	016	006	038	003
194	097	198	603	044	060	014	006	016	006	039	043
195	089	185	600	040	248	013	007	015	006	304	004
200	094	203	600	044	248	014	007	016	023	040	005
201	102	187	594	044	062	014	007	016	024	303	005

Homogenost vsake taline je bila preverjena s kemično analizo vsake palice na šestih različnih mestih. Maksimalno odstopanje na preizkušenih kosih v posameznih elementih je reda velikosti $\pm 10 \cdot 10^{-5}$ za ogljik in v splošnem še manjše za druge elemente: $\pm 10 \cdot 10^{-5}$ pri manganu in bakru ter manj od $5 \cdot 10^{-5}$ za druge elemente.

Če med seboj primerjamo kemične sestave posameznih talin istega jekla, kakor je to prikazano v tabelah 1, 2 in 3, lahko ugotovimo, da so vsebnosti ogljika in mangana precej konstantne, oziroma v mejah $\pm 10 \cdot 10^{-5}$ in $15 \cdot 10^{-5}$.

dans la masse ou de trempe superficielle d'acières peu alliés, ces gains doivent néanmoins pouvoir être quantifiés, notamment pour obtenir des résultats reproductibles avec des coulées de provenance différente.

La présente étude a donc été axée sur les effets au niveau de la trempabilité et de la déformabilité à froid, d'additions bien contrôlées d'un seul ou plusieurs des éléments suivants: Cu, Cr, Ni, Si ($\leq 0,5\%$), Mo ($\leq 0,10\%$), P ($\leq 0,050\%$), Sn ($\leq 0,050\%$) dans des aciers fins au carbone (XC 10 et XC 42) ou faiblement alliés au manganèse (20 M5). Le choix de ces compositions est adapté à l'analyse du rôle spécifique des résiduels dans les domaines suivants:

- trempabilité classique pour les nuances XC 42 et 20 M5
- aptitude à la trempe superficielle pour les nuances XC 42
- durcissement de la ferrite pour les nuances XC 10
- aptitude globale à la déformation à froid pour les nuances 20 M5 et XC 42, à l'état normalisé ou globulisé.

II. ACIERS UTILISÉS ET TRAITEMENTS THERMIQUES PRÉALABLES

Une cinquantaine de coulées de 25 kg ont été élaborées au four à haute fréquence sous argon.

Les tableaux 1, 2 et 3 présentent les compositions chimiques, respectivement des familles XC 10, 20 M5 et XC 42.

L'homogénéité chimique de ces coulées a été contrôlée en comparant, pour chaque barre, les analyses en 6 points différents. Les écarts maximaux trouvés sur le métal utilisé d'un lingot sont de l'ordre de $\pm 10 \cdot 10^{-5}$ pour le carbone et généralement plus faibles encore pour les autres éléments: $\pm 10 \cdot 10^{-5}$ pour Mn et Cu, mais moins de

Tab. 2: Kemična sestava talin 20 M5. Composition chimique des coulées 20 M5 (ppm)

št. šarže No coulée	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Al	S	P	Cu	Sn
146	197	189	1,286	044	067	014	017	018	006	038	005
147	199	189	1,290	044	067	014	013	018	006	298	005
159	194	201	1,289	040	059	014	013	018	006	500	005
160	203	190	1,293	044	059	014	019	019	006	745	003
168	194	221	1,288	047	069	014	015	017	026	038	005
171	197	199	1,284	047	071	014	015	019	055	038	003
172	199	193	1,301	047	258	014	016	019	006	039	004
175	203	204	1,281	044	509	013	016	018	007	037	002
187	188	191	1,299	499	070	013	014	019	006	039	003
190	195	499	1,291	040	061	013	013	019	007	038	006
196	199	199	1,289	044	061	014	009	019	007	040	040

Tab. 3: Kemična sestava talin XC 42. Compositions chimiques des coulées XC 42 (ppm)

Št. šarže No coulée	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Al	S	P	Cu
289	422	204	621	044	087	014	028	018	007	043
145	428	196	597	044	067	014	021	018	007	038
149	424	191	608	044	065	014	021	019	007	295
308	412	191	632	044	076	015	029	017	011	503
290	425	197	607	040	074	014	023	018	007	728
167	423	197	608	047	081	014	015	020	023	039
170	433	194	608	040	067	014	013	019	048	042
294	426	212	603	040	264	014	023	017	006	040
293	423	200	601	040	486	014	021	018	006	042
177	433	189	606	296	069	014	014	019	007	041
178	424	195	606	498	065	014	013	019	007	040
189	422	483	619	044	065	014	015	019	008	038
192	423	195	614	047	066	051	013	018	007	039
193	414	196	598	044	060	103	013	018	007	039
309	417	199	599	040	266	016	027	017	010	306
198	423	205	596	044	249	103	014	018	006	038
310	411	197	599	295	072	014	028	018	010	303
202	427	196	605	305	253	014	009	019	028	303
296	423	200	602	308	254	014	022	018	007	301

Vse palice so bile topotno obdelane z normalizacijo pri temperaturah avstenitizacije 900 °C, 875 °C in 830 °C s hitrostjo ohlajevanja 200 °C/h za vsa jekla XC 10, 20 M5 in XC 42. Nekatere palice so bile dodatno sferoidizacijsko žarjene: interkritično zadrževanje nekoliko nad temperaturo A₁, počasno ohlajevanje 10 °C/h, zadrževanje 15 ur pri temperaturi 700 °C, nato ohlajevanje počasi do temperature okolice.

Po normalizaciji je bila v skupinah jekel 20 M5 in XC 42 homogena velikost zrn med 10 in 15 µm. Nasprotno pa so bila zrna v talinah XC 10 občasno velika in neenakomerna.

Topotna obdelava za sferoidizacijo je dala zavoljivo mikrostrukturo, značilno za precejšnjo sferoidizacijo cementita.

III. KARAKTERIZACIJA VPLIVA OLIGOELEMENTOV NA KALJIVOST

III. 1 Masivna topotna obdelava

III.1.a Vpliv oligoelementov na širino področja kaljivosti

Izdelani so bili diagrami izotermične premene pri kontinuirnem ohlajevanju za jekla XC 42 in 20 M5 (slika 1) po avstenitizaciji v pogojih, ki so predhodno omenjeni za normalizacijo. Za oceno vpliva elementov na širino področja kaljivosti smo upoštevali hitrost ohlajevanja (ki jo predstavlja na primer čas ohlajanja skozi področje med 700 in 300 °C), ki je potrebna, da nastane v strukturi 50 % martenzita.

5 · 10⁻⁵ pour les autres éléments envisagés. D'une nuance à l'autre d'une même famille, les tableaux 1, 2 et 3 montrent que les teneurs en carbone et manganèse sont maintenues constantes, respectivement à $\pm 10 \cdot 10^{-5}$ et $\pm 15 \cdot 10^{-5}$.

Toutes les barres ont subi un traitement de normalisation comportant un refroidissement à 200 °C/h depuis une austénitisation à 900 °C, 875 °C et 830 °C, respectivement pour les nuances XC 10, 20 M5 et XC 42. Certaines barres ont subi un cycle de globulisation complémentaire: maintien intercritique un peu au dessus de la température A₁, suivi d'un refroidissement à 10 °C/h, puis maintien de 15 h vers 700 °C suivi de refroidissement lent.

Après les traitements de normalisation adoptés, les familles d'acières 20 M5 et XC 42 ont toutes des tailles de grains ferritiques relativement homogènes, comprises entre 10 et 15 µm. Par contre, les nuances XC 10 présentaient des tailles de grains parfois grossières et dispersées.

Les traitements de globulisation envisagés ont conduit dans tous les cas à des structures satisfaisantes, caractéristiques d'une sphéroidisation avancée de la cémentite.

III. CARACTERISATION DE L'EFFET DES RESIDUELS SUR LA TREMPABILITE

III.1. Traitements thermiques dans la masse

III.1.a. Influence des éléments considérés sur l'étendue du domaine de trempe

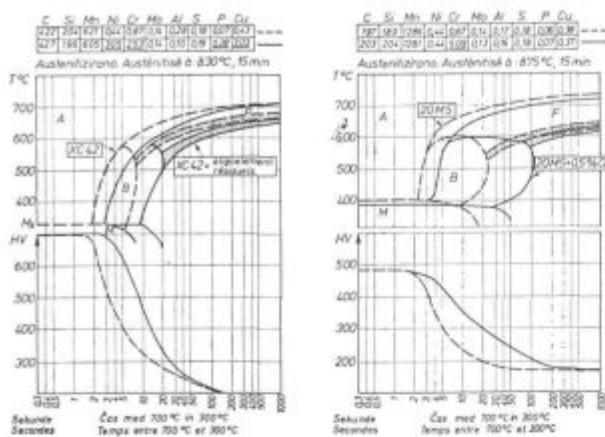
Des courbes de transformation en refroidissement continu ont été tracées pour les nuances XC 42 et 20 M5 (figure 1), après austénitisation dans les conditions prémentionnées des traitements de normalisation. Pour caractériser l'étendue du domaine de trempe, nous avons considéré la vitesse de refroidissement (représentée, par exemple, par la durée de refroidissement Δt 700 / 300 entre 700 et 300 °C) conduisant à une structure constituée à 50 % de martensite.

Par extension d'une analyse de Moser et Legat,¹³ nous avons supposé que si Δt_0 est la valeur de ce paramètre de refroidissement pour l'acier de base de la famille considérée, et Δt_i sa valeur pour une nuance de la même famille différente seulement de l'acier de base par un excès (ΔX_i) % en élément i, on peut calculer

$$\log \frac{\Delta t_i}{\Delta t_0} = \alpha_i (\Delta X_i)$$

et en déduire α_i facteur de trempabilité intrinsèque de l'élément résiduel i.

Nous avons d'abord contrôlé les limites d'une telle analyse: le facteur d'action α_i d'un élément pour une famille d'acier déterminée est bien indépendant de la teneur (supposée évidemment limitée) en cet élément, de la teneur en carbone et de la concentration des autres résiduels.



Slika 1
Vpliv oligoelementov na krivuljo TRC in krivuljo končne trdote v odvisnosti od hitrosti ohlajevanja

Fig. 1

Influence des résiduels sur la courbe TRC et al courbe de dureté finale en fonction de la vitesse de refroidissement

Z razširitvijo analize po Moserju in Legatu¹³ smo predpostavljeni naslednje: če je Δt_0 vrednost parametra ohlajevanja za osnovno jeklo posamezne skupine in Δt_i vrednost parametra za določeno jeklo, ki se pa razlikuje od osnovnega jekla samo v dodatku (ΔX_i) elementa i, potem se lahko izračuna

$$\log \frac{\Delta t_i}{\Delta t_0} = \alpha_i (\Delta X_i)$$

in faktor α_i , ki je faktor inherentne kaljivosti rezidualnega elementa i.

Najprej smo preverili omejitve take analize: vplivni faktor α_i iskanega elementa v določeni kvalitetni skupini je neodvisen od koncentracije tega elementa (predpostavka je omejena), od vsebnosti ogljika in koncentracije ostalih oligoelementov. V tabeli 4 so prikazani faktorji kaljivosti, ki jih je dala ta analiza.

Presenetljiva je ugotovitev, da se faktorji kaljivosti analiziranih elementov kljub mnogim natančnostim zelo malo razlikujejo pri obeh vrstah jekel.

Če upoštevamo maksimalne dovoljene vsebnosti oligoelementov, ki so predpisane v francoskih normah: P = 0,035 %, Mo = 0,08 %, Cr = 0,30 %, Si = 0,050 %, Ni = 0,30 %, Cu = 0,40 %, dobimo naslednji vpliv faktorjev $\alpha_i X_i$ na širino področja kaljivosti jekel, vrst XC 42 ali 20 M5 po avstenitizaciji:

krom = 0,45, silicij = 0,35, fosfor = 0,20, molibden = 0,20, nikelj = 0,10 in baker = 0,10.

Ti rezultati kažejo, kakor smo tudi predpostavljeni, prevladajoč vpliv kroma in majhen vpliv niklja in bakra pri majhnih koncentracijah.

Naše vrednosti faktorja kaljivosti ustrezajo naslednjim vrednostim ekvivalenta oligoelementov:

$$\text{Cr} + 4 \text{P} + 2 \text{Mo} + \frac{\text{Si}}{2} + \frac{\text{Ni} + \text{Cu}}{5}$$

Les facteurs de trempabilité α_i sont montrés dans le tableau 4.

Il est surprenant de constater que les facteurs de trempabilité des éléments étudiés sont voisins pour les deux nuances, malgré les nombreuses sources d'imprécision.

Si l'on considère isolément les teneurs maximales suivantes en éléments «résiduels» admises par les normes françaises: P = 0,035 %, Mo = 0,08 %, Cr = 0,30 %, Si = 0,050 %, Ni = 0,30 %, Cu = 0,40 %, on obtient les effets suivants $\alpha_i X_i$ sur l'étendue du domaine de trempe d'une nuance XC 42 ou 20 M5 après austénitisation «classique»: chrome = 0,45, silicium = 0,35, phosphore = 0,20, molybdène = 0,20, nickel = 0,10, cuivre = 0,10.

Ces résultats montrent, comme on pouvait s'y attendre, l'influence prépondérante du chrome et le peu d'influence du nickel et du cuivre à ces faibles teneurs.

Tab. 4: Faktorji kaljivosti α_i . Facteurs de trempabilité α_i

Element Élément	Jekla XC 42 Nuance XC 42	Jekla 20 M5 Nuance 20 M5
P	6	6
Mo	2,5	—
Cr	1,5	1,4
Si	0,7	0,7
Ni	0,27	0,47
Cu	0,25	0,27

Finalement, nos valeurs de facteurs de trempabilité justifient des «équivalences» en «résiduels» répondant à la formule approchée suivante:

$$\text{Cr} + 4 \text{P} + 2 \text{Mo} + \frac{\text{Si} + \text{Ni} + \text{Cu}}{2}$$

Précisons bien qu'il ne s'agit là que d'ordres de grandeur valables dans le cadre des compositions et conditions d'austénitisation de cette étude.

III.1.b. Essais de trempabilité industriels

Nous avons examiné dans quelle mesure les petites variations de composition correspondant notamment à la présence d'éléments résiduels peuvent être appréciées à travers des essais de trempabilité industriels. Parallèlement aux essais Jominy classiques, nous avons envisagé le tracé de courbes en U à partir de cylindres de Ø 25 mm trempés à l'eau.

Les demi-courbes en U ont ainsi permis de suivre l'influence des résiduels considérés sur l'évolution de la dureté de l'acier XC 42 en fonction de la profondeur sous la peau. On peut estimer en particulier l'évolution de l'étendue du domaine martensitique en comparant les profondeurs sous la peau correspondant à HV = 500. Les profondeurs et facteurs multiplicatifs correspondants sont portés dans le tableau 5.

Poudariti moramo, da gre pri tem za red velikosti, veljaven za sestavo in pogoje avstenizacije te raziskave.

III.1.b Industrijski preizkusi kaljivosti

Opravili smo preizkuse, da bi ocenili, v koliki meri lahko zaznamo majhne spremembe v sestavi s pomočjo industrijskih preizkusov kaljivosti. Vzopredno s klasičnim Jominy preizkusom kaljivosti smo upoštevali tudi U krivulje na valju s presekom Ø 25 mm, kaljenem v vodi.

Polovične U krivulje so omogočile, da smo ocenili vpliv upoštevanih oligoelementov na trdoto jekla, vrste XC 42, v odvisnosti od oddaljenosti od površine. Sirjenje področja martenzita lahko ocenimo s primerjavo globin, kjer trdota dosega HV = 500. Te globine in ustrezni pomnoževalni koeficienti so prikazani v tabeli 5.

Tab. 5: Pomnoževalni koeficienti. Facteurs multiplicatifs

Sestava Composition	d _{mm}	f
Osnova - Base	3,2	cca 1
+ 0,3 % Cu	3,0	cca 1
+ 0,5 % Cu	3,5	1,09
+ 0,75 % Cu	4,0	1,25
+ 0,5 % Cr	4,2	1,30
+ 0,1 % Mo	5,6	1,75
+ 0,3 % Cu + 0,3 % Ni	3,75	1,17
+ 0,25 % Cr + 0,3 % Cu	4,4	1,38
+ 0,25 % Cr + 0,3 % Cu + 0,3 % Ni	5	1,55

Rezultati potrjujejo šibak vpliv bakra in niklja in kaže, da nekoliko minimizirajo vpliv 0,5 % dodatka kroma.

Velikostni razred in razvrstitev pomnoževalnih faktorjev pri globinah kaljenja na 25 % martenzita se ne razlikuje od prejšnjih toliko časa, dokler upoštevani oligoelementi ne spremenijo izrazito velikosti bainitnega področja: 1,10 za 0,5 % Cu, 1,30 za 0,5 % Cr, toda blizu 3 za 0,1 % Mo.

Ob primerjavi rezultatov Jominy krivulj smo razvrstili v tabeli 6 za jeklo XC 42 in v tabeli 7 za jeklo 20 M5 trdote Rockwell C v nekaterih oddaljenostih J mm od kaljenega čela.

Pri jeklih XC 42, ki imajo ozko bainitno področje, opažamo velik vpliv kemične sestave na trdoto v oddaljenosti J4. Predzadnja kolona tabele (ΔHV_{J4}) = (HV - HV_{osnova})_{J4} kaže razširitev bainitno martenzitnega področja, medtem ko zadnja kolona v isti tabeli (Jominy oddaljenost z 48 HRC, kar ustreza približno 80 % martenzita) karakterizira širino martenzitnega področja.

Iz zadnjih dveh kolon tabele 6 lahko oblikujemo sklepe, ki so primerljivi s tistimi, ki smo jih oblikovali iz krivulj »U«:

Ces résultats confirment les faibles effets du cuivre et du nickel mais semblent minimiser un peu l'effet de 0,5 % de Cr.

L'ordre de grandeur et le classement des facteurs multiplicatifs des profondeurs de traitement à 25 % de martensite n'est pas très différent des précédents tant que les éléments considérés ne modifient pas nettement l'étendue du domaine bainitique: 1,10 pour 0,5 % Cu, 1,30 pour 0,5 % Cr, mais près de 3 pour 0,1 % de Mo.

Comparant maintenant les résultats des courbes Jominy, nous avons regroupé, dans le tableau 6 pour les nuances XC 42 et dans le tableau 7 pour les nuances 20 M5, les valeurs de dureté Rockwell 1 à quelques distances J mm de l'extrémité trempée.

Pour les nuances XC 42, à domaine bainitique très étroit, on constate une forte influence de la composition sur la dureté à J4. L'avant dernière colonne du tableau: (ΔHV_{J4} = (HV - HV_{base})_{J4}) donne une idée du gain de dureté par extension du domaine bainite-martensite, tandis que la dernière colonne (distance Jominy à 48 HRC, soit environ 80 % de martensite) caractérise l'extension du domaine martensitique.

Tab. 6: Jominy preizkus — jeklo vrste XC 42. Essais Jominy — Nuances XC 42

Sestava Composition	J2	J4	J6	J8	J10	(HV) _{J4}	f (HRC 48)
Osnova - Base	54	29	26	24	23	0	2,5
+ 0,3 % Cu	53	28,5	25,5	23,5	22,5	0	2,5
+ 0,5 % Cu	55,5	34	26,5	25	23,5	5,5	2,7
+ 0,75 % Cu	55	31,5	26	24,5	23	3	2,6
+ 0,3 % Ni	53	29	26	24,5	23	0,5	2,5
+ 0,5 % Ni	55,5	31	26,5	25	24	2,5	2,6
+ 0,25 % Cr	55,5	38,5	28	26	25	10	2,9
+ 0,5 % Cr	56	49	33,5	28	26	20	4,2
+ 0,05 % Mo	53,5	30,5	26	24,5	23,5	2	2,5
+ 0,1 % Mo	54	35	27,5	26	24,5	6,5	2,6
+ 0,025 % P	52	28,5	25,5	24	22,5	0	2,5
+ 0,05 % P	55	30	25,5	24	23	1,5	2,6
+ 0,5 % Si	55	33	27	26	25	4,5	2,6
+ 0,3 % Cu	55	32,5	26,5	25,5	24,5	3,5	2,6
+ 0,25 % Cr							
+ 0,3 % Cu	56	42	29,5	25,5	24,5	13,5	3,1
+ 0,3 % Ni							
+ 0,3 % Cu	55,5	43,5	28,5	26	25	15	3,2
+ 0,25 % Cr							
+ 0,3 % Cu	56	50	34,5	27	25,5	21,5	4,7
+ 0,3 % Ni							
+ 0,25 % Cr							
+ 0,025 % P							
+ 0,2 % Cr	55	45,5	30,5	26,5	25	17	3,5
+ 0,1 % Mo							

— pri enostavnih upoštevanih dodatkih imata le krom in molibden pomemben vpliv na parametre kaljivosti. Baker, nikelj, silicij in fosfor so brez zaznavnega vpliva v koncentracijah, ki so bile upoštevane;

— pri istočasnem dodatku več rezidualnih elementov so vplivi skoraj kumulativni.

Jekla, vrste 20 M5, pokažejo največje spremembe trdote na mestu J6, zato smo v predzadnji koloni tabele 7 upoštevali vrednosti (ΔHV)_{J6}.

Tab. 7: Preizkus Jominy jekla, vrste 20 M5. Essais Jominy-nuances 20 M5

Sestava Composition	J2	J4	J6	J8	J10	$(\Delta HV)^a$	J (HRC) = 38
Osnova - Base	40	26	17,5	13,5	11	0	2,3
+ 0,3 % Cu	41,5	30	21	16,5	14	3,5	2,6
+ 0,5 % Cu	42	30	21	16	13,5	3,5	2,7
+ 0,75 % Cu	43	32	23	18	15	5,5	2,9
+ 0,5 % Ni	43	30,5	22	17	15	4,5	2,8
+ 0,25 % Cr	43	30,5	26	20,5	17,5	8,5	3
+ 0,5 % Cr	44,5	38	30,5	26	23	13	4
+ 0,025 % P	43	30	20	16	13	2,5	2,8
+ 0,05 % P	43,5	31	21,5	17	14	4	2,9
+ 0,5 % Si	43	32	22,5	18	15	5	2,9
+ 0,04 % Sn	42,5	30,5	21	16,5	14	3,5	2,2

Iz pregleda rezultatov v tabeli lahko ugotovimo, da imajo samo jekla z dodatkom kroma izrazito drugačno Jominy krivuljo, kot talina z osnovno sestavo. Kaže, da fosfor in kositer ne vplivata na kaljivost, ki jo ocenimo iz Jominy preizkusov.

Zanimivo je, da se prispevki različnih elementov k Jominy kaljivosti ujemajo pri jeklih XC 42 in 20 M5. Nasprotno pa lahko ugotovimo s primerjavo vpliva dodatkov 0,1 % Mo ali 0,5 % Cr na kaljivost jekla XC 42, da Jominy indeksi kaljivosti privedejo do uvrstitev, ki se razlikujejo od tistih, ki izhajajo iz U krivulj. To kaže dvomljivi značaj indeksov kaljivosti in na precejšnje težave pri oceni vpliva oligoelementov.

III.2 Preizkusi površinskega kaljenja (jeklo vrste XC 42)

III.2.a Karakteristike kaljivosti pri hitrem ogrevanju

Toplotni ciklus za industrijsko površinsko kaljenje je odvisen za vsako globino od nastavitev parametrov na napravi: moč, frekvenco, čas delovanja induktorja in ostrost kaljenja. Maksimalna temperatura na površini ob koncu ogrevanja v mejah 900 do 1000 °C je dosežena v približno desetih sekundah. Da bi karakterizirali vpliv zelo hitrega ogrevanja (nepopolna avstenizacija, homogenizacija porazdelitve ogljika, velikost avstenitnega zrna na površini itd.), smo uporabili dilatometer z visokofrekvenčnim ogrevanjem, ki omogoča, da se ogreje v vakuumu do temperature 1000 °C in homogeno v približno 10 sekundah votel preizku-

Les deux dernières colonnes du tableau 6 permettent des conclusions assez comparables à celles tirées du dépouillement des courbes en U:

— Pour les additions simples considérées, seuls le chrome et le molybdène ont un effet significatif sur les paramètres de trempabilité retenus. Cuivre, nickel, silicium et phosphore n'ont guère d'influence apparente aux teneurs considérées.

— Pour les additions simultanées, les contributions individuelles sont à peu près cumulatives.

Pour les nuances 20 M5, ce sont les valeurs de dureté à J6 qui présentent les plus fortes variations, de sorte que nous avons pris en considération l'évolution de (HV)_{J6} à l'avant dernière colonne du tableau 7.

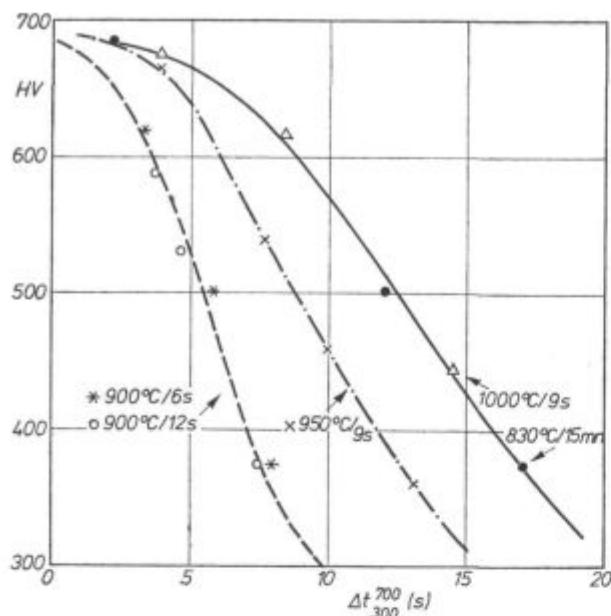
L'examen de ce tableau montre que seules les coulées au chrome ont une courbe Jominy nettement différentes de celle de la nuance de base. Le phosphore et l'étain n'ont pas, semble-t-il, d'influence significative sur la trempabilité estimée à partir de ces essais Jominy.

Il est intéressant de noter que les contributions à la «trempabilité Jominy» des différents éléments sont concordantes pour les nuances XC 42 et les nuances 20 M5. Par contre, on peut constater en comparant les effets d'une addition de 0,1 % Mo ou 0,5 % Cr sur la trempabilité d'un acier XC 42, que les indices de trempabilité Jominy peuvent conduire à des classements différents de ceux obtenus à partir des courbes en U. Ceci montre bien le caractère un peu arbitraire des indices de trempabilité et les difficultés d'appréciation du rôle des résiduels.

III.2. Traitements de trempe superficielle (nuance XC 42)

III.2.a. Caractérisation de la trempabilité après chauffage rapide

Les cycles thermiques de trempe superficielle industrielle dépendent, à chaque profondeur sous la peau, des paramètres de réglage de l'installation: puissance, fréquence, couplage et temps d'action de l'inducteur, sévérité de la trempe. La température maximale de peau en fin de chauffage est généralement située entre 900 et 1000 °C et atteinte en une dizaine de secondes. Pour caractériser les effets d'un chauffage très rapide (austénisation incomplète, homogénéisation de la distribution du carbone, tailles des grains austénitiques superficiels...), nous avons utilisé un dilatomètre à chauffage haute fréquence permettant de chauffer, sous vide, vers 1000 °C, en une dizaine de secondes, et de manière, relativement homogène, une éprouvette creuse (4 et 2,6 mm de diamètres extérieur et intérieur). Les vitesses de refroidissement peuvent atteindre 500 °C/s sur ce type d'éprouvette. Les conditions de chauffage étudiées sont les suivantes: montée en température en 3 à 9 secondes, maintien de 3 secondes à une température de 900, 950 ou 1000 °C.



Slika 2a

Vpliv načina avsténitiziranja na krivuljo trdota/hitrost ohlajevanja za jeklo vrste XC 42 z 0,25 % Cr, 0,3 % Cu, 0,3 % Ni in 0,03 % P

Fig. 2a

Influence des conditions d'austénitisation sur la courbe dureté-vitesse de refroidissement de la nuance XC à 0,25 % Cr, 0,4 % Cu, 0,3 % Ni, 0,03 % P

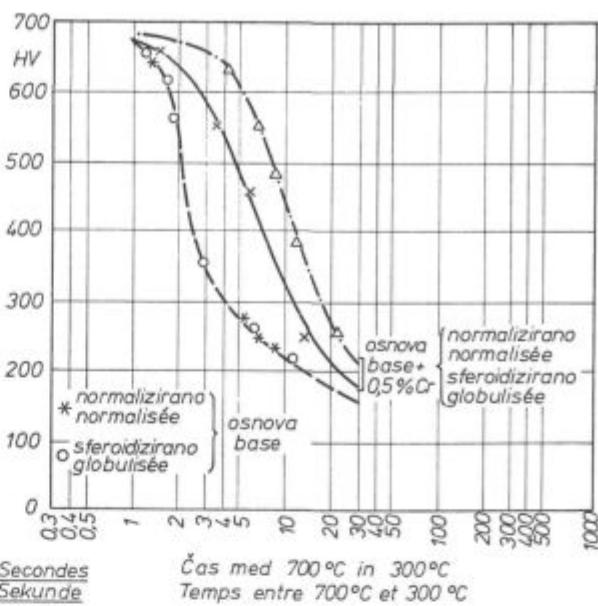
šanec (zunanji premer 4 mm, notranji premer 2,6 mm). Na takih preizkušancih se lahko doseže hitrost ohlajevanja do 500 °C/s. Pogoji ogrevanja so bili naslednji: ogrevanje na temperaturo v času 3 do 9 sekund, držanje 3 sekunde pri temperaturah 900, 950 ali 1000 °C.

Da bi preiskali vpliv začetne porazdelitve cementita, so bili preizkusi narejeni vzporedno na preizkušancih, ki so bili normalizirani in sferoidizacijsko žarjeni.

Krivulje trdote v odvisnosti od hitrosti ohlajevanja (slike 2a in 2b) so omogočile, da smo določili, kot v tabeli 6, faktorje kaljivosti po hitrem ohlajevanju. Te faktorje prikazuje tabela 8.

Tab. 8: Faktorji kaljivosti pri hitrem ohlajanju.
Facteurs de trempabilité après chauffage rapide

Začetno stanje Etat initial	Normalizirano Normalisé			Sferoidizacijsko žarjenje Globulisé		
Temper. °C Tempér. °C	900	950	1000	830	1000	830
Čas ogrevanja Durée du chauffage	6 ali 12 s	9 s	12 s	15 min	12 s	15 min
P	3,4	5	—	6	—	—
Mo	0,8	3,5	—	2,5	2,2	2
Cr	0,95	1,45	1,5	1,5	1,35	1,35
Si	0	0,3	—	0,7	—	—
Ni	0,20	0,25	0,27	0,27	—	—
Cu	0,16	0,3	0,25	0,25	0,6	0,25



Slika 2b
Vpliv začetne strukture (normalizirana ali sferoidizirana) na krivuljo trdota/hitrost ohlajevanja za jeklo vrste XC 42 in dodatkom 0,5 % Cr, po avsténitizaciji na 1000 °C/s 12 s

Fig. 2b

Influence de la structure initiale (normalisée ou globulisée) sur la courbe dureté-vitesse de refroidissement des nuances XC 42 de base et à 0,5 % Cr après austénitisation à 1000 °C en 12 s

Pour examiner l'influence de la distribution initiale de la cémentite, les essais ont été effectués parallèlement sur les états normalisés et globulisés.

Les courbes correspondantes de dureté en fonction de la vitesse de refroidissement (cf. fig. 2a, 2b) ont permis de déterminer, comme en 6, des facteurs de trempabilité après chauffage rapide:

Ces résultats montrent que, pour une température maximale inférieure à 950 °C, les facteurs de trempabilité des éléments susceptibles de se substituer dans la cémentite (Mo, Cr) ou de ségrégner dans la ferrite (Si) peuvent être sensiblement inférieurs à ceux obtenus pour les conditions d'austénitisation d'une normalisation.

Si l'on part d'une structure initiale globulisée, les résultats précédents sont transposables avec toutefois des facteurs de trempabilité systématiquement plus faibles pour les éléments carburi-génés (Cr, Mo).

III.2.b. Influence des résiduels sur les profondeurs de trempe lors d'essais de trempe superficielle sur barres en XC 42

Ces essais ont été effectués sur une installation comportant un chauffage à haute fréquence (10 kHz) et une trempe par douche avec rotation et translation de l'éprouvette (\varnothing 25 mm), préalablement normalisée.

Deux conditions d'essai correspondant à une température maximale de peau de 900—925 °C ont été adoptées pour ces traitements au défilé:

Rezultati kažejo, da je pri temperaturi pod 950 °C faktor kaljivosti rezidualnih elementov, ki lahko nadomestijo železo v cementitu (Mo, Cr) ali izcejajo v feritu (Si), občutno nižji, kot je bilo ugotovljeno pri avstenitizaciji za normalizacijo jekla.

Ce pa izhajamo iz sferoidizirane strukture, so prejšnji rezultati prenosljivi, vendar s faktorji kaljivosti, ki so dosledno nižji za karbidotvorne elemente.

III.2.b Vpliv oligoelementov na globino kaljenja pri preizkusih površinskega kaljenja na palicah jekel, vrste XC 42

Te preiskave smo izvršili na napravi z visokofrekvenčnim ogrevanjem (10 kHz), kaljenjem pod prho in rotacijo preizkušanca Ø 25 mm, ki je bil predhodno normaliziran.

Preizkusi pri maksimalni temperaturi površine 900—925 °C so bili izvršeni pri dveh različnih hitrostih pomika:

- hitrost pomika 700 mm/min — moč 30 kW (tanke kaljene plasti)
- hitrost pomika 200 mm/min — moč 10 kW (debele kaljene plasti)

a) tanke kaljene plasti

Po nekaj sekundah ogrevanja je pod površino toplotni gradient ogrevanja zelo izrazit in v globini 3 mm jeklo ni več avstenitizirano. Kaljenje je teda zelo uspešno (manjša količina topote za odvajanje, bližina tuširane površine) in kaljivost osnovnega materiala je zadostna, da se vse avstenitizirano jeklo pretvori v martenzit. Metalografske preiskave in hitri prehod trdote med 650 in 250 HV potrjujejo, da je zelo ozka prehodna zona med martenzitom in avstenitiziranim perlitem.

V teh pogojih imajo le obroben pomen majhne spremembe kaljivosti, povezane s prisotnostjo oligoelementov. To je prikazano na sliki 3, kjer je primerjava trdote neposredno pod površino med osnovnim jekлом in istim jeklom z maksimalnimi dodatki oligoelementov. Če vzamemo kot kriterij globine kaljenja bodisi 510 HV (kar se često uporablja v industrijski praksi), bodisi 375 HV (kar ustreza ca. 50 % martenzita v strukturi), je zanemarljiv vpliv oligoelementov v koncentracijah, ki smo jih uporabili pri naših preiskavah globine kaljene plasti (tabela 9).

b) Debela kaljena plast

V primerjavi s preizkusi, ki so opisani pod a), ustvari daljše in bolj progresivno ogrevanje, širšo avstenitizirano plast (velikost ca. 6 mm) in manjši radialni gradient pred kaljenjem. Obstaja zato tudi precej debela plast, kjer je maksimalna dosegrena temperatura med A_1 in A_3 (parcialna avstenitizacija) in kjer hitrost ohlajevanja ni tako velika, kakor je pri kratkem kaljenju. To daje sluttiti večjo kaljivost jekla in blažji potek končne trdote pod kaljeno površino. Metalografske preiskave so

- translation à 700 mm/mn — puissance 30 kw (couche trempe mince)
- translation à 200 mm/mn — puissance 10 kw (chouche trempée épaisse)

a) couches trempées minces

Après les quelques secondes de chauffage, le gradient thermique sous la peau est important et les points situés à 3 mm de la surface ne sont pas austénitisés. La trempe est alors très efficace (faible quantité de chaleur à évacuer, proximité de la surface aspergée) et la trempabilité du métal de base est suffisante pour que la quasi-totalité du métal austénisé soit transformée en martensite. Les observations micrographiques et les variations brutales de dureté entre 650 et 250 HV confirment la très faible épaisseur de la zone de transition entre martensite et perlite austénisée.

Dans ces conditions, les petites variations de trempabilité liées à la présence de résiduels n'interviennent que de façon marginale. Ceci est illustré par la figure 3 où sont comparées les évolutions de dureté sous la peau de la nuance de base et de la nuance la plus alliée considérée. Si l'on prend comme critère de profondeur trempée, soit 510 HV (souvent utilisé dans la pratique industrielle), soit 375 HV (correspondant sensiblement à 50 % de martensite), l'effet des teneurs étudiées en résiduels sur l'épaisseur de la couche trempée est négligeable (cf. tableau 9).

b) couches trempées épaisses

Par rapport aux essais décrits en a, le chauffage plus long et progressif conduit évidemment à une couche austénisée plus épaisse (de l'ordre de 6 mm) et un gradient thermique radial plus réduit avant la trempe. Il existe alors une couche assez épaisse où la température maximale atteinte est comprise entre A_1 et A_3 (austénisation partielle) et où la vitesse de refroidissement n'est pas aussi élevée que dans le cas des trempes brèves. Ceci laisse présager une influence plus grande de la trempabilité du métal et une évolution plus progressive de la dureté finale avec la profondeur sous la peau trempée.

Les observations micrographiques révèlent effectivement une couche de transition étendue sous la couche martensitique avec passage progressif, de structures résultant d'une austénisation complète, à des structures typiques d'une austénisation partielle.

La fig. 3 montre l'évolution radiale de la dureté pour les échantillons XC 42 de base et pour la nuance la plus alliée.

Cette figure montre que la couche trempée est nettement plus épaisse et l'évolution de la dureté plus progressive pour la nuance à forte teneur en résiduels.

Nous avons finalement regroupé au tableau 9 les valeurs de l'épaisseur trempée (critère HV =

pokazale široko prehodno cono pod martenzitnim slojem s počasnim prehodom in mikrostrukture, ki izvirajo iz popolne in iz delne avstenitizacije.

Slika 3 kaže radialni potek trdote pri osnovnem in pri najbolj legiranem jeklu vrste XC 42. Slika pove, da je kaljeni sloj izrazito debelejši in prehod trdote blažji pri jeklu z veliko količino oligoelementov. Ob koncu smo pregrupirali v tabeli 9 delbine kaljene plasti (kriterij HV 510 ali HV 375), katere smo dobili pri različnih variantah jekel, vrste XC 42, v pogojih, opisanih v odstavkih a in b.

Tab. 9: Primerjava globine kaljenja v mm.
Comparaison des épaisseurs trempées en mm

Sestava Composition	Hitro prehod Défillement rapide		Počasen prehod Défillement lent	
	510 HV	375 HV	510 HV	375 HV
Osnova - Base	1,75	2,1	2,2	3,3
+ 0,75 % Cu	1,9	2,3	2,8	3,9
+ 0,5 % Ni	1,8	2,1	2,7	4,0
+ 0,5 % Cr	1,7	2,2	3,2	4,1
+ 0,1 % Mo	2,0	2,1	3,5	4,4
+ 0,3 % Cu + 0,3 % Ni	1,9	2,3	2,4	3,7
+ 0,25 % Cr + 0,3 % Cu + + 0,3 % Ni + 0,025 % P	2,1	2,4	4,4	6,2

Medtem ko zelo hitro ogrevanje ni odkrilo vloge oligoelementov, sta počasen pomik in večja globina avstenitizacije omogočila, da lahko uvrstimo elemente po pojemanjučem vplivu na globino kaljene plasti (pri uporabljenih koncentracijah): Mo, P, Cr, Ni, Cu; zadnja dva elementa imata zanemarljiv vpliv, če koncentracija ne presega 0,3 %. Čim bolj je ogrevanje počasno, tem bolj se približujemo pogoju masivnega kaljenja. Pri pogojih ogrevanja, ki imajo za posledico avstenitizacijo do globine preko 5 mm, je globina kaljenja (kriterij 510 HV) praktično enaka Jominy razdalji pri 510 HV.

IV. KARAKTERIZACIJA VPLIVA OLIGOELEMENTOV NA DEFORMACIJSKO SPOSOBNOST V HLADNEM

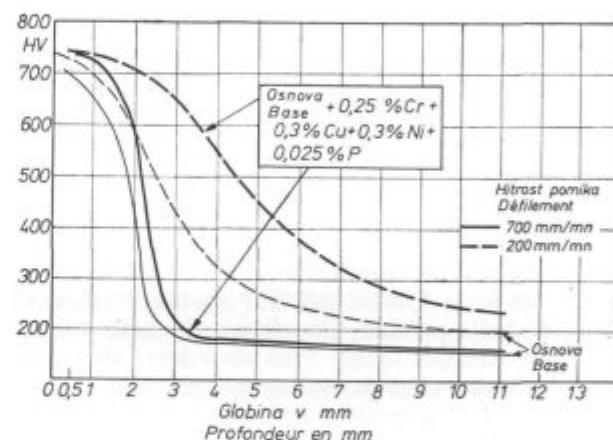
Ta vpliv se lahko zazna v normaliziranem in v sferoidiziranem stanju, tako pri utrditvi ferita, neodvisno od dejavnikov, povezanih s temperaturo transformacije (velikost zrn), kot pri karbidni fazi: relativni delež perlita, razlike v kinetiki sferoidizacije itd.

IV.1 Utrjevanje ferita

V tabeli 10 smo zbrali za jekla, vrste XC 10, podatke o mikrotrdoti ferita po Vickersu pri obtežbi 100 g (povprečje neritev in standardno odstopanje,

= 510 ou HV = 375) obtenues sur différentes nuances de la famille XC 42 dans les conditions des paragraphes a et b.

Alors que la série d'essais effectuée avec chauffage très rapide n'a pu mettre en évidence le rôle des résiduels, celle avec défilement lent et austénitisation plus profonde a permis de classer les éléments par ordre d'influence décroissante sur l'épaisseur trempée (pour les teneurs usuelles): Mo, P, Cr, Ni, Cu, les deux derniers éléments ayant d'ailleurs une influence négligeable aux teneurs ne dépassant pas 0,3 %. Plus le chauffage est ralenti, plus on se rapproche des conditions d'une trempe dans la masse. Pour les conditions de chauffage conduisant à austénitisation sur plus de 5 mm de profondeur, la profondeur trempée (critère 510 HV) est pratiquement égale à la distance Jominy à 510 HV.



Slika 3

Primerjava trdotnih krivulj po VF kaljenju z veliko (700 mm/min) in majhno (200 mm/min) hitrostjo pomika za osnovno jeklo XC 42 in jeklom iste vrste z maksimalnim dodatkom oligoelementov

Fig. 3

Comparaison des profils de dureté après trempe HF à grande (700 mm/mn) et faible (200 mm/mn) vitesse de défillement pour les nuances XC 42 de base et XC 42 la plus chargée

IV. CARACTERISATION DE L'EFFET DES RESIDUELS SUR LA DEFORMABILITE A FROID

Cette influence peut être perçue sur les états normalisés ou globulisés, soit au niveau du durcissement relatif de la ferrite, indépendamment ou non de facteurs liés aux températures de transformation (tailles de grains), soit au niveau de la phase carburée: quantité relative de perlite, différence dans les cinétiques de globulation ...

merjeno na 20 mestih), po ohlajevanju z temperaturom 1250 °C z 10 oziroma 100 °C na uro (največja velikost zrna je 100 µm).

Celota rezultatov (preko 500 meritev mikrotrdote) kaže, da kljub upoštevanju vseh posebnih pogojev (velikost feritnih zrn, elektrolitsko poliranje) ni bilo mogoče opredeliti pomembne utrditve ferita zaradi oligoelementov.

Kaže, da pri hitrem ohlajevanju vplivajo na utrjenje ferita krom, baker in fosfor, medtem ko se pri počasnem žarjenju pokaže vpliv bakra in manj fosforja.

V primerih, ko je količina bakra višja od 0,3 %, je potrebno razločevati¹² rahlo substitucijsko utrjenje ferita, dokler je hitrost ohlajevanja nad 50 °C/h, in pomembnejše utrjenje zaradi izločanja faze ϵ v feritu, ki se tvori pri bolj počasnem ohlajevanju. Pri takem počasnem ohlajevanju je narastek trdote reda velikosti 15 HV pri dodatku 0,50 % Cu. Ta prispevek bakra sta upoštevala že Brown⁶ in Sachs¹ in naj bi bil desetkrat večji od tistega, katerega omenjata Pickering in Gladman⁹.

IV.2 Vpliv oligoelementov na volumski delež perlita pri počasnem ohlajevanju jekla

Poizkusili smo opredeliti, ali oligoelementi spremenijo relativni delež perlita po normalizaciji pri jeklih, vrst 20 M5 in XC 42. Po ustrezном jedkanju so bile količine perlita izmerjene na kvantitativnem analizatorju QTM 720. Pokazalo se je, da samo dodatek kroma 0,5 % in v manjši meri dodatek fosforja 0,05 %, opazno povečata relativni delež frakcije perlita po topotni obdelavi.

IV.3 Vpliv oligoelementov na globalne mehanske lastnosti v normaliziranem in sferoidiziranem stanju

IV.3.1 Ponašanje pri nateznih preizkusih

Raztržni preizkusi so bili izvršeni na preizkušancih iz jekel vseh treh vrst po normalizacijskem žarjenju in po sferoidizacijskem žarjenju. Preizkusi so bili izvršeni pri hitrosti 0,6 mm/min z registracijo racionalne natezne krivulje in numeričnim registriranjem sile in deformacije. Registracija rezultatov je omogočila izračun racionalne raztezne krivulje, njeni izvrednotenje v obliki $\sigma = k \cdot \epsilon^n$ in izračun parametrov k in n (koeficient utrjenja) v neposredni bližini maksimuma trgalne krivulje z natančnostjo reda velikosti 10^{-3} . Po pretrgu smo določili še raztezek A_{sd} in kontrakcijo Z, kar vse opredeluje duktilnost kovine.

Pri jeklu vrste XC 10 je ugotovljeno, da so spremembe v meji plastičnosti in v koeficientu utrjanja (ΔR_e ca. 70 N/mm², ko α zraste od 15 do 50 µm) bolj posledica razlik v velikosti feritnega zrna kot vpliva oligoelementov. Zelo podobne vrednosti za Z in n v normaliziranem in v sferoidiziranem stanju kažejo na zelo majhno korist dragega postopka sferoidizacije za jekla s tako nizko koncentracijo ogljika.

IV.1. Durcissement de la ferrite

Le tableau 10 regroupe les résultats (moyenne et écart-type sur 20 mesures) des microduretés Vickers sous 100 g de la ferrite des nuances XC 10, après refroidissement depuis 1250 °C à 10 ou 100 °C/h (taille de grain supérieure à 100 µm).

Tab. 10: Mikrotrdota po Vickersu.

Microdureté Vickers

Kemična sestava Composition	100° C/h		10° C/h	
	HV	σ	HV	σ
Osnova - Base	107	7	102	6
+ 0,3 % Cu	113	9	112	6
+ 0,5 % Cu	118	6	117	9
+ 0,75 % Cu	114	6	115	8
+ 0,5 % Ni	—	—	107	6
+ 0,5 % Cr	123	9	100	7
+ 0,025 % P	111	7	103	9
+ 0,050 % P	112	6	113	8
+ 0,5 % Si	—	—	105	7
+ 0,045 % Sn	—	—	100	6
+ 0,25 % Cr + 0,3 % Cu	119	6	106	8
+ 0,25 % Cr + 0,025 % P	120	7	105	8
+ 0,025 % P + 0,3 % Cu	120	7	109	9

L'ensemble de ces résultats (plus de 500 mesures de microdureté) montre que malgré toutes les précautions prises (tailles des grains de ferrite, polissages électrolytiques), il n'est pas possible d'apprécier de manière significative le durcissement de la ferrite par les teneurs considérées en éléments résiduels.

Pour le refroidissement le plus rapide, les éléments qui semblent jouer un rôle sont le chrome, le cuivre et le phosphore, tandis que pour le recuit le plus lent interviendraient surtout le cuivre, et à moindre titre le phosphore.

En ce qui concerne l'effet d'une teneur en cuivre supérieure à 0,3 %, il faut distinguer¹² le faible durcissement de la ferrite par substitution tant que la vitesse de refroidissement est supérieure à environ 50 °C/h, et le durcissement un peu plus important résultant de la précipitation de la phase ϵ dans la ferrite formée lors de refroidissements plus lents. Pour de tels refroidissements, le durcissement apparent de la ferrite serait de l'ordre de 15 HV pour une addition de 0,5 % Cu. Cette contribution du cuivre est celle retenue par Brown⁶ et Sachs¹, mais elle serait dix fois supérieure à celle mentionnée par Pickering et Gladman⁹.

Bolj značilne so trdnostne karakteristike pri jeklih vrst XC 42 in 20 M5, kjer je topotna obdelava, kot smo že ugotovili, jeklom dala velikost feritnega zrna med 10 do 15 μm .

Na osnovi dobljenih rezultatov, ki so prikazani v tabeli 11, lahko definiramo pri jeklu, vrste 20 M5, značilne vplive v absolutnem in relativnem smislu (številke v oklepajih).

Tab. 11: Jekla 20 M5. Rezultati mehanskih preizkusov. Aciers 20 M5. Résultats des essais mécaniques

Dodatek Addition	Stanje Etat	ΔR_e (N/mm ²)	ΔR_m (N/mm ²)	ΔZ (%)	Δn
% Cu	Normal. 20 (5 %)	35 (7 %)	—3 (4 %)	—0,015 (8 %)	
	Sferoid. 25 (8 %)	30 (7 %)	—2 (2 %)	—0,005 (2 %)	
% Ni	Normal. 20	35	0	—0,015	
	Sferoid. 25	30	—2	—0,005	
% Cr	Normal. 05	30	—1	—0,015	
	Sferoid. 20	30	—2	—0,005	
% Si	Normal. 15	20	—2	—0,010	
	Sferoid. 40	40	—3	—0,005	
% P	Normal. 05	30	—4	—0,005	
	Sferoid. 25	30	—3	—0,005	
% Sn	Normal. 0	> 0	—4	—0,015	
	Sferoid. 0	0	—1	0	
0,035 % Sn					

Kljub disperziji rezultatov opazimo primerljivi vpliv prisotnih koncentracij Cu, Ni, Cr, Si in P na trdnost in na duktilnost. Kot smo predvidevali, vpliva na duktilnost tudi Sn, vendar prav tako malo kot ostali, prej omenjeni elementi.

Tabela 12 prikazuje vpliv istih dodatkov na trdnostne lastnosti jekla, vrste XC 42.

Namenoma smo prikazali v tabeli tudi navedno protislovne rezultate pri dodatkih 0,025 % P in 0,050 % P, da bi opozorili na disperzijo, kateri se ni mogoče izogniti, predvsem pa na prag zelo škodljivega vpliva fosforja na duktilnost.

$$\frac{\Delta Z}{Z} \sim -20\%, \frac{\Delta n}{n} \sim -10\% \text{ za } 0,050\% \text{ P.}$$

IV.2. Influence éventuelle des résiduels sur la fraction volumique de perlite après refroidissement lent

Nous avons cherché à vérifier si les résiduels modifiaient notablement la fraction relative de perlite obtenue après recuit de normalisation pour les aciers 20 M5 et XC 42. Après attaque adéquate, les échantillons ont fait l'objet de mesures de la teneur en perlite sur analyseur quantitatif QTM 720. Il semble que seules l'addition de 0,5 % Cr et, à moindre titre, l'addition de 0,050 % P augmentent de manière notable la fraction relative de perlite après de tels traitements.

IV.3. Influence des «résiduels» sur les caractéristiques mécaniques globales à l'état normalisé ou globulisé

IV.3.1. Comportement en traction

Des essais de traction ont été effectués sur des éprouvettes normalisées prélevées dans les trois familles de nuances, soit après recuit de normalisation, soit après recuit de globulisation. Ces essais ont été effectués à la vitesse de 0,6 mm/mn avec enregistrement de la courbe et acquisition numérique des forces et déformations. Ces acquisitions de résultats ont permis le calcul de la courbe rationnelle de traction, son ajustement par une relation du type $\sigma = k\varepsilon^n$, et le calcul des paramètres k et n (coefficients d'écrouissage) au voisinage du maximum de la courbe de traction avec une précision de l'ordre de 10^{-3} . Après rupture, la détermination de l'allongement A_{5d} et de la striction Z venait compléter la caractérisation de la ductilité du métal.

En ce qui concerne les nuances XC 10, les différences de tailles du grain ferritique sont plus largement responsables des variations de la limite d'élasticité ou du coefficient d'écrouissage que les éléments résiduels ($\Delta R_e \sim 70 \text{ N/mm}^2$ quand d passe de 15 à 50 μm). Les valeurs voisines de Z et n dans les états normalisé et globulisé montrent, au passage, le peu d'intérêt d'un traitement onéreux de globulisation pour des nuances à si faible teneur en carbone.

Les comparaisons des caractéristiques de traction sont plus significatives en ce qui concerne les nuances XC 42 et 20 M5 puisque nous avons vu que les traitements adoptés ont conféré à ces aciers des tailles de grains ferritiques comprises entre 10 et 15 μm .

Les résultats obtenus sur les nuances 20 M5, présentés dans le tab. 11, permettent d'établir les influences-types suivantes en valeur absolue et relative (chiffres entre parenthèses).

On remarque, malgré les dispersions, des effets comparables des teneurs envisagées en Cu, Ni, Cr,

Tab. 12: Jekla XC 42. Rezultati mehanskih preizkusov. Aciers XC 42. Résultats des essais mécaniques

Dodatek Addition	Stanje Etat	ΔR_e (N/mm ²)	ΔR_m (N/mm ²)	ΔZ (%)	Δn
0,35 % Cu	Normal.	10	05	0	0
	Sferoid.	10	05	0	0
0,35 % Ni	Normal.	25	05	-3	0
	Sferoid.	25	10	0	0
0,35 % Cr	Normal.	15 (4 %)	10 (7 %)	0	-0,008 (5 %)
	Sferoid.	05	25	-1	-0,005
0,05 % Mo	Normal.	10	0	0	0
	Sferoid.	05	0	0	0
0,4 % Si	Normal.	40 (11 %)	30 (5 %)	0	0
	Sferoid.	40 (12 %)	30 (6 %)	-2	0
0,025 % P	Normal.	20	05	0	0
	Sferoid.	25	0	0	0
0,050 % P	Normal.	-30	40	-10 (18 %)	-0,015 (8 %)
	Sferoid.	-30	20	-5	-0,010
0,30 % Cu +	Normal.	10	20	-3	-0,009
0,3 % Ni	Sferoid.	10	15	-1	-0,002
0,25 % Cr +	Normal.	60 (18 %)	90 (16 %)	-2 (3 %)	-0,025 (15 %)
0,3 % Cu +	Sferoid.	60 (20 %)	85 (16 %)	-2 (3 %)	-0,025 (12 %)
0,3 % Ni					
0,25 % Cr +					
0,3 % Cu +	Normal.	30	80	-8 (15 %)	-0,020
0,3 % Ni +	Sferoid.	25	55	-9 (13 %)	-0,020
0,025 % P					

Če izvzamemo visoke koncentracije fosforja, enostavni upoštevani dodatki povzročajo zelo majhne spremembe R_e in R_m ter zanemarljivo zmanjšanje duktilnosti (Z in n) v normaliziranem in v sferoidiziranem stanju.

Združen dodatek 0,25 % Cr + 0,30 % Cu + 0,30 % Ni, kar ustreza izjemnim koncentracijam oligoelementov, se odraža z $\Delta R_e = 60 \text{ N/mm}^2$, $\Delta R_m = 90 \text{ N/mm}^2$, $\Delta Z = -2 \%$, $\Delta n = -0,025$ in v normaliziranem in v sferoidiziranem stanju. Vrednost ΔR_m je primerljiva z vrednostjo 120 N/mm^2 po Sachsu z ekstrapolacijo količine oligoelementov v Angliji do 0,25 % Cr + 0,35 % Cu + 0,30 % Ni + 0,07 % Mo + 0,035 % Sn.

IV.3.2 Ponašanje pri krčilnem preizkusu

Preizkusi deformacije z enkratnim stiskanjem so bili izvršeni s hitrostjo 1 mm/s na stiskalnici 600 t. Preizkusni komadi so bili cilindrične oblike ($\varnothing_o = 14 \text{ mm}$, $h_o = 21 \text{ mm}$), gladki ali zarezani, poglobljeni na vsaki strani za 0,5 mm in deformirani na ravni in zarezani podlagi. S tem, da smo sledili napredovanju deformacije zunaj poglobitve in opazovali z biokularno lupo površinske napake, smo lahko s točnostjo $\pm 5 \%$ določili mejno deformacijo pred pojavom razpoke.

Pri jeklih, vrste XC 10, v normaliziranem in v sferoidiziranem stanju ni bilo mogoče pri preizku-

Si, P, sur la résistance et la ductilité. Comme prévu, seule cette dernière est affectée par l'addition d'étain, mais dans des proportions aussi modestes que pour les éléments précités.

Le tableau 12 résume l'effet des mêmes additions, éventuellement conjointes, sur les caractéristiques de traction des nuances XC 42.

Nous avons volontairement fait figurer dans ce tableau les résultats apparemment contradictoires obtenus pour une addition de 0,025 % P ou 0,050 % P, de manière à rendre compte des dispersions inévitables, et surtout d'un seuil d'action du phosphore particulièrement néfaste au niveau de la ductilité

$$\frac{\Delta Z}{Z} \sim -20 \%, \frac{\Delta n}{n} \sim -10 \% \text{ pour } 0,050 \% \text{ P.}$$

A l'exception de la teneur élevée en phosphore, les additions simples considérées conduisent à des variations très faibles de R_e ou R_m et à une baisse insignifiante de la ductilité (Z et n), tant à l'état normalisé que globulisé.

Une addition conjointe de 0,25 % Cr + 0,30 % Cu + 0,30 % Ni, qui correspond à une teneur exceptionnelle en résiduels, se traduit par $\Delta R_e = 60 \text{ N/mm}^2$, $\Delta R_m = 90 \text{ N/mm}^2$, $\Delta Z = -2 \%$,

sih gladkih preizkušencev, opravljenih na IRSID in na UGINE, zaslediti nobenih napak tudi pri maksimalni deformaciji 82 %, ki jo je omogočila stiskalnica.

Tabela 13 prikazuje zbir rezultatov za jekla, vrste 20 M5 in XC 42.

Tab. 13: Rezultati preizkusov krčenja. Résultats des essais en écrasement

Preizkus Essais	Narez. podlaga		Gladka podlaga			
	Sur tas striés	Sur tas lisses	Zarez. Entail- lées	Zarez. Entail- lées		
Tip preizkušanca Type d'éprouvettes	Gladek Lisses	Gladek Lisses	Gladek Lisses	Zarez. Entail- lées	Zarez. Entail- lées	
Stanje materiala Etat étudié	Normal. %	Sferoid. globul. %	Normal. %	Nor- mal. %	Sfe- roid. globul. %	
Sestava jekel vrste 20 M5						
Composition des nuances 20 M5						
Osnova - Base	70	70	>82	50	65	
+ 0,3 % Cu	70	70	—	50	—	
+ 0,5 % Cu	—	—	—	51	70	
+ 0,75 % Cu	55	55	>82	50	80	
+ 0,5 % Ni	—	—	>82	45	—	
+ 0,5 % Cr	65	—	>82	52	—	
+ 0,5 % Si	—	—	>82	50	—	
+ 0,050 % P	70	—	>82	48	70	
+ 0,040 % Sn	45	50	67	48	—	
Sestava jekel vrst XC 42						
Composition des nuances XC 42						
Osnova - Base	50	50	55	—	65	
+ 0,3 % Cu	—	—	60	—	61	
+ 0,5 % Cu	50	—	60	—	60	
+ 0,75 % Cu	—	55	60	—	65	
+ 0,5 % Cr	—	—	56	—	—	
+ 0,050 % P	—	—	55	—	72	
+ 0,25 % Cr	—	—	—	—	—	
+ 0,1 % Mo	50	—	—	—	—	
+ 0,5 % Cu	—	—	—	—	—	
+ 0,3 % Ni	40	65	—	—	—	
+ 0,25 % Cr	—	—	—	—	—	
+ 0,3 % Cu	50	55	—	—	—	
+ 0,3 % Ni	—	—	—	—	—	

Pri jeklih, vrste 20 M5 ima, kaže, le dodatek 0,040 % Sn pomemben vpliv na deformacijo pred nastankom razpoke.

$\Delta n = -0,025$ à l'état normalisé ou globulisé. La valeur de ΔR_m est comparable à celle de 120 N/mm² prévue par Sachs¹ pour une extrapolation du niveau des résiduels au Royaume-Uni à 0,25 % Cr + 0,35 % Cu + 0,30 % Ni + 0,07 % Mo + 0,035 % Sn.

IV.3.2. Comportement en écrasement

Des essais d'écrasement en une seule compression à la vitesse de 1 mm/s ont été effectués sur une presse de 600 T. Les éprouvettes cylindriques ($\varnothing_o = 14$ mm, $h_o = 21$ mm) lisses ou entaillées étaient encastrées sur 0,5 mm à chaque extrémité et déformées sur tas lisses ou striés. En suivant la progression des déformations hors encastrement d'une éprouvette à l'autre, et en détectant à la loupe binoculaire les défauts superficiels après écrasement, on a pu déterminer à $\pm 5\%$ la déformation limite avant crique.

Pour les nuances XC 10 normalisées ou globulisées, les essais effectués à l'IRSID et à UGINE sur éprouvettes lisses n'ont pas permis de déceler le moindre défaut, même après le taux de réduction maximum permis par la presse (82 %).

Le tableau 13. résume les résultats trouvés pour les nuances 20 M5 et XC 42

En ce qui concerne les nuances 20 M5, seule l'addition de 0,040 % Sn semble avoir une influence significative sur la déformation limite avant crique.

Pour les nuances XC 42, la dispersion des résultats n'a pas permis de déceler une influence significative des résiduels sur le taux limite d'écrasement.

On peut penser que le taux limite d'écrasement reflète en partie la ductilité dans le sens travers du métal, laquelle dépend en particulier de l'état inclusionnaire de l'éprouvette testée.

V. CONCLUSIONS

Cette étude s'est d'abord intéressée au rôle des résiduels sur la trempabilité d'acières fins au carbone ou carbone-manganèse.

Pour des conditions de traitement thermique classiques dans la masse, des essais dilatométriques complétés par le tracé de courbes en U et de courbes Jominy ont permis de dégager des facteurs de trempabilité: pour une même teneur, ces facteurs se classent dans l'ordre décroissant suivant: P, Mo, Cr, Si, Ni, ou Cu. Pour des teneurs inférieures à 0,3 %, le cuivre et le nickel ont des effets insignifiants. Globalement, l'effet des résiduels sur la trempabilité peut être estimé à travers des équivalences entre teneurs du type:

$$\text{Cr} + 4 \text{P} + 2 \text{Mo} + \frac{\text{Si}}{2} + \frac{\text{Ni} + \text{Cu}}{5}$$

Pri jeklih, vrste XC 42, disperzija rezultatov ni dovolila, da bi določili pomemben vpliv oligoelementov na mejno vrednost krčenja.

Domnevamo, da mejna vrednost krčenja odraža del duktilnosti v prečni smeri, kar pa je odvisno tudi od količine in vrste vključkov v preizkušancu.

V. ZAKLJUČKI

Ta raziskava je najprej obravnavala vpliv oligoelementov na kaljivost kvalitetnih ogljikovih in mangan-ogljikovih jekel.

V pogojih klasične masivne topotne obdelave so omogočile dilatometrsko meritve, dopolnjene z U in Jominy krivuljami, določitev faktorjev kaljivosti; pri isti količini je padajoči vrstni red faktorjev kaljivosti naslednji: P, Mo, Cr, Si, Ni in Cu, pri čemer pada ta vpliv od fosforja proti bakru. Pri koncentracijah pod 0,3 % imata baker in nikelj nepomemben vpliv. V celoti bi lahko izrazili vpliv oligoelementov na kaljivost z naslednjimi ekvivalentnimi med količinami:

$$\text{Cr} + 4 \text{P} + 2 \text{Mo} + \frac{\text{Si}}{2} + \frac{\text{Ni} + \text{Cu}}{5}$$

Analiza kaljivosti jekel, vrste kvalitete XC 42, pri pogojih hitre avstenitizacije (simulacija površinskega kaljenja), ki je bila izvršena z masivnim kaljenjem majhnih preizkušancev in s klasičnim površinskim kaljenjem s pomikom pri VF ogrevanju, je privedla do naslednjih zaključkov:

— v primeru kratke avstenitizacije je na majhni debelini (≤ 2 mm) vsa avstenitizirana plast transformirana v martenzit, ne da bi se pri tem pokazale razlike v kaljivosti po debelini kaljene plasti;

— v primeru podaljšane avstenitizacije z manjšo močjo, ki povzroči bolj globoko avstenitizacijo, lahko spremembe v kaljivosti, povezane z oligoelementi, povečajo konvencionalno globino kaljene plasti. Prispevki elementov Cr, Si, P in Mo se uvrščajo v istem redu pomembnosti kot pri klasični avstenitizaciji (na primer kaljivost, katere ugotavljamo z Jominy preizkusom). Vendar se lahko zmanjšajo »faktorji vplivnosti« karbidotvornih oligoelementov, če lokalna temperatura kratke avstenitizacije ne preseže 950°C .

In končno, kadar je želena določena kaljivost (masivna topotna obdelava ali površinsko kaljenje z debelim slojem), lahko elementi, ki jih prima staro želeso (Cr, Si, Mo), izboljšajo ekonomičnost namenskih dodatkov (tak je Cr), ki so potrebni za zagotovitev kaljivosti jekla, proizvedenega iz grodla ali iz predreduciranih peletov.

Drugi del raziskav obravnavata sposobnost hladnega oblikovanja jekla, ki smo ga ocenili z meritvami utrjevanja ferita, razteznimi preizkušanci

L'analyse de la trempabilité des nuances XC 42 en condition d'austénisation rapide (simulation des traitements de trempe superficielle), conduite à partir de traitements dans la masse de petites de trempe superficielle après shauffage HF, a abouti aux conclusions suivantes:

— dans le cas d'une austénisation brève sur une faible épaisseur (≤ 2 mm), toute la couche austénisée est pratiquement transformée en martensite sans que puissent intervenir de petites variations de la trempabilité de l'acier sur l'épaisseur de la couche trempée;

— dans le cas d'une austénisation plus prolongée à puissance modérée conduisant à une austénisation plus profonde, les variations de trempabilité liées aux résiduels peuvent augmenter l'épaisseur conventionnelle de la couche trempée. Les contributions respectives des éléments Cr, Si, P et Mo se classent dans le même ordre d'importance qu'après austénisation classique (trempabilité, mise en évidence par un essai Jominy, par exemple). Toutefois, les »facteurs d'action des résiduels carburigènes peuvent être réduits après austénisation brève si les températures maximales atteintes localement sont inférieures à 950°C .

Finalement, dans les cas où l'on souhaite une certaine trempabilité (traitements dans la masse ou trempes superficielles en couches épaisses) des éléments apportés par les ferrailles (Cr, Si, Mo) permettent d'économiser l'addition volontaire d'éléments (tels Cr) parfois nécessaires pour ajuster la trempabilité des aciers au carbone élaborés à partir de fonte ou de préreduits.

Le second volet de l'étude concernait l'aptitude au formage à froid appréciée à travers des mesures de durcissement de la ferrite, des essais de traction et des essais d'écrasement. Nous avons montré que, même pour les fortes teneurs en résiduels envisagées, les caractéristiques de résistance et de ductilité se trouvent rarement modifiées en valeur relative de plus de 10 %. Les durcissements relatifs de la ferrite sont difficiles à apprécier, de même que les variations de taux limite d'écrasement. Seul l'étain (0,04 %) et le phosphore (à partir de 0,050 %) semblent affecter sensiblement la ductilité du métal. Les résiduels semblent jouer des rôles identiques à l'état normalisé et à l'état globulisé. L'intérêt de traitement onéreux de globulation n'est d'ailleurs évident que pour les nuances à partir de 0,25 % C, pour lesquelles de petites variations dans le traitement thermique peuvent masquer l'influence secondaire des résiduels.

Finalement, l'emploi de ferrailles recyclées est sans conséquences vraiment défavorables sur l'aptitude au formage à froid, à condition d'exclure les ferrailles susceptibles de trop relever la teneur en étain (fer blanc). Les plus faibles teneurs en P et Cr qui peuvent caractériser les élaborations électriques par rapport aux élaborations à partir de fonte ou de préreduits sont d'ailleurs des facteurs plutôt favorables à la déformabilité à froid.

in krčenjem v hladnem. Dokazali smo, da se tudi pri velikih količinah oligoelementov trdnost in duktilnost jekla le v redkih primerih spremeni za več od 10 % v relativnem smislu. Zelo težko je ugotoviti utrjevanje ferita, prav tako spremembe mejne vrednosti krčilnega preizkusa. Kaže, da samo kositri (0,04 %) in fosfor (preko 0,050 %) občutno sprememita duktilnost kovine. Oligoelementi vplivajo enako v normaliziranem in v sferoidiziranem stanju. Draga toplotna obdelava jekla za sferoidizacijo je upravičena le za jekla z nad 0,25 % C, pri čemer lahko variacije v toplotni obdelavi zakrijejo sekundarni vpliv oligoelementov.

Končno je uporaba recikliranega starega železa brez resnično neugodnih posledic za sposobnost jekla za preoblikovanje v hladnem pod pogojem, da se izločijo odpadki, ki lahko močno povečajo količino kositra (bela pločevina). Zelo nizke vsebnosti P in Cr, ki so karakteristične za elektro jeklo v primerjavi z jekлом, ki je izdelano iz grodlja ali iz predreduciranih peletov, vplivajo sicer ugodno na sposobnost deformacije jekla v hladnem.

Literatura - Literature

1. K. Sachs: Metals Technology, janvier 1979, p. 33—37.
2. J. P. Silver: The effect of use of bundled auto scrap on sheet steel quality. Regional Technical Meeting AISI, Pittsburgh Pa, 1969.
3. O. N. Shtekhno et al.: Stal in English 1968, II, p. 975.
4. L. Bäcker, X. Chevrant: Revue de Métallurgie, février 1975, p. 973.
5. J. J. Cooksey: Metal Forming, avril 1968, p. 98—111.
6. F. D. Bridge, G. T. Brown: Steel Times, octobre 1976, p. 573—581.
7. J. A. Rinebolt, W. J. Harris: Trans. A. S. M., 1951, 43, p. 1175—1201.
8. J. H. Halley: »Effects of Residual Elements on the Properties of Metals«. Ohio ASM, 1957, p. 71—87.
9. F. B. Pickering, T. Gladman: »Metallurgical Developments in Carbon Steels«. Londres. The Iron and Steel Institute 1963, p. 10—24.
10. M. P. Mathon: Formage des matériaux, 1969, No. 1, p. 15—19, No. 2, p. 13—18.
11. C. V. Owen, F. A. Schmidt, O. N. Carlson: Metals Technology, octobre 1976, p. 441—445.
12. Y. Desalos: CIT du CDS, No. 7—8, 1979, p. 985—1011.
13. A. Moser, A. Legat: CIT du CDS, No. 3, 1968, p. 643—664.