

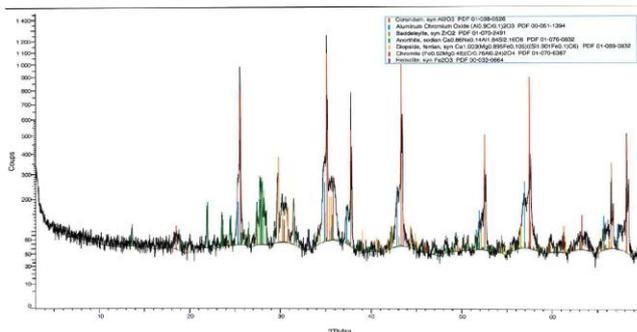
Du côté des essais : La Diffractométrie des Rayons X

La **diffractométrie des rayons X** est une technique d'analyse physico-chimique fondée sur le phénomène de diffraction des rayons X sur la matière cristalline (céramique, métal,...).

Dans la caractérisation chimique de matériaux cristallins, si la spectrométrie par fluorescence X permet de déterminer la composition élémentaire de l'échantillon analysé (Fe, Al...), la diffractométrie de rayons X permet de compléter l'analyse en déterminant la nature des phases minéralogiques présentes. La position des raies de diffraction est caractéristique des phases de l'échantillon. Une base de données recense les positions de raies cristallines de toutes les phases minéralogiques présentes : un traitement mathématique de la position des raies observées sur le diffractogramme permet ainsi d'identifier les phases cristallines contenues dans l'échantillon.

Principe :

Le faisceau de Rayons X produits par le tube est envoyé sur l'échantillon (poudre, massif ou revêtement), en rotation sur lui-même, sur lequel il est dévié par le réseau cristallin. Le faisceau diffracté est caractérisé par l'angle d'incidence et de diffraction. Le détecteur de rayons X est chargé de collecter le signal diffracté sur une plage angulaire importante. L'intensité des pics sera tracée en fonction de l'angle de diffraction comme ci-dessous.



Exemple de diffractogramme traité

La position de ces pics est une véritable signature de l'arrangement des atomes à l'intérieur d'un cristal (distance entre atomes, entre plans intra-cristallins). La relation empirique qui relie les angles auxquels sont observés les pics et les distances entre plans atomiques est la loi de Bragg. La diffraction des rayons X permet de distinguer des produits ayant la même composition chimique mais dont les arrangements atomiques diffèrent.

Dans un mélange, il est possible de déterminer la nature de chacune des phases cristallines en présence, sous réserve de connaître préalablement la signature de chacune de ces phases.

Pour résumer, la diffraction des rayons X repose sur l'enregistrement d'un diffractogramme et sur l'analyse des pics de ce diagramme qui permet de caractériser les phases cristallines présentes dans l'échantillon. ICAR-CM2T permet la caractérisation et l'étude d'échantillons via sa maison-mère : la Société Française de Céramique.



Exemple de diffractomètre

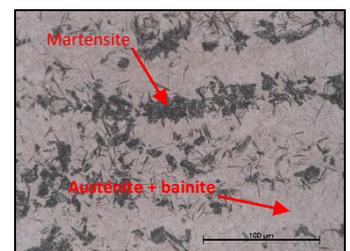
Pendant que la position des pics va donner des informations quant à l'identification des phases cristallines présentes (analyse qualitative), leurs intensités, via des droites d'étalonnage, permettront d'estimer les quantités de chacune des phases identifiées préalablement, ou mettront en évidence une orientation préférentielle des cristaux concernés. La largeur des pics, notamment à mi-hauteur, pourra renseigner sur la taille, la forme des cristallites et également sur la présence de contraintes internes.

Exemples d'utilisation de cette analyse :

-Dosage du quartz dans une brique de silice destinée à une cokerie : Dans cette application, bon nombre de briques de formats très différents vont être composées de silice cristalline. Utilisées en service vers 1100°C, il est indispensable que les matériaux de départ se composent de silice sous forme cristobalite. Si du quartz est présent dans la brique initiale, il se transformera à chaud en cristobalite avec une très forte augmentation de volume. Cette transformation n'est donc pas du tout désirée et il est important que la teneur en quartz soit la plus faible possible (<1%). La diffraction des rayons X permettra de mettre en évidence l'absence de quartz (conformité de la brique).

-Dosage de la teneur en austénite, bainite et en martensite dans un produit métallurgique avant et après traitement mécanique et thermique. (détermination de courbes TRC). ➤

-Présence de phase σ dans une pièce usagée en acier réfractaire et fragilisation en conséquence.



-Une analyse de même type sur des matériaux usagés, corrodés, modifiés peut rendre possible la compréhension du ou des phénomènes qui conduisent à la dégradation du matériau réfractaire ou de l'alliage métallique en vis-à-vis d'agents corrosifs. Si le mécanisme d'endommagement est mis en évidence, il sera alors possible d'émettre des préconisations sur le choix d'une matière qui serait moins

chargée en phases qui auraient tendance à réagir par la suite. Ces leviers permettent de limiter certains phénomènes d'usure et de gagner en durée de vie des matériaux qui opèrent en conditions extrêmes.



Brique de cimenterie corrodée

Bibliographie :

Cette sélection de publications est issue de la Veille Technologique exercée par le Service Documentation de la SFC (Société Française de Céramique). Pour plus d'information sur ces produits documentaires de Veille Scientifique, Technique ou Concurrentielle : bulletin de Veille Mensuel, Veilles spécifiques ciblées, accès à la base de données de Veille "CeramBase", contacter la SFC à l'adresse : soc.fr.ceram@ceramique.fr



▪ GHILOTTI D.

Une probable pénurie de bauxite pour les réfractaires (Bauxite shortage likely for refractories)

Industrial Minerals, n°02, 02/21, pp. 49, 1 fig., ANG.

Les consommateurs de matières premières réfractaires sont susceptibles d'être confrontés à des pénuries de bauxite en raison de la persistance de goulots d'étranglement dans l'approvisionnement et la logistique en provenance de Chine face à une situation de faible stock pour les marchés destinataires.

Mots clé : REFRACTAIRE. MARCHÉ. BAUXITE. TENDANCE – REFRACTORY. MARKET. BAUXITE. TREND.

▪ VAŠEN R., MACK D.E., TANDLER M, ET –AL.

Performance unique de revêtements barrières thermiques de zircone stabilisée à l'yttrium à des températures extrêmes (>1500°C) (Unique performance of thermal barrier coatings made of yttria-stabilized zirconia at extreme temperature (>1500°C))

Journal of the American Ceramic Society, Vol. 104, n°01, 01/2021, pp. 463-471, 6 fig., bibliographie (28 réf.), ANG.

Cet article montre que, dans des conditions de cyclage, ce n'est pas le temps d'usage à des températures élevées qui conduit à une réduction de la durée de vie des revêtements barrières thermiques constitués de zircone stabilisée à l'yttrium mais les vitesses de refroidissement transitoires. Si ces dernières sont réduites à 10K/s, les systèmes de revêtements peuvent fonctionner dans une installation avec des brûleurs à des températures supérieures à 1500°C sans montrer de réduction de la durée de vie. L'évaluation des pics de taux de libération d'énergie pendant le refroidissement transitoire rapide en combinaison avec l'évolution de phase pendant le refroidissement permet d'expliquer ces découvertes.

Mots clé : REVETEMENT. BARRIERE THERMIQUE. ZIRCONNE STABILISEE YTTRIUM. HAUTE TEMPERATURE. DUREE DE VIE. REFROIDISSEMENT – COATING. THERMAL BARRIER. YTTRIA STABILIZED ZIRCONIA. HIGH TEMPERATURE. LIFETIME. COOLING.

Prévisionnel des formations à venir en nos locaux

- Du 8 au 10 juin 2021 à Moncel-les-Lunéville : (STM2) Analyse d'avaries sur outillages de mise en forme : causes et remèdes – (21h)
- Du 16 au 18 juin 2021 à Moncel-les-Lunéville : (STR2) La mise en œuvre des Réfractaires – (18h)
- Du 22 au 24 septembre 2021 à Moncel-les-Lunéville : (STR1) Généralités sur les Réfractaires – (18h)

- Du 28 au 30 septembre 2021 à Moncel-les-Lunéville : (STM3) Métallurgie des Fontes et Applications – (21h)
- Le 5 octobre 2021 à Moncel-les-Lunéville : (STR4) Calcul thermique – (7h)
- Du 22 au 26 novembre 2021 à Moncel-les-Lunéville : (STR3) Tenue en service et traitement des réfractaires usagés – 1^{ère} part 18h, 2^{nde} part 14h

Et toujours la possibilité de réaliser des stages intra-entreprises tout au long de l'année sur tous les matériaux métalliques et matériaux réfractaires...

Vous souhaitez avoir de plus amples informations...CONTACTEZ-NOUS...

Les formations ICAR-CM2T sont référencées au Datadock sous le numéro 0024865, ce qui vous garantit leur prise en charge financière par les organisations paritaires.

