

CARACTÉRISATION PAR DIFFRACTION X D'UNE COUCHE GRENAILLÉE

G. Maeder*, J. L. Lebrun* and A. Diamant**

*ENSAM, Dept Matériaux, 151 Bd de l'Hôpital, 75640 Paris, Cedex 13, France

**R.N.U.R., Laboratoire, 8-10 Av. E. Zola, 92109 Boulogne Billancourt, France

RESUME

Caractérisation des contraintes résiduelles et de l'état de déformation plastique défini par la taille D et la distorsion $\langle \varepsilon^2 \rangle$ de domaine cohérent dans l'épaisseur d'une couche grenailée.

MOTS-CLES

Grenailage, diffraction X, contraintes résiduelles, déformation plastique

INTRODUCTION

Le grenailage de précontrainte est un traitement mécanique permettant par déformation plastique des couches superficielles d'introduire un état de contraintes résiduelles de compression en surface d'un matériau. L'"intensité" du grenailage est contrôlée habituellement par la mesure de la flèche ALMEN (Flavenot et Niku-lari, 1976), dont les avantages sont la rapidité et la simplicité. Mais les inconvénients de cette méthode sont nombreux, car elle est :

- qualitative : elle ne donne ni le niveau des contraintes résiduelles, ni le taux de déformation plastique dans la couche affectée par le grenailage
- indirecte : la mesure s'effectue d'une part sur des éprouvettes et non sur la pièce elle-même, et d'autre part ces éprouvettes sont toujours en acier quelle que soit le matériau constituant la pièce. Pour pallier ces inconvénients, d'autres techniques permettant de déterminer les contraintes résiduelles peuvent être utilisées comme la méthode de la flèche et de la source des contraintes (Niku-Lari, 1981), ou la diffraction des rayons X (Potter et Millard, 1977 ; Diamant, 1978).

Outre son caractère non destructif, cette dernière technique s'applique parfaitement au cas du grenailage parce que la couche comprimée se trouve dans un état biaxial de contraintes. De plus, bien que surtout employée jusqu'ici pour déterminer le niveau des contraintes résiduelles macroscopiques, elle peut également traduire l'état de déformation plastique du matériau (Evans, Ricklefs and Millan, 1965)

C'est pourquoi nous nous proposons dans cette étude de caractériser une couche grenailée par diffraction des rayons X, non seulement par la mesure des contraintes résiduelles macroscopiques, mais aussi par celle des microdéformations.

BASES DE LA METHODE

Les différents ordres de contraintes

Les contraintes résiduelles sont la superposition de 3 types de contraintes que l'on appelle du 1er, 2ème et 3ème ordre.

Les contraintes du 1er ordre sont celles qui s'appliquent à l'échelle d'un grand nombre de grains : ce sont les macrocontraintes. Elle correspondent à une déformation uniforme d'un ensemble de grains entraînant une variation globale des distances interréticulaires. Ceci se traduit au niveau de la diffraction des rayons X par un déplacement du pic de diffraction.

Les contraintes du 2ème ordre s'appliquent à l'échelle du grain, celles du 3ème ordre à l'échelle de quelques distances interatomiques. Dans le cas de grains suffisamment petits, leurs effets sur la diffraction des rayons X peuvent être confondus ; ce sont les microcontraintes. Elles correspondent à une variation Δd autour d'une valeur moyenne d entraînant un élargissement du pic de diffraction qui peut être analysé sur terme de microdéformations traduisant l'état de déformation plastique du matériau.

Principe de Mesure des Macrocontraintes

Cette mesure est faite suivant la loi classique des $\sin^2\psi$ (Taira, 1974) qui, traduite en fonction des angles de diffraction 2θ , s'écrit

$$2\theta_{\psi=0} - 2\theta_{\psi} = \left(\frac{\cotg \Theta}{2} \frac{\pi}{180} \right)^{-1} \left(\frac{1+\nu}{E} \right) \sigma_{\phi} \sin^2 \psi$$

La méthode revient à tracer un graphe $2\theta = f(\sin^2\psi)$. L'obtention d'une droite, dont la pente conduit au calcul de σ_{ϕ} , permet de vérifier la validité des hypothèses faites pour l'établissement de la relation ci-dessus, ce qui est le cas pour le grenailage.

Principe de Caractérisation de l'Etat de Déformation Plastique

A très petite échelle, on considère qu'un métal déformé plastiquement est divisé en petits cristallites appelés domaines cohérents de diffraction. On suppose que chaque domaine est constitué d'un ensemble de colonnes de mailles, colonnes dont la longueur L est perpendiculaire aux plans réflecteurs. La moyenne des longueurs L est la taille D du domaine. Chaque colonne L peut être déformée d'une valeur ΔL , ce qui introduit la distorsion $\epsilon_L = \Delta L/L$ pour chaque colonne. En considérant toutes les colonnes de longueur L , on définit $\langle \epsilon_L^2 \rangle$ qui est la moyenne quadratique de la distorsion. D et $\langle \epsilon_L^2 \rangle$ sont les caractéristiques de l'état de déformation plastique. Pour les déterminer, nous avons appliqué une méthode dérivée de celle de Warren-Averbach (Warren, 1969) utilisant un seul pic de diffraction (Mignot et Rondot, 1975) représentée par une série de FOURIER. On peut montrer que les coefficients réels de cette série peuvent s'écrire :

$$A(L, s) = 1 - \left(\frac{1}{D} + 2\pi^2 s^2 C \right) \cdot L + \left(2\pi^2 s^2 C / D \right) \cdot L^2$$

avec $s = 2 \sin \theta / \lambda$ et en supposant une répartition gaussienne des déformations avec une forme $\langle \epsilon_L^2 \rangle = C/L$

Au point de vue expérimental, il faut tout d'abord corriger l'élargissement du pic étudié, de l'élargissement instrumental à partir d'un pic étalon. Ceci est réalisé par la méthode de STOCKES, directement par les analyses de FOURIER des pics étudié et étalon. Puis, par identification de la courbe expérimentale $A(L) = f(L)$ avec sa forme théorique ci-dessus, on peut déterminer D et $\langle \epsilon_L^2 \rangle = C/L$.

CONDITIONS EXPERIMENTALES

Echantillons Etudiés

Les échantillons sont des blocs parallélépipédiques de longueur 80 mm et de section $20 \times 20 \text{ mm}^2$, en acier à ressort 60SC7 trempé à l'huile depuis 850°C et revenu à 425°C (HRC=51). Un usinage électrochimique a été effectué sur la face de mesure avant le grenaillage pour ôter la couche perturbée par la rectification.

Deux séries d'échantillons ont été grenaillées pour les intensités ALMEN 10C et 12A. Les mesures par diffraction X dans l'épaisseur ont été réalisées après des dissolutions chimiques successives dans de l'acide chlorhydrique normal chauffé à 60°C .

Diffraction X

Appareillage

L'appareillage utilisé est un ensemble de diffraction SIEMENS composé d'un générateur KRISTALLOFLEX 4, d'un goniomètre Ω équipé d'un détecteur à scintillation et piloté par ordinateur.

Le faisceau incident a une divergence de $0,5^\circ$, qui entraîne une zone irradiée sur l'échantillon de 1 mm de largeur (hauteur de 20 mm). La fente compteur a une largeur de 0,2 mm. La longueur d'onde utilisée est celle du chrome ($\lambda_{K\alpha} = 2,29 \text{ \AA}$) avec un filtre de vanadium arrière.

Les pics sont enregistrés en pas à pas et sont traités soit par un petit calculateur HP 9810 (cas des macrocontraintes) ou par un ordinateur UNIVAC 1110 (cas des microdéformations).

Mesure des contraintes résiduelles macroscopiques

Elles sont réalisées en montage ψ et le plan diffractant choisi est le plan $\{211\}$ ($2\theta \approx 156^\circ$). Le pic est enregistré au pas de $0,1^\circ$ pendant 40 secondes entre les angles 154° et 158° . Le nombre de coups est de 50 000 au maximum du pic et de 14 000 vers les ailes du pic.

Les angles ψ choisis sont : -35° , -25° , 0° , $+25^\circ$, $+35^\circ$.

Aucune correction n'est effectuée, ni le doublet $K\alpha_1$, $K\alpha_2$ car la composante n'apparaît jamais, ni de Lorentz-Polarisation car les pics ne sont pas trop larges ($\approx 2^\circ$ à mi-hauteur), ni d'absorption car les angles ψ sont limités à 35° , ni de focalisation car la divergence du faisceau incident est très faible.

Le sommet de chaque pic est déterminé par une régression de degré 3 sur les points dont l'intensité dépasse 85 % de $I_{\max} - I_{2\theta=154^\circ}$ (fig. 1)

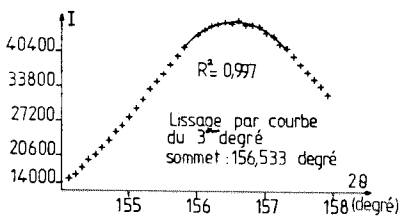


Fig. 1 - Repérage du sommet d'un pic de diffraction

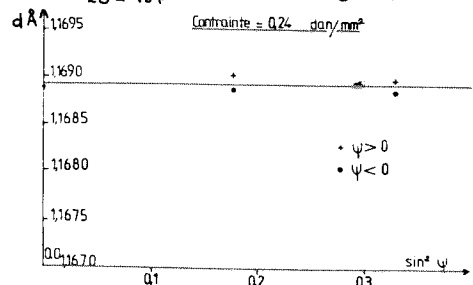


Fig. 2 - Exemple de courbe $d = f(\sin^2\psi)$

La valeur de $\left(\frac{1+\nu}{E}\right)$ utilisée est celle correspondant aux constantes mécaniques macroscopiques ($E = 210\,000 \text{ MPa}$, $\nu = 0,3$).

Un exemple de courbe $d = f(\sin^2\psi)$ est représenté sur la figure 2. On remarque le bon alignement des points expérimentaux.

Analyse des microdéformations

La meilleure précision est obtenue pour les angles Θ les plus grands. Le plan $\{211\}$ serait donc le plan optimal. Mais le goniomètre étant limité vers les grands angles à 162° , il est impossible d'enregistrer ce pic entièrement. Nous avons donc choisi le plan $\{200\}$ ($2\Theta \approx 106^\circ$).

L'enregistrement est fait au pas de $0,05^\circ$ pendant 40 secondes entre 103 et 109° . Le nombre de coups est de 15 000 à 20 000 coups au maximum et de 5 000 à 7 000 coups au niveau du bruit de fond. Ce nombre de coups faible pour une telle analyse s'est révélé cependant suffisant dans ce cas où les pics sont toujours très larges par rapport au pic étalon.

Le lissage des pics a été effectué par la méthode des moindres carrés de façon parabolique sur 15 points au niveau des ailes (3 points recalculés), sur 5 points au niveau du sommet (1 point recalculé), sur 10 points dans la zone intermédiaire (2 points recalculés) (Lebrun, 1977). L'élargissement instrumental a été corrigé à partir de l'enregistrement d'un pic $\{200\}$ d'un échantillon de fer recristallisé.

La figure 3 montre un exemple de pic après lissage et les coefficients de Fourier correspondants. Notons que tous les calculs et tracés sont réalisés automatiquement.

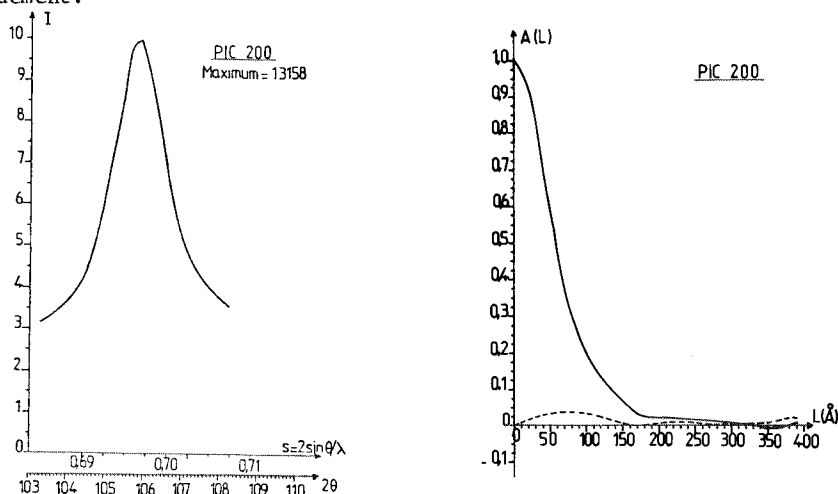


Fig. 3 - Exemple de pic après lissage et coefficients de Fourier correspondants

RESULTATS

Contraintes Résiduelles Macroscopiques

Les résultats apparaissent sur la figure 4.

On constate que :

- le niveau des contraintes résiduelles en surface est sensiblement le même pour les deux intensités de grenailage (≈ 700 MPa en compression)
- la profondeur affectée est la plus grande pour l'intensité de grenailage la plus importante ($200 \mu\text{m}$ pour l'intensité 12A et $400 \mu\text{m}$ pour l'intensité 10C).

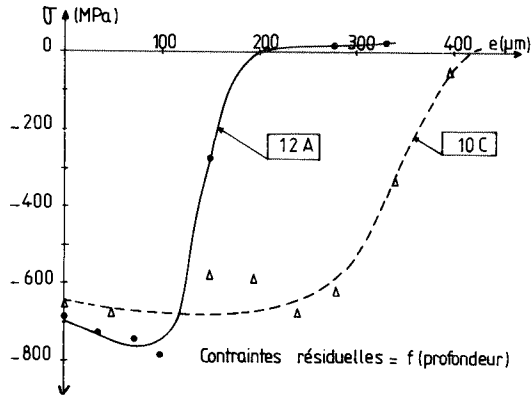


Fig. 4 - Répartition des contraintes résiduelles en fonction de la profondeur

Microdéformations

La figure 5 représente respectivement l'évolution de la taille de domaine cohérent D et de la distorsion $\langle \epsilon^2 \rangle$ en fonction de la profondeur pour les deux intensités de grenailage.

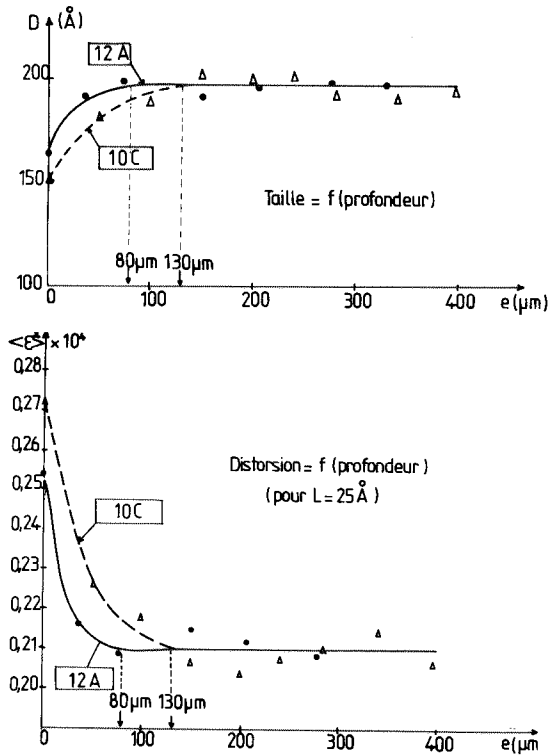


Fig. 5 - Répartition en fonction de la profondeur de D et $\langle \epsilon^2_{25\text{\AA}} \rangle$

On constate que :

- la profondeur affectée par les microdéformations ($80\text{ }\mu\text{m}$ pour l'intensité 12A et $130\text{ }\mu\text{m}$ pour l'intensité 10C) est faible vis à vis de celle affectée par les contraintes résiduelles macroscopiques et est fonction de l'intensité de grenailage.
- les valeurs de D et de $\langle \epsilon^2 \rangle$ dans la couche déformée plastiquement sont respectivement d'autant plus petite et plus grande que l'intensité de grenailage est plus importante.

DISCUSSION

Le résultat obtenu pour les contraintes résiduelles macroscopiques montre bien que la flèche ALMEN est en relation avec l'aire sous la courbe "contrainte résiduelle = f(profondeur)", et non pas avec le niveau de contraintes résiduelles atteint en surface du matériau.

Au niveau de la couche déformée plastiquement, on remarque que les valeurs de D et $\langle \epsilon^2 \rangle$ varient peu entre la surface et le cœur du matériau : ceci est dû au fait que le matériau étudié est de structure martensitique et possède donc une forte densité de dislocations que le grenailage ne peut guère modifier. Malgré cette faible variation, nous avons pu montrer que l'épaisseur de cette couche ainsi que son taux de déformation plastique (d'autant plus élevé que D est petit et $\langle \epsilon^2 \rangle$ est grand) sont une fonction croissante de l'intensité du grenailage.

Ce dernier point est important car il montre qu'une analyse de la largeur des pics de diffraction X enregistrés à la surface de pièces grenillées permet de séparer deux intensités de grenailage, même dans le cas d'un niveau identique de contraintes résiduelles superficielles.

De plus, dans le cas du grenailage où les pics sont toujours larges par rapport au pic étalon, le traitement mathématique peut être simplifié et l'analyse conduite sur un petit calculateur. Nous avons ainsi pu vérifier la bonne concordance des valeurs obtenues de cette façon par un petit calculateur HP 9810, avec celles obtenues par l'ordinateur UNIVAC 1110.

Cette facilité de traitement, ajoutée au développement technologique récent (Maeder, Lebrun et Sprauel, 1981) (automatisation, détecteur à localisation linéaire), devrait permettre par diffraction X, à la fois la mesure des contraintes résiduelles et la détermination de l'état de déformation plastique à la surface d'une couche grenillée, en un temps de l'ordre de 30 à 40 minutes. Ces valeurs pourraient d'un point de vue appliqué caractériser l'intensité du grenailage.

Pour confirmer cette application éventuelle, nous poursuivons cette étude en étudiant la variation de ces paramètres macro et microscopiques dans le cas du grenailage de matériaux de duretés différentes.

CONCLUSION

La technique de diffraction des rayons X permet de caractériser une couche grenillée au point de vue macroscopique (contraintes résiduelles) et au point de vue microscopique (état de déformation plastique caractérisé par la taille D et la distorsion $\langle \epsilon^2 \rangle$ de domaine cohérent).

Dans le cas d'un acier 60SC7, traité thermiquement pour une dureté HRC = 51, nous avons pu démontrer, pour deux intensités ALMEN de grenailage différentes (12A et 10C), les points suivants :

- au niveau des contraintes résiduelles macroscopiques, les valeurs atteintes en surface sont analogues ($\approx 700\text{ MPa}$ en compression) mais la profondeur affectée est de $200\text{ }\mu\text{m}$ pour l'intensité 12A, et de $400\text{ }\mu\text{m}$ pour l'intensité 10C.

- au niveau de l'état de déformation plastique, la profondeur affectée par les microdéformations est faible vis à vis de celle affectée par les contraintes macroscopiques et est fonction de l'intensité de grenaillage ($80\text{ }\mu\text{m}$ pour 12 A et $130\text{ }\mu\text{m}$ pour 10C). La détermination de D et de $\langle \epsilon^2 \rangle$ à partir de l'analyse de la largeur des pics de diffraction permet de faire la différence entre les deux intensités de grenaillage.

BIBLIOGRAPHIE

- DIAMENT, A. (1978). Mesure de contraintes résiduelles sur pièces grenaillées. Rev. Prat. Contrôle Industriel, 92, 30-40.
- EVANS, W.P., RICKLEFS, R.E. and MILLAN, J.F. (1965).
X Ray and Fatigue studies of Hardened and Cold-worked steels
In J.B. COHEN and J.E. HILLIARD (Ed.), Local Atomic arrangements studied by X-Ray diffraction. Gordon and Breach, New York. pp351-377.
- FLAVENOT, J.F. et NIKU-LARI, A. (1976). Le grenaillage de précontrainte-Note technique CETIM n° 15
- LEBRUN, J.L. (1977) Thèse 3ème cycle n° 2366 Orsay.
- MAEDER G., LEBRUN, J.L. et SPRAUEL, J.M. (1981).
Present possibilities of the X Ray diffraction method of stress measurement
Bull Cercle d'étude des métaux, Vol 14, 13, pp 21.1 - 21.14
- MIGNOT et RONDOT, D. (1975) Methode de séparation des dimensions de domaine et des microdéformations à partir des coefficients de Fourier d'un seul profil de raie de diffraction X. Act.Met., 23, 1321-1324.
- NIKU-LARI, A. (1981). This conference
- POTTER, J.M. and MILLARD, R.A. (1977). The effect of temperature and load cycling on the relaxation of residual stresses
Adv. in X Ray An., 20, 309-319
- TAIRA, S. (1974). X Ray studies on Mechanical Behaviour of Materials. The Soc. of Mat. Sci. Jap. (Ed.) - chap 4
- WARREN, B.E. (1969). X Ray diffraction. Addison-Wesley