

Validation de la détermination des contraintes par diffraction des rayons X avec un détecteur 2D - Développement d'un logiciel libre 'X-light'

N. Ratel-Ramond^a, T.-Q.-S. Pham^b, G. Geandier^b, C. Mareau^c, B. Malard^d

^a CEMES, 29 rue Jeanne Marvig, 31055 TOULOUSE

^b Institut Jean Lamour, UMR 7198 CNRS - NANCY

^c LAMPA, 2 boulevard du Ronceray, BP 93525, 49035 ANGERS

^d CIRIMAT, Université de Toulouse, CNRS, INPT, UPS, 31030 TOULOUSE

Résumé :

Dans le cadre du développement de l'instrumentation scientifique, des détecteurs bidimensionnels (2D) sont de plus en plus présents dans les laboratoires par diffraction des rayons X. Le premier objectif de ce projet est de proposer des stratégies alternatives de détermination des contraintes qui exploitent pleinement les avantages de ces détecteurs 2D. Pour ce faire, deux séries d'échantillons ont été mesurées dans 3 laboratoires partenaires du projet, utilisant des configurations instrumentales et des stratégies de mesures différentes. Les valeurs de contraintes obtenues en utilisant des détecteurs 2D sont généralement comparables à celles obtenues avec des détecteurs ponctuels ou linéaires. La précision de la mesure est sensiblement améliorée par l'utilisation de la technologie 2D. Il reste néanmoins des différences notables au niveau des valeurs de contraintes observées dans le cas de matériaux biphasés. Pour expliquer ces différences, et ainsi mettre en évidence les éventuelles limites des détecteurs 2D, des mesures avec des stratégies d'analyses alternatives ont été effectuées. Ces nouvelles données, couplées au développement d'un logiciel de traitement (X-light), permettent d'identifier les facteurs qui expliquent les différences ponctuellement observées entre les différents équipements.

Abstract:

As part of the development of scientific instrumentation, two-dimensional (2D) detectors are increasingly present in laboratories using X-ray diffraction techniques. The first objective of this project is to propose alternative strategies that fully exploit the benefits of the latest technological developments. To do this, two series of samples were measured in 3 partner laboratories of the project, using different instrument configurations and different measurement strategies. The stress values obtained using 2D detectors are generally comparable to those obtained with point or linear detectors. The accuracy of the measurement is significantly improved by the use of 2D technology. However, there are still significant differences in the stress values observed for two-phase materials. To explain these differences, and thus highlight the possible limitations of 2D detectors, measurements with alternative analysis strategies were carried out. These new data, combined with the development of processing software (X-light), make it possible to identify the factors that explain the differences occasionally observed between the different equipment.

Mots clefs : Détecteur 2D, Détermination de contrainte par DRX, Validation, Software 'X-Light'

1 Introduction

Dans le cadre du développement de l'instrumentation scientifique autour de la diffraction des rayons X, des détecteurs bidimensionnels (2D) sont de plus en plus présents dans les laboratoires. Cependant, si ces détecteurs permettent d'obtenir rapidement une grande quantité d'informations sur l'état microstructural (texture, taille de cristallites et de grains ...) et mécanique des échantillons, la norme internationale (EN15305) [1] en vigueur dans le domaine de l'analyse des contraintes résiduelles ne tient que partiellement compte de cette géométrie de détecteur.

Le premier objectif de ce projet est donc de proposer des stratégies alternatives de détermination des contraintes qui exploitent pleinement les avantages de ces détecteurs 2D. Aussi, pour disposer d'arguments à même de faire évoluer les normes, qui pour le moment n'intègrent pas pleinement les détecteurs 2D, il est nécessaire de valider ces méthodes en les comparant à celles classiquement utilisées avec les détecteurs ponctuels (0D) ou linéaires (1D). Les détecteurs 2D capturent des portions importantes d'anneaux de Debye-Scherrer. Ceci permet de déterminer les tenseurs des contraintes avec différentes méthodes, $\sin^2\psi$ [2], de He [3] utilisant différents plans diffractant, voire par analyse du profil total [4].

Pour ce faire, deux séries d'échantillons ont été mesurées dans 3 laboratoires partenaires (CEMES/CIRIMAT, IJL, LAMPA) du projet, utilisant des configurations appareil et donc des stratégies de mesures différentes.

La première série d'échantillons, qui présentent une microstructure « simple », a subi un traitement de grenailage. Elle est constituée d'un alliage d'aluminium, un acier ferritique et un inconel 690 (certifiés GFAC) [5]. La deuxième série comporte des matériaux multiphasés tels qu'un alliage TA6V avec une microstructure harmonique [6] et un matériau composite à matrice métallique (CMM) de type perlitique avec des renforts TiC [7]. Cette deuxième série d'échantillons permet d'exploiter pleinement les possibilités offertes par la détection 2D pour l'analyse des contraintes. L'objectif est de pouvoir certifier l'utilisation de ces nouveaux détecteurs dans le cadre de la détermination des contraintes résiduelles par diffraction de rayons X.

Le deuxième objectif de ce projet a été de développer un logiciel de traitement (X-light) des données de diffraction, afin de permettre une détermination rapide des contraintes [8]. En effet, les logiciels existants (LEPTOS proposé par Bruker par exemple), fournis avec les appareillages, ne contiennent qu'un nombre limité d'options et ne permettent pas une adaptation à des configurations expérimentales originales, telles que rencontrées sur des grands instruments.

2 Matériaux et Méthodes

2.1 Matériaux

Afin d'être le plus représentatif possible des cas d'étude courants et d'étudier l'influence des facteurs microstructuraux, différents matériaux sont étudiés :

- Une poudre de TiC – Calibrant dont l'état de contrainte est nul
- Alliage d'aluminium grenailé - Monophasé avec une faible anisotropie élastique
- Acier ferritique grenailé - Monophasé avec une anisotropie élastique intermédiaire
- Inconel grenailé - Biphasé (gamma et gamma') avec une anisotropie élastique importante
- Alliage de titane Ti6Al4V (TA6V) grenailé - Biphasé (91% alpha et 9% bêta) avec une anisotropie élastique intermédiaire

- CMM extrudé - Biphase 75% d'acier (32 CrMoV13) et 25% de TiC
- CMM après compaction isostatique à chaud (HIP)- Biphase 75% d'acier (32 CrMoV13) et 25% de TiC
- TA6V à microstructure harmonique

La Figure 1 montre les microstructures de quelques échantillons représentatifs.

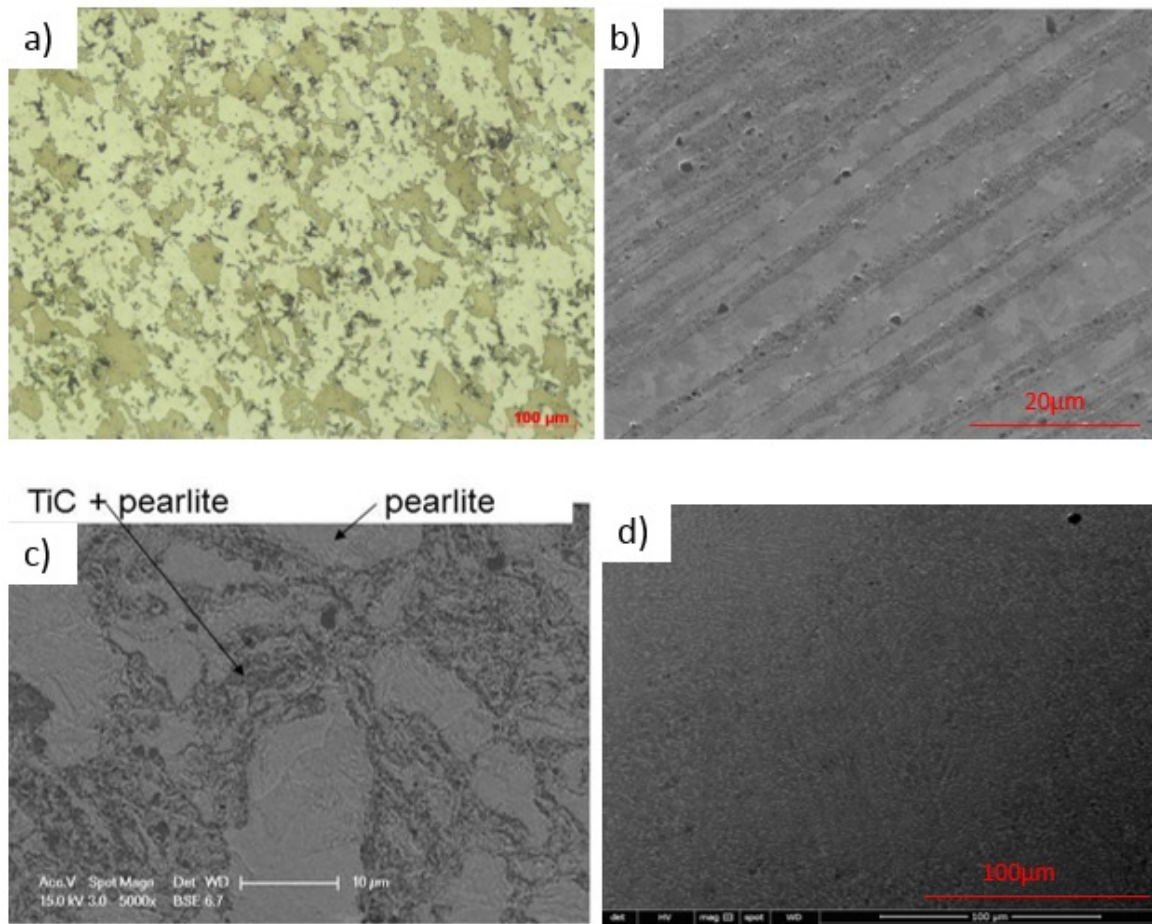


Figure 1 : Microstructure de quelques échantillons représentatifs de l'étude : a) Microscopie Optique de l'aluminium grenailé, b) Observation MEB de la microstructure du CMM Fe-TiC extrudé, c) Observation MEB de la microstructure du CMM Acier-TiC fabriqué par compaction isostatique à chaud, d) Observation MEB de la microstructure harmonique du TA6V

2.2 Instruments et Méthodes

Les conditions de mesures (instruments et paramètres utilisés) par les différents laboratoires pour les analyses de contraintes résiduelles sont données dans le Tableau 1. Les analyses avec des appareils munis de détecteurs 0D ou 1D ont été réalisées en utilisant la méthode des $\sin^2\psi$. La norme internationale EN 15305 portant sur l'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X par la méthode des $\sin^2\psi$ préconise la mesure de 9 inclinaisons différentes basée sur la direction φ de mesure. Dans le cas particulier des détecteurs 2D, le nombre d'inclinaisons pour l'analyse des contraintes peut être réduit de manière significative. En effet, la portion d'anneau de Debye Scherrer collectée pour une inclinaison ψ donnée peut être divisée en plusieurs régions (10 généralement), correspondant chacune à une inclinaison ψ différente. Pour 4 inclinaisons physiquement mesurées, on peut donc obtenir 40 points sur la courbe des $\sin^2\psi$ (figure 2).

Enfin, concernant la fonction de modélisation du pic de diffraction, plusieurs options sont disponibles. Les positions des pics de diffraction peuvent être affinés par la méthode de la gravité, gravité glissante, affinement par une fonction de type Pseudo Voigt, ou de type Pearson VII symétrique après soustraction de la contribution $K\alpha_2$ et corrections d'absorption et de polarisation. Concernant les résultats obtenus sur les analyses réalisées avec un détecteur 2D, chacune de ces méthodes a été testée. Par souci de concision, seuls les résultats obtenus avec une détermination de la position des pics de diffraction par affinement du pic par une fonction de type Pearson VII sont montrés, car ce sont ceux qui donnent des résultats les plus semblables à ceux obtenus dans d'autres configurations expérimentales 0D et 1D (et affinés également avec une fonction Pearson VII).

Le Tableau 2 décrit les plans cristallographiques étudiés pour chaque échantillon, ainsi que les constantes radiocristallographiques associées. Noter que les mesures du laboratoire LAMPA sur les échantillons d'inconel et acier ferritique grenailés ont été réalisés avec une source différente de celle utilisée par l'IJL ou le CEMES/CIRIMAT. Par conséquent, la profondeur de pénétration des rayons X est différente entre le LAMPA et l'IJL ou le CEMES/CIRIMAT. Le grenailage étant un procédé induisant des contraintes superficielles, on peut donc s'attendre à un écart sur les valeurs mesurées entre le LAMPA et l'IJL ou le CEMES/CIRIMAT pour ces deux échantillons.

Tableau 1 : Conditions expérimentales pour les analyses de contraintes réalisées dans le cadre de cette étude

Laboratoire	LAMPA	IJL	CEMES/CIRIMAT
Diffractomètre	PROTO	Bruker D8 Discover	Bruker D8 Discover
Type de source	Tubes CuK α -CrK α - MnK α	Tube CoK α (35 kV-40 mA)	μ source CoK α (40 kV-0.5 mA)
Type de faisceau	Faisceau ponctuel	Faisceau ponctuel	Faisceau ponctuel
Optique amont	Collimateur 1mm	Collimateur 1mm	Collimateur 1mm
Type de détecteur	1D - couverture de 18°	1D -scanning mode	2D- Vantec 500
Stratégie de mesure	11 points $-43^\circ < \psi < 43^\circ$	9 points $0^\circ < \psi < 60^\circ$	4 points $0^\circ < \psi < 60^\circ$
	$\varphi=0,45,90,135,180,270^\circ$	$\varphi=0,45,90,135,180,270^\circ$	$\varphi=0,45,90,135,180,270^\circ$
Fonction de modélisation du pic de diffraction	Pearson VII symétrique	Pearson VII symétrique	Pearson VII symétrique

Tableau 2 : Plans mesurés et constantes radiocristallographiques associées pour chaque échantillon

Matériaux	Source LAMPA	Plan	S_1 (10^{-6} MPa $^{-1}$)	$\frac{1}{2} S_2$ (10^{-6} MPa $^{-1}$)
Inconel	Mn	{311}	-1,53	6,43
Acier ferritique	Cr	{211}	-1,28	5,92
Ti6Al4V-LAMPA	Cu	{213}	-2,64	11,9
Ti6Al4V-CEMES/CIRIMAT/IJL	Co	{203}	-2,78	11,48
Aluminium	Cu	{311}	-5,0505	19,48
CMM Acier	Cr	{211}	-1,28	5,92
CMM TiC	Cr	{311}	-0,456	2,74

3 Résultats

Dans un premier temps, l'ensemble des données obtenues ont été traitées avec le logiciel LEPTOS proposé par Bruker. Les données issues d'appareils munis de détecteur 0D ou 1D ont été traitées en utilisant la méthode des $\sin^2\psi$. La position des pics de diffraction, à partir de laquelle est calculée la déformation $\varepsilon_{\phi\psi}$, est déterminée par affinement du profil de diffraction après soustraction du bruit de fond, suppression de la contribution $K\alpha_2$ et corrections d'absorption et de polarisation. Le logiciel trace ensuite la courbe $\varepsilon_{\phi\psi}$ en fonction des $\sin^2\psi$.

En ce qui concerne les données issues d'appareils munis de détecteurs 2D, les données ont été traitées en utilisant la méthode développée par He. Cette méthode revient à résoudre un système d'équations surdimensionné, visant à déterminer le tenseur de contraintes permettant de reproduire les distorsions de l'anneau de diffraction observées expérimentalement. Pour ce faire, un secteur d'intégration centré sur le pic de diffraction d'intérêt est défini. Ensuite, chaque image du détecteur est divisée en plusieurs régions. Chaque région, correspondant à une inclinaison de l'échantillon, est ensuite moyennée puis intégrée. La position du pic de diffraction est ensuite déterminée de façon similaire à celle décrite pour les données issues de détecteurs ponctuels ou linéaires, comme le montre la Figure 2. L'information mesurée en 4 inclinaisons avec un détecteur 2D dépasse largement le nombre de domaine en inclinaison ψ que l'on obtient avec les détecteur 0D et 1D. Ce gain de temps n'a pas été estimée précisément dans cette étude mais est de l'ordre de 3.

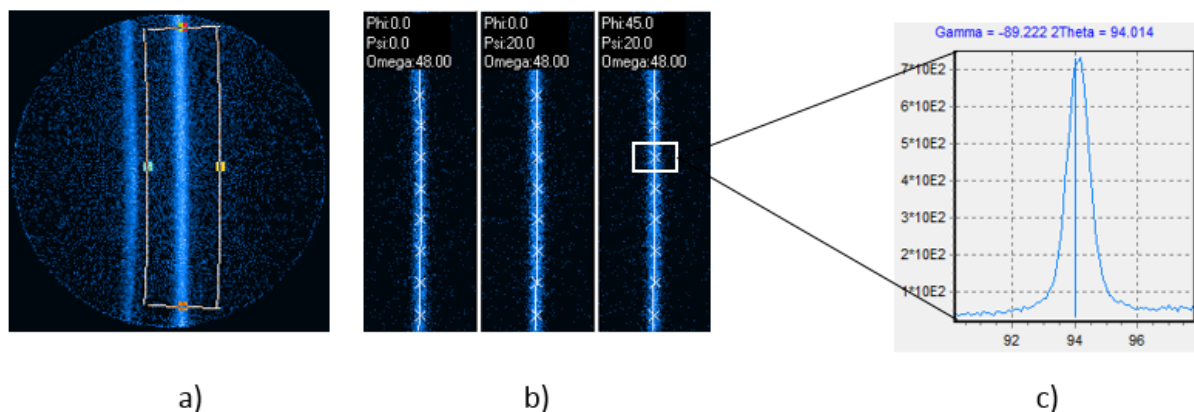


Figure 2 : Procédure pour le traitement de données issues de détecteurs bidimensionnels (échantillon Aluminium grenailé, raie $\{311\}$). a) Définition du secteur d'intégration, b) Division du secteur en 10 régions pour chaque image, c) vue d'un pic de diffraction après affinement

Quelle que soit la méthode expérimentale, le modèle de contraintes utilisé est un modèle de contraintes biaxiales, sans cisaillement (classiquement observées dans le cas du grenailage). Dans tous les cas, un modèle avec cisaillement a été testé puisque les données expérimentales le permettaient. Des contraintes de cisaillement quasi nulles ont été déterminées dans tous les échantillons. Par ailleurs, la contrainte normale à la surface de l'échantillon a été supposée nulle pour toutes les analyses, car considérée parfaitement relaxée en surface de l'échantillon.

Les résultats ainsi obtenus sont visibles sur la Figure 3. Dans le cas des matériaux monophasés et grenailés, on peut globalement constater un très bon accord des mesures entre elles. Les faibles écarts observés peuvent s'expliquer, dans le cas de l'acier ferritique ou de l'inconel 690, par l'utilisation de sources différentes entre les laboratoires partenaires, et donc par des profondeurs d'échantillons différentes sondés par les rayons X.

Dans le cas des échantillons biphasés (composites à matrice métallique), les valeurs de contraintes obtenues semblent dépendre davantage de la configuration expérimentale. De plus amples investigations sont nécessaires pour identifier l'origine de ces différences. Noter qu'il s'agit d'un échantillon présentant des valeurs de contraintes élevées, pouvant ainsi présenter une incertitude de mesure plus conséquente. L'effet de texture plus important pour les renforts TiC des CMM extrudés induit des variations de valeurs plus importantes.

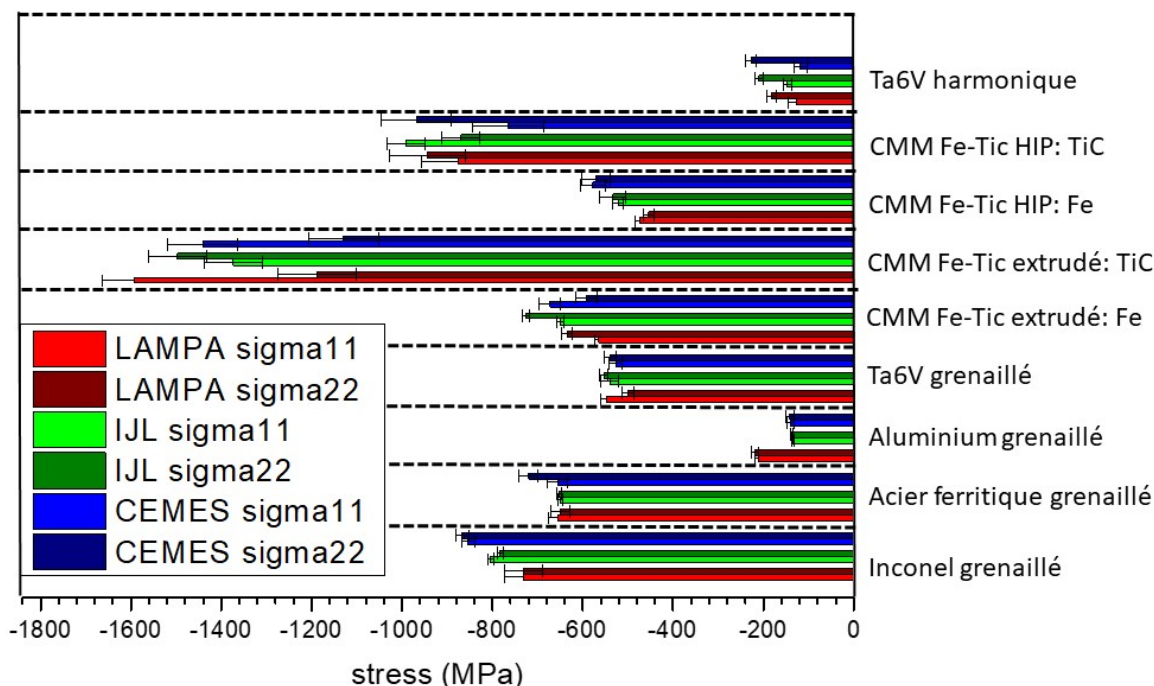


Figure 3 : Résultats analyses de contraintes obtenues avec plusieurs configurations expérimentales

Il ressort de ces résultats que la stratégie de mesure doit répondre à des critères proches de ceux de la norme EN15305. Dans certains cas, la taille de la fenêtre d'intégration est critique (par exemple pour {203} du TA6V présentant un pic de faible intensité et asymétrique). Des problèmes de fluorescence du Ti avec la source Co sont également à considérer. Afin de bien modéliser le bruit de fond, la fenêtre d'intégration doit avoir, dans la mesure du possible une largeur angulaire de $\pm 5^\circ$ en 2θ et être la plus large possible dans le plan azimuthal.

Afin de mieux comprendre l'origine des différences observées entre les différents jeux de données, nous avons souhaité exploiter la série de données issues d'un appareil munies d'un détecteur 2D et traitées par la méthode des $\sin^2\psi$. La fonctionnalité d'observer et de retirer les pics mal modélisés n'étant pas disponible dans le module 2D du logiciel LEPTOS, nous avons donc décidé de développer notre propre logiciel de traitement de données de diffraction de rayons X appliqué à la détermination des contraintes résiduelles, et ce pour des données issues de tout type de configuration expérimentale.

4 Logiciel X-Light

X-Light est un logiciel open-source [9], écrit en Python avec une interface graphique utilisateur. X-Light est développé pour déterminer les contraintes résiduelles par diffraction des rayons X. Ce logiciel peut traiter les données de diffraction de laboratoire ou du rayonnement synchrotron provenant de détecteur 0D, 1D et 2D. X-Light offre plusieurs options pour l'analyse des contraintes et propose cinq fonctions

de modélisation des profils de pic de diffraction permettant une adaptation à une grande majorité de configurations expérimentales : Gaussienne, Lorentzienne, Pearson VII, pseudo-Voigt et Voigt. Les contraintes résiduelles sont déterminées par la méthode conventionnelle dite des $\sin^2\psi$ pour les données acquises avec des détecteurs 0D, 1D ou 2D ou la méthode fondamentale de He pour les données acquises avec des détecteurs 2D. Un diagramme reprenant les différentes étapes de la détermination des contraintes résiduelles avec le logiciel X-Light est donné sur la Figure 4. Dans le cas des données issues de détecteurs 2D, les images de diffraction sont préalablement calibrées à l'aide d'une image de diffraction d'un calibrant sous forme de pastille de poudre enrobé (LaB₆, CeO₂, TiC, ...) acquise dans les mêmes conditions expérimentales que celles des analyses de contraintes résiduelles, et corrigées à l'aide du logiciel PyFAI [10]. Les pics de diffraction sont ensuite modélisés à l'aide d'une des 5 fonctions mathématiques disponibles, puis les contraintes sont calculées. L'une des forces du logiciel X-Light est qu'il permet d'éliminer de l'analyse des points aberrants pouvant apparaître dans le cas d'échantillons texturés et/ou à gros grains, de bruit de fond trop important,

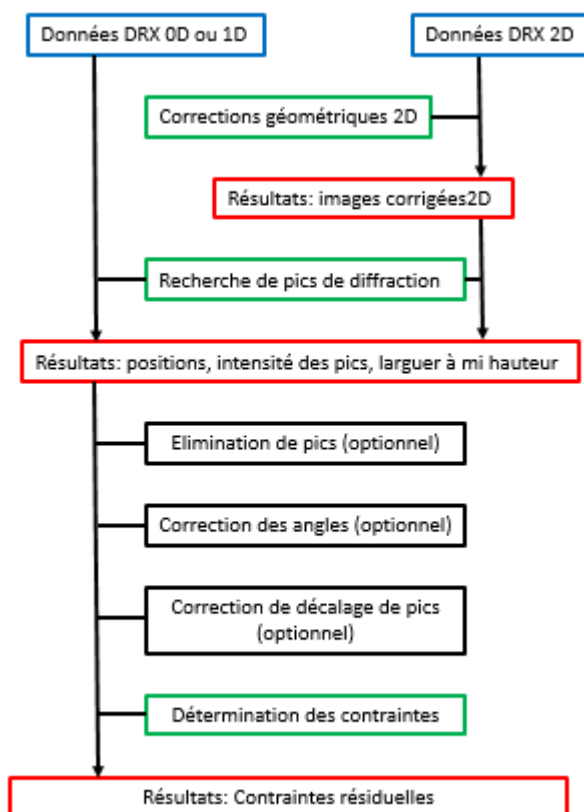


Figure 4 : Diagramme reprenant les différentes étapes dans la procédure de traitement des données avec X-Light. Les cadres bleu, vert, rouge et noirs représentent respectivement les données d'entrées du logiciel, les étapes incontournables du traitement des données, les résultats fournis par le logiciel et les options proposées par le logiciel

La Figure 5 montre une comparaison des résultats obtenus, sur des données de diffraction de détecteurs 0D et 1D identiques, après traitement par le logiciel LEPTOS développé par Bruker et notre logiciel X-Light. On peut constater que les résultats sont très semblables même pour les TiC dans le CMM extrudé. La Figure 6 montre quant à elle la comparaison de résultats obtenus à partir de données issues de diffractomètres équipés de détecteurs 2D. Le traitement du logiciel LEPTOS emploie la méthode fondamentale décrite en [2], tandis que le traitement proposé par X-Light emploie ici la méthode des $\sin^2\psi$. Une fois encore, on peut constater que les résultats sont très comparables.

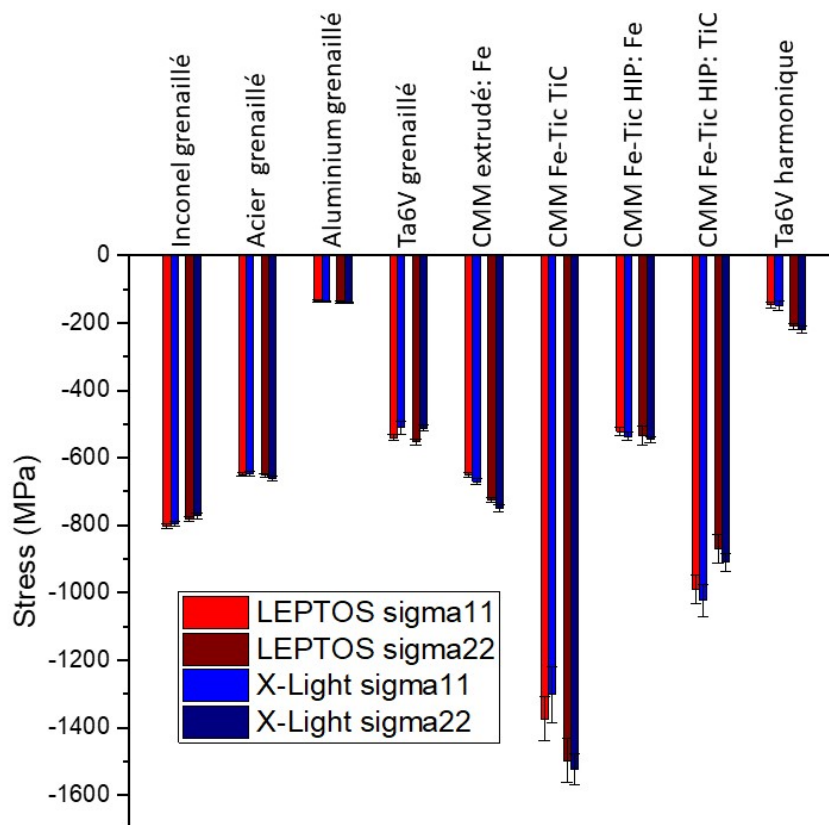


Figure 5 : Comparaison des valeurs de contraintes résiduelle déterminées après traitement de données issues d'appareils équipés de détecteurs 0D ou 1D (méthode des $\sin^2\psi$)

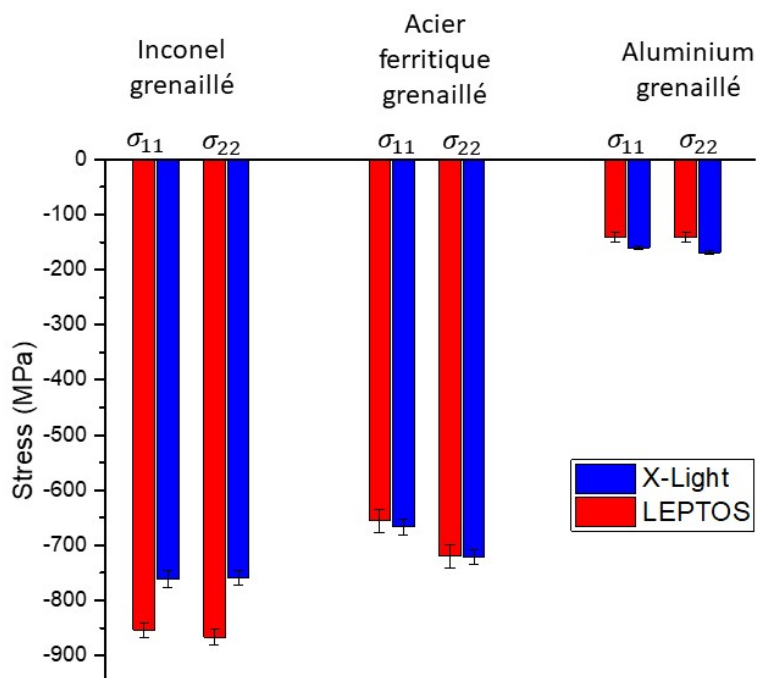


Figure 6 : Comparaison des valeurs de contraintes obtenues après traitement de données de diffraction issues d'appareils équipés de détecteurs bidimensionnels. Le traitement avec le logiciel LEPTOS utilise la méthode fondamentale [2], tandis que le traitement avec le logiciel X-Light utilise la méthode des $\sin^2\psi$ [1]

5 Conclusion

Dans ces travaux visant à standardiser l'utilisation de détecteurs 2D dans le cadre de la détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X, nous avons montré que les résultats obtenus sur des échantillons à microstructure simple (dont un échantillon certifié GFAC) et à microstructure complexes sont conformes à ceux obtenus avec des détecteurs 0D et 1D. Cette étude a également permis de mettre en avant le net avantage en terme de temps de mesure présenté par l'utilisation des détecteurs bidimensionnels, en optimisant la stratégie de mesure. Un logiciel (X-Light) de traitement des données pouvant s'adapter à une très large palette de configurations expérimentales, y compris celles rencontrées sur grands instruments, a été développé. Dans tous les cas, la comparaison des résultats obtenus sur les échantillons certifiés s'est avérée conforme aux résultats attendus.

Références

- [1] AFNOR. Essais non-destructifs - Méthode d'essai pour l'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X. NF EN 15 305. Paris: AFNOR, 2009, 86 p.
- [2] Noyan, I.C. & Cohen, J.B. Residual Stress: Measurement by Diffraction and Interpretation, 1987, Springer-Verlag, New-York
- [3] He, B. B., Two-dimensional X-Ray Diffraction, 2009, Wiley
<https://doi.org/10.1002/9780470502648.ch1>
- [4] L. Lutterotti, D. Chateigner, S. Ferrari, J. Ricote. Texture, residual stress and structural analysis of thin films using a combined X-ray analysis. *Thin Solid Films* **450**, (2004), 34-41
- [5] Certificat GFAC. Echantillon de référence pour analyse de contraintes résiduelles par diffraction des rayons X. Référence échantillon : GFAC2013I04 (NiCr30Fe-Inconel 690), 26 Juin 2013, Document Interne CETIM – Senlis- France
- [6] Vajpai, S. K.; Ota, M.; Watanabe, T.; Maeda, R.; Sekiguchi, T.; Kusaka, T. & Ameyama, K. The Development of High Performance Ti-6Al-4V Alloy via a Unique Microstructural Design with Bimodal Grain Size Distribution Metallurgical and Materials Transactions A, Springer Science + Business Media, (2014), 46, 903-914
- [7] Vautrot, L.; Geandier, G.; Mourot, M.; Dehmas, M.; Aeby-Gautier, E.; Denand, B. & Denis, S. François, M.; Montay, G.; Panicaud, B.; Reira, D. & Rouhaud, E. (Eds.) *Advanced Materials Research, Trans Tech Publications, Switzerland*, (2014), 996, 944-950
- [8] Pham, T.Q.S., Geandier, G., Ratel-Ramond, N., Mareau, C., Malard, B., submitted to Journal of Applied Crystallography
- [9] <https://github.com/sangpham171/X-Light>
- [10] Ashiotis, G., Deschildre, A., Nawaz, Z., Wright, J.P, Karkoulis, D., Picca, F.E, and Kieffer, J., J. Appl. Cryst, (2015), 48, 510-519