

Analyse des contraintes par DRX : du signal diffracté à l'état de contrainte

C. MAREAU^a

a. LAMPA-Arts et Métiers ParisTech, charles.mareau@ensam.eu

Résumé : (16 gras)

Les techniques diffractométriques sont largement utilisées lorsqu'il s'agit de déterminer l'état de contrainte au sein d'un élément de volume polycristallin. L'interprétation du signal mesuré, qui conduit à l'estimation des contraintes, fait intervenir différentes étapes. Il s'agit d'abord (i) d'obtenir les positions des pics de diffraction associés à un ou plusieurs plans réticulaires. Ces positions sont ensuite utilisées pour (ii) déterminer un ensemble de déformations réticulaires et (iii), à partir des propriétés de rigidité, en déduire un état de contrainte. L'objectif de cet article est de discuter des différentes stratégies possibles pour la réalisation des étapes (i), (ii) et (iii) et de leur impact sur l'évaluation de l'état de contrainte et des incertitudes associées. Plus spécifiquement, la précision des méthodes couramment utilisées pour obtenir la position d'un pic de diffraction (e.g. barycentre, lissage, milieu de corde) est comparée. Aussi, l'évaluation de l'état de contrainte à partir des déformations réticulaires nécessite également de connaître les propriétés de rigidité de l'élément de volume étudié. Pour l'analyse des contraintes par diffraction, ces propriétés de rigidité sont classiquement données sous la forme de Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques (CER). Différentes stratégies pour la détermination des CER d'un matériau polycristallin sont présentées et comparées. La dernière partie de l'article est consacrée aux développements plus récents qui utilisent de multiples plans réticulaires (multiple hkl method) pour évaluer l'état de contrainte. On détaille donc les éléments essentiels de la mise en œuvre de cette méthode en la comparant avec la stratégie classique utilisant un seul plan réticulaire (single hkl method).

Mots clefs : Diffraction, contraintes, incertitudes, micromécanique

1 Introduction

Pour de nombreuses applications, la connaissance du champ de contrainte résiduelle résultant des différentes étapes de fabrication est un élément important d'une démarche de dimensionnement (e.g. [1]). Les sollicitations thermo-mécaniques et les comportements associés à ces étapes de fabrication sont souvent trop complexes pour qu'il soit possible d'estimer raisonnablement le champ de contrainte résiduelle par des outils de simulation. Il est donc nécessaire de disposer de techniques expérimentales fiables pour déterminer les contraintes (résiduelles) et ainsi considérer leur impact, en particulier pour le dimensionnement des structures industrielles.

Parmi les différentes méthodes expérimentales disponibles, les techniques diffractométriques sont largement utilisées pour l'analyse des contraintes dans les matériaux cristallins [2, 3]. Pour les diffractomètres

Etape 1	Correction des intensités mesurées → $I = f(d, \psi, \phi), \delta I = f(d, \psi, \phi)$
Etape 2	Localisation des pics de diffraction → $d_{hkl}(\psi, \phi), \delta d_{hkl}(\psi, \phi)$
Etape 3	Détermination des déformations réticulaires → $\epsilon_{hkl}(\psi, \phi), \delta \epsilon_{hkl}(\psi, \phi)$
Etape 4	Détermination de l'état de contrainte → $\sigma, \delta \sigma$

TABLE 1 – Etapes de la procédure d'exploitation des données pour l'analyse des contraintes par diffraction.

de laboratoire, l'analyse des contraintes repose sur la mesure de l'intensité I du rayonnement diffracté en fonction de l'angle d'incidence θ pour différentes orientations du vecteur diffraction. L'ensemble de données expérimentales ainsi obtenues doit ensuite être exploité pour aboutir à une estimation de l'état de contrainte et des incertitudes associées. Les principales étapes d'exploitation de ces données sont listées dans le tableau ci-dessous.

Dans ce travail, l'impact de la stratégie retenue pour la réalisation des étapes (1-4), qui doivent aboutir à l'évaluation de l'état de contrainte et des incertitudes associées, est discuté. Plus particulièrement, on s'intéresse d'abord à l'évaluation des erreurs statistiques associées aux valeurs d'intensité mesurées. L'effet des corrections qui permettent de s'affranchir des aberrations d'origine physique ou géométrique est abordé dans la seconde partie. Les méthodes usuelles de localisation des pics de diffraction sont ensuite comparées en terme de précision. L'évaluation des constantes d'élasticité radiocristallographiques, qui constitue un préalable au calcul des contraintes, est discutée dans la quatrième partie. La dernière partie de cet article se concentre sur l'estimation des contraintes et des incertitudes associées à partir des positions des pics de diffraction.

2 Intensité et erreur statistique

La réalisation d'une analyse par diffraction repose sur l'enregistrement d'un ensemble de profils de diffraction à chacun desquels est associé une direction repérée par les angles ψ et ϕ (voir figure 1). Comme l'illustre la Figure 2, un profil de diffraction est un ensemble fini de points qui font correspondre une intensité I à une position angulaire 2θ . A cause du caractère aléatoire inhérent au comptage des photons, la valeur d'intensité est néanmoins entachée d'une erreur statistique. Ainsi, parce que la présence de cette erreur statistique affecte la position des pics de diffraction, donc l'estimation de l'état de contrainte, il convient de l'évaluer.

L'approche classiquement utilisée suppose que le nombre de coups C enregistré lors d'une acquisition de durée t pour une position 2θ fixée suit une distribution de Poisson. La variance associée $\text{var}(C)$ est donc donnée par :

$$\text{var}(C) = C \quad (1)$$

L'erreur statistique associée à la mesure du nombre de coups peut être caractérisée à partir de l'écart-type δC qui est simplement donné par la racine carrée de la variance, i.e. $\delta C = \sqrt{C}$. L'intensité I est définie comme le nombre de coups par unité de temps. L'intensité I et l'incertitude statistique associée

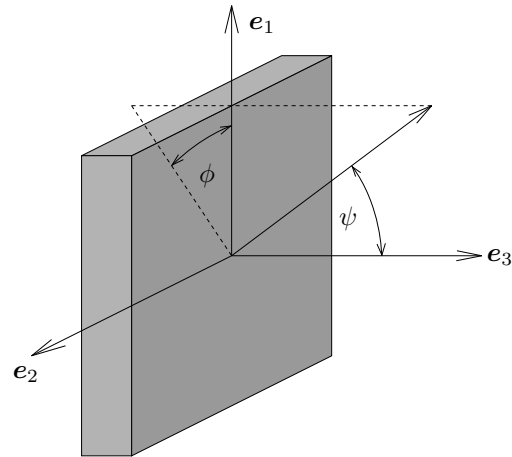


FIGURE 1 – Définition des angles ϕ et ψ par rapport à la base (e_1, e_2, e_3) attachée à l'échantillon.

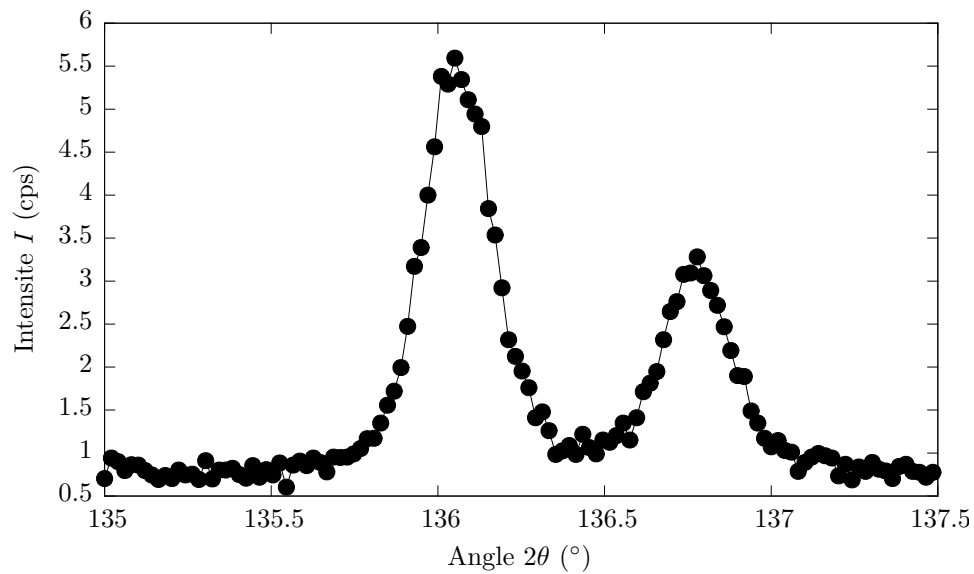


FIGURE 2 – Profil de diffraction obtenu pour un échantillon de corindon avec une longueur d'onde correspondant à la raie K_α du cuivre.

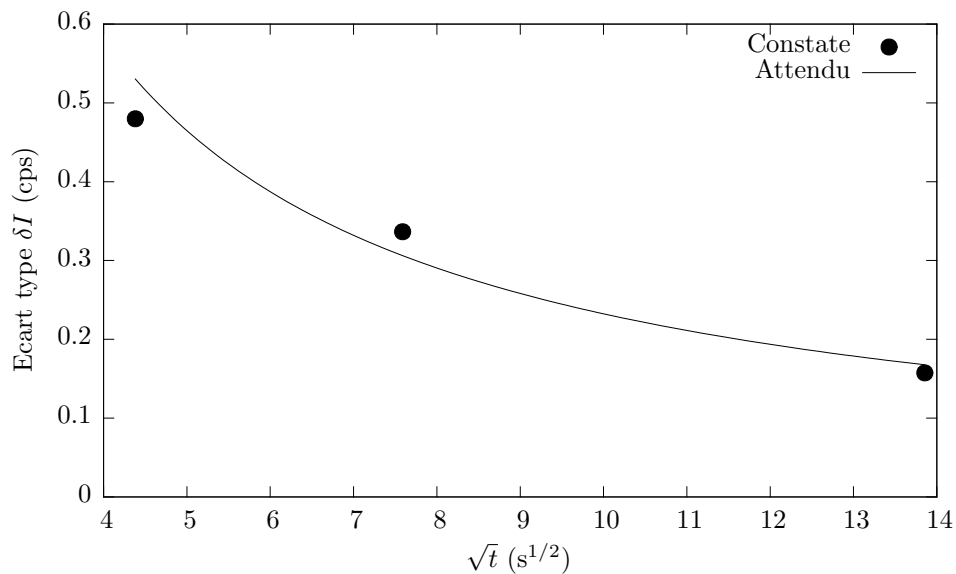


FIGURE 3 – Evolution de l'écart-type δI associée à la mesure d'intensité I en fonction du temps d'acquisition t . La mesure d'intensité est réalisée pour une position 2θ fixée qui correspond à la réflexion $\{416\}$ d'un échantillon de corindon avec une longueur d'onde correspondant à la raie K_{α} du cuivre.

δI s'expriment donc [4] :

$$I = \frac{C}{t} \quad (2)$$

$$\text{var}(I) = \left(\frac{\partial I}{\partial C}\right)^2 \text{var}(C) = \frac{C}{t^2} \quad (3)$$

$$\delta I = \sqrt{\text{var}(I)} = \sqrt{\frac{I}{t}} \quad (4)$$

La Figure 3 montre l'évolution de l'écart-type δI associé à la mesure d'intensité pour une position 2θ fixée qui correspond à la réflexion $\{416\}$ du corindon. L'écart-type a été évalué pour des temps d'acquisition de 19,2, 57,6 et 192 secondes à partir de 50 mesures pour chacun de ces temps. Puisque l'écart-type constaté est raisonnablement proche de celui attendu, la relation (4) fournit une estimation raisonnable de l'écart-type associé à l'intensité mesurée pour une position 2θ .

3 Correction des intensités

Facteurs de polarisation, de Lorentz et d'absorption Avant de localiser les pics des diffractions, il convient de prendre en compte les aberrations d'origine physique ou géométrique qui affectent l'intensité I du faisceau diffracté. L'effet de ces aberrations peut être intégré au travers de trois facteurs de correction, notés P , L et A , qui correspondent respectivement aux corrections de polarisation, de Lorentz et d'absorption.

Le facteur P tient compte du fait que la direction de polarisation des photons est susceptible de changer sous l'effet de la diffraction. Pour un diffractomètre de laboratoire, qui produit des rayons X non polarisés, le facteur P s'exprime [5] :

$$P = \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{2} \quad (5)$$

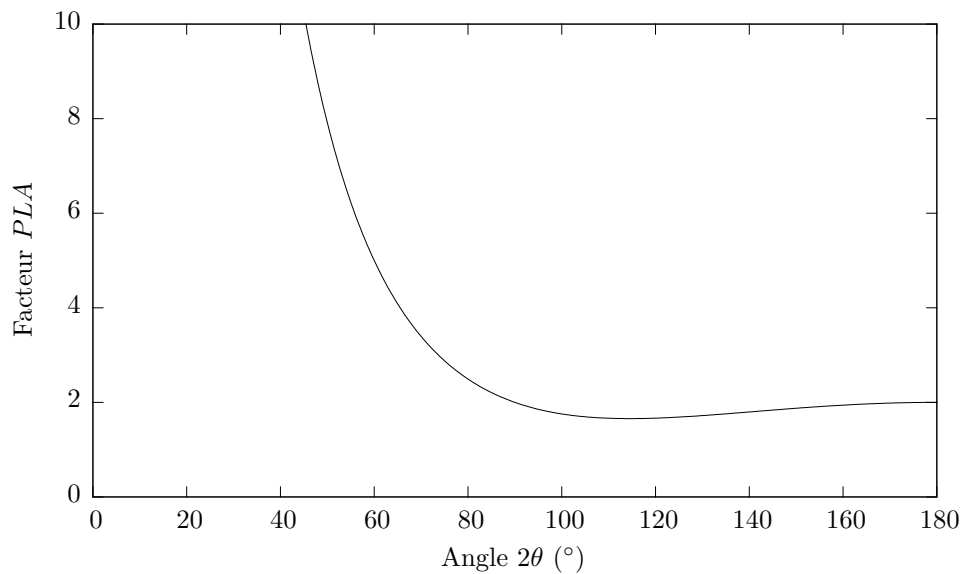


FIGURE 4 – Evolution du facteur de correction PLA en fonction de l'angle 2θ pour le mode ψ .

Le facteur de Lorentz L permet d'effectuer une correction géométrique qui traduit la dépendance de l'intensité diffractée vis-à-vis de la position 2θ [2] :

$$L = \frac{1}{\sin^2(\theta)} \quad (6)$$

L'intensité du faisceau diffracté est également impactée par les phénomènes d'absorption. Selon le montage (ψ ou Ω) utilisé pour l'analyse de contraintes, le facteur d'absorption A s'écrit [6] :

$$A = \begin{cases} \frac{1}{2\mu} & \text{(mode } \psi) \\ \frac{1}{2\mu} (1 - \tan(\psi) \cot(\theta)) & \text{(mode } \Omega) \end{cases} \quad (7)$$

où μ est le coefficient d'absorption pour la longueur d'onde considérée.

Ces différents facteurs de corrections peuvent être regroupés pour définir former un unique facteur PLA tel que :

$$PLA \propto \begin{cases} \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{\sin^2(\theta)} & \text{(mode } \psi) \\ \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{\sin^2(\theta)} (1 - \tan(\psi) \cot(\theta)) & \text{(mode } \Omega) \end{cases} \quad (8)$$

Le facteur PLA est représenté en fonction de l'angle 2θ sur la Figure 4. Dans la plage $[120^\circ, 180^\circ]$, qui correspond au domaine angulaire classiquement utilisé pour l'analyse de contraintes, le facteur PLA évolue relativement peu. Ainsi, sauf pour des pics fortement élargis, le facteur de correction PLA n'affecte pas significativement la position des pics de diffraction.

Elimination du bruit de fond Le signal diffracté contient une contribution du bruit de fond dont il faut s'affranchir avant de localiser les pics de diffraction. Il s'agit alors de séparer l'intensité nette I_n du pic de diffraction de l'intensité du bruit de fond I_b à partir de la décomposition additive :

$$I(2\theta) = I_b(2\theta) + I_n(2\theta) \quad (9)$$

L'élimination du bruit de fond repose sur une modélisation de celui-ci par une fonction simple, généralement un polynôme de faible degré. Afin d'identifier les paramètres de cette fonction, la stratégie classique consiste à isoler un certain nombre de points situés à gauche et à droite du pic de diffraction. Ces points doivent être suffisamment éloignés du pic de diffraction pour qu'on puisse considérer que l'intensité totale I se réduit à la seule contribution du bruit de fond I_b . Cette méthode est toutefois subjective et il convient d'être prudent sur le nombre de points retenus pour l'évaluation du bruit de fond. Elle peut également donner des résultats erronés dès lors que la plage 2θ est réduite et que les pics sont tronqués.

Une méthode alternative pour l'estimation du bruit de fond consiste à utiliser une approche itérative. L'idée est de considérer initialement l'ensemble des points expérimentaux pour effectuer une première estimation I_b du bruit de fond. Il est possible de construire une deuxième estimation de bruit de fond en excluant les points pour lesquels l'intensité I excède d'au moins δI l'intensité du bruit de fond I_b . Cette approche peut être répétée jusqu'à ce que la procédure converge vers une estimation finale du bruit de fond.

La Figure 5 montre une comparaison entre les deux méthodes d'estimation du bruit de fond. L'avantage de la procédure itérative est qu'elle ne nécessite pas de choisir *a priori* le nombre de points à retenir pour l'estimation du bruit de fond. Elle permet donc d'adapter le nombre de points retenus en fonction du rapport entre la largeur de pic et la plage d'acquisition 2θ et ainsi affiner l'estimation du bruit de fond, donc *in fine* la localisation des pics (voir section 4).

Séparation du doublet $K_{\alpha 1}/K_{\alpha 2}$ Pour un diffractomètre de laboratoire, le faisceau de rayons X n'est généralement pas monochromatique. Si la présence d'une longueur d'onde λ_β due à la raie K_β de la cible utilisée peut être atténuée par la mise en place d'un filtre ou par une discrimination en énergie suffisamment fine, il n'est pas possible de s'affranchir de la présence des longueurs d'onde $\lambda_{\alpha 1}$ et $\lambda_{\alpha 2}$ des raies $K_{\alpha 1}$ et $K_{\alpha 2}$. La présence de ces deux longueurs d'onde provoque une asymétrie des pics de diffraction, qui peut être problématique, en particulier lorsque la méthode de localisation des pics de diffraction suppose qu'ils soient symétriques ou qu'on souhaite évaluer la largeur des pics de diffraction. Il est possible de séparer les contributions respectives des longueurs d'onde $\lambda_{\alpha 1}$ et $\lambda_{\alpha 2}$, notées I_1 et I_2 , en appliquant la correction de Rachinger [7]. Celle-ci repose sur la décomposition suivante de l'intensité diffractée :

$$I_n(2\theta) = I_1(2\theta) + I_2(2\theta) \quad (10)$$

$$= I_1(2\theta) + rI_1(2\theta - 2\delta) \quad (11)$$

où le coefficient r est généralement proche de 1/2 et l'angle de séparation δ est donné par :

$$\delta = \sin^{-1} \left(\frac{\lambda_{\alpha 2} - \lambda_{\alpha 1}}{\lambda_{\alpha 1}} \sin(\theta) + \sin(\theta) \right) - \theta \quad (12)$$

A titre d'exemple, l'impact de la correction de Rachinger sur le profil de diffraction obtenu pour le pic $\{416\}$ du corindon avec la raie K_α du cuivre est montré sur la Figure 6.

4 Localisation des pics de diffraction

Une fois les corrections appliquées, il est possible de convertir le signal $I = f(2\theta)$ en un signal $I = f(d)$ qui doit permettre de déterminer la position d_{hkl} des pics de diffraction associés à une famille de

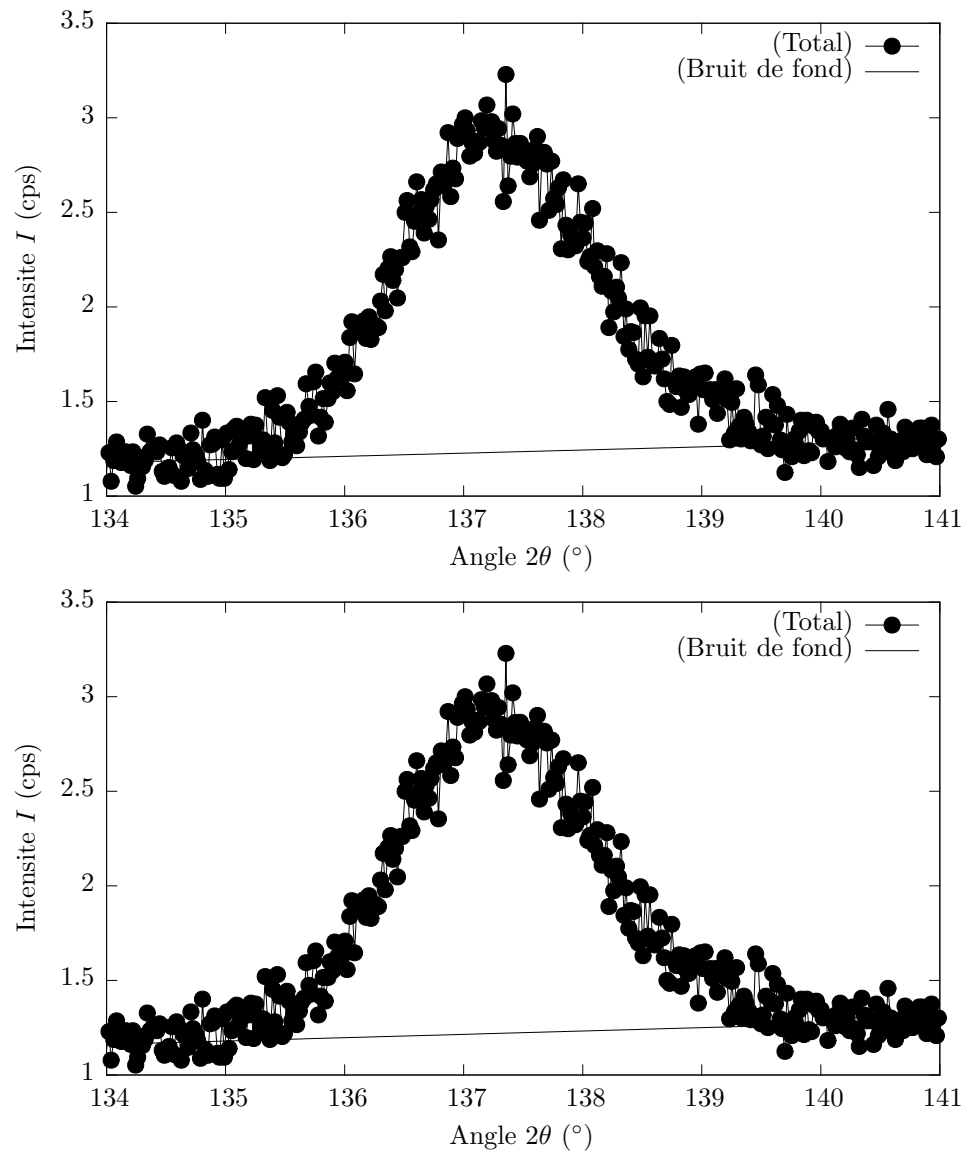


FIGURE 5 – Estimation du bruit de fond pour le profil de diffraction correspondant à la réflexion $\{422\}$ d'un échantillon d'aluminium avec une longueur d'onde correspondant à la raie K_α du cuivre. Les résultats de la méthode classique (haut) sont comparable avec ceux de la méthode itérative (bas).

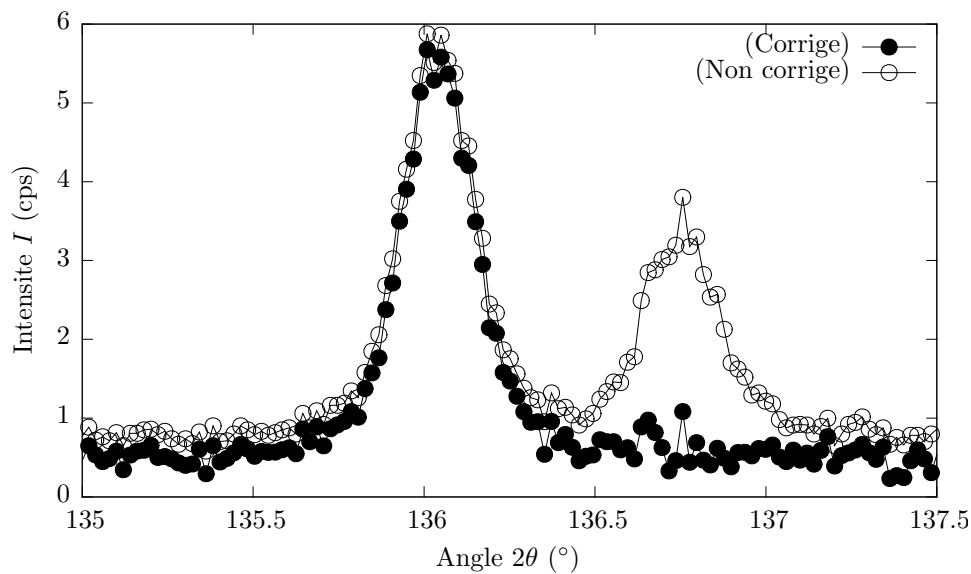


FIGURE 6 – Profil de diffraction correspondant à la réflexion $\{416\}$ d'un échantillon de corindon avec une longueur d'onde correspondant à la raie K_{α} du cuivre. Le profil initial (non corrigé) est comparé à celui obtenu après correction de Rachinger (corrigé).

plans $\{hkl\}$. La maîtrise de l'incertitude statistique nécessite également de connaître l'erreur statistique δd_{hkl} correspondante. Les méthodes classiquement utilisées pour la localisation des pics de diffraction sont le lissage, le barycentre et le milieu de corde.

Méthode par lissage La méthode de localisation par lissage consiste à modéliser le profil de diffraction par une fonction i choisie *a priori*. La fonction i peut contenir les contributions i_n du pic et i_b du bruit de fond. Les fonctions i_n classiquement utilisées pour la représentation des pics de diffraction sont les fonctions de Gauss, de Lorentz, de Pearson VII ou de pseudo-Voigt. Comme précédemment, le bruit de fond est généralement décrit par une fonction polynômiale de faible degré. L'avantage de l'approche par lissage est qu'elle ne nécessite pas de faire au préalable une correction du bruit de fond. De manière semblable, la correction de Rachinger utilisée pour la séparation du doublet $K_{\alpha 1}/K_{\alpha 2}$ n'est pas indispensable car la présence d'un doublet peut être intégrée directement à la fonction i_n utilisée pour la modélisation du pic de diffraction. L'application de la méthode du lissage consiste donc à ajuster un ensemble de paramètres \mathbf{p} qui inclue *a minima* la position d_{hkl} , la largeur w_{hkl} et l'intensité i_{hkl} du pic. Il s'agit alors de minimiser la somme des écarts quadratiques S entre la fonction de modélisation du pic et les données expérimentales :

$$S = \sum_d \frac{(i(d, \mathbf{p}) - I(d))^2}{\delta I(d)^2} \quad (13)$$

La somme des écarts quadratiques S est ici définie au sens de la méthode des moindres carrés pondérés, ce qui permet de réduire le poids des points pour lesquels l'incertitude δI est importante. Les paramètres \mathbf{p} , dont la position d_{hkl} , sont déterminés par une méthode numérique qui vise à minimiser S (e.g. Gauss-Newton, algorithme génétique). L'incertitude $\delta \mathbf{p}$ associée à cet ensemble de paramètres peut également être estimée, en particulier l'incertitude δd_{hkl} relative à la position d_{hkl} du pic de diffraction.

Méthode	Moyenne des positions (Å)	Moyenne des erreurs (Å)
Lissage	0,82776	$3,6030 \times 10^{-5}$
Barycentre (itérative)	0,82771	$1,2493 \times 10^{-4}$
Barycentre (classique)	0,82771	$3,4079 \times 10^{-4}$
Milieu de corde (itérative)	0,82774	$7,7833 \times 10^{-5}$
Milieu de corde (classique)	0,82773	$8,2380 \times 10^{-5}$

TABLE 2 – Comparaison entre les différentes méthodes de localisation des pics de diffraction. La position théorique du pic recherché est 0,82776 Å. Pour les méthodes du barycentre et du milieu de corde, le bruit de fond a été estimé soit par la méthode itérative, soit par la méthode classique.

Méthode du barycentre La méthode du barycentre utilise l'intensité corrigée I_1 pour déterminer la position d_{hkl} du pic de diffraction. La position est alors simplement définie par :

$$d_{hkl} = \frac{\sum_d d I_1(d)}{\sum_d I_1(d)} \quad (14)$$

L'incertitude correspondante δd_{hkl} est donnée par :

$$\delta d_{hkl} = \frac{\sqrt{\sum_d (d - d_{hkl})^2 \delta I_{1n}^2(d)}}{\sum_d I_1(d)} \quad (15)$$

Méthode du milieu de corde Pour la méthode du milieu de corde, on considère l'ensemble des points situés à gauche du maximum d'intensité $I_{max} = \max(I_1)$ et dont l'intensité est proche de 50% de I_{max} (par exemple comprise entre 40% et 60% de I_{max}). Par l'ajustement d'une fonction polynomiale simple sur cet ensemble de points, on peut obtenir la position gauche d_l correspondant à la position à mi-hauteur du pic (i.e. 50% de I_{max}), ainsi que l'incertitude correspondante δd_l . Cette méthode peut également être appliquée aux points situés à droite du maximum d'intensité pour obtenir la position d_r et l'incertitude δd_r . La position d_{hkl} du pic de diffraction est alors simplement donnée par :

$$d_{hkl} = \frac{1}{2} (d_l + d_r) \quad (16)$$

L'incertitude associée δd_{hkl} est obtenue à partir de la relation :

$$\delta d_{hkl} = \frac{1}{2} \sqrt{\delta d_l^2 + \delta d_r^2} \quad (17)$$

Comparaison Afin de comparer ces différentes méthodes, il est possible de simuler un grand nombre de pics de diffraction avec une position d_{hkl} fixée. On peut alors calculer l'écart moyen entre la position calculée pour chacun des pics à partir des méthodes précédentes et la position fixée. La Figure ci-dessous montre les résultats obtenus pour 100 pics de diffraction avec une position d_{hkl} fixée à 0,82776 Å. On constate que les meilleurs résultats sont obtenus avec la méthode du lissage. A l'opposé, la méthode du barycentre engendre des erreurs importantes. Pour la méthode du barycentre, on constate également que l'utilisation de la méthode itérative pour l'élimination du bruit de fond permet de réduire significativement l'erreur sur la localisation des pics.

5 Utilisation d'un calibrant

L'estimation de la position d_{hkl} des pics de diffraction est sensible aux défauts géométriques (e.g. positionnement de l'échantillon, alignement du faisceau). Ces défauts peuvent donc générer *in fine* une erreur systématique qu'il convient de limiter pour l'analyse des contraintes.

Les erreurs systématiques, parce qu'elles sont aisément détectées avec des échantillons de calibration (e.g. poudre), peuvent être atténuées. Il est en effet possible d'utiliser un échantillon de calibration dont les paramètres de maille sont connus pour évaluer l'erreur commise. Plus spécifiquement, les positions d_{hkl}^r d'un pic de diffraction d'une poudre de référence peuvent être déterminées pour différents angles ψ et ϕ et comparées à la valeur théorique d_{hkl}^0 pour définir une erreur de localisation Δd_{hkl} :

$$\Delta d_{hkl}(\psi, \phi) = d_{hkl}^0 - d_{hkl}^r(\psi, \phi) \quad (18)$$

En considérant que les erreurs géométriques sont constantes dans le temps, les positions d_{hkl} obtenues pour l'échantillon qu'on souhaite analyser peuvent être corrigées pour définir des positions d_{hkl}' comme suit :

$$d_{hkl}'(\psi, \phi) = d_{hkl}(\psi, \phi) + \Delta d_{hkl}(\psi, \phi) \quad (19)$$

Si cette approche permet de limiter l'erreur systématique, elle a comme inconvénient d'accentuer l'erreur statistique. On peut notamment remarquer que l'erreur statistique relative à la position corrigée d_{hkl}' est donnée par :

$$\delta d_{hkl}'(\psi, \phi) = \sqrt{\delta d_{hkl}^2(\psi, \phi) + \delta d_{hkl}^{r2}(\psi, \phi)} \quad (20)$$

A titre illustratif, la méthode décrite ici a été utilisée pour corriger les positions des pics de diffraction obtenus pour un échantillon d'aluminium grenailé. Plus spécifiquement, les positions d_{422} ont été déterminées pour différents angles ψ avec un défaut d'excentrement $Z = 1$ mm de l'échantillon. Pour la réalisation de la correction, une poudre d'aluminium a également été analysée avec le même défaut d'excentrement. Les positions d_{422} correspondant à l'échantillon grenailé ont ensuite été corrigées à partir des positions d_{422}^r de la poudre d'aluminium. Comme le montre la Figure 7, l'application de la correction permet de retrouver des résultats semblables à ceux obtenus pour l'échantillon d'aluminium grenailé sans défaut d'excentrement.

6 Constantes d'élasticité radiocristallographiques

A partir des positions d_{hkl} correspondant aux différents profils de diffraction, il est possible de calculer des déformations réticulaires ϵ_{hkl} à partir de la relation :

$$\epsilon_{hkl}(\psi, \phi) = \frac{d_{hkl}(\psi, \phi)}{d_{hkl}^0} - 1 \quad (21)$$

Les incertitudes associées $\delta \epsilon_{hkl}$ sont alors données par :

$$\delta \epsilon_{hkl}(\psi, \phi) = \frac{\delta d_{hkl}(\psi, \phi)}{d_{hkl}^0} \quad (22)$$

Dans le cadre de l'élasticité linéaire, les déformations réticulaires ϵ_{hkl} sont reliées à l'état de contrainte σ par une relation du type :

$$\epsilon_{hkl}(\psi, \phi) = \mathbf{F}^{hkl}(\psi, \phi) : \sigma \quad (23)$$

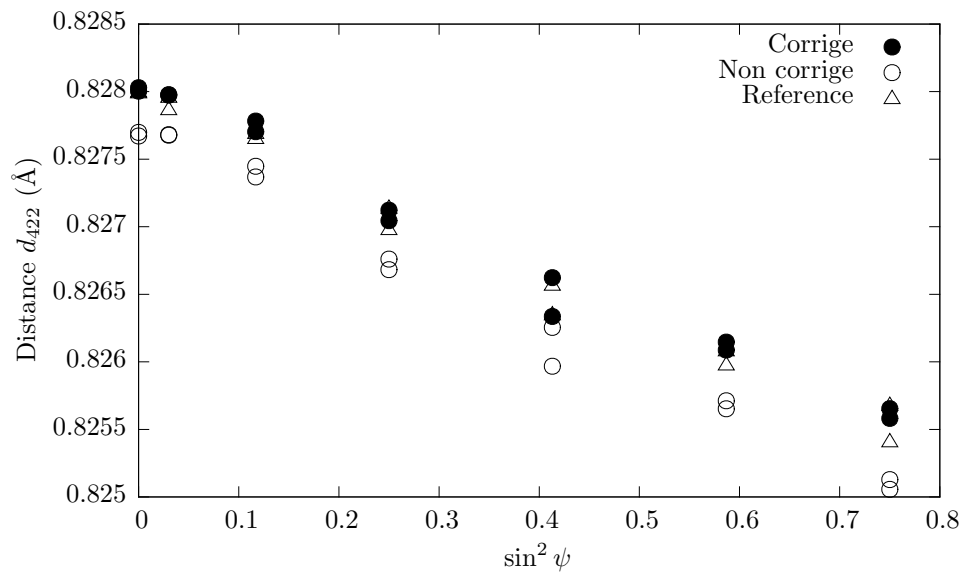


FIGURE 7 – Evolution de la distance interréticulaire d_{422} en fonction de $\sin^2 \psi$ pour un échantillon d'aluminium grenailé. Les résultats corrigés et non-corrigés ont été obtenus avec un défaut d'excentrement de 1 mm. Les résultats de référence ont été obtenus sans défaut d'excentrement.

Le tenseur symétrique F^{hkl} , introduit dans la relation précédente, dépend des propriétés de souplesses du matériau considéré. Pour un matériau donné, ce tenseur peut être déterminé expérimentalement en mesurant les déformations réticulaires causées par un état de contrainte connu (par des essais mécaniques *in situ*). Toutefois, dans de nombreuses situations pratiques, la réalisation de tels essais est trop délicate pour qu'il soit envisageable de déterminer F^{hkl} par une approche purement empirique. Une méthode alternative consiste à évaluer F^{hkl} directement à partir des propriétés de rigidité du matériau.

Matériau homogène et isotrope L'approche la plus simple est celle qui considère que le matériau étudié est isotrope et homogène, quelle que soit l'échelle d'observation. Dans ce cas particulier, les composantes du tenseur F^{hkl} s'expriment à partir du coefficient de Poisson ν et du module de Young E comme suit :

$$F_{11}^{hkl} = \frac{1 + \nu}{E} \sin^2 \psi \cos^2 \phi - \frac{\nu}{E} \quad (24)$$

$$F_{22}^{hkl} = \frac{1 + \nu}{E} \sin^2 \psi \sin^2 \phi - \frac{\nu}{E} \quad (25)$$

$$F_{33}^{hkl} = \frac{1 + \nu}{E} \cos^2 \psi - \frac{\nu}{E} \quad (26)$$

$$F_{12}^{hkl} = \frac{1 + \nu}{E} \sin^2 \psi \sin 2\phi \quad (27)$$

$$F_{13}^{hkl} = \frac{1 + \nu}{E} \sin 2\psi \cos \phi \quad (28)$$

$$F_{23}^{hkl} = \frac{1 + \nu}{E} \sin 2\psi \sin \phi \quad (29)$$

Dans le cadre de cette approche, le tenseur F^{hkl} est indépendant de la famille de plans réticulaires $\{hkl\}$ considérés. Elle ne prend donc pas en compte le fait que, même lorsque les propriétés de rigidité sont macroscopiquement isotropes, les matériaux polycristallins sont hétérogènes, constitués d'un grand nombre de cristaux dont les propriétés de rigidité sont anisotropes.

Matériau hétérogène et isotrope Une approche alternative, largement utilisée en pratique, consiste à considérer le caractère anisotrope des propriétés de rigidité d'un cristal. Plus spécifiquement, on suppose que les cristaux sont aléatoirement orientés de sorte que, si les propriétés de rigidité macroscopiques sont isotropes, le matériau n'en reste pas moins hétérogène. La définition du tenseur \mathbf{F}^{hkl} reste inchangée à ceci près que le coefficient de Poisson ν_{hkl} et le module de Young E_{hkl} dépendent de la famille $\{hkl\}$ considérée :

$$F_{11}^{hkl} = \frac{1 + \nu_{hkl}}{E_{hkl}} \sin^2 \psi \cos^2 \phi - \frac{\nu_{hkl}}{E_{hkl}} \quad (30)$$

$$F_{22}^{hkl} = \frac{1 + \nu_{hkl}}{E_{hkl}} \sin^2 \psi \sin^2 \phi - \frac{\nu_{hkl}}{E_{hkl}} \quad (31)$$

$$F_{33}^{hkl} = \frac{1 + \nu_{hkl}}{E_{hkl}} \cos^2 \psi - \frac{\nu_{hkl}}{E_{hkl}} \quad (32)$$

$$F_{12}^{hkl} = \frac{1 + \nu_{hkl}}{E_{hkl}} \sin^2 \psi \sin 2\phi \quad (33)$$

$$F_{13}^{hkl} = \frac{1 + \nu_{hkl}}{E_{hkl}} \sin 2\psi \cos \phi \quad (34)$$

$$F_{23}^{hkl} = \frac{1 + \nu_{hkl}}{E_{hkl}} \sin 2\psi \sin \phi \quad (35)$$

Sous réserve que les propriétés de rigidité à l'échelle cristalline du matériau considéré soient connues, le coefficient de Poisson ν_{hkl} et le module de Young E_{hkl} peuvent être évalués à partir d'une approche micromécanique simple (e.g. Reuss [8], Voigt [9], Kröner [10]). Ces constantes sont généralement disponibles dans la littérature pour les matériaux d'usage courant (e.g. voir [11]).

Matériau hétérogène et anisotrope Lorsque que les cristaux tendent à s'orienter préférentiellement, les propriétés de rigidité macroscopiques ne sont plus isotropes et l'approche précédente peut conduire à des erreurs plus ou moins importantes. Il est néanmoins possible de déterminer le tenseur \mathbf{F}^{hkl} par une approche micromécanique à condition de connaître la fonction de distribution des orientations (ODF) cristallographiques. L'analyse de contraintes nécessite donc de réaliser au préalable une analyse de la texture cristallographique. Ainsi, si cette approche permet de prendre en compte la texture cristallographique de l'échantillon analysé, sa mise en oeuvre est plus lourde. Aussi, dans ce dernier cas, le tenseur \mathbf{F}^{hkl} prend sa forme générale et il n'est généralement pas possible d'exprimer les différentes composantes de ce tenseur à partir d'un nombre réduit de constantes (e.g. ν_{hkl} et E_{hkl}).

Exemple d'application A titre d'exemple, les approches précédentes ont été utilisées pour évaluer le tenseur \mathbf{F}^{hkl} d'un échantillon de cuivre extrudé. A cette fin, les figures de pôles $\{111\}$, $\{200\}$ et $\{220\}$ ont été mesurées par diffraction des rayons X puis la fonction de distribution des orientations a été estimée (voir Figure 8).

Le tableau 3 montre une comparaison entre les coefficients de Poisson ν_{420} et le module de Young E_{420} obtenus avec différentes hypothèses pour la famille de plans réticulaires $\{420\}$ de l'échantillon de cuivre extrudé. On peut remarquer que, selon l'approche utilisée, des résultats relativement différents sont obtenus. Ceci s'explique par le fait que les cristaux de cuivre ont une anisotropie élastique relativement importante. Pour les matériaux dont les propriétés de rigidité monocristalline sont fortement anisotropes (e.g. cuivre, nickel), il convient donc d'être prudent quant aux constantes d'élasticité radiocristallographiques utilisées. En effet, les erreurs commises avec un mauvais choix de constantes

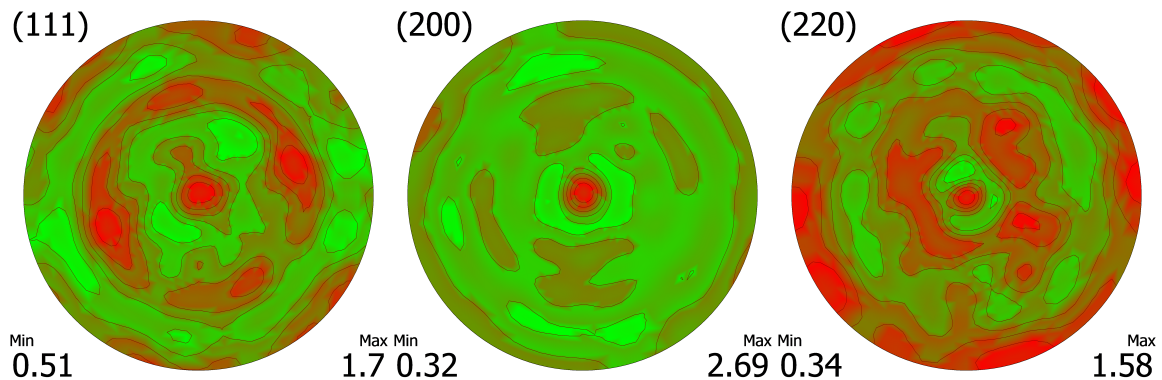


FIGURE 8 – Figures de pôles $\{111\}$, $\{200\}$ et $\{220\}$ obtenues pour un échantillon de cuivre extrudé. La direction d'extrusion est la direction normale au plan de projection stéréographique.

Hypothèse	Direction	ν_{420}	E_{420} (GPa)
Homogène et isotrope	-	0,344	129
Hétérogène et isotrope	-	0,344	121
Hétérogène et anisotrope	\perp Extrusion	0,406	115
	\parallel Extrusion	0,391	106

TABLE 3 – Comparaison entre les coefficients de Poisson ν_{420} et le module de Young E_{420} obtenus avec différentes hypothèses pour la famille de plans réticulaires $\{420\}$ d'un échantillon de cuivre extrudé.

d'élasticité peuvent être de l'ordre de plusieurs dizaines de pourcents. A cause de la relation linéaire (23), ces erreurs se repèrent directement sur l'estimation de l'état de contrainte.

7 Calcul de l'état de contrainte

La connaissance des distances interréticulaires d_{hkl} et des constantes radiocristallographiques F^{hkl} permet d'accéder à l'estimation de l'état de contrainte. En effet, en combinant les relations (22) et (23), on obtient que :

$$d_{hkl}(\psi, \phi) = d_{hkl}^0 \left(1 + \mathbf{F}^{hkl}(\psi, \phi) : \boldsymbol{\sigma} \right) \quad (36)$$

La relation précédente montre que le calcul de l'état de contrainte nécessite de connaître *a minima* six distances interréticulaires d_{hkl} pour des directions indépendantes, ce qui permet de déterminer le tenseur des contraintes complet.

Approche single hkl L'approche classique (dite *single hkl*) utilise une seule famille de plans réticulaires $\{hkl\}$ à laquelle correspondent les distances interréticulaires d_{hkl} . D'après (36), l'estimation de l'état de contrainte requiert de connaître la distance interréticulaire d_{hkl}^0 de référence, qui correspond à un état libre de contrainte. Parce qu'il est généralement compliqué de la mesurer, la distance interréticulaire d_{hkl}^0 est une inconnue du problème qui ne peut être déterminée qu'en formulant une hypothèse sur la forme du tenseur des contraintes. L'hypothèse courante, justifiée par la faible profondeur des rayons X, repose sur l'absence de contrainte normale à la surface de l'échantillon analysé (i.e. $\sigma_{33} = 0$).

Pour cette approche, la détermination de l'état de contrainte $\boldsymbol{\sigma}$ s'apparente à un problème d'optimisation

où on cherche à minimiser l'écart quadratique total S défini par :

$$S = \sum_{\phi, \psi} \frac{(d_{hkl}(\psi, \phi) - d_{hkl}^0 (1 + \mathbf{F}^{hkl}(\psi, \phi) : \boldsymbol{\sigma}))^2}{\delta d_{hkl}^2(\psi, \phi)} \quad (37)$$

Lorsque la distance d_{hkl}^0 est connue, la recherche de l'état de contrainte prend la forme d'un problème des moindres carrés linéaires dont la résolution est triviale. Si la distance de référence d_{hkl}^0 est inconnue, le problème devient non-linéaire, sa résolution à partir des méthodes classiques (e.g. Newton) reste néanmoins simple. Aussi, une fois l'état de contrainte $\boldsymbol{\sigma}$ obtenu, l'erreur statistique $\delta\boldsymbol{\sigma}$ s'obtient à partir de la matrice de variance-covariance des erreurs.

Approche multiple hkl Il est possible de généraliser l'approche précédente en considérant plusieurs familles de plans réticulaires $\{hkl\}$ [12], ce qui permet d'élargir l'ensemble des données utilisées pour la détermination de l'état de contrainte. Le problème est semblable au précédent à ceci près qu'il fait intervenir une distance d_{hkl}^0 pour chacune des familles $\{hkl\}$ considérées. Les distances d_{hkl}^0 ne sont toutefois pas indépendantes les unes des autres car liées par les paramètres de maille du système cristallin. Sauf s'il est possible d'obtenir un échantillon libre de contrainte du matériau étudié, ces paramètres de maille, dont le nombre dépend du système cristallin, ne sont généralement pas connus. Ils sont donc souvent des inconnues du problème qui, comme pour l'approche précédente, peuvent être obtenues en formulant une hypothèse sur la forme du tenseur des contraintes recherché.

De manière semblable à l'approche single hkl , la détermination de l'état de contrainte prend la forme d'un problème de minimisation de l'écart quadratique total S donné par :

$$S = \sum_{\phi, \psi, hkl} \frac{(d_{hkl}(\psi, \phi) - d_{hkl}^0(a_0, \dots) (1 + \mathbf{F}^{hkl}(\psi, \phi) : \boldsymbol{\sigma}))^2}{\delta d_{hkl}^2(\psi, \phi)} \quad (38)$$

La relation précédente est très semblable à (37), à ceci près que les paramètres de maille (e.g. a_0) sont possiblement des inconnues du problème et que la définition de l'écart quadratique total S fait intervenir les contributions des différentes familles de plans réticulaires $\{hkl\}$.

Comparaison A titre d'exemple, les profils de contrainte dans un échantillon d'inconel grenailé (issu du projet GFAC sur l'enlèvement de matière) ont été calculés avec les approches précédentes. Les résultats, ainsi que les erreurs statistiques associées, sont représentés sur la Figure 9. L'application de la méthode single hkl repose uniquement sur les distances interréticulaires obtenues pour les plans réticulaires $\{311\}$. Pour la méthode multiple hkl , les familles de plans réticulaires $\{331\}$, $\{420\}$, $\{400\}$, $\{311\}$, $\{222\}$ et $\{220\}$ ont été considérées. Pour les deux méthodes, la contrainte normale σ_{33} a été supposée nulle. La Figure 9 montre que, si l'évolution des contraintes en fonction de la profondeur est semblable pour les deux méthodes, la méthode multiple hkl permet de réduire assez largement l'erreur statistique.

Références

- [1] H. Dehmani, C. Brugger, T. Palin-Luc, C. Mareau, S. Koechlin, High Cycle Fatigue Strength of Punched Thin Fe-Si Steel Sheets, *Materials Performance and Characterization*, 5 (2016) 1–14.

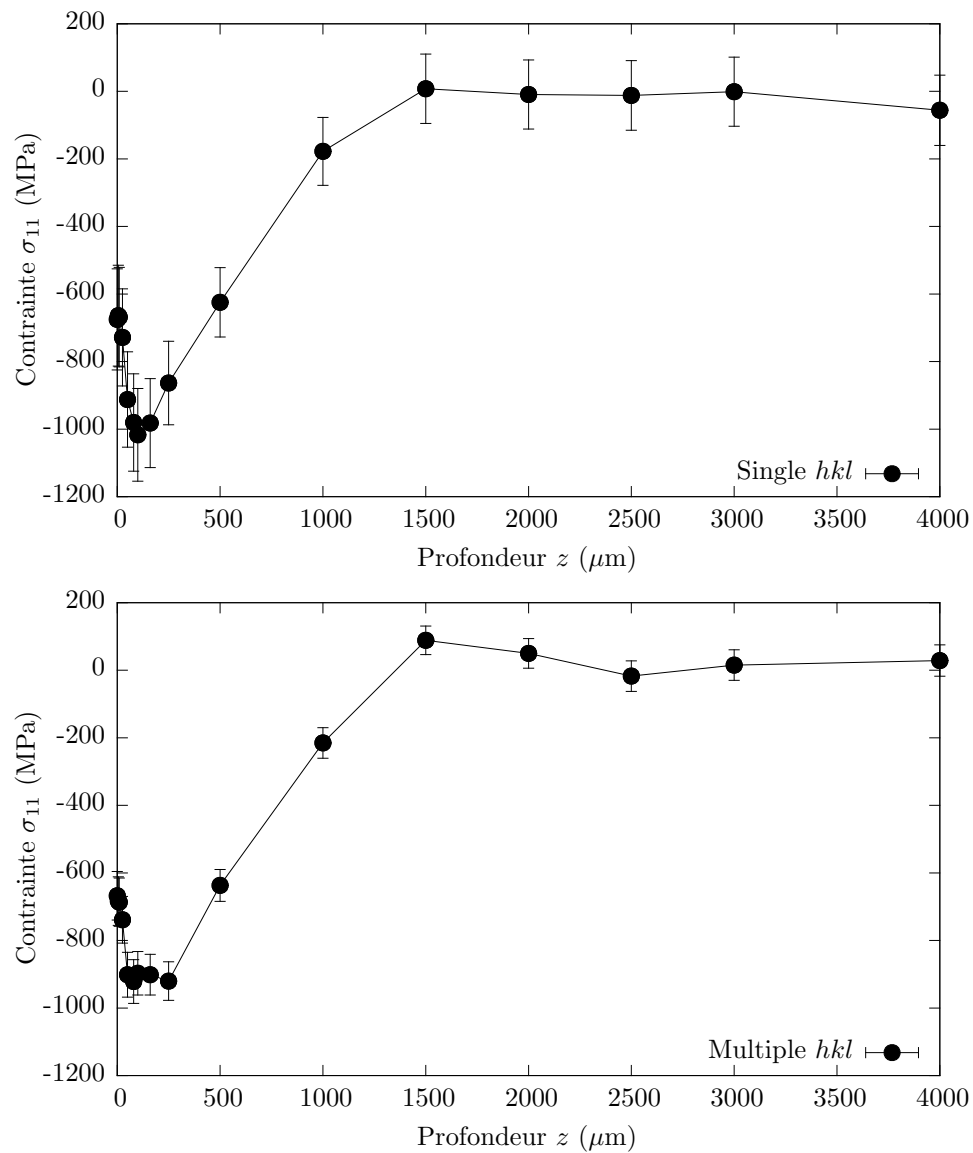


FIGURE 9 – Evolution de la contrainte radiale σ_{11} en fonction de la profondeur dans un échantillon d'inconel grenailé. L'état de contrainte a été déterminé avec les méthodes *single hkl* (haut) et *multiple hkl* (bas).

- [2] I.C. Noyan, J.B. Jerome, Residual Stress : Measurement by Diffraction and Interpretation, Springer-Verlag, New York, 1987.
- [3] V. Hauk, Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods, Elsevier Science, Amsterdam, 1997.
- [4] A.J.C. Wilson, The location of peaks, Br. J. Appl. Phys., 16 (1965) 665–675.
- [5] R. Jenkins, R.L. Snyder, Introduction to X-Ray Powder Diffractometry, John Wiley & Sons, New York, 1996.
- [6] B.D. Cullity, Elements of X-Ray Diffraction, Addison Wesley, Massachusetts, 1978.
- [7] W.A. Rachinger, A Correction for the $\alpha_1 \alpha_2$ Doublet in the Measurement of Widths of X-ray Diffraction Lines, Journal of Scientific Instruments, 7 (1948) 254–255.
- [8] A. Reuss, Z. A.gew. Math. Mech., 9 (1929) 49–58.
- [9] W. Voigt, Lehrbuch der Kristallphysik, Teubner, Leipzig/Berlin, 1928.
- [10] E. Kröner, J. Mech. Phys. Solids, 15 (1967) 319–329.
- [11] B. Eigenmann, E. Macherauch, Röntgenographische Untersuchung von Spannungszuständen in Werkstoffen, Mat.-wiss. u. Werkstofftech., 27 (1996) 426–437.
- [12] B.B. He, Two-dimensional X-ray diffraction, John Wiley & Sons, Hoboken, New Jersey, 2009.