

# Analyse des contraintes sur un prototype diffractométrique X : cas de l'acier 35NCD16 traité

K. A. KASSEGNE<sup>1</sup>, A. PIANELLI<sup>2</sup>, P. DINGREMON<sup>2</sup>

1. Département génie mécanique, École nationale supérieure d'ingénieurs, université du Bénin - B.P. 1515 Lomé Togo, Tél. : 25.66.42 Fax (228) 25.97.36, e-mail : kkassegn@tg.refer.org, kkassegn@yahoo.fr  
 2. Laboratoire de science et génie des matériaux métalliques - École des mines de Nancy, Parc de Saurupt - 54042 Nancy Cedex - France, Tél. : 03.83.57.41.97 - Fax 03.83.57.97.94, Télex EMN 850 661 F.

## Introduction

Les progrès récents en matière d'informatique, d'automatisation, de production et de détection des rayons X ont permis de concevoir des équipements d'extensométrie par diffractométrie X compacts, rapides et automatiques. Afin de mieux répondre aux besoins des industriels qui sont variables dans le temps, aujourd'hui le chercheur est amené à utiliser des équipements prototypes modulables à volonté. C'est le cas de ce diffractomètre qui est équipé d'un Détecteur à localisation linéaire (DLL) et d'un goniomètre sur lequel est monté un berceau d'Euler décentré et ouvert, réunissant 4 rotations et 2 translations. Pour analyser

les contraintes résiduelles sur cet équipement de haute technologie mais sans organe soft, nous avons rédigé et adapté un jeu d'outils logiciels qui gèrent les organes d'orientation de l'échantillon et d'enregistrement des données, pendant les mesures et qui interprètent les résultats (KASSEGNE, 1992). L'application présentée ici porte sur un acier (35NCD16), fourni par la société BALZER, spécialisée dans la confection des outils de coupe et destinés à recevoir un dépôt métallique. Nous sommes donc amenés à effectuer l'analyse de l'état des contraintes de cet acier, suivant la préparation de ses surfaces avant le revêtement métallique superficiel, car l'adhérence et la performance de ce dépôt dépendront de l'état initial des contraintes résiduelles.

## Principe de la méthode

Le principe de la mesure des contraintes par diffraction X est connu et consiste à irradier une surface métallique par un faisceau collimaté de rayons X et de recueillir, par un détecteur, une partie des photons diffractés, suivant une position bien déterminée. La représentation des intensités mesurées  $I$ , en fonction de l'angle d'observation  $2\theta, \chi$  est une convolution de courbes de Gauss et de Cauchy (CASTEX *et al.*, 1987). Dans le cas où le matériau analysé a une isotropie de comportement mécanique (coefficient d'anisotropie = 1) (KASSEGNE, 1992 ; HAUK *et al.*, 1982), son module d'Young  $E$  et son coefficient de Poisson  $\nu$  ne varient pas avec la direction de mesure  $(\phi, \chi)$  (figure 1) et la déformation  $\epsilon_{\phi, \chi}$  dans cette direction est reliée aux contraintes  $\sigma_{ij}$  ( $i = 1, 2, 3$ ) par la relation (1).

$$\epsilon_{\phi, \chi} = \frac{1}{2} S_2 C_1(\phi) \sin^2 \chi + \frac{1}{2} S_2 C_2(\phi) \sin 2\chi + S_1 (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \frac{1}{2} S_2 \sigma_{33} \quad (1)$$

Avec :  $C_1(\phi) = \sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi + \sigma_{12} \sin 2\phi - \sigma_{33}$  (2)

$$C_2(\phi) = \sigma_{31} \cos \phi + \sigma_{23} \sin \phi \quad (3)$$

$S_1 = -\frac{\nu}{E}$  et  $\frac{1}{2} S_2 = \frac{1+\nu}{E}$  les constantes élastiques du matériau.

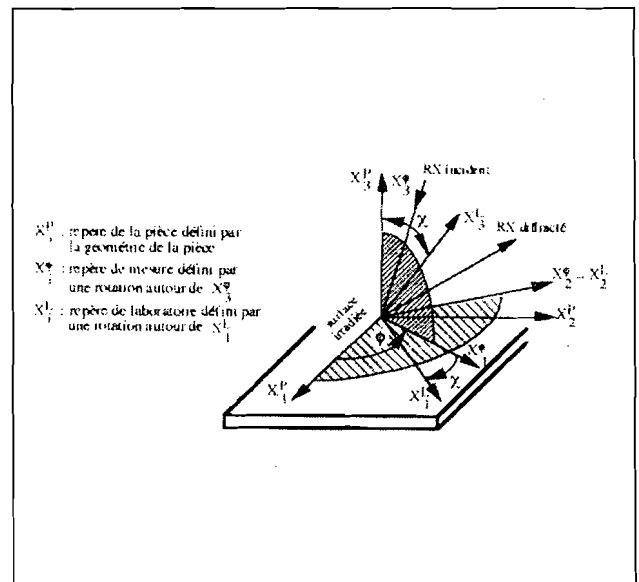


Figure 1: Repérage géométrique.

La méthode de localisation de la position des pics de diffraction sera fonction surtout de leur largeur (KASSEGNE *et al.*, 1995). On montre (PERRY *et al.*, 1984) que  $\varepsilon_{\phi,\chi}$ , donc l'angle de Bragg  $\theta_{\phi,\chi}$  dans la direction  $(\phi,\chi)$  est une fonction elliptique de  $\sin^2\chi$  dans le cas d'un état triaxial de contraintes. La pente du grand axe de l'ellipse permet de calculer  $\sigma_{ii}$ , son ouverture est proportionnelle à  $\sigma_{i3}$ .

On a donc sur un graphe  $\theta_{\phi,\chi} = f(\sin^2\chi)$  :

- ordonnée à l'origine :  $S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \frac{1}{2}S_2 \sigma_{33}$  ;
- pente :  $\frac{1}{2} S_2 C_1(\phi)$  ;
- point de passage à zéro :  $\sin^2\chi = -2S_1/S_2$  ;
- ouverture de l'ellipse à  $\chi = 45^\circ$  :  $S_2 C_2(\phi)$ .

La régression elliptique de l'expression (1), dans trois directions de mesure  $\phi = 0^\circ, 45^\circ$  et  $90^\circ$ , permet de déterminer les coefficients  $C_1(\phi)$  et  $C_2(\phi)$ , donc les contraintes de traction ou de compression  $\sigma_{ij}$  ( $i = j$ ) et les contraintes de cisaillement  $\sigma_{ij}$  ( $i \neq j$ ). Compte tenu de la faible pénétration des matériaux par les rayons X [6], on considère généralement que  $\sigma_{33} = 0$ .

### Matériel d'expérimentation

Le diffractomètre, sur lequel nous avons mené l'analyse des déformations/contraintes, est un prototype dénommé C4XY à 4 cercles, avec une table de translation XY. L'axe horizontal  $A_\chi$  de rotation de l'échantillon, décrivant les orientations  $\chi$ , est perpendiculaire à l'axe verticale  $A_\theta$  portant les mouvements  $(\omega, 2\theta)$ . Le point de rencontre de ces deux axes détermine le centre de la sphère des mouvements et représente le point d'examen de l'échantillon (figures 2 et 3). Ce montage sans monochromateur permet de modifier la longueur d'onde  $\lambda$  d'irradiation en échangeant le tube émetteur.

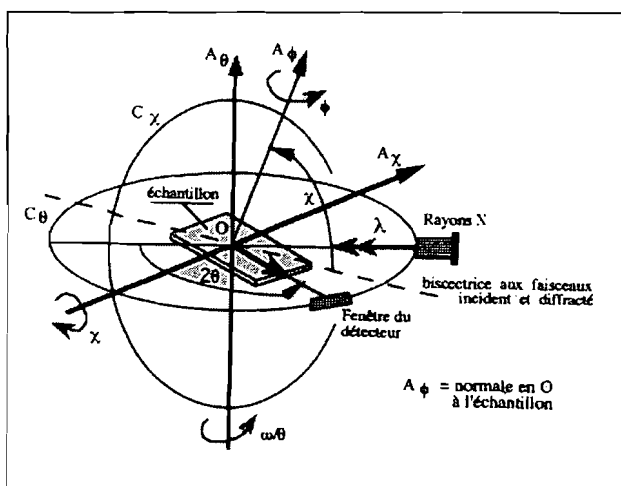


Figure 2 : Repérage angulaire du goniomètre C4XY.

La complexité de réalisation des accessoires, surtout mécaniques, de rotations des angles  $\chi$ , fait que ce type de montage est moins répandu.

Pour réaliser ce prototype qui a été une idée originale de notre laboratoire (Diffractométrie X de l'École des mines de Nancy), il a fallu associer les performances technologiques de deux spécialistes en diffractométrie : les sociétés HUBER (Allemagne) et SIEMENS (France et Allemagne). Ce prototype à 6 mouvements est constitué d'un goniomètre à rotations  $(\omega, 2\theta)$  sur lequel est monté un berceau d'Euler  $C_\chi$ , ouvert et décentré, avec un décalage de plan de 100 mm par rapport à l'axe du goniomètre (figure 3).

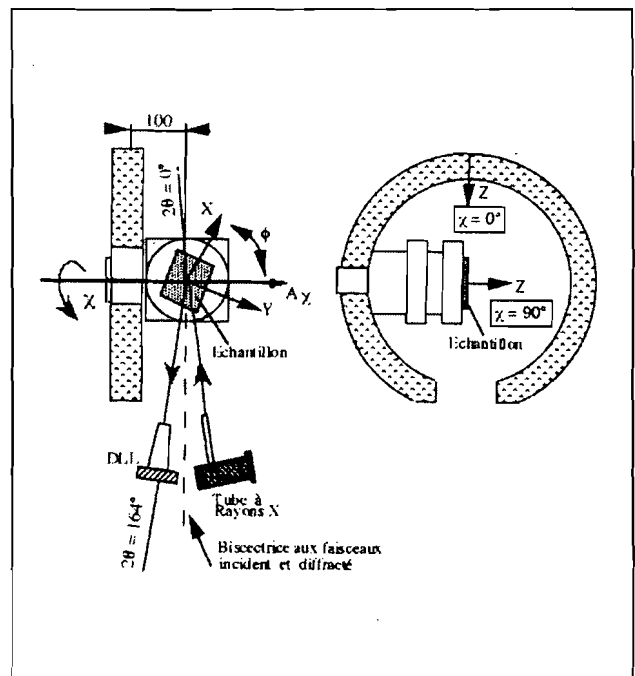


Figure 3 : Représentation schématique du berceau d'Euler C4XY.

La rigidité de ses organes lui permet de supporter des échantillons de masse et encombrement importants ( $150 \times 150 \times 20 \text{ mm}^3$ ; 6 Kg) et l'ouverture du cercle  $C_\chi$  offre le libre passage du collimateur du détecteur lors des rotations  $\omega$  du berceau d'Euler et  $2\theta$  du détecteur.

Les intensités de rayonnement sont localisées par un détecteur à localisation linéaire (DLL), de fabrication ELPHYSE, avec son électronique DACO-MP qui comprend le traitement des informations, la discrimination, l'ictomètre (Ratemeter) et un analyseur multicanal à 4 valeurs : 4096 ; 2048 ; 1024 et 512 canaux.

Il est utilisé en mode 3, c'est-à-dire à 512 canaux avec un pas en  $2\theta$  de  $0.02^\circ$  et une largeur de fenêtre  $w = 2$  ( $0 \leq w \leq 7$ ), ce qui correspond à 384 canaux actifs d'enregistrement, c'est-à-dire :  $512 - w(2 \times 32) = 384$ .

La valeur 32 correspond au nombre de canaux inactifs sur chaque côté du DLL.

L'association du DLL à ce goniomètre 4 cercles confère au diffractomètre une grande originalité et en toute évidence, un tel système ne dispose pas de logiciels et il a fallu donc les mettre au point (KASSEGNE, 1992).

## Expérimentation

L'expérimentation a porté sur un acier spécial, faiblement allié, qui constitue une matrice pour un revêtement métallique. Il s'agit du 35NCD16 (0.35 % de carbone - 4 % de nickel - faible proportion de chrome et de molybdène) fourni par la société BALZER, spécialisée dans la confection des outils de coupe et destinés à recevoir un dépôt métallique (nitride de titane). Signalons que BALZER garde un certain secret concernant cet acier, notamment sa structure, ses techniques de traitement, de revêtement et de contrôle de la couche de nitride de titane. Nos investigations ne portent ici que sur l'analyse de l'état des contraintes résiduelles des surfaces de cet acier qui ont été préparées selon les configurations suivantes :

- Surfaçage de l'acier suivi d'une trempe et d'un revenu :
  - face rectifiée ;
  - face rectifiée puis polie.
- Diffusion d'azote sans formation de nitride :
  - face rectifiée ;
  - face rectifiée puis polie.
- Diffusion d'azote avec formation de nitride  $g'Fe_4N$  ou  $eFe_{2-3}N$  :
  - face rectifiée ;
  - face rectifiée puis polie.

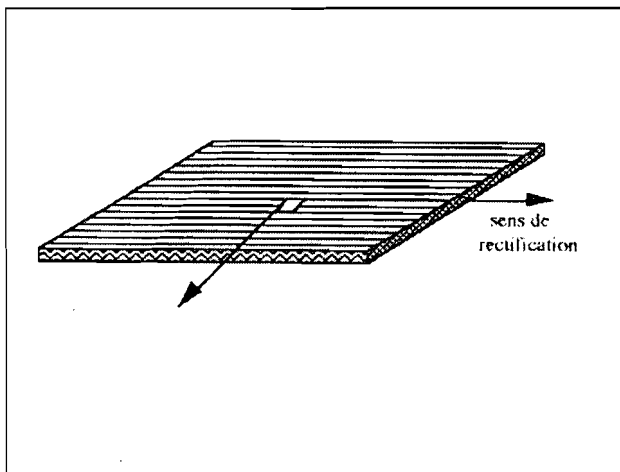


Figure 4 : Géométrie du sens de rectification du 35NCD16.

Pour chaque cas, nous avons enregistré 66 profils d'intensités  $I(2\theta)$  correspondant à 6 directions  $\phi$  ( $0^\circ - 45^\circ - 90^\circ - 122^\circ - 160^\circ - 210^\circ$ ) et 11 directions  $\chi$  ( $-45^\circ$  à  $45^\circ$ ) (KASSEGNE *et al.*, 1995). Les conditions de mesures et de détermination des contraintes sont celles du tableau I. La durée d'acquisition par profil est de 4 minutes et le détecteur a été positionné à  $2\theta = 155.5^\circ$ .

Tableau I. Conditions de mesures et de détermination des contraintes.

Radiation	K $\alpha$ du Cr
Diamètre du spot	1.29 mm pour $\chi = 0^\circ$
Plan de diffraction	{211}
Module d'Young E	210 000 MPa
Coefficient de Poisson $\nu$	0.29
CER $S_1$	$-1.381 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$
CER $\frac{1}{2} S_2$	$6.143 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$
Coefficient d'anisotropie A	1 (modèle de VOIGT)

## Résultats et discussions

### Surfaçage de l'acier 35NCD16 suivi d'une trempe et d'un revenu (figure 4)

#### Face rectifiée

Le repérage géométrique de l'échantillon (figures 1 et 2) sur le goniomètre est réalisé de manière à ce que la position  $\phi = 90^\circ$  corresponde au sens de rectification (figure 4). Le coefficient  $C_2(90)$  du tableau II, correspondant à  $\sigma_{23}$ , montre bien l'orientation dans laquelle les contraintes de cisaillement ont plus d'effet sur la déformation. L'ouverture de l'ellipse des moindres carrés (figure 7) y est donc plus importante alors qu'elle est quasi nulle dans la direction perpendiculaire ( $C_2(0) \approx 0$ ).

#### Face rectifiée puis polie

Par rapport aux valeurs du tableau précédent, les faibles valeurs de  $C_2(\phi)$  du tableau III montrent que le polissage de cet acier a été réalisé dans de bonnes conditions. Les déformations dues à l'effet de cisaillement ont été éliminées et dans toutes les directions  $\phi$ , les ellipses (figure 8) sont transformées en droites, ce qui situe l'échantillon dans un état de contraintes planes.

### Diffusion d'azote sans formation de nitride de fer

Après l'usinage (rectification et polissage) et le traitement de ses deux surfaces, la première préparation des surfaces de l'échantillon est réalisée par diffusion d'azote ( $3\% \text{ N}_2 + \text{H}_2$ ) à 3 mbars, sans formation de

nitride. Cette diffusion dans la matrice initiale  $\alpha$  + carbure crée, sur une épaisseur d'environ 150  $\mu\text{m}$ , une couche de  $\alpha$  + MN avec :  $M = \text{Cr} + \text{M}$  (figure 5).

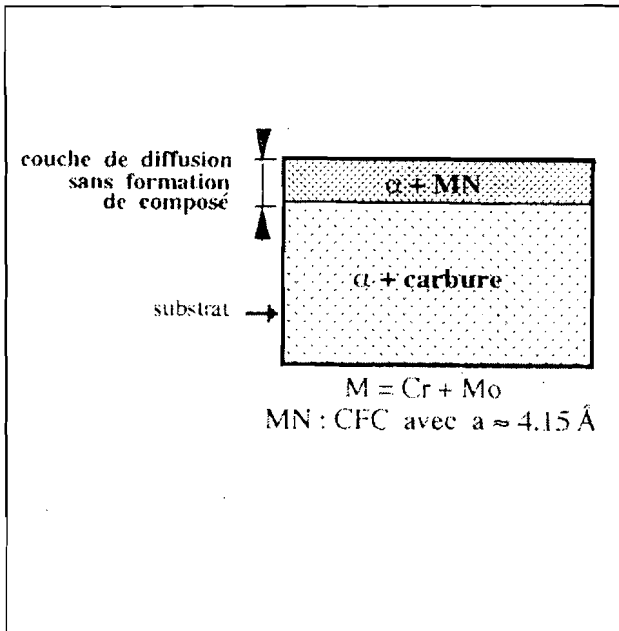


Figure 5 : Diffusion d'azote sans formation de nitride de Fer.

### Diffusion d'azote avec formation de nitride $\gamma'\text{Fe}_4\text{N}$

Après l'usinage (rectification et polissage) et le traitement de ses deux surfaces, la deuxième préparation des surfaces de l'échantillon est réalisée par nituration à 3 mbars en phase gazeuse (10-20 %  $\text{N}_2$  + 80-90 %  $\text{H}_2$ ). Il se forme sur une épaisseur de 3 à 4  $\mu\text{m}$ , une couche de nitride de fer  $\gamma'\text{Fe}_4\text{N}$  suivant le schéma de la figure 6.

L'analyse des courbes  $2\theta = f(\sin^2\chi)$  et des tableaux IV à VIII montre que la diffusion d'azote crée une nouvelle distribution de contraintes par variation du volume de la ferrite des faces rectifiée et polie de cet échantillon.

Sur la face rectifiée, cette diffusion a établi un état de contraintes planes avec une augmentation de  $\sigma_{22}$ . Les ellipses,  $2\theta$  fonction de  $\sin^2\chi$ , dues aux contraintes de cisaillement par rectification, sont transformées en droites, quelles que soient les orientations  $\phi$ . Cet effet de distribution de contraintes est encore plus accentué avec la formation de nitride  $\gamma'\text{Fe}_4\text{N}$  tout en conservant un état de contraintes planes.

Le même phénomène d'augmentation de l'état de compression est observé sur la face polie, en passant de la diffusion d'azote à la formation de nitride de fer  $\gamma'\text{Fe}_4\text{N}$ .

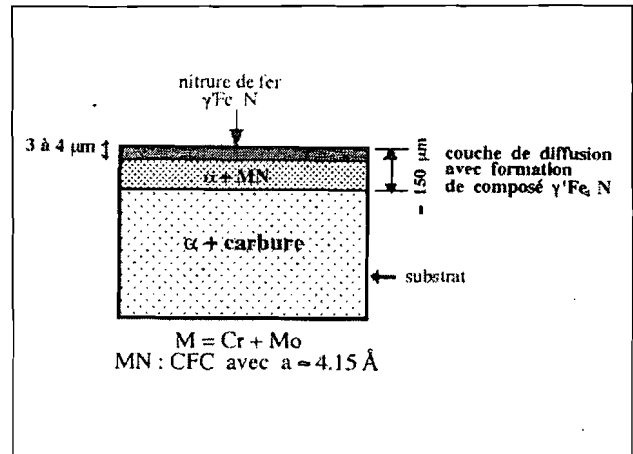


Figure 6 : Diffusion d'azote avec formation de nitride  $\gamma'\text{Fe}_4\text{N}$ .

Tableau II. Analyse de l'acier 35NCD16 rectifié sans diffusion d'azote.

$\phi$ (degré)	0	45	90	122	160	210
$C_1$ ( $\phi$ ) (MPa)	-580	-228	-41	-160	-360	-290
$C_2$ ( $\phi$ ) (MPa)	1	30	52	38	17	-20

Tableau III. Analyse de l'acier 35NCD16 rectifié puis poli sans diffusion d'azote.

$\phi$ (degré)	0	45	90	122	160	210
$C_1$ ( $\phi$ ) (MPa)	-570	-548	-538	-573	-360	-560
$C_2$ ( $\phi$ ) (MPa)	3	-6	-7	-3	-2	7

Tableau IV. Analyse de l'acier 35NCD16 - face rectifiée - Diffusion d'azote sans formation de nitride de fer.

$\phi$ (degré)	0	45	90	122	160	210
$C_1$ ( $\phi$ ) (MPa)	-317	-298	-283	-315	-334	-328
$C_2$ ( $\phi$ ) (MPa)	-6	0	0	2	4	8

Tableau V. Analyse de l'acier 35NCD16 - face polie Diffusion d'azote avec formation de nitride de fer.

$\phi$ (degré)	0	45	90	122	160	210
$C_1$ ( $\phi$ ) (MPa)	-345	-318	-318	-330	-340	-340
$C_2$ ( $\phi$ ) (MPa)	2	0	0	-1	1	2

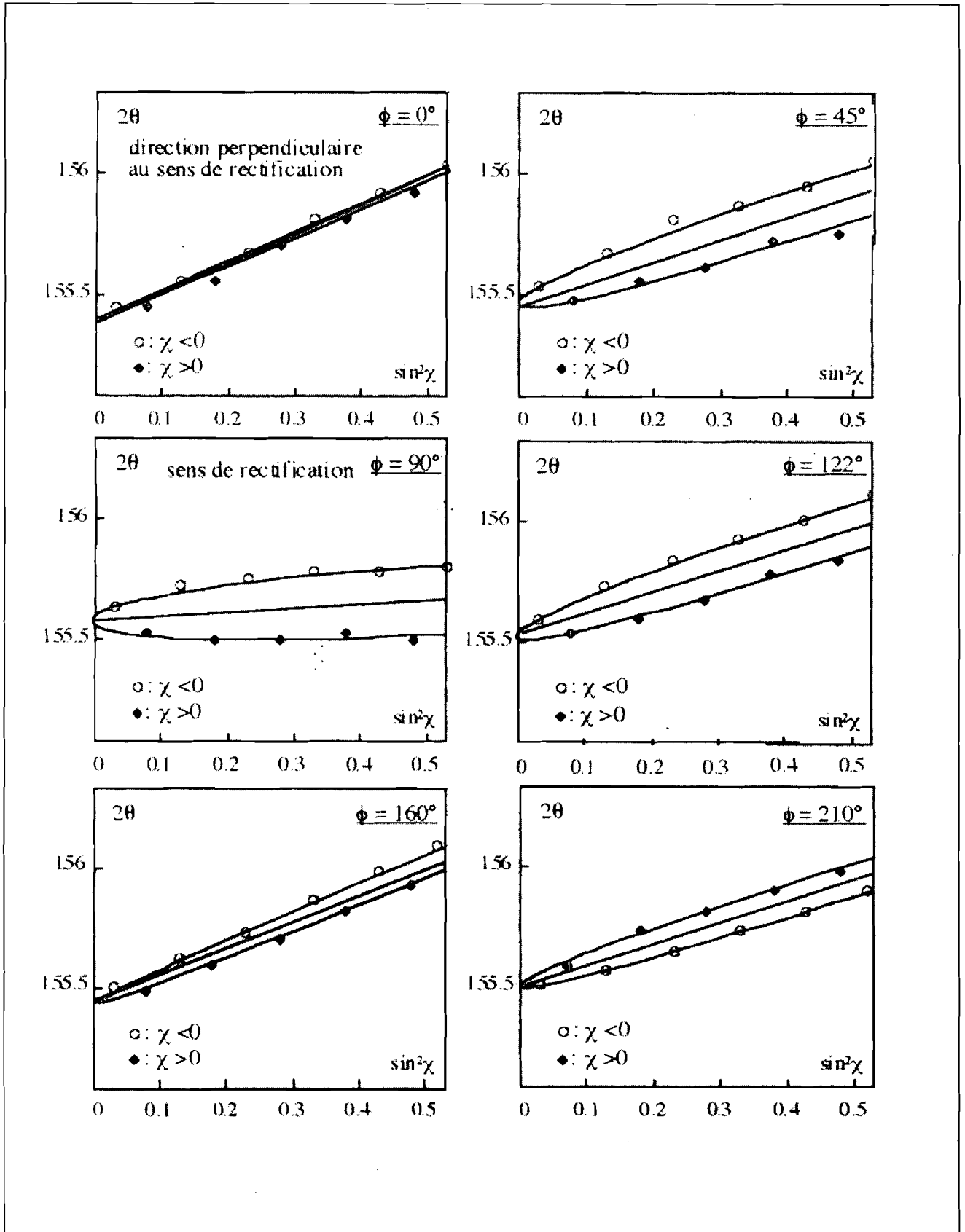


Figure 7a : Ellipses des moindres carrés – Rectification sans diffusion d'azote.

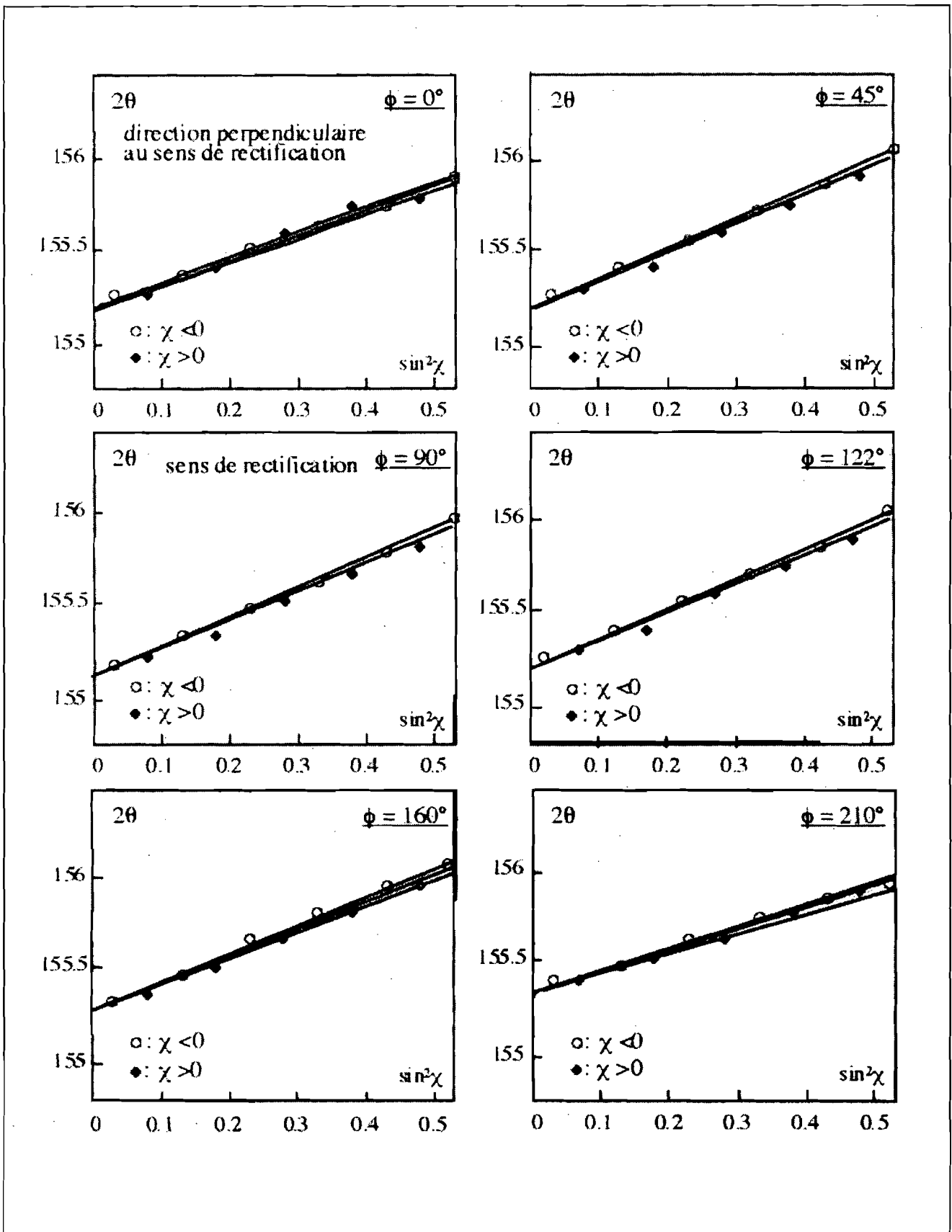


Figure 7b : Ellipses des moindres carrés – Rectification + diffusion d'azote sans formation de nitrure.

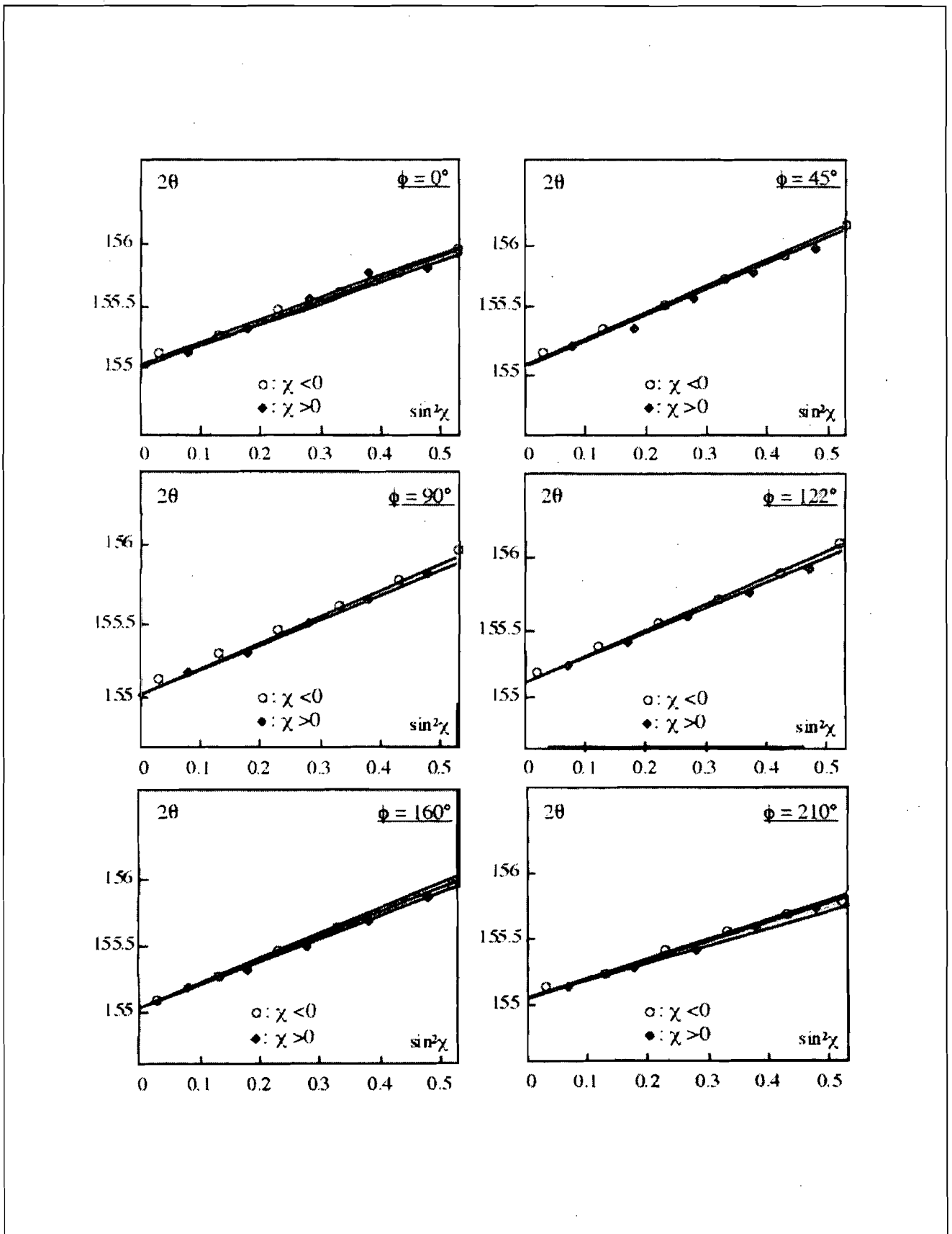


Figure 8 : Ellipses des moindres carrés - Rectification puis polissage sans diffusion d'azote.

**Tableau VI.** Analyse de l'acier 35NCD16 - face rectifiée – Diffusion d'azote avec formation de nitrure de fer.

$\phi$	0	45	90	122	160	210
(degré)						
$C_1$ ( $\phi$ ) (MPa)	-317	-298	-283	-315	-334	-328
$C_2$ ( $\phi$ ) (MPa)	-6	0	0	2	4	8

**Tableau VII.** Analyse de l'acier 35NCD16 - face polie – Diffusion d'azote avec formation de nitrure de fer.

$\phi$	0	45	90	122	160	210
(degré)						
$C_1$ ( $\phi$ ) (MPa)	-470	-440	-458	-448	-483	-460
$C_2$ ( $\phi$ ) (MPa)	1	-3	-7	-10	-4	5

**Tableau VIII.** Analyse de l'acier 35NCD16 – Contraintes selon le traitement et selon l'usinage de l'échantillon.

	$\sigma_{11}$	$\sigma_{22}$	$\sigma_{33}$	$\sigma_{12}$	$\sigma_{23}$	$\sigma_{31}$
Poli	548 ± 24	517 ± 24	3 ± 15	- 1 ± 17	- 8 ± 13	0 ± 13
Poli + N	- 328 ± 26	- 325 ± 26	21 ± 16	3 ± 18	- 2 ± 14	0 ± 14
Poli + N + $\gamma'$ Fe <sub>4</sub> N	- 457 ± 40	- 433 ± 41	28 ± 14	- 2 ± 28	- 9 ± 18	2 ± 17
Rectifié	- 365 ± 24	- 36 ± 24	7 ± 13	3 ± 17	49 ± 14	0 ± 14
Rectifié+N	- 368 ± 27	- 356 ± 27	- 38 ± 16	- 1 ± 19	- 1 ± 14	- 6 ± 14
Rectifié+N + $\gamma'$ Fe <sub>4</sub> N	- 492 ± 41	- 455 ± 41	14 ± 15	- 8 ± 28	- 3 ± 18	0 ± 17

(σ<sub>ij</sub> en MPa)

## Conclusion

Les progrès récents de la conception des diffractomètres et des détecteurs de rayonnement X, des moyens informatisés d'acquisition, de stockage, d'interprétation des mesures et de présentation des résultats, assurent, par leurs combinaisons, une puissance et une fiabilité sans cesse croissantes à cette ancienne, mais toujours jeune méthode, qu'est la Diffractométrie X. Nous avons développé et mis au point, sur ce diffractomètre, des outils de mesures et d'interprétation des résultats concernant les matériaux à réseau très déformé. Par usage de la méthode des moindres carrés et de la régression multiple, nous avons déterminé les contraintes résiduelles, en surface des échantillons destinés à recevoir des dépôts métalliques. Dans cette étude, nous avons fait une hypothèse simplificatrice qui est fondamentale : dans le volume irradié par les rayons X, le matériau est homogène et quasi isotrope, ce qui équivaut à la présence des contraintes macroscopiques uniquement.

## Remerciements

Nous tenons à remercier le GAMEDIX (Groupement pour l'avancement des méthodes de la diffractométrie X) de l'École des mines de Nancy, pour son ouverture et sa

sincère collaboration matérielle à ces travaux qui constituent la continuité de nos recherches doctorales.

Nous n'oublions pas la société BALZER de Nancy, spécialisée en revêtement métallique qui, malgré le secret de fabrication de leur confection, nous a été d'un concours appréciable.

## Références bibliographiques

- KASSEGNE K., 1992. Analyse par diffraction X en trois dimensions des déformations/contraintes dans des matériaux cristallins à réseau très déformé - Thèse de Doctorat - LSG2M École des mines de Nancy ; ENSI université du Bénin, Lomé-Togo, Juil., pp. 23-29.
- CASTEX L. et SPRAUEL J. M., 1987. Évolution récente de l'analyse des contraintes résiduelles par diffractométrie X. Revue française de mécanique, 2, pp. 103-110.
- HAUK V. M., OUDELHOVEN R. W. M and VAESSEN G. J. H., 1982. The state of residual stress in the near surface region of homogeneous and heterogeneous materials after grinding, Metallurgical Transactions, 13A, July, pp. 1239-1243.
- KASSEGNE K. A., PIANELLI A., 1995. Méthodes numériques de localisation des raies larges en diffractométrie X - Ann. Univ. Bénin, Série Sciences Tome XI, pp. 143-155.
- PERRY K., NOYAN I. C., RUDNIK P. J., COHEN J. B., 1984. The measurement of elastic constants for the determination of stresses by X-ray - Advances in X-ray analysis, 27, pp. 159-170.
- BRAKMAN C. M., 1987. Diffraction elastic constants of textured cubic materials, The Voigt model case, Philosophical magazine A, Vol. 55, n° 1, p. 39-58.



## Résumé

La mise au point de matériaux nouveaux exige que l'on contrôle leurs propriétés dans toutes les directions d'utilisation d'une pièce. Ceci est particulièrement important lors de l'élaboration des matériaux anisotropes où ces propriétés sont volontairement différentes, suivant l'orientation. C'est le cas des outils de coupe actuels qui sont élaborés à base d'aciers spéciaux, revêtus superficiellement d'une couche métallique de haute performance. Pour analyser l'état des contraintes de ces revêtements sans destruction du matériau, afin d'évaluer la limite d'utilisation des outils de coupe, la diffractométrie X constitue un moyen adéquat. Dans cet article, nous proposons l'étude de la répartition des contraintes résiduelles dans un acier faiblement allié (35NCD16), dont la surface a été préparée pour un revêtement métallique. Le diffractomètre sur lequel nous avons rédigé et adapté des outils logiciels, en vue d'analyser ces contraintes, est un prototype dénommé C4XY à 4 cercles avec une table de translation XY.

**Mots-clés** : déformations/contraintes, diffractomètre, prototype, revêtement superficiel, nitrure de fer.

## Abstract

When new materials are elaborated, their properties must be essentially checked in the whole use orientations. That is very important when we analyse anisotropic materials in different directions. This applies to current cutting tools which are elaborated with special steel by the metallic layer of superficial facing. X-ray diffraction, a non destructive method, is a good means to analyse the stresses of these facings and in order to appraise the cutting tools limit of use. In this paper we propose to analyse the distribution of residual stresses in a weakly alloyed steel (35NCD16) by which the surface is elaborated for metallic facing. The diffractometer on which we have established and adapted some software tools to analyse these stresses, is a prototype denominated C4XY with 4 circles and an XY translation table.

**Keywords**: strains/stresses, prototype diffractometer, superficial facing, ion nitride.