

Suivi par diffraction des hétérogénéités de déformation dans un acier duplex

Ch. Le Bourlot^{ab}, O. Castelnau^b, B. Bacroix^a, D. Faurie^a, J. Petit^b

a. LSPM-CNRS, Université Paris 13, 99 Av J.-B. Clément, 93340 VILLETANEUSE

b. PIMM, Arts et Métiers ParisTech, 151 Bd de l'hôpital, 75013 PARIS

Résumé :

Afin de valider des modèles micro-mécaniques en champ moyen et en champ complet, nous avons réalisé des mesures de champs de déformation en combinant plusieurs techniques (diffraction de neutrons et sous rayonnement synchrotron) pendant des essais de traction in-situ. Le matériau choisi est un acier duplex austéno-ferritique, comme exemple de matériau bi-phasé polycristallin à haute limite d'élasticité. L'extraction de données mécaniques à partir des pics de diffraction a été réalisée en utilisant la méthode des moments, qui ne nécessite pas d'hypothèse préalable sur la forme des pics, afin de quantifier les incertitudes et d'illustrer la résolution des mesures. Les résultats sont comparés à ceux d'un modèle auto-cohérent.

Abstract :

To validate mean- and full-field micromechanical models, we have performed elastic strain measurements using several diffraction techniques (neutrons and synchrotron radiation) during which the specimen was tensile deformed in-situ. Application has been performed on a duplex steel (ferrite and austenite) as an example of a two-phase high-strength polycrystal. Mechanical data are obtained from diffraction peaks by the calculation of peak moments, for which a priori assumption on peak shape is not needed. Experimental resolution and uncertainties are quantified. Results are compared with simulations based on self-consistent model.

Mots clefs : champ de déformation ; diffraction ; modèle auto-cohérent

1 Introduction

L'utilisation de la diffraction lors de mesures de champs de contraintes est particulièrement intéressante, en raison de la possibilité de mesures *in-situ* non destructives. Cependant, dès que le matériau n'est plus théorique, l'interprétation des mesures demande une attention particulière. Aux incertitudes expérimentales (réponses instrumentales, protocoles de mesures,... [7]) s'ajoutent celles issues du traitement des données [6] et de leurs interprétations mécaniques et physiques.

De manière générale, l'interprétation mécanique ou physique des clichés de diffractions se fait via l'utilisation de modèles, des plus simples (cas de la loi des $\sin^2 \Psi$, négligeant les contraintes résiduelles locales et l'anisotropie élastique du matériau), aux plus élaborés basés sur l'analyse ou la modélisation de structures de dislocations [2, 3, 8, 9]. Mais le passage de la mesure physique (acquisition d'un pic de Bragg) à l'extraction des caractéristiques mécaniques du volume sondé requiert une étape de traitement des données qui n'est pas forcément triviale. Nous nous proposons ici de donner une illustration d'analyses de mesures de diffraction faisant appel à la méthode des moments.

2 Le matériau

Le choix du matériau s'est porté sur un acier duplex à haute limite d'élasticité. Cet acier bi-phasé est constitué de 50% de ferrite α et de 50% d'austénite γ . Ces deux phases cristallines distinctes (respectivement de structure cristalline *cc* et *fcc*) permettent le suivi par diffraction de chacune des phases (α

et γ) indépendamment l'une de l'autre : le non recouvrement des pics de diffraction garantissant des mesures exploitables individuellement sans recours à des déconvolutions.

L'échantillon est faiblement texturé, avec des grains équiaxes d'un diamètre moyen de $10\mu m$, semblables dans les deux phases cristallines. En revanche, la répartition des phases (cf fig. 1-gauche) est particulièrement anisotrope, les grains α et γ étant alignés avec la direction de laminage, formant ainsi une structure laminaire. Chacune des phases cristallines présente une anisotropie élastique (cf fig. 1a & 1b) ainsi que plastique distincte et le contraste mécanique est important. Des champs de déformations et de contraintes fortement hétérogènes sont attendus dans les grains. La haute limite

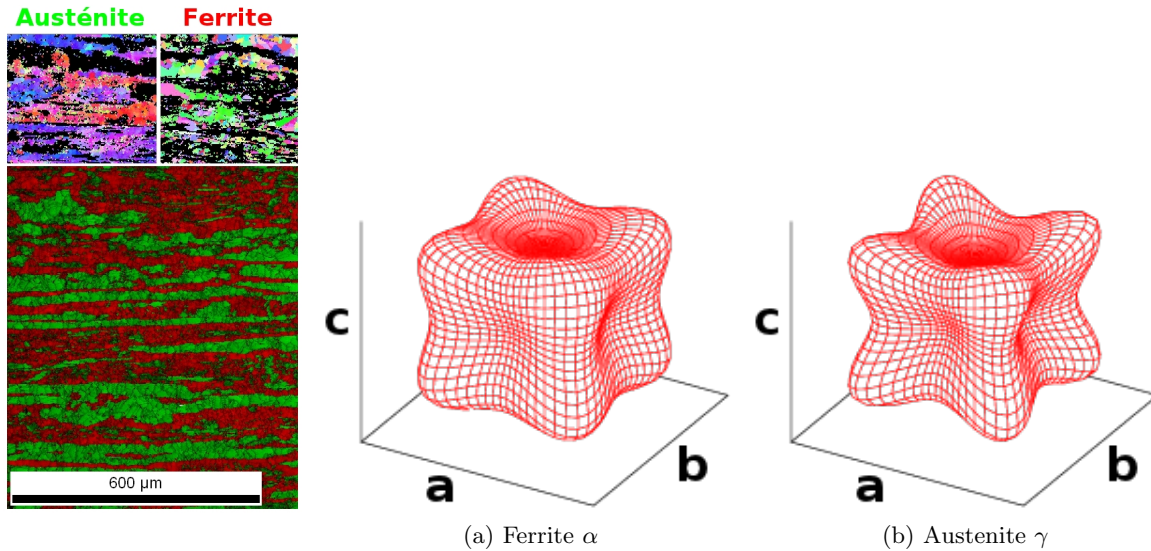


FIGURE 1 – Cliché EBSD obtenu sur la face normale de l'échantillon. La direction de laminage est horizontale. Visualisation de la répartition des phases (austénite γ en vert et ferrite α en rouge) et de la taille des grains (gauche). Module d'Young des deux phases cristallines (droite a et b).

d'élasticité du matériau permet l'obtention de déformations élastiques conséquentes (de l'ordre de 4.10^{-3}) dans le domaine d'élasticité macroscopique, utiles pour l'obtention de mesures de diffraction avec une résolution adaptée à l'approche micromécanique mise en oeuvre. Le contraste mécanique entre les phases permet aussi d'étendre la transition élasto-plastique et de faciliter la caractérisation expérimentale de cette transition.

3 Protocoles expérimentaux

La mesure du champ des déformations a été réalisée par diffraction conjointement sur la ligne DiffAbs du synchrotron SOLEIL et sur la ligne 6T1 du réacteur à neutrons du LLB, lors d'essais de traction in-situ.

6T1-LLB (neutrons)		DiffAbs-SOLEIL (rayons X)
$5 \times 10mm^2$	section du faisceau	$1 \times 0,3mm^2$
10' arc	divergence	0,1' arc
1, 16Å	longueur d'onde/énergie	1, 16Å/10,7keV
totale	pénétration	10μm
2, 3 10 ³ cps/s	flux incident	1, 1 10 ⁶ cps/s
12 jours	temps d'acquisition	2,5 jours

TABLE 1 – Caractéristique des deux diffractomètres utilisés

Le tableau 1 présente les caractéristiques comparées des deux lignes.

Rayons X. Utilisée à une énergie de $E = 10,7 \text{ keV}$ (longueur d'onde $\lambda = 1,16 \text{ \AA}$), la ligne synchrotron permet l'obtention d'un faisceau de rayons X très parallèles. Il a cependant été légèrement défocalisé afin d'obtenir une taille de spot sur l'échantillon de l'ordre du mm^2 permettant d'accroître le nombre de grains dans le volume diffractant. A cette énergie, la pénétration du faisceau est de l'ordre de $10 \mu\text{m}$, comparable à la taille des grains. Le montage géométrique est donc adapté à des mesures de diffraction en réflexion, et seule la surface de l'éprouvette a été analysée.

Outre la qualité du faisceau, l'utilisation du rayon synchrotron permet des vitesses d'acquisitions compatibles avec un suivi continu lors d'essais de traction ou l'acquisition d'un grand nombre de points dans l'espace des orientations.

Neutrons. Les neutrons sont beaucoup plus pénétrants que les rayons X. La pénétration totale des neutrons dans l'éprouvette massive permet de faire des mesures en transmission, avec pour volume utile la totalité de l'éprouvette ($\simeq \text{cm}^3$). La section du faisceau utilisé est donc plus grande, avec une plus forte divergence. L'intérêt des neutrons se trouve essentiellement dans la très bonne statistique de comptage : la grande majorité des grains de l'éprouvette diffractent, permettant l'analyse d'un réel volume élémentaire représentatif (VER).

Deux types d'essais in-situ ont été menés durant ces campagnes de tests, afin d'obtenir soit des données dépendantes de l'orientation (champ de déformation), soit des données dépendantes du temps (acquisitions continues). Seules les déformations élastiques sont mesurées par diffraction, ces essais ont pour but de mettre en exergue les hétérogénéités des champs de déformations, et de mettre en évidence l'entrée en plasticité d'une phase avant l'autre.

Traction interrompue Afin d'obtenir une mesure complète du champ de déformation dans l'espace d'Euler, à chaque stade de déformation une exploration de l'espace des orientations a été effectuée. Pour ce faire, l'essai de traction était régulièrement interrompu. Un temps de repos (environ 30 min) permettait à l'éprouvette de se relaxer. Lorsque la contrainte macroscopique se stabilisait, l'espace des orientations était cartographié. Les mesures ont été réalisées lors de plusieurs étapes de chargement correspondant à des réponses élastique et élasto-plastique du matériau (cf fig 2a).

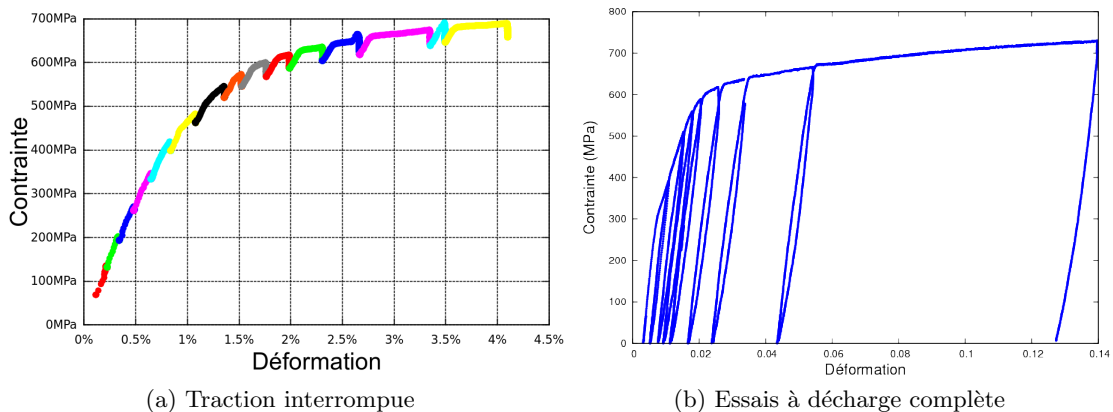


FIGURE 2 – Réponse macroscopique contraintes/déformations de l'échantillon lors des essais interrompus (2a) ou à décharges complètes (2b)

Essais avec décharge complète En complément, des essais avec décharges complètes ont été menés, avec acquisition continue des spectres de diffraction pour chaque phase (plans $\{211\}$ pour la phase α et $\{220\}$ pour la phase γ) ; la contrainte maximale appliquée allant en augmentant pour chaque cycle (cf fig 2b), commençant dans le domaine élastique et parcourant le domaine élasto-plastique.

4 Traitement des données expérimentales : suivi des incertitudes

Le traitement des données expérimentales a été l'occasion d'une analyse poussée des différentes étapes, afin de conserver et garantir la bonne résolution des résultats. Une résolution en déformation de l'ordre de 10^{-4} est nécessaire pour l'approche micromécanique. Le passage d'un cliché de diffraction obtenu sur le détecteur surfacique au classique spectre d'intensité en fonction de l'angle de Bragg $I = f(2\theta)$ a ainsi été adapté [5]. Les incertitudes liées à l'analyse des pics de diffraction, en fonction des paramètres expérimentaux, ont été précisées dans [6].

L'interprétation mécanique des clichés de diffraction a été réalisée en utilisant la méthode des moments [1, 10]. Le moment d'ordre k d'une fonction $f(s)$ se définit par $\mu^{(k)}[f(s)] = \int_{-\infty}^{+\infty} s^k f(s) ds$. On peut alors montrer que le premier moment d'un pic de diffraction (sa "position") est lié à la moyenne sur le volume diffractant de la déformation dans la direction du vecteur de diffraction (relation 1), et que le second moment d'un pic (qui quantifie sa "largeur moyenne") est lié à l'hétérogénéité des déformations [6], toujours selon la direction du vecteur de diffraction (relation 2).

$$\langle \epsilon_{KK} \rangle = -\frac{1}{\bar{K}} \frac{\mu^{(1)}[I(s)]}{\mu^{(0)}} \quad (1)$$

$$\langle \epsilon_{KK}^2 \rangle = \frac{1}{\bar{K}^2} \frac{\mu^{(2)}[I(s)]}{\mu^{(0)}} \quad (2)$$

Cette méthode offre l'avantage de relier directement les données de diffraction à des grandeurs mécaniques sans hypothèse préalable sur les résultats attendus (forme du pic de Bragg, nature des champs de déformations,...) ce qui n'est pas le cas de méthodes couramment utilisées telles l'utilisation de la largeur à mi-hauteur des pics.

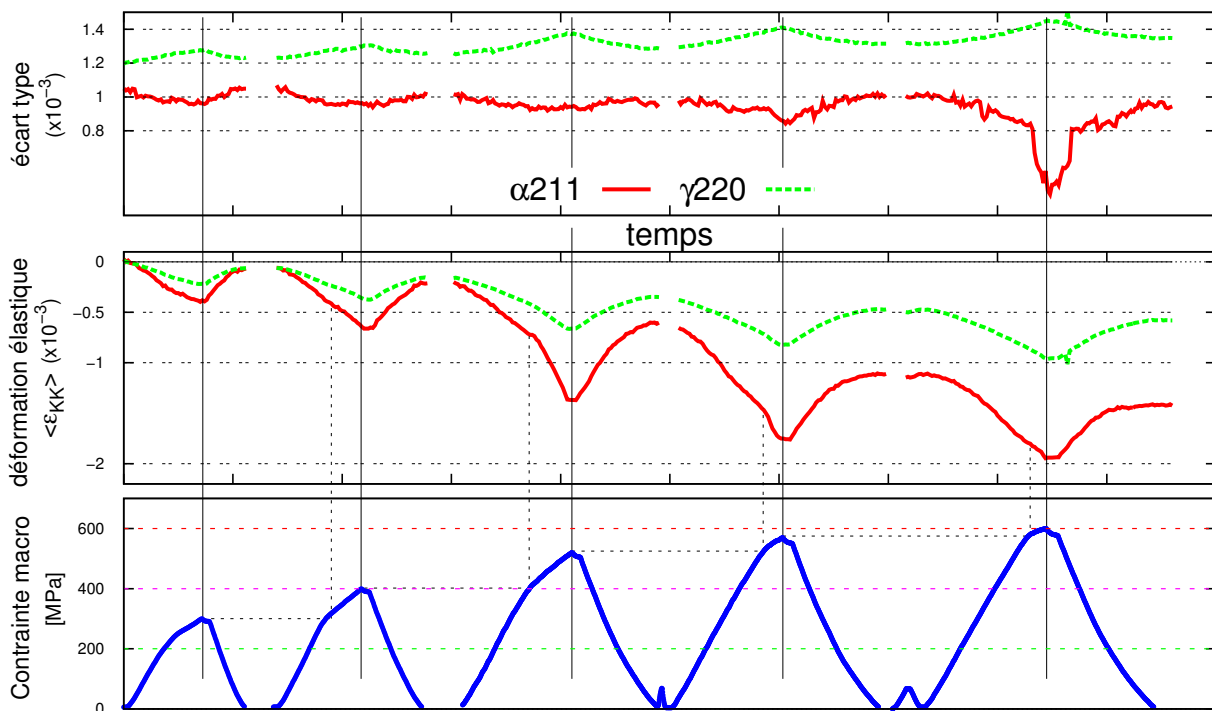


FIGURE 3 – Essais successifs de charges et décharges complètes. En bas, suivi de la réponse macroscopique en contrainte de l'échantillon, en fonction du temps (autre représentation du graphe 2b). Au milieu, suivi de la déformation moyenne sur le volume diffractant. En haut, évolution des hétérogénéités de déformation par rapport à l'état initial.

L'utilisation du premier moment des pics pour la détermination de la position est classiquement utilisé [1, 8, 10], cependant l'utilisation du second moment afin de remonter aux incertitudes sur

les déformations et d'évaluer leur hétérogénéités dans le domaine élastique n'est pas une méthode répandue dans la littérature, seulement décrite théoriquement [4].

5 Essais à décharges complètes

L'essai présenté de charge et décharge complète (fig. 3) a été réalisé au rayonnement synchrotron. Les mesures ont été faites pour une direction du vecteur de diffraction orthogonale à la direction de traction, ce qui explique les déformations négatives mesurées pendant un essai de traction. Les données sont représentées en fonction du temps.

Durant l'essai, la déformation de l'éprouvette est imposée par la machine, la courbe inférieure (bleu) représente la réponse macroscopique en contrainte de l'échantillon.

Déformation : Les déformations élastiques moyennes sur le volume diffractant sont issues de l'évolution du premier moment des pics de Bragg. On observe des déformations supérieures (en valeur absolue) dans la phase α (pic 211) que dans la phase γ (pic 220). On peut également vérifier que lors des premiers cycles d'élongation, le rapport de ces déformations est constant (de l'ordre de 1,61), en accord avec une réponse purement élastique du matériau. En effet, dans ce cas, le rapport des déformations est lié au rapport des tenseurs de localisation, qui ne dépendent pas de la contrainte appliquée. Au delà, cette proportion n'est plus respectée, en raison de la déformation plastique de l'échantillon.

Hétérogénéités des déformations : L'évaluation du second moment des pics de Bragg permet d'obtenir l'écart type de la déformation élastique dans le volume diffractant.

L'austénite (courbe verte), la plus rigide des deux phases, est aussi celle qui a la plus basse limite d'élasticité. Elle se déforme donc très peu élastiquement, et commence à plastifier dès le troisième cycle (accroissement systématique de l'écart type). Les hétérogénéités de déformation dans cette phase vont croissantes, et suivent parfaitement les cycles de contraintes imposés.

A l'opposé, la ferrite a une limite d'élasticité bien plus haute et reste dans le domaine élastique jusqu'au quatrième cycle. L'évolution des hétérogénéités dans la phase est plus complexe : celles-ci restent en effet quasi constantes durant les trois premiers cycles, avant plastification. Le début de plastification est marqué par une brutale variation des hétérogénéités de déformations, la diminution des hétérogénéités (lors du cinquième cycle particulièrement) laisse supposer la présence de contraintes résiduelles qui se relâchent lors de la déformation.

Transition élasto-plastique : Le graphique (2b) montre que les pentes des sections de droites lors de la charge et de la décharge ne sont pas identiques ni même linéaires, de même qu'apparaît un épaulement dans la réponse macroscopique en contrainte de l'échantillon (fig. 3-bas). En pratique, la limite d'élasticité macroscopique mesurée ($\simeq 400\text{MPa}$) ne traduit pas l'état microscopique : la transition élasto-plastique commence dès 200MPa , correspondant à la limite d'élasticité de la phase austénite γ .

Interprétation micro-mécanique : Le présent travail est la base qui va permettre l'élaboration d'un modèle micro-mécanique pour interpréter les résultats de diffraction. Les mesures couplées rayons X/neutrons de champs de déformation (fig. 4a) permettent de valider le modèle en comparant de manière exhaustive les champs mesurés et simulés (fig. 4b), et non juste une projection scalaire directionnelle. Le modèle permettra ensuite d'interpréter complètement les essais.

6 Conclusions

Le bruit, encore trop présent dans les données traitées montre qu'une analyse secondaire est nécessaire, mais l'ensemble permet déjà de comprendre de manière globale les phénomènes de déformations mis en cause, et notamment les réponses très différentes des deux phases. D'autre part, on a montré que la méthode des moments permettait une analyse mécanique de clichés de diffraction avec la résolution

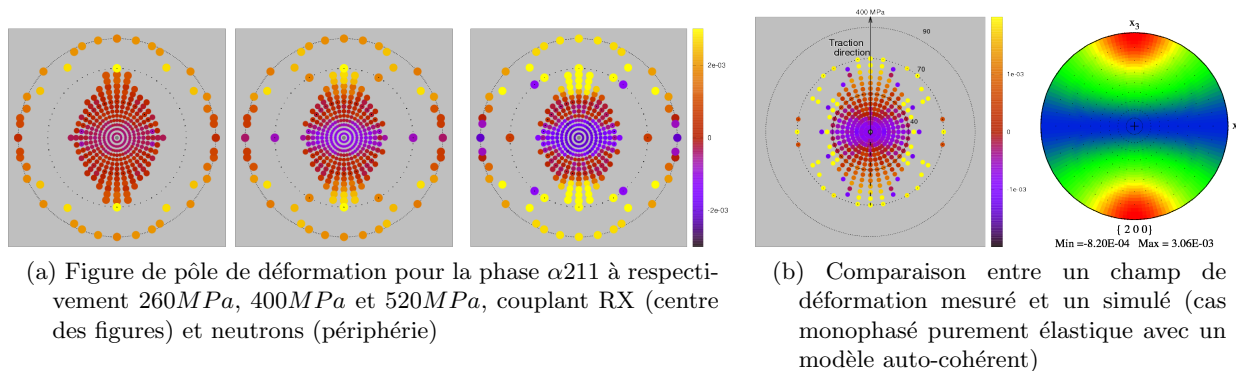


FIGURE 4 – Champs de déformation couplant mesures RX et neutrons (4a) et comparaison entre champs expérimentaux et simulés (4b). La direction de traction est systématiquement vers le haut.

nécessaire, même pour les domaines d'élasticité. Enfin, les mesures couplées de diffraction des rayons X (en réflexion) et des neutrons (en transmission) nous permettent d'obtenir une bonne description du champ de déformation, malgré la grande différence entre les instrumentations et leurs résolutions.

Références

- [1] Borbely, A., Groma, I. 2001 Variance method for the evaluation of particle size and dislocation density from X-ray Bragg peaks. *Applied Physics Letters* **79**(12) 1772
- [2] Dirras, G., Chauveau, T., Abdul-Latif, A., Ramtani, S., Bui, Q. 2010 Microstructure characterization of high-purity aluminum processed by dynamic severe plastic deformation. *physica status solidi (a)* **207**(10), 2233-2237
- [3] Faurie, D., Castelnau, O., Brenner, R., Renault, P., Le Bourhis, E., Goudeau, P. 2009 In situ diffraction strain analysis of elastically deformed polycrystalline thin films, and micromechanical interpretation. *Journal of Applied Crystallography* **42**(6), 1073-1084
- [4] Goudeau, Philippe, Colloque Rayons X et matière 2006 Rayons X et matière : RX 2006 *Herme's science publications-Lavoisier* (2006) Chap **5**, 123-154
- [5] Langlois, P., Le Burlot, C., Djaziri, S., Le Bourhis, E., Faurie, D., Renault, P.O., Goudeau, P., Castelnau, O., Mocuta, C., Launois, P., Rouzière, S. 2011 Data analysis from XPad detector. *Journal of Applied Crystallography* (submitted) (2011)
- [6] Le Burlot, C., Castelnau, O., Bacroix, B., Faurie, D. 2011 Characterization of strain heterogeneities in polycrystals by diffraction techniques. *Journal of Applied Crystallography* (submitted)
- [7] Pike, E.R., Wilson, A.J.C. 1959 Counter diffractometer - The theory of the use of centroids of diffraction profiles for high accuracy in the measurement of diffraction angles. *British Journal of Applied Physics* **10**(2), 57-68
- [8] Scardi, P., Leoni, M., Delhez, R. 2004 Line broadening analysis using integral breadth methods : a critical review. *Journal of Applied Crystallography* **37**(3), 381-390
- [9] Ungar, T., Borbely, A. 1996 The effect of dislocation contrast on x-ray line broadening : A new approach to line profile analysis. *Applied Physics Letters* **69**(21), 3173
- [10] Wilson, A.J.C. 1962 On variance as a measure of line broadening in diffractometry general theory and small particle size. *Proceedings of the Physical Society* **80**(1), 286-294