

UNIVERSITE DE REIMS CHAMPAGNE-  
ARDENNE

THESE

PRESENTEE POUR OBTENIR LE TITRE DE  
DOCTEUR

PAR

FLORIN SERBAN

SPECIALITE : MECANIQUE ET MATERIAUX

*EVALUATION ET MODELISATION DES CONTRAINTES  
RESIDUELLES DANS LES FONTES AUSTENO-FERRITIQUES A  
GRAPHITE SPHEROÏDAL: INFLUENCE DU TRAITEMENT  
THERMIQUE ET THERMOMECHANIQUE*

Soutenu le 15 juillet 2004 devant le jury composé de :

MRS.

PR. MANUEL FRANÇOIS	U.T. TROYES	RAPPORTEUR
PR. KRZYSZTOF WIERZBANOWSKI	UMM, CRACOVIE	RAPPORTEUR
PR. ALAIN LODINI	URCA	DIRECTEUR
PR. VIOREL AUREL SERBAN	UP, TIMISOARA	EXAMINATEUR
MCF ERIC LABBE	IFTS - URCA	EXAMINATEUR
ING. ALAIN MENELLE	CEA	EXAMINATEUR
D.G. JEAN MICHEL LESIRE	ATELIERS DES JANVES	INVITE
ING. DANIEL LABBE	TECHNOLOGICA	INVITE

**EVALUATION ET MODELISATION DES  
CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LES  
FONTES AUSTENO-FERRITIQUES A  
GRAPHITE SPHEROÏDAL : INFLUENCE  
DU TRAITEMENT THERMIQUE ET  
THERMOMECHANIQUE**

*A mon épouse GABRIELA et à mon fils FLAVIAN,*

## Remerciements

Avant d'aborder ce mémoire, je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué à l'accomplissement de ce travail.

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire d'Analyses des Contraintes Mécaniques (LACM) de l'Université de Reims-Champagne-Ardenne, à l'IFTS de Charleville Mézières, en collaboration avec la société TECHNOLOGICA (Ardennes), la Faculté de Physique et Techniques Nucléaires, Académie de Mines et Métallurgie de Cracovie (Pologne), et le Laboratoire Léon Brillouin (CEA Saclay).

J'adresse mes remerciements à Messieurs Manuel FRANCOIS, Professeur à l'Université de Technologies de Troyes et Krzysztof WIERZBANOWSKI Professeur à la Faculté de Physique et Techniques Nucléaires, Académie de Mines et Métallurgie de Cracovie (Pologne) pour m'avoir fait le plaisir de juger mon travail. A ce titre j'adresse mes remerciements à messieurs Alain MENELLE, Ingénieur au CEA Saclay qui a présidé ce jury et Monsieur Viorel Aurel SERBAN de l'Université Polytechnique de Timisoara (Roumanie) qui a accepté d'être l'un des examinateurs de ce mémoire.

J'exprime toute ma gratitude à Messieurs Alain LODINI Professeur à l'Université de Reims Champagne Ardenne et Directeur du Laboratoire d'Analyse des Contraintes Mécaniques ainsi que le Maître de Conférences Eric LABBE de l'IFTS de Charleville Mézières qui ont encadré et soigneusement dirigé ce travail.

Certaines personnes ont contribué plus étroitement à l'aboutissement de ce projet. A ce titre je remercie Monsieur Paul FOGARASSY, Professeur invité au LACM pour ses conseils enrichissants. Egalement je souhaite prouver toute ma reconnaissance à monsieur Andrzej BACZMANSKI Maître de Conférences à la Faculté de Physique et Techniques Nucléaires, Académie de Mines et Métallurgie de Cracovie (Pologne) pour ses apports théoriques et pour avoir su répondre à mes nombreuses questions.

Je remercie monsieur Yvon GARDAN, Directeur de l'IFTS de m'avoir accueilli au sein de l'IFTS et je manifeste ma reconnaissance à son personnel particulièrement Martine, Murielle, Stéphane, Vincent, Patrice, Mr. Roche et Mr. Bonnefoy pour leur gentillesse.

Je remercie également Monsieur Daniel LABBE, responsable de la société TECHNOLOGICA d'avoir collaboré à ce travail. Que Monsieur Jean Michel LESIRE trouve toute ma reconnaissance pour m'avoir mis à disposition des échantillons pour l'étude expérimentale.

**Un grand MERCI à Olivier ASSERIN, Iheb CHAIEB, Bruno COFINO, Hugues LATOURTE, Renaud MIGNOLET, pour leur disponibilité de chaque instant, leur sympathie et bonne humeur quotidienne et pour m'avoir aidé dans l'apprentissage de la langue française.**

**Je remercie aussi le personnel du LM3 de l'ENSAM Paris, pour leur aide et leurs compétences, en particulier Monsieur Chedly BRAHAM.**

**Je remercie à ce même titre le personnel du Laboratoire de Léon Brillouin du CEA de Saclay pour m'avoir permis d'accéder à la diffraction des neutrons particulièrement Ronite LEVY – TUBIANA et toutes les autres personnes qui ont participé à ce travail.**

**Pour finir je tiens remercier le Conseil Général des Ardennes pour avoir financé ma thèse.**

# SOMMAIRE

➤ Introduction-----	page 1
➤ Chapitre I. Les fontes austéno-ferritiques a graphite sphéroïdal (Austempered Ductile Iron)-----	page 6
○ I.1 Introduction -----	page 6
▪ I.1.1 Particularités d'ordre technique-----	page 10
▪ I.1.2 Particularités d'ordre économique-----	page 11
▪ I.1.3 Applications des fontes ADI-----	page 11
○ I.2 Le traitement thermique des fontes ADI -----	page 13
▪ I.2.1 La solidification des fontes ADI-----	page 13
▪ I.2.2 La transformation bainitique des fontes ADI-----	page 15
○ I.3 Influence des éléments d'alliage sur la structure d'une fonte ADI-----	page 18
○ I.4 La dépendance entre la transformation bainitique, la déformation plastique et les contraintes résiduelles -----	page 21
○ 1.5 Etat de l'art -----	page 24
➤ Chapitre II. Analyse des contraintes résiduelles -----	page 27
○ II.1 Introduction -----	page 28
○ II.2 Généralités -----	page 29
▪ II.2.1 Définition et classification des contraintes résiduelles.-----	page 29
○ II.3 Notions essentielles dans l'analyse des contraintes -----	page 34
▪ II.3.1 Déformation et Contrainte-----	page 34
• II.3.1.1 Détermination de contraintes macroscopiques-----	page 35
II.3.1.1.1 Cas d'un matériau cubique polycristallin, monophasé homogène et isotrope -----	page 35
<i>La notion de constantes élastiques radiocristallographiques d'un polycristal (CER)</i> -----	page 36
II.3.1.1.2 Cas d'un matériau polyphasé, homogène et isotrope -----	page 38
<i>Le modèle autocohérent</i> -----	page 38
<i>Le Comportement local</i> -----	page 39
<i>Le comportement global</i> -----	page 41
▪ II.3.2 Détermination des contraintes microscopiques-----	page 45
• II.3.2.1 Séparation des contraintes-----	page 46
• II.3.2.2 Détermination des microcontraintes -----	page 48
○ II.4 Méthodes et techniques d'évaluation des contraintes résiduelles -----	page 48
▪ II.4.1 La technique de diffraction appliquée à l'évaluation des contraintes-----	page 48
▪ II.4.2 Détermination de la distance interréticulaire de référence-----	page 49
• II.4.2.1 Evaluation de contraintes résiduelles par diffraction classique des rayons X -----	page 50

• II.4.2.2 Evaluation des contraintes résiduelles par diffractions de neutrons -----	page 51
Comparaison entre les neutrons et les rayons X classique -----	page 52
<i>Avantages des neutrons</i> -----	page 52
<i>Inconvénients des neutrons</i> -----	page 52
▪ II.4.3 Méthodes d'analyse par diffraction -----	page 53
Détermination des contraintes résiduelles par diffraction -----	page 53
• II.4.3.1 Rappel sur le principe de la mesure -----	page 53
• II.4.3.2 Méthodes de calcul des contraintes -----	page 55
<i>Méthode 1D</i> -----	page 57
<i>Méthode 2D ou de <math>\sin^2\psi</math></i> -----	page 60
<i>Cas de contraintes tri axiales</i> -----	page 61
1. Méthode Dölle et Hauk [ASS 00, DOL 77] -----	page 61
2. Méthode 3D ou méthode généralisée -----	page 61
3. Solution elliptique (triaxiale) -----	page 61
4. Le cas particulier d'analyse de contraintes résiduelles où $\sigma_{33}=0$ -----	page 62
⌘ Chapitre III. Techniques expérimentales -----	page 63
○ III.1 La diffraction classique des rayons X appliquée pour l'étude des fontes ADI -----	page 64
○ III.2 Diffraction des neutrons appliquée à l'évaluation des contraintes résiduelles -----	page 68
▪ III.3.1 Le diffractomètre G5.2. -----	page 68
Présentation -----	page 68
Définition du volume étudié -----	page 68
Résolution spatiale -----	page 69
Résolution instrumentale -----	page 70
▪ III.3.2 La source pulsée de neutrons (ISIS) -----	page 70
Présentation du diffractomètre ENGIN X -----	page 71
Définition du volume étudié -----	page 72
⌘ Chapitre IV. Etude expérimentale des fontes austéno-ferritiques à graphite sphéroïdal -----	page 74
○ IV.1 Traitements thermiques et microstructures des fontes ADI -----	page 77
○ IV.2 Evaluation des contraintes résiduelles dans les fontes austéno-ferritiques à graphite sphéroïdal -----	page 88
▪ IV.2.1 Diffraction classique des rayons X appliquée à l'évaluation de la texture dans les fontes austéno-ferritiques à graphite sphéroïdal. -----	page 88
▪ IV.2.2 Diffraction des neutrons appliquée à l'évaluation des contraintes résiduelles dans les fontes austéno-ferritiques à graphite sphéroïdal -----	page 92

• IV.2.2.1 Influence du traitement thermique sur l'état des contraintes résiduelles dans les fontes ADI-----	page 97
• IV.2.2.2 L'influence de la déformation plastique sur l'état de contraintes résiduelles dans les fontes ADI -----	page 103
• IV.2.2.3 L'influence du traitement thermomécanique sur l'état de contraintes dans les fontes ADI. Evaluation et simulation-----	page 108
⌘ Chapitre V. Modélisation de l'élastoplastic ite. Calcul de microcontraintes -----	page 125
○ V.1 Modélisation de l'élasticité -----	page 126
○ V.2 Modélisation de l'élastoplasticité-----	page 129
○ V.3 Influence de la déformation plastique sur l'état des contraintes résiduelles. Comparaison avec le modèle autocohérent -----	page 132
○ V.4 Microcontraintes et incompatibilités thermiques entre les phases-----	page 138
⌘ Conclusions-----	page 147
⌘ Bibliographie-----	page 153

# INTRODUCTION

Les développements technologiques et industriels font appel de plus en plus à des matériaux qui peuvent être facilement mis en œuvre et qui doivent regrouper en même temps des avantages techniques et économiques. Ces développements obligent à des progrès constants et à la recherche de nouvelles variétés de produits et de matériaux.

La fonte est un matériau très ancien, appréciée non seulement pour ses avantages économiques (coût réduit de la mise en œuvre), mais aussi pour ses avantages techniques : très bonnes propriétés de fonderie, fort coefficient d'amortissement et faible sensibilité à l'entaille. Avec la découverte de la fonte à graphite sphéroïdal (1946), les propriétés mécaniques des fontes ont beaucoup évolués. En 1998, cinquante ans après la découverte, la production mondiale de fonte à graphite sphéroïdal, a été estimée à 15 millions de tonnes, soit près de la moitié du tonnage d'acier moulé. Entre temps la technologie des fontes ductiles et les applications réalisées sur ces matériaux ont beaucoup progressé.

Le développement des fontes à graphite sphéroïdal de type ADI (*Austempered Ductile Iron*) est une avancée importante dans la technologie des fontes ductiles. Elles trouvent aujourd'hui une place prépondérante dans de nombreuses applications : pièces de mécanique générale, d'usure, engrenages, vilebrequins, prototypes de bielles, amortisseurs, fourchettes pour arbres à transmission, pièces pour l'industrie ferroviaire.

Cette fonte est obtenue par un traitement thermique de type isotherme dans un domaine de température compris entre ceux de la perlite et de la martensite. A l'opposé de l'acier bainitique, la fonte austéno-ferritique présente un bon compromis entre la résistance à la traction, la ductilité et la ténacité :

- ⌘ Bonne résistance à la traction (800 – 1400 MPa) ;
- ⌘ Allongement à la rupture pouvant atteindre 10-15% ;
- ⌘ Résistance à la fatigue élevée et bonne résistance à l'usure.

Depuis une quinzaine d'années, la fonte austéno-ferritique fait l'objet d'études très variées, tant sur la théorie de la transformation, que sur les domaines d'application et sur les propriétés mécaniques. Pourtant, il reste des problèmes à élucider. On note ainsi : la stabilité

thermique et thermomécanique de la structure austéno-ferritique, l'influence des éléments d'alliage sur les propriétés mécaniques, la cinétique de la transformation bainitique, l'influence des paramètres de traitement thermique sur la structure (phases en présence), sur l'état des contraintes résiduelles, etc.

Les contraintes résiduelles présentes dans les fontes austéno-ferritiques à graphite sphéroïdal suscitent un intérêt particulier car celles-ci peuvent modifier les conditions d'utilisations des fontes ADI.

Il existe plusieurs méthodes (destructives, partiellement destructives ou non destructives) qui permettent de déterminer les contraintes résiduelles. La méthode utilisée dans ce travail pour l'évaluation des contraintes est la méthode de la diffraction des neutrons. Pour l'évaluation des contraintes, nous avons effectué des mesures sur le diffractomètre G5.2 au LLB CEA Saclay (France) et Engin X à ISIS Rutherford Appleton Laboratory (Royaume-uni).

Le travail réalisé porte sur l'étude des fontes austéno-ferritiques à graphite sphéroïdal à l'aide de la diffraction des neutrons et sur leur comportement élastoplastique et thermo élastique.

Ce travail se présente en deux grandes parties : une première partie bibliographique qui permettra de nous familiariser avec le matériau, les techniques d'évaluation des contraintes résiduelles et avec la modélisation de l'élastoplasticité. Dans la seconde partie, nous avons rassemblé les différentes méthodes utilisées et l'étude expérimentale de notre matériau.

*Le chapitre I* est consacré à une étude bibliographique des fontes ADI (présentation, solidification, influence des éléments d'alliage, cinétique de transformation) pour mieux comprendre les traitements thermiques utilisés, les structures obtenues, les phases en présence. La dernière partie de ce chapitre présente d'une manière succincte la dépendance entre la transformation bainitique, la déformation plastique et les contraintes résiduelles.

Les concepts fondamentaux dans l'analyse des contraintes et une approche fondamentale de la notion de contrainte sont présentés dans le *chapitre II*. La théorie de l'élasticité utilisant les grandeurs *déformation* et *contrainte* est traitée également dans ce chapitre ainsi que le principe d'évaluation des contraintes. L'application de la diffraction des rayons X et des neutrons pour l'évaluation des contraintes, les avantages et les inconvénients de ces méthodes sont présentés. Les différentes méthodes de calcul de contraintes trouveront leurs places dans la dernière partie de ce chapitre.

Un modèle mathématique, capable de prédire le comportement mécanique sera proposé dans la deuxième partie du *chapitre II* de la thèse. Ce modèle, développé en collaboration avec une équipe polonaise de chercheurs de l'université de Cracovie, consiste à placer le renfort considéré dans un milieu homogène équivalent soumis à une contrainte ou une déformation macroscopique. On affecte alors au milieu homogène équivalent les propriétés mécaniques effectives du matériau composite recherché. Cette méthode prend donc en compte, de manière indirecte, les interactions entre phases. Toutefois, l'estimation qu'elle donne des caractéristiques mécaniques du composite est forcément « surévaluée » puisque, dans la réalité, le renfort au sein du matériau est entouré d'un certain volume de matrice avant de « voir » le composite. La forme aciculaire de la ferrite nous permet d'assimiler la ferrite à des renforts dans les matériaux composites. Les notions physiques de grandeurs sont rappelées dans ce chapitre, ainsi que la théorie de la plasticité.

La seconde partie de notre travail porte sur l'étude expérimentale de fontes ADI avec les différentes méthodes expérimentales utilisées (*chapitre III*). Le *chapitre IV* définira la méthode utilisée pour le calcul des contraintes et présentera les différents résultats expérimentaux. Les résultats de la modélisation sont traités dans le *chapitre V*.

Les structures ADI, pouvant être obtenues suite au traitement de trempe isotherme sont nombreuses. Dans notre étude, nous nous sommes intéressés à une structure austéno-ferritique contenant une austénite stable. La stabilité réside dans le fait que le point  $M_S$  se trouve en dessous de la température ambiante, et de la présence d'éléments favorisant la phase austénitique.

Nous allons nous intéresser dans un premier temps à l'influence du traitement thermique sur l'évolution du pourcentage de phases (le pourcentage d'austénite est déterminant pour les propriétés mécaniques d'une fonte ADI) en présence et donc sur l'état des contraintes résiduelles. Nous allons montrer qu'après traitement thermique, il peut avoir une évolution du pourcentage de phases.

Ensuite avec l'application de la déformation plastique sur une éprouvette, en passant par l'évaluation des contraintes résiduelles, nous allons essayer de comprendre le comportement mécanique des fontes ADI. Ces résultats ainsi que les résultats de l'étape précédente seront comparés aux prédictions du modèle autocohérent. Le modèle appliqué aux fontes ADI prédira leur comportement élastoplastique et thermo élastique.

Une question importante se pose sur les propriétés mécaniques des fontes ADI soumises à un procédé thermomécanique en général. L'application d'un procédé thermomécanique dans la mise en œuvre d'une fonte ADI peut être un nouveau concept de fabrication. Deux traitements thermomécaniques seront appliqués aux fontes étudiées afin de constater l'influence du traitement thermomécanique sur l'état des contraintes, sur les paramètres de maille de chaque phase et de constater si un tel traitement engendre ou non un affinement de la structure ou la transformation de l'austénite (vue sa stabilité).

En connaissant les valeurs des contraintes résiduelles générées par les traitements thermiques ou thermomécaniques dans la réalisation des fontes ADI, en rapprochement avec un modèle mathématique (le modèle auto cohérent, dans notre cas), nous pourrons ensuite envisager de prédire le comportement mécanique des fontes austéno-ferritiques.

# **CHAPITRE I**

## **LES FONTES AUSTENO-FERRITIQUES A GRAPHITE SPHEROIDAL (AUSTEMPERED DUCTILE IRON)**

L'objectif de ce premier chapitre est de montrer l'intérêt des nouvelles fontes à graphite sphéroïdal (les fontes ADI), ayant des propriétés dans certains cas supérieures aux aciers forgés, ainsi que de décrire le traitement thermique donnant la matrice particulière d'une telle fonte et la description de la transformation bainitique.

## **I.1 Introduction**

Durant ces dernières années, l'utilisation des fontes à graphite sphéroïdal (fontes G.S.) a connu un large développement pour différentes raisons, parmi les quelles :

- La forme sphéroïdale du graphite permet d'éviter les effets d'entaille associés à la morphologie lamellaire qui permet une amélioration des propriétés et des caractéristiques mécaniques.
- La valorisation des différents traitements thermiques de plus en plus complexes, tel quel, par exemple, le traitement bainitique qui permet l'obtention d'une fonte bainitique ou austéno-ferritique avec des propriétés mécaniques élevées.

Les fontes GS sont des alliages à base fer-carbone-silicium qui offrent de nombreuses applications. Elles présentent une structure de base idéale pour effectuer des traitements par trempe isotherme, permettant d'obtenir ainsi de nombreuses structures différentes [PER 97]. Les traitements thermiques des fontes G.S. sont très différents de ceux d'un alliage ferreux homogène. Ceci peut s'expliquer par le mode de solidification, l'hétérogénéité des éléments d'alliage, les paramètres du traitement thermique, et la distribution ainsi que la taille des nodules de graphite.

En fonction du traitement thermique appliqué, il est possible d'obtenir différents types de matrice : ferritique, perlitique, ferrito-perlitique, martensitique ou bainitique.

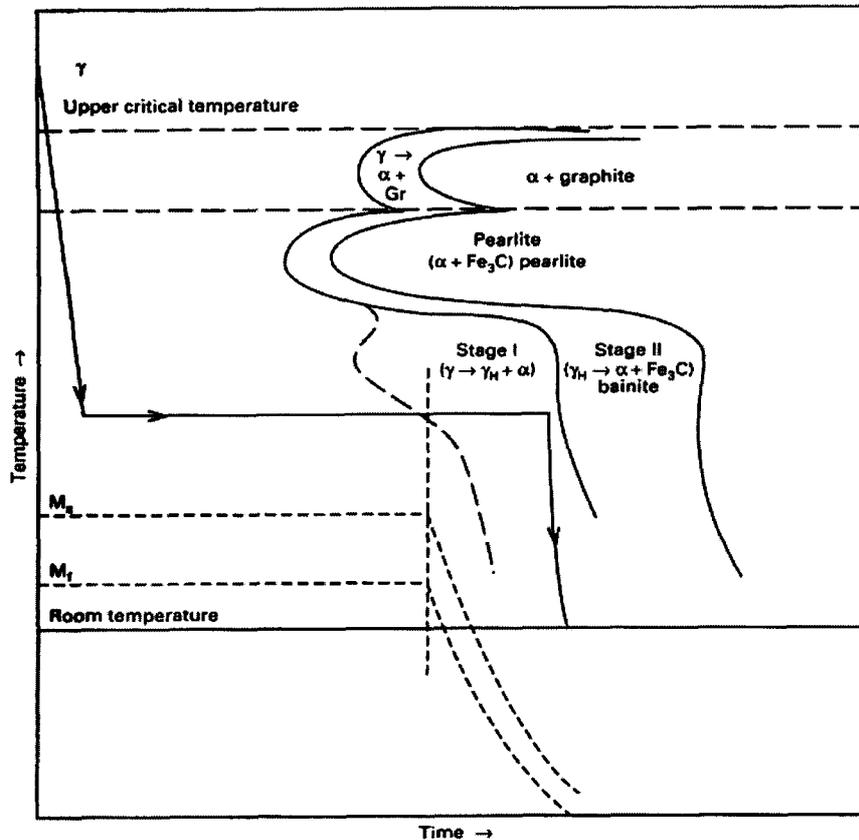


Figure 1.1 Diagramme de la transformation isotherme (TTT) de fontes GS [ASM 91]

Dans la figure 1.1 nous présentons le diagramme de la transformation isotherme des fontes GS, d'après ASM Handbook [ASM 91]. En fonction des caractéristiques du traitement thermique appliqué, nous pouvons obtenir des structures entièrement bainitiques. La condition est d'atteindre très rapidement la température de transformation isotherme, sans passer par le domaine martensitique (franchissement de  $M_s$ , lors du refroidissement).

Grâce à un tel traitement bainitique, une nouvelle fonte à graphite sphéroïdal a été développée, durant ces dernières années (les premières études datent depuis 1980). Il s'agit de la fonte G.S. austéno-ferritique (stage I, sur le diagramme, figure I.1), couramment appelée fonte ADI (*austempered ductile iron*), dans laquelle les distances entre les nodules de graphite sont très faibles, comparativement à une fonte à graphite sphéroïdal (fonte G.S.) classique et la matrice est constituée d'aiguilles de ferrite et d'austénite. Perron [PER 97] définit les fontes ferrito-austénitiques (ou austéno-ferritiques) comme des fontes GS, qui subissent une austénitisation puis une trempe isotherme bainitique, intéressantes en raison de la présence d'austénite. La trempabilité de ces fontes est conditionnée principalement par les éléments

d'alliage. Pour obtenir des propriétés données, il est nécessaire de respecter rigoureusement le temps de maintien et de la température du traitement isotherme, parce que toute la gamme de structure dépend de ces deux paramètres.

Une comparaison entre les propriétés mécaniques d'une fonte ADI et les fontes GS, est donnée par la figure 1.2. Comme nous pouvons observer, nous constatons une amélioration des propriétés mécaniques telles que les résistances à la traction et à la rupture, sans une diminution trop importante de l'allongement à rupture.

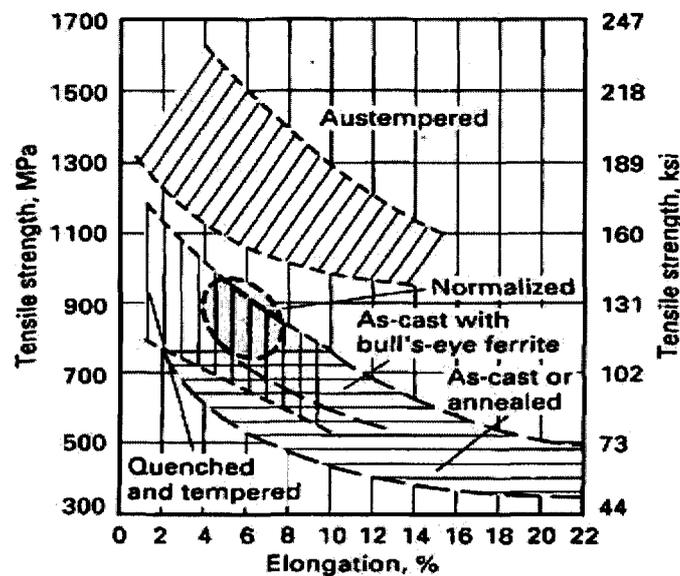


Figure 1.2 Comparaison des propriétés mécaniques de fontes GS d'après ASM Cast Iron [ASM 96]

Dans le cas des fontes G.S., les données concernant la transformation bainitique et sa cinétique sont peu nombreuses, malgré le fait que ses mécanismes soient bien élucidés. L'obtention des différentes structures, plus ou moins sophistiquées dans les fontes G.S., nécessite une connaissance approfondie des mécanismes fondamentaux des transformations de phases à l'état solide d'alliages homogènes.

Les fontes ADI offrent une très bonne combinaison d'un coût réduit, d'une flexibilité de conception de mise en forme par fonderie et des propriétés mécaniques élevées (limite d'élasticité, résistance à la traction, résistance à la rupture), d'une bonne dureté, tout en ayant un allongement à rupture non négligeable. Les fontes ADI sont soumises aux procédés

d'austénitisation pour produire des propriétés supérieures à beaucoup de fontes et aciers forgés [CHO 92].

La fonte ADI est un nouveau matériau développé durant ces dernières années. Ces propriétés sont comparables ou dans certains cas, supérieures à celles d'aciers forgés. L'utilisation de la fonte ADI pour l'industrie automobile présente plusieurs avantages comme par exemple : la flexibilité du design, une masse moins élevée, une très bonne résistance mécanique, une meilleure usinabilité et un coût de fabrication réduit. Le but d'un traitement ADI est de produire une matrice qui se répète, composée de ferrite aciculaire et d'austénite. Avec cette matrice, les fontes GS disposent de résistances et d'allongement remarquables [KOV 97].

Les fontes à graphite sphéroïdal ont toujours présenté certaines particularités et avantages techniques et commerciaux par rapport aux aciers moulés et forgés. Ces avantages sont devenus plus évidents avec la découverte des fontes ADI qui se substituent de plus en plus à certains aciers forgés de haute résistance.

### ***1.1.1 Particularités d'ordre technique***

En plus des propriétés mécaniques intéressantes, les fontes ADI offrent un certain nombre d'avantages techniques. Parmi ces avantages, on présente les suivantes :

- La masse d'une pièce en fonte G.S. est inférieure à 10% par rapport, à celle de la pièce en acier forgé, pour les mêmes dimensions. Dans certains domaines, notamment dans l'industrie automobile, la réduction de la masse est un facteur de plus en plus important [CHO 92];
- Les engrenages en fonte G.S. bainitique présentent un fonctionnement plus silencieux que les engrenages équivalents en aciers. Les travaux effectués par General Motors [CHO 92] indiquent une amélioration d'un point sur une échelle de 1 à 10 ;

- Les pièces en fonte ADI présentent une résistance supérieure au grippage, que les pièces semblables en acier, en particulier avec une lubrification marginale. Dans le cas de panne de lubrification, la présence du graphite nodulaire sur la surface peut avoir un effet lubrifiant. Cet effet donne lieu également à un coefficient de frottement inférieur et par conséquent, un rendement plus élevé et des températures de service plus basses.

### ***1.1.2 Particularités d'ordre économique***

L'apparition des fontes G.S. austéno-ferritique et de leur marché, n'était pas possible, qu'avec des qualités d'ordre technique et des coûts compétitifs vis-à-vis d'autres catégories de matériaux, semblables du point de vue de production ou des caractéristiques mécaniques. Le nombre croissant d'applications des fontes ADI dans de différents domaines consolide l'avantage économique. Un des avantages évidents des fontes ADI, est l'utilisation du procédé de moulage pour la production de pièces sous forme de produit semi-fini [CHO 92 ; RIO 90]. De plus en plus, les engrenages sont réalisés en fonte ADI. La consommation d'énergie nécessaire pour la production des mêmes ensembles, mais en acier, est nettement supérieure à celle nécessaire pour les fontes ADI.

Les coûts pour de petites séries en pièces non usinées, en fonte ADI, sont comparables à ceux des pièces élaborées en aciers. Lorsque le volume de production augmente, la valeur de fabrication en pièces moulées (en fonte ADI) diminue par rapport aux aciers forgés. La modification de la conception de la pièce que l'on souhaite élaborer, pour bénéficier le plus possible du procédé du moulage (le cas d'élaboration des fontes ADI), ou en remplacement d'une pièce forgée par une pièce moulée, permet d'obtenir des économies supplémentaires.

### ***1.1.3 Applications des fontes ADI***

Les progrès considérables des propriétés et caractéristiques mécaniques, offerts par les fontes ADI, offrent aux fonderies des possibilités importantes, parmi lesquelles :

- Le développement d'un marché pour les fontes G.S. austéno-ferritiques, dans lequel les fontes G.S. classiques ont perdu leur place en raison de leurs faibles propriétés mécaniques.
- La conservation du marché actuel menacé par de nouveaux matériaux comme composites et céramiques.

La combinaison des bonnes propriétés mécaniques, du coût de production, de la compétitivité avec les aciers forgés, fait que les fontes G.S. austéno-ferritiques sont appliquées avec succès dans différents domaines, parmi lesquels nous mentionnons :

- Les pièces de mécanique générale et d'usure ;
- Les engrenages et vilebrequins ;
- La fabrication des prototypes de bielles ;
- Les amortisseurs, fourchettes pour arbres à transmission ;
- Les pièces pour l'industrie ferroviaire.

## I.2 Le traitement thermique des fontes ADI

Il est possible d'obtenir une fonte ADI, à partir d'une fonte à graphite sphéroïdal, avec une composition chimique bien définie, (une composition donnant une structure apte pour un traitement ADI), par la trempe de l'austénite. Pour la transformation de l'austénite, par refroidissement continu, il existe des cinétiques de refroidissement assez précises pour obtenir un pourcentage souhaité de perlite, de bainite ou de martensite. Des vitesses de refroidissement intermédiaires permettent de parvenir à des structures mixtes composées de 2 ou 3 phases, précédemment mentionnées, auxquelles il faut ajouter la phase ferritique.

La trempe consiste en un refroidissement rapide de l'austénite, à partir d'une température d'austénitisation, jusqu'à une température bien déterminée, suivi d'un maintien isotherme à cette température. Le refroidissement rapide, jusqu'à la température de maintien permet de conserver la phase austénitique, qui se transforme seulement lors du maintien en température isotherme après un temps d'incubation plus ou moins long. Dans la figure 1.1, nous avons présenté une courbe TTT, avec les domaines perlitique, bainitique et martensitique. Ainsi sur la courbe, est présenté un cycle de traitement thermique permettant d'obtenir une structure austéno-ferritique (la structure d'une fonte ADI).

### I.2.1 La solidification des fontes ADI

La solidification eutectique d'une fonte ADI (ou d'une fonte à graphite sphéroïdal en général) débute autour des germes de graphite sphéroïdal et se poursuit par une migration des atomes de carbone prélevés dans le métal liquide au travers d'une couche périphérique austénitique [YIN 94].

La figure 1.3 présente la structure d'une fonte GS ferritique. On constate la présence des nodules de graphite dans une matrice ferritique. Les joints de grains sont bien distincts.

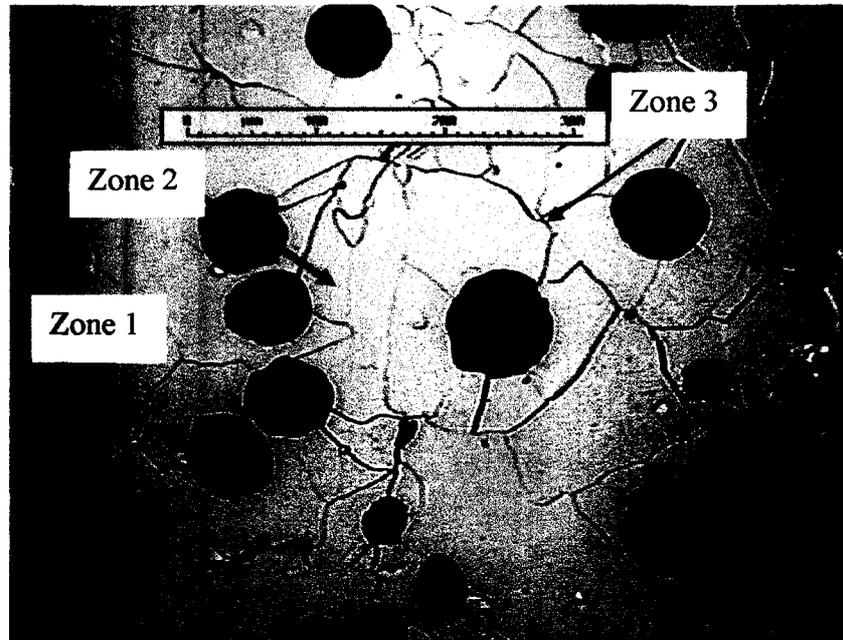


Figure 1.3 La microstructure d'une fonte GS ferritique

De nombreuses études, [SCH 86, SCH 84], ont montré qu'au moment où l'interface solide-liquide augmente les éléments carburigènes, comme Mo, Mn, Cr, sont rejetés dans le liquide résiduel par l'austénite. Cette zone sera donc enrichie en éléments carburigènes, lorsque le liquide résiduel au joint de cellule sera solidifié. Les éléments graphitisants tels que Si, Ni, Cu, qui permettent l'augmentation de la température de solidification eutectique, présentent une ségrégation opposée dans les zones situées près des nodules où l'austénite s'est formée en premier.

A l'état solide, la fonte à graphite sphéroïdal (figure 1.4) présente donc une morphologie très particulière, car elle est composée de « cellules de solidification ». Une étude de la répartition des éléments d'alliage au sein d'une cellule de solidification confirme cette hétérogénéité [YIN 94].

La ségrégation des éléments chimiques conditionne la structure à l'état brut de coulée. Au cours d'une austénitisation, ces ségrégations ne disparaissent pas totalement. La figure 1.8 présente la micrographie d'une fonte G.S. alliée (fonte ADI), austénitisée une heure à 950°C, trempée dans un bain de sel à 380°C pendant 90 minutes, puis un refroidissement à l'air.

### 1.2.2 La transformation bainitique des fontes ADI

La transformation bainitique des fontes ADI est différente de celle des aciers au carbone, pour différentes raisons. Les courbes TTT de la plupart des aciers présentent une large gamme de températures intermédiaires dans laquelle ne se forment ni perlite ni martensite. A la place, se forment de fins agrégats de plaquettes (ou lattes) de ferrite et des particules de cémentite.

La figure 1.4 présente la micrographie d'une fonte à graphite sphéroïdal apte pour un traitement ADI. Il s'agit d'une fonte GS ferrito-perlitique. La ferrite est répartie autour des nodules de graphite (les zones blanches).

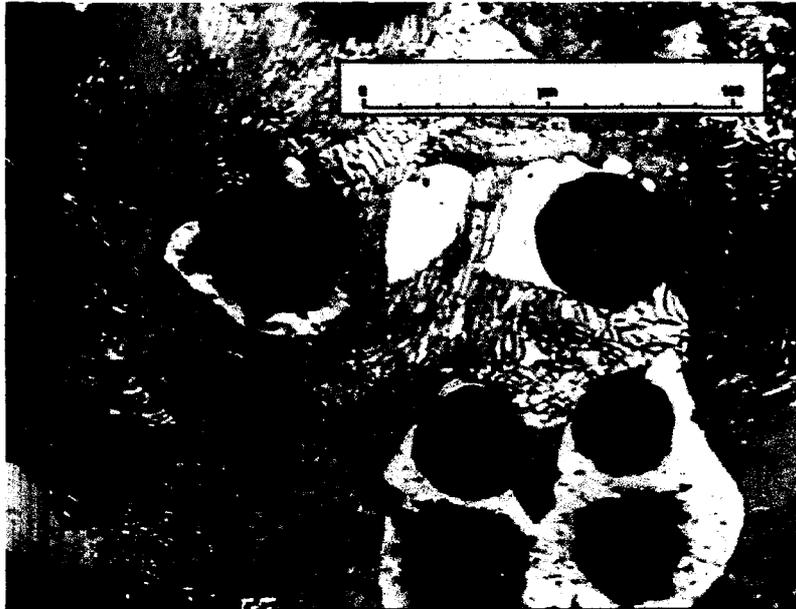


Figure 1.4 Micrographie d'une fonte G.S. apte pour un traitement ADI

Lors de refroidissements rapides permettant la formation de la perlite, mais pas assez rapide pour permettre l'apparition de la martensite, on peut obtenir aussi de la bainite.



Figure 1.5 Micrographie d'une fonte ADI

La transformation bainitique des aciers courants s'effectue en une seule étape ( $\gamma \rightarrow \alpha + \text{cémentite}$ ), la structure finale étant composée de ferrite et de cémentite. Dans ce cas, la transformation est rapide, homogène et complète. Une raison de la différence entre les fontes par rapport aux aciers, c'est d'une part, les teneurs en carbone et silicium, qui sont beaucoup plus élevées, et d'autre part, un acier est chimiquement plus homogène qu'une fonte.

Concernant les fontes ADI et les alliages Fe-C-Si, la transformation de l'austénite en bainite supérieure s'effectue en deux étapes distinctes [YIN 94, PER 97] qui sont :

**Réaction 1 (pendant la trempe) :**

la fonte GS austénitisée au préalable ( $\gamma_{\text{mère}}$ ), se transforme en ferrite sursaturée ( $\alpha_{\text{sur}}$ ) et en austénite post-bainitique ( $\gamma_{\text{pb}}$ ) enrichie en carbone, de grande stabilité, car  $M_s \ll 0^\circ\text{C}$ . ( $\gamma_{\text{mère}} \rightarrow \alpha_{\text{sur}} + \gamma_{\text{pb}}$ )

**Réaction 2 (pendant le maintien isotherme) :**

l'agrégat ferrite sursaturée et austénite post-bainitique se transforment en ferrite et silicocarbures ( $\alpha_{\text{sur}} + \gamma_{\text{pb}} \rightarrow \alpha + \text{silicocarbures}$ )

La vitesse de réaction des deux étapes dépend de la composition chimique, de la teneur en éléments d'alliage, du nombre et de la taille des cellules eutectiques. Si les pourcentages de ferrite et d'austénite enrichie en carbone augmentent avec le temps de

maintien isotherme, pendant la première étape (réaction 1), il y aura donc une diminution de pourcentage d'austénite mère.

L'objectif recherché est la structure obtenue en fin de première étape, car elle contient cette austénite stabilisée. La qualité et la quantité de cette phase austénitique appelée austénite résiduelle, jouent un rôle prépondérant dans le comportement à l'usure abrasive de ces fontes et influencent fortement la ténacité du matériau. Suivant le traitement, il est possible d'obtenir entre 10 et 50% d'austénite résiduelle. En raison du mécanisme de formation de la bainite, la température de transformation  $M_S$  de l'austénite résiduelle est abaissée nettement en dessous de la température ambiante, ce qui implique que sa transformation en martensite n'est possible que lors d'une déformation à froid ; ainsi lors d'utilisation, les couches superficielles se transforment en martensite et la résistance à l'usure est améliorée [PER 97].

Après un traitement thermique, la diffraction des rayons X [LIN 94] nous permet de déterminer aisément et de façon rapide le pourcentage des différentes phases présentes dans une fonte G.S. austéno-ferritique. La diffraction classique des rayons X permet aussi de suivre les transformations de phases pendant le traitement thermique.

Les conditions de traitement thermique ont, bien sûr, une influence sur la structure et ainsi sur les caractéristiques et propriétés mécaniques des fontes ADI [GUN 85]. Ces études ont montré qu'on peut obtenir une plus grande ductilité et une résistance à la traction assez élevée (900 MPa), avec un allongement à rupture de 6 à 10%, tout cela en augmentant la température de maintien isotherme. En fonction de la température d'austénitisation et de la température de maintien isotherme, on a aussi une variation de pourcentage de l'austénite. Le taux d'austénite augmente de 25% à 45%, en augmentant la température d'austénitisation de 850°C à 1000°C [VER 85].

### I.3 Influence des éléments d'alliage sur la structure d'une fonte ADI

Les fontes ADI sont des matériaux dont les propriétés mécaniques peuvent être changées par un choix adéquat du traitement thermique. Le figure 1.6 [RIO 90] illustre la corrélation forte entre la température d'austénitisation, la température de maintien isotherme et les propriétés de traction. Une température élevée de transformation (400°C) produit des fontes ADI avec une ductilité élevée, une résistance mécanique de l'ordre de 500 MPa avec une bonne résistance à la fatigue et l'impact.

Les propriétés mécaniques d'une fonte ADI sont dépendantes de la microstructure de la matrice, qui est constituée d'une ferrite aciculaire et d'une austénite enrichie en carbone. Cette structure est produite par une transformation isotherme de l'austénite, en deux étapes. Dans la première étape l'austénite se décompose en ferrite aciculaire sursaturée en carbone et austénite enrichie en carbone. Ce mélange « responsable » des bonnes caractéristiques de la fonte ADI est connu sous le nom de ausferrite. Le terme ausferrite devient le nom officiel fixé par ASTM (A 644 – 92) pour cette structure [CAM 98].

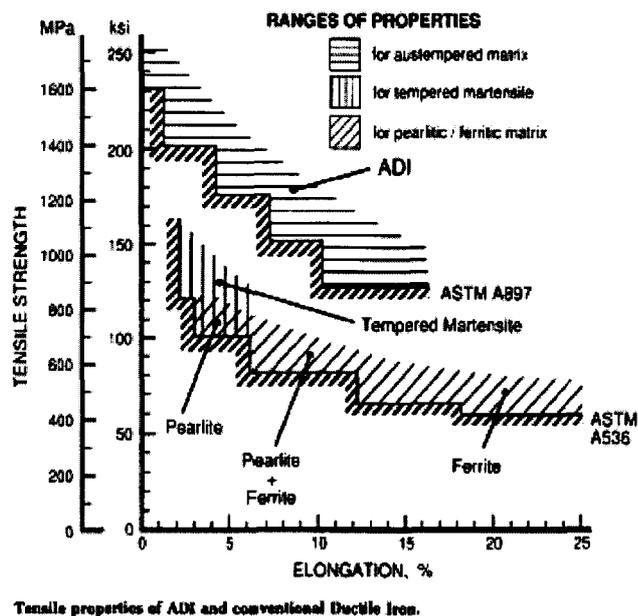


Figure 1.6 [RIO 90]. Les propriétés mécaniques des fontes GS

Les facteurs importants qui influencent les propriétés mécaniques d'une fonte ADI sont [YAN 95] :

- ⊗ la microstructure (le pourcentage d'austénite) ;
- ⊗ la morphologie du graphite (dimension et nodularité) ;
- ⊗ les défauts de fonderie (retrait et inclusions).

Les teneurs en éléments d'alliage comme : le carbone, le silicium, le manganèse, le molybdène, le nickel, etc. ont une influence très importante sur le traitement thermique, sur la structure d'une fonte ADI et bien entendu sur les propriétés mécaniques. Les éléments cités précédemment sont utilisés dans les fontes ADI pour améliorer la trempabilité et les propriétés mécaniques. Le rôle des éléments d'alliage dans une fonte ADI, peut être interprété par la manière différente de comportement de chaque élément,.

La bainite se formant à des températures plus élevées, le carbone peut quitter la plaquette de ferrite en une fraction de seconde. Il n'est donc pas possible de mesurer directement sa composition originale. Le carbone a une influence très importante sur la transformation bainitique d'une fonte G.S. et sur les propriétés mécaniques après le traitement thermique. Mais, le carbone n'est pas le seul élément ayant une influence sur le comportement mécanique d'une fonte ADI. Des nombreux auteurs [ARA 97, PER 97, SUS 01] ont étudié l'influence des éléments d'alliage, comme le silicium, le manganèse, le molybdène, le nickel, sur les caractéristiques mécaniques des alliages Fer-Carbone en général, et aussi des fontes ADI, en particulier.

A l'état brut de coulée, la température eutectoïde diminue avec l'augmentation de la teneur en manganèse. Lorsque la teneur en manganèse augmente de 0,28% à 1%, la concentration de cet élément au joint de cellules augmente [YIN 84] et entraîne de fortes ségrégations en cette zone en modifiant le comportement de la transformation bainitique. Le manganèse qui diminue la vitesse de diffusion du carbone provoque également l'apparition d'une structure perlitique. Le manganèse agit aussi sur la germination et la croissance de la ferrite pendant le refroidissement. Le taux élevé de Si dans la fonte GS mène à une fraction massique importante d'austénite résiduelle après la trempe isotherme [ARA 97].

Le pourcentage d'austénite augmente avec la teneur en Cu et diminue avec la teneur en Mo. Le pourcentage de Cu augmente le domaine austénitique sur le diagramme et empêche l'apparition de carbures. Pendant la solidification de la matrice, les atomes de molybdène ségrègent dans les joints de grains et forment des carbures. Les carbures de molybdène se dissolvent aléatoirement pendant le processus d'austénitisation, donc après le traitement la matrice n'est pas uniforme. Quand le pourcentage d'austénite diminue, le mode de rupture passe de ductile à fragile [YAN 95]. D'après Trudel [TRU 98] l'influence de certains éléments est la suivante :

- ✎ Mn – le pourcentage de cet élément ne doit pas dépasser 0,3%. En dépassant cette limite, des ségrégations peuvent apparaître et ainsi la cinétique de la réaction peut changer.
- ✎ Mo – c'est l'élément qui influence le plus la dureté. On l'utilise en combinaison avec le Ni et/ou Cu et sa concentration ne doit pas dépasser 0,2%.
- ✎ Cu et Ni – l'addition seule de Cu, n'a pas d'influence directe sur la dureté, uniquement si les dimensions de pièces ne sont pas importantes. L'addition de Ni améliore la dureté, mais n'évite pas l'apparition de la perlite au centre de la pièce (si la pièce est importante). En ajoutant du Mn et Mo (faibles quantités) cela peut être évité.

Un teneur élevée de Si retarde la formation de la cémentite [CHA 98]. La précipitation de la cémentite entre les aiguilles de ferrite est possible si le traitement thermique est très long. L'addition de Ni (1,5%) et de Mo (0,3%) augmente la dureté de la fonte, mais le Mo produit des ségrégations s'il dépasse un pourcentage de 0,5% [KOV 97]. D'après certains auteurs [TRU 97, DRA 78] les dimensions de pièces jouent un rôle très important dans le comportement mécanique d'une fonte ADI. L'addition de molybdène augmente la résistance à la traction et diminue l'allongement. Le Mo ségrège au joint de grains et tente de former des carbures. Ces carbures sont très stables et très difficiles à dissoudre. Le Ni a un effet contraire à celui du Mo. Il diminue la résistance à la traction et augmente l'allongement. Concernant le Cu, celui-ci a un comportement identique au Ni. Les deux derniers éléments d'alliage (Ni et Mo) ont un effet d'équilibre sur la ségrégation des éléments carburigènes.

## **I.4 La dépendance entre la transformation bainitique, la déformation plastique et les contraintes résiduelles**

De nombreux matériaux ont, sous chargement thermique, leurs structures modifiées. C'est le cas aussi des alliages ferreux (fontes et aciers), qui passent d'une structure ferritique à température ambiante, à une structure austénitique au cours de chauffage et inversement au refroidissement. La structure produite au refroidissement peut être constituée d'une seule phase (ferrite) ou plusieurs (ferrite perlite, ferrite austénite etc). La structure d'une fonte ADI obtenue au cours de la transformation, influence les propriétés mécaniques.

Au cours d'une transformation de phases, certaines parties d'un matériau, même certains constituants, ont leurs volumes modifiés, ainsi que leur forme dans certains cas. Un état de contrainte interne résulte de l'accommodation géométrique entre les régions ou les phases dernièrement créées et celles voisines.

Cet état de contrainte interne diffère d'un point à un autre de la structure, autrement dit d'un grain à un autre et même à l'intérieur d'un grain. Cette différence conduit à la plastification du matériau, dans les zones voisines des régions transformées, parfois à la plastification de régions transformées elles-mêmes [PET 00]. Une déformation plastique d'échantillon peut apparaître si le champ de contrainte interne est orienté suite à une application d'une contrainte extérieure. Cet effet mécanique associé aux transformations de phases est appelé plasticité de transformation [PET 00].

Les mécanismes responsables d'apparition de ce phénomène sont les mécanismes de Magee [MAG 66] et ceux de Greenwood et Johnson [GRE 65]. Le premier est relatif à la transformation austénite martensite et le second est relatif aux différences entre les caractéristiques des différentes phases. Les figures 1.7a et 1.7b sont des représentations schématiques de ces deux mécanismes responsables de la plasticité de transformation [PET 00].

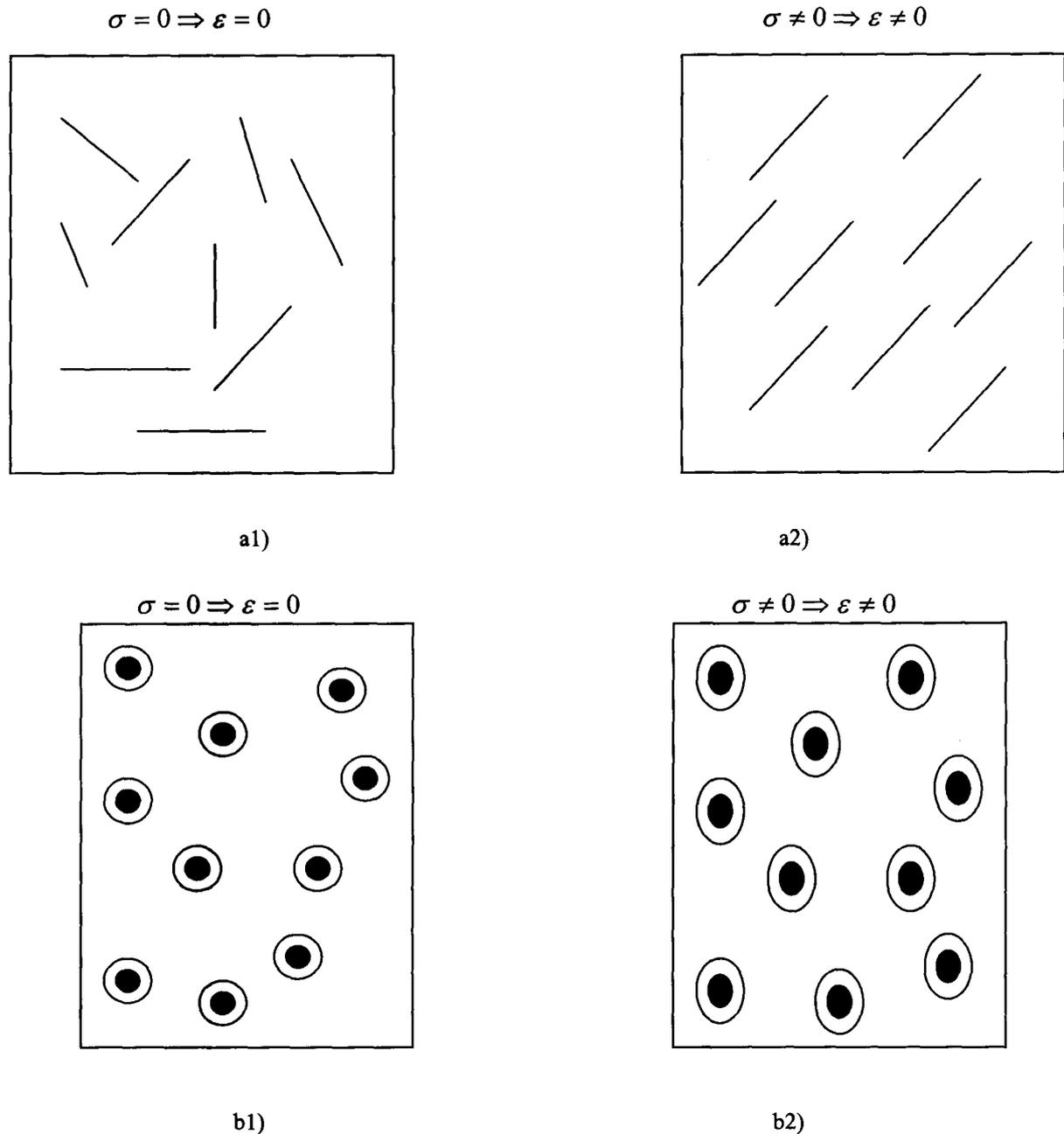


Figure 1.7a et 1.7b : représentation schématique des mécanismes responsables de la plasticité de transformation.

a) conformément au mécanisme de Magee [MAG 66] : 1 – sans contrainte appliquée, 2 – application d’une contrainte [GAU 88] b) conformément au mécanisme de Greenwood et Johnson [GRE 65] : 1 – sans contrainte appliquée, 2 – application d’une contrainte [GAU 88]

La transformation austénite martensite se fait par formation de plaquettes de martensite dans la phase austénitique. In extenso, on peut considérer que la même chose se passe dans une fonte ADI pendant la transformation austénite-bainite. On obtient toujours des plaquettes de ferrite aciculaire, plus fine que les plaquettes de martensite, dans la phase austénitique.

Conformément à la théorie de Magee, les caractéristiques thermomécaniques des deux constituants étant différentes, des sollicitations de cisaillement sont engendrées.

En absence de contrainte appliquée (figure 1.7a), les plaquettes de martensite (ferrite aciculaire pour les fontes G.S. bainitiques), sont orientées aléatoirement, et ont un effet global isotrope. Si une contrainte extérieure est appliquée (figure 1.7b) les plaquettes s'orientent suivant une même direction, et une déformation irréversible macroscopique dans la direction de contrainte effective appliquée sera observée [GAU 88].

Le mécanisme de Greenwood et Johnson part du fait que la phase austénitique est une structure cubique à faces centrées, alors que les structures ferritiques sont des structures cubiques centrées. La différence de compacité entre ces deux structures induit un changement de volume lors de la transformation de phases dans un sens ou dans un autre. En absence de contrainte appliquée (figure 1.7a), seul le changement de volume est observé. L'application d'une contrainte externe fait que le tenseur microscopique des contraintes internes n'est plus totalement symétrique, ce qui induit une déformation irréversible dans la direction de la contrainte effective appliquée [PET 00].

L'existence d'une contrainte externe au cours d'une transformation métallurgique à l'état solide, peut conduire à l'apparition d'une déformation plastique macroscopique même pour des niveaux de contraintes nettement inférieurs à la limite d'élasticité de la phase la moins résistante. Cette plasticité est dépendante de la contrainte appliquée et de l'avancement de la transformation [PET 00].

Des nombreuses études ont été consacrées à la modélisation mécanique de la plasticité de transformation [LEB 89, BER 83, DIA 95]. Ainsi des travaux expérimentaux ont été effectués sur des alliages ferreux [JOH 62, COL 80]. Toutes ces études montrent une dépendance de la déformation de plasticité vis à vis de la contrainte appliquée ou du taux de phase formée. Nous donnerons dans le chapitre II une explication plus détaillée concernant l'évaluation des contraintes résiduelles, liées à la déformation plastique et au traitement thermique d'une fonte G.S. austéno-ferritique.

## 1.5 Etat de l'art

Des nombreuses études [DRA 84, ACH 00-1, ACH 00-2 LIN 96] se sont intéressées durant les dernières années au comportement des fontes à graphite sphéroïdal en général et austéno-ferritiques en particulier, avec différents traitements thermiques ou thermomécaniques.

Les études réalisées sur la déformabilité à haute température des fontes à graphite sphéroïdal ont mis en évidence l'influence de deux paramètres : la température de déformation et le taux de déformation, sur le comportement à chaud de ces fontes et sur certaines modifications structurelles après déformation. Ainsi on observe, que le taux de déformation à chaud nécessaire à l'apparition de la recristallisation dynamique dans le cas de fontes G.S. croît avec la température, pour la même vitesse de déformation. La raison pour laquelle la recristallisation dynamique apparaît plus tard dans la fonte G.S. que dans l'acier, est due à l'augmentation de la teneur en carbone [DRA 84].

Certaines études ont été réalisées pour l'étude à chaud des fontes G.S. Les recherches se sont portées sur la résistance à la déformation, la déformabilité et également sur la dureté et la structure. Le procédé d'estampage de la fonte G.S. à une température de plus de 800°C permet une augmentation substantielle de la dureté après déformation. La déformabilité de la fonte G.S. augmente avec l'augmentation de la vitesse de déformation à chaud. La résistance à la déformation diminue avec l'augmentation de la teneur en silicium.

D'autres études [ACH 00-1(2)] ont mis en évidence le rôle de la compacité et de la quantité du graphite sur l'influence de la déformation à haute température des fontes G.S. par des essais thermomécaniques (laminage à chaud) ou torsion [DRA 84]. Ainsi l'augmentation du nombre de nodules de graphite dans la structure conduit à une diminution de la plasticité et une augmentation de la résistance à la déformation. Aussi des études sur la rupture de fontes G.S. ont été menées [DAI 01].

D'autres auteurs [DRA 76, DRA 78, ZHA 88] ont porté leurs études sur l'estampage à chaud de fontes G.S. ou sur l'influence de certains paramètres sur le comportement de ces fontes. Les mêmes études montrent que les meilleures caractéristiques, sont obtenue pour un traitement effectué à une température supérieure à 900°C. Dans nos études, nous travaillerons à des températures comprises entre 950 et 1050 °C.

De même manière l'étude menée par Y.F. Lin [LIN 96], met en évidence l'effet de la forme du graphite sur les propriétés mécaniques des fontes G.S. ferritiques soumises aux procédés de laminage à chaud. Ses conclusions sont :

- ⊗ après le matriçage le graphite prend la forme d'un ellipsoïde symétrique. Avec l'augmentation du taux de déformation, le paramètre de forme du graphite diminue. Cela entraîne le fluage en traction à chaud.
- ⊗ Le graphite prend une forme sphéroïdale asymétrique après le laminage à chaud.

Les nodules de graphite peuvent introduire des concentrations des contraintes. Sur les échantillons qui ont subi un traitement thermomécanique, le graphite est allongé et nous allons essayer d'effectuer une analyse des contraintes dans ces zones déformées. Cela dans l'idée de relier l'analyse des contraintes résiduelles à la déformation du graphite. Une explication détaillée sur les contraintes résiduelles sera effectuée dans le chapitre II.

Les conclusions de toutes ces études peuvent être présentées de la manière suivante :

- ⊗ Le degré de déformation à chaud nécessaire à l'apparition de la recristallisation dynamique dans le cas des fontes GS croît avec la température pour la même vitesse de déformation.
- ⊗ Les fontes GS sont aptes à subir des déformations plastiques importantes jusqu'à des taux relativement importants. Ces déformations conduisent à une amélioration des propriétés mécaniques du matériau.
- ⊗ La déformation maximale acceptable à chaud (850 – 1100°C) se situe entre 40 et 60% suivant le type de fonte.

- ✎ Les températures optimales pour le travail à chaud se situent dans le domaine 850° - 1050°C.
- ✎ La déformabilité à chaud est sensiblement influencée par la vitesse de déformation. Elle est une fonction croissante de ce paramètre. Il en est de même de la résistance à la déformation à chaud.
- ✎ La déformation à chaud apporte un renforcement de dureté et ce, d'autant plus que la déformation est importante et que la température sont plus élevées. Le traitement thermomécanique à haute température confère à la fonte GS une dureté plus élevée que la trempe classique. La contrainte d'écoulement augmente avec la température de travail à chaud. La résistance aux chocs est améliorée par une augmentation du taux de réduction.
- ✎ Pour maximiser la réduction obtenue par le laminage à chaud de faibles teneurs en C, Mn et Al doivent être utilisées. Une bonne nodularité du graphite peut améliorer la possibilité du travail des fontes G.S.
- ✎ La déformation à chaud accélère la ferritisation. Plus le taux de déformation est important, plus le pourcentage de ferrite obtenu pour une température et une durée de maintien est grand. Après recuit de ferritisation, la valeur de la contrainte de rupture diminue et l'allongement augmente.
- ✎ Par la procédure d'estampage de la fonte à graphite nodulaire à une température de plus de 800° C, on obtient une augmentation substantielle de la dureté. Le traitement thermomécanique à haute température confère à la fonte à graphite nodulaire une dureté plus élevée que la trempe classique.
- ✎ Dans la matrice, les microfissures apparaissent, et après sont suivies de l'apparition des fissures à l'interface. Dans ce cas les nodules de graphite ne peuvent pas être considérés comme du vide et sans propriétés, parce que des fissures ont été observées dans le graphite. Quand les fissures se propagent dans la matrice, dans la plupart de cas elles se propagent au long de l'interface ferrite austénite.

# **CHAPITRE II**

## **ANALYSE DES CONTRAINTES RESIDUELLES**

Dans ce chapitre, nous présentons une définition et une classification des contraintes résiduelles, afin de mieux définir les objectifs de l'étude. Nous présentons ainsi les relations physiques entre la déformation et la contrainte, les méthodes d'évaluation de contraintes et quelques caractéristiques de l'analyse des contraintes résiduelles par diffraction classique des rayons X ou des neutrons.

## II.1 Introduction

Les contraintes résiduelles ont éveillé l'intérêt des scientifiques des matériaux, depuis longtemps. En effet les capacités d'utilisation des matériaux et donc leur sûreté d'emploi peuvent diminuer à cause du niveau des contraintes. Plusieurs méthodes pour la détermination des contraintes résiduelles existent actuellement. Il est possible de les classer en destructives ou non destructives.

Dans ce chapitre, nous nous sommes plus particulièrement intéressés aux techniques de la diffraction (classique des rayons X et des neutrons) pour l'évaluation des contraintes de premier ordre, qui entraînent dans le matériau une déformation homogène sur plusieurs grains. Cette déformation entraîne un simple déplacement du pic de diffraction dans un spectre de diffraction reliant l'intensité ( $I$ ) à l'angle de diffraction  $2\theta$ .

Une définition des contraintes résiduelles sera donnée dans la première partie de ce chapitre, ainsi que leur classification et les différentes méthodes d'évaluation en retenant notre attention sur les techniques de diffraction.

La seconde partie de ce chapitre, présente les éléments de base de la théorie de l'élasticité appliquée à un corps élastique et homogène. Pour un plan cristallographique donné, nous analyserons le comportement élastique d'un monocristal, notre attention étant dirigée vers la détermination des constantes de souplesse et de rigidité du matériau.

## II.2 Généralités

### II.2.1 Définition et classification des contraintes résiduelles.

De nombreux chercheurs [MAC 86, NOY 87, NYE 76] se sont intéressés aux contraintes résiduelles depuis des années. Ils ont donné différentes définitions de celles-ci. Selon la définition de Mura [MUR 82], dans les conditions normales de température, les contraintes résiduelles sont « des contraintes internes auto-équilibrantes qui existent dans un matériau soumis à aucune force extérieure ». Les contraintes résiduelles peuvent apparaître dans le matériau pendant la fabrication (ou élaboration), pendant l'usinage notamment ou à chaque fois que celui-ci subit des traitements thermiques ou thermomécaniques. La surface et le cœur du matériau considéré ne se trouvent pas dans le même état de contrainte, lors des traitements thermiques ou thermomécaniques.

Il y a quelques années Macherauch [MAC 86] a proposé une classification des contraintes résiduelles en trois ordres, en fonction de l'échelle à laquelle on considère le matériau :

- Les contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre ou macro contraintes sont homogènes sur un très grand nombre de domaines cristallins du matériau (plusieurs grains). Les forces internes liées à ces contraintes sont en équilibre dans chaque section, et les moments liés à ces forces sont nuls autour de tout axe. Ces contraintes, nulles en moyenne, si la pièce n'est pas chargée, peuvent atteindre localement une grande intensité responsable d'affaiblissement (corrosion sous contrainte ou plastification locale) ou de renforcements locaux (écrouissage) pour des sollicitations particulières. Les contraintes du I<sup>er</sup> ordre correspondent donc à une moyenne à l'échelle d'un grand nombre de grains (figure II.1). Elles sont équivalentes aux contraintes évaluées par mesures de déformation issues de jauges d'extensométrie. Ces contraintes vont se superposer aux contraintes de service et vont avoir des effets favorables ou néfastes selon qu'elles vont être des contraintes de compression ou de tension [BRA 98] ;

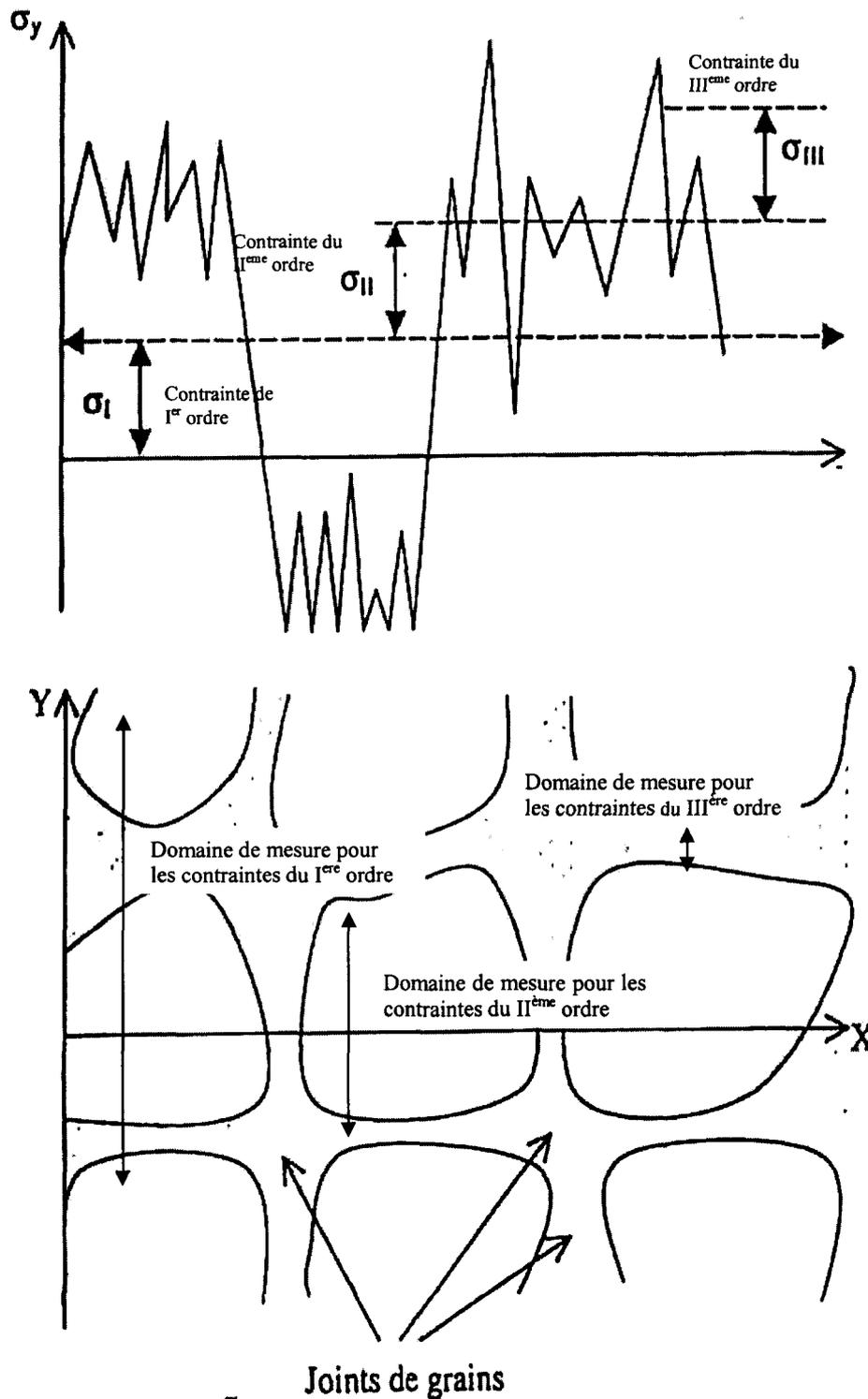


Figure II.1 Représentation schématique des trois ordres de contraintes [LEV 99]

- Les contraintes résiduelles du II<sup>em</sup>e ordre ou mésocontraintes sont homogènes sur de petits domaines cristallins du matériau (un grain ou une phase – figure II.1). Les forces internes liées à ces contraintes sont en équilibre dans un assez grand nombre de grains. Du fait des désorientations cristallines entre les grains et du caractère cristallographique du glissement

plastique, la déformation plastique uniforme dans chaque grain est incompatible de grain à grain et est responsable des contraintes internes. La moyenne de ces contraintes internes sur un ensemble de grain donne la valeur obtenue à l'échelle précédente, mais chaque grain se trouve contraint de manière différente, ce qui influera beaucoup la réponse à une déformation ultérieure.

- Les contraintes résiduelles du III<sup>ème</sup> ordre ou micro-contraintes interatomiques sont homogènes sur les plus petits domaines cristallins du matériau (quelques distances interatomiques dans le grain) (figure II.3). Les forces internes liées à ces contraintes sont en équilibre dans de très petits domaines. A cette échelle, la déformation plastique n'apparaît donc plus uniforme à l'intérieur d'un même grain : les domaines des sous-grains, des bandes de glissement ou des écheveaux de dislocations sont atteints. Toutes ces sources de discontinuité créent des champs de contraintes très variables localement (de quelques angströms à quelques microns). Leur moyenne donne la valeur des contraintes considérées à l'échelle précédente.

Sur le plan microscopique, les contraintes d'ordre I (résiduelles et/ou appliquées) vont s'accompagner par des variations élastiques réversibles des distances interréticulaires  $d$ . La diffraction des rayons X ou des neutrons permet d'accéder à cette modification et permet donc l'accès aux déformations élastiques. La variation de  $d$  va se traduire par un déplacement des pics de diffraction (figure II.2a). Les contraintes d'ordre II et III (microscopiques) vont quant à elles s'accompagner d'une modification de la structure du matériau. Elles correspondent à des modifications de densités de défauts (dislocations, maclages, défauts ponctuels...) et à la distorsion du réseau cristallin. Ces contraintes n'engendrent pas de déplacement de pics de diffraction mais, par contre, elles sont traduites par un élargissement des pics de diffraction (figure II.2b).

En général, il est très difficile de séparer les contraintes du II<sup>ème</sup> et III<sup>ème</sup> ordres. Le terme « microcontrainte » est défini par la somme des deux derniers ordres. Dans le cas des matériaux usuels, l'état de contraintes résiduelles résulte de la superposition de contraintes du I<sup>ère</sup>, II<sup>ème</sup> et III<sup>ème</sup> ordre. Les trois types de contraintes sont schématisés sur la figure II.1 (cas d'un matériau monphasé).

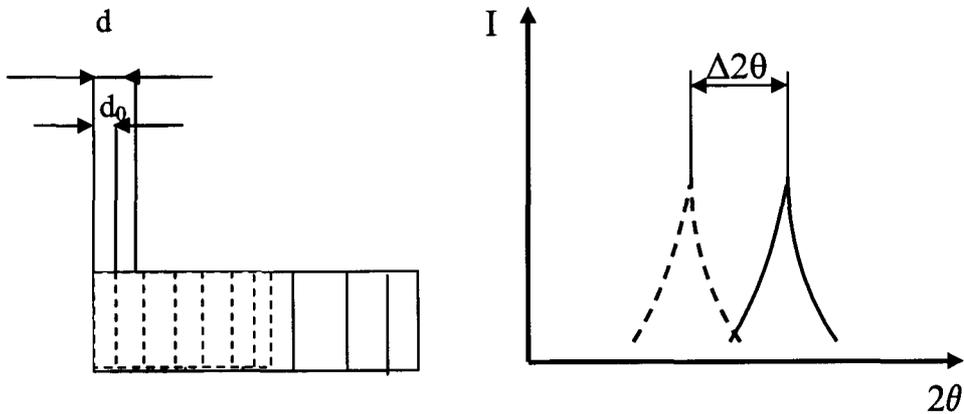


Figure II.2a Déplacement d'un pic de diffraction (déformation uniforme) du à une variation de la distance interréticulaire

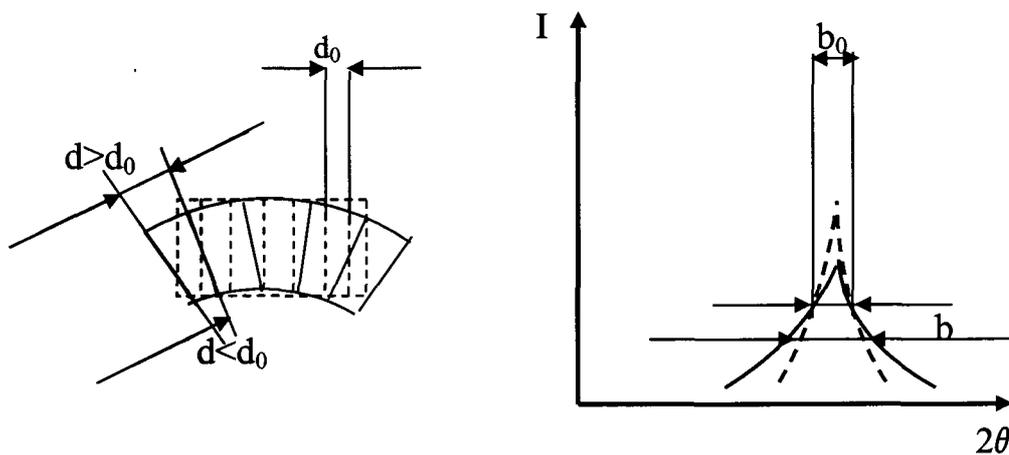


Figure II.2b Elargissement d'un pic de diffraction (déformation non uniforme) du à la distorsion du réseau cristallin

Les figures II.2a et II.2b représentent de manière schématique les déformations uniformes et non uniformes de la distance interréticulaire de référence. Le terme  $b$  représente la largeur à mi-hauteur initiale du plan de diffraction considéré et  $b_0$  est la largeur à mi-hauteur après la déformation du plan de diffraction.

Une description de l'origine de contraintes du troisième ordre est présentée dans la figure II.3 [LMM 96].

Les contraintes résiduelles peuvent être introduites volontairement dans un composant pour améliorer ses performances, ou involontairement comme résultat de procédés de fabrication. En général, les contraintes résiduelles sont essentiellement d'origine mécanique

(usinage, grenailage, déformation plastique, etc), thermique (trempe, traitements thermiques) ou thermomécanique (forgeage, soudage).

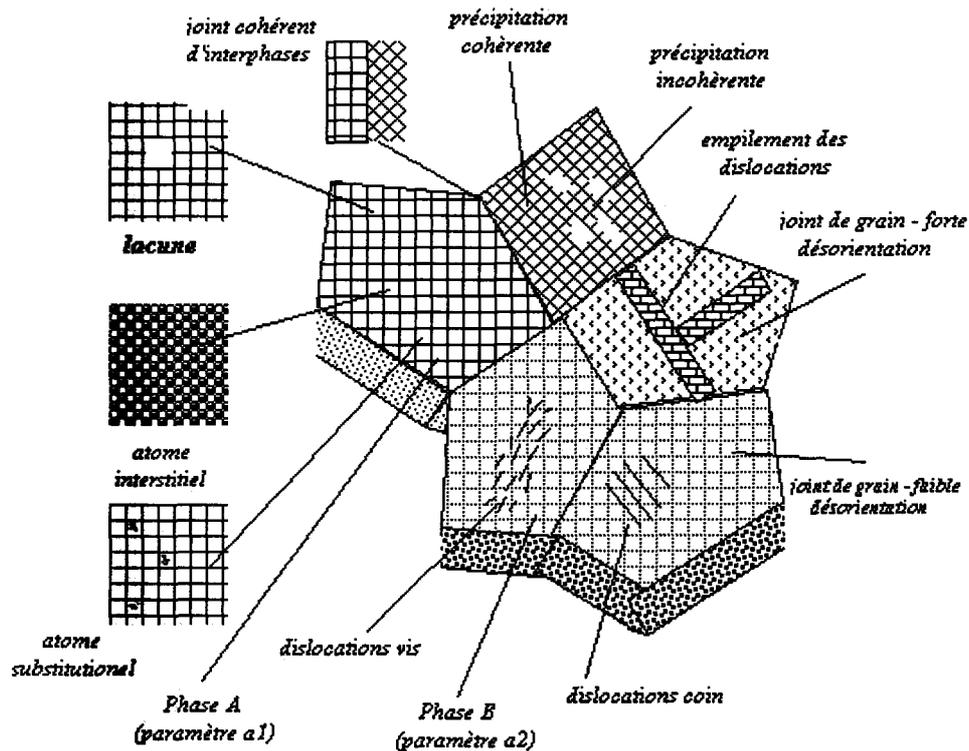


Figure II.3 Représentation de l'origine des contraintes du troisième ordre

Dans ce travail, nous insisterons sur les contraintes d'origine thermique suite à un traitement thermique pour obtenir une fonte ADI (austempered ductile iron) à partir d'une fonte à graphite sphéroïdal et sur celles d'origine thermomécanique induite par le traitement thermomécanique. L'évaluation des contraintes résiduelles dans les deux phases présentes dans une fonte ADI (la ferrite et l'austénite) sera effectuée par diffraction des rayons X et des neutrons.

## II.3 Notions essentielles dans l'analyse des contraintes

### II.3.1 Déformation et Contrainte

La loi de Hooke [FRA 95] généralisée se présente sous la forme :

$$\epsilon_{ij} = S_{ijkl} \sigma_{kl} \quad (\text{II.1})$$

Elle donne la relation entre le tenseur des déformations  $\epsilon_{ij}$  et celui des contraintes  $\sigma_{kl}$  où si on exprime les contraintes en fonction de la déformation

$$\sigma_{il} = C_{ijkl} \epsilon_{kl} \quad (\text{II.2})$$

$S_{ijkl}$  et  $C_{ijkl}$  représentent respectivement les tenseurs d'ordre 4 de souplesse et de rigidité du matériau.

Les équations (II.1) et (II.2) décrivent dans la plupart de cas, 9 équations linéaires, chacune avec 9 termes différents. Il existe donc 81 termes indépendants dans les tenseurs  $S_{ijkl}$  et  $C_{ijkl}$ . La symétrie du tenseur de contraintes ( $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$ ) nous permet d'écrire  $C_{ijkl} = C_{ijlk}$  et  $S_{ijkl} = S_{ijlk}$  de la même manière,  $C_{ijkl} = C_{ilkj}$  et  $S_{ijkl} = S_{jilk}$ . Ces relations ramènent le nombre de coefficients indépendants à 36 [LEV 99, NYE 76].

Tableau II.1 : Relation tenseur – matrice

Notation tensorielle	11	22	33	23 ou 32	31 ou 13	12 ou 21
Notation matricielle	1	2	3	4	5	6

Cette notation est appelée notation contractée.

Pour rendre compte de cette symétrie, les termes élastiques des modules de souplesse et de rigidité sont généralement exprimés avec 2 indices au lieu de 4. Cette notation est obtenue en contractant la première et la seconde paire d'indice en un chiffre, comme le montre le tableau précédent.

Ainsi, la notation contractée devient, en tenant compte de la symétrie :

$$S_{ijkl} = S_{mn} \text{ si } m \text{ et } n \text{ égal } 1, 2, \text{ ou } 3 \quad (\text{II.3a})$$

$$S_{ijkl} = \frac{1}{2} S_{mn} \text{ si } m \text{ ou } n \text{ égal } 4, 5, \text{ ou } 6 \quad (\text{II.3b})$$

$$S_{ijkl} = \frac{1}{4} S_{mn} \text{ si } m \text{ et } n \text{ égal } 4, 5, \text{ ou } 6 \quad (\text{II.3c})$$

Pour la suite de l'étude, nous nous attacherons à étudier des matériaux de symétrie cubique (dans ce cas, la matrice de souplesse possède 3 coefficients indépendants), et de symétrie hexagonale (la matrice de souplesse possède alors 6 coefficients indépendants).

$$\text{Pour un système cubique : } S_{ij} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{11} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{12} & S_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} \end{pmatrix} \quad (\text{II.4a})$$

$$\text{Pour un système hexagonal : } S_{ij} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{11} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{12} & S_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & (S_{11} - S_{12}) \end{pmatrix} \quad (\text{II.4b})$$

### II.3.1.1 Détermination de contraintes macroscopiques

#### II.3.1.1.1 Cas d'un matériau cubique polycristallin, monophasé homogène et isotrope

Les 81 composantes du tenseur de souplesse s'exprime en fonction de 2 paramètres : module d'Young  $E$  et coefficient du poisson  $\nu$ . Ainsi la loi de Hooke isotrope s'écrit :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{ij} - \delta_{ij} \frac{\nu}{E} \sigma_{kk} \quad (\text{II.5})$$

et inversement :

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1+\nu} \varepsilon_{ij} + \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \delta_{ij} \varepsilon_{kk} \quad (\text{II.6})$$

$k$  représente tous les indices différents de  $i$  et  $j$ , et  $\delta_{ij}$  le symbole de Kronecker. Les modules de Young et les coefficients des Poisson macroscopiques sont reliées aux constantes de complaisance par les relations suivantes :

$$S_{11} = \frac{1}{E} \quad (\text{II.7a})$$

$$S_{12} = -\frac{\nu}{E} \quad (\text{II.7b})$$

On considère un cube soumis à une contrainte  $\sigma_{11}$  de traction suivant l'axe 1. Cette contrainte va générer une déformation  $\varepsilon_{11}$  en tension suivant l'axe 1, et des déformations en compression suivant les axes transverses 2 et 3. La loi de Hooke dit que cette déformation sera directement reliée à la contrainte appliquée :

$$\varepsilon_{11} = \frac{1}{E} \sigma_{11} \quad (\text{II.8})$$

$$\varepsilon_{22} = \varepsilon_{33} = -\frac{\nu}{E} \sigma_{11} \quad (\text{II.9})$$

Ces constantes de proportionnalité  $E$  et  $\nu$  représentent les propriétés des matériaux et sont respectivement les modules de Young et le coefficient de Poisson macroscopiques.

De nombreux modèles ont été proposés [VOI 89, KRO 58] pour les propriétés élastiques en passant par la notion de constantes élastiques radiocristallographiques d'un polycristal (CER).

### ***La notion de constantes élastiques radiocristallographiques d'un polycristal (CER)***

En général, on peut considérer une distribution polycristalline non texturée comme étant homogène et isotrope. Pourtant, elle est constituée d'agrégats monocristallins dont les propriétés élastiques sont anisotropes. Compte tenu de la distribution aléatoire des orientations cristallins des monocristaux, les constantes élastiques peuvent être calculées à partir des constantes élastiques des monocristaux.

De plus, le comportement élastique du polycristal dépend aussi de l'interaction entre les grains. Ainsi, un calcul théorique rigoureux des constantes élastiques prenant en compte

l'anisotropie élastique de chaque monocristal et aussi l'interaction entre les monocristaux sur la réponse élastique du matériau, est nécessaire.

Plusieurs hypothèses ont été émises en raison de la complexité du problème. En effet, il existe de nombreux modèles théoriques nous permettant de calculer les constantes élastiques d'un polycristal, à partir des caractéristiques mécaniques du monocristal.

Parmi les nombreux modèles proposés, le modèle de Voigt [WIE 87, VOI 89] suppose que la déformation est équivalente dans chaque monocristal. Un autre modèle est l'approximation de Reuss [REU 29] qui suggère que la contrainte soit constante. On considère comme modèle le plus réaliste, le modèle autocohérent de Kröner [LEV 99]. Dans notre étude nous avons utilisée le modèle autocohérent.

Les constantes élastiques radiocristallographiques  $S_1$  et  $\frac{1}{2}S_2$  sont reliés aux grandeurs physiques du matériau  $E$  et  $\nu$  par les relations suivantes :

$$S_1 = -\frac{\nu_{(hkl)}}{E_{(hkl)}} \quad (\text{II.10a})$$

$$\frac{1}{2}S_2 = \frac{1 + \nu_{(hkl)}}{E_{(hkl)}} \quad (\text{II.10b})$$

Dans le modèle de Voigt le champ de déformation est homogène dans tout le polycristal et donc chaque grain est soumis à la même déformation selon l'approximation de Voigt. Il y a continuité des déformations aux bords des grains [NOY 87]. Dans cette hypothèse, les constantes élastiques du matériau sont calculées à partir des coefficients de souplesse  $S_{ijkl}$  du monocristal et sont indépendantes de la direction cristallographique.

Dans l'approximation de Reuss, le champ de contrainte est homogène et donc chaque cristal développe une déformation qui est proportionnelle aux constantes d'anisotropie dans une direction donnée [LEV 99, NOY 87]. Selon cette hypothèse, les constantes élastiques dépendent donc de l'orientation cristallographique (hkl).

Le modèle de Kröner est un modèle d'Eshelby étendu, le travail de Kröner porte sur le calcul des propriétés élastiques globales d'un matériau polycristallin à partir des constantes élastiques du monocristal [LEV 99, NOY 87, NYE 76]. Ce modèle est basé sur le traitement d'un cristal anisotrope, sphérique ou ellipsoïdal, qui est noyé dans une matrice infinie, élastique et isotrope.

Les valeurs des constantes élastiques de diffraction les plus réalistes, avec des valeurs très proches de celles mesurées expérimentalement sont données par la méthode de Kröner. Par ailleurs, les constantes élastiques calculées par chacune des deux autres méthodes ne sont pas toujours en accord avec les valeurs déterminées expérimentalement. Dans plusieurs études ce désaccord a été expliqué par l'état de matériau, la composition, la taille des grains, la microstructure, les traitements mécaniques et thermiques. Il est nécessaire de connaître exactement les constantes élastiques du matériau à étudier en les déterminant expérimentalement [LEV 99]

### *II.3.1.1.2 Cas d'un matériau polyphasé, homogène et isotrope*

#### **Le modèle autocohérent**

Ce modèle consiste à placer les grains de la phase considérée dans un milieu homogène équivalent soumis à une contrainte ou à une déformation macroscopique. On affecte alors au milieu homogène équivalent les propriétés mécaniques effectives du matériau recherché. La phase est donc plongée dans un milieu qui constitue la matrice. Cette méthode prend donc en compte, de manière indirecte, les interactions entre les phases. Toutefois, l'estimation qu'elle donne des caractéristiques mécaniques de la matrice est dans certains cas forcément « surévaluée » puisque, dans la réalité, la phase au sein du matériau est entourée d'un certain volume de matrice.

A l'échelle macroscopique, on introduit le tenseur macroscopique des contraintes  $\Sigma_{ij}$ , qui caractérise le mode de déformation. Si la contrainte externe appliquée est assez importante pour générer une déformation plastique, la réponse du matériau (du point de vue mécanique)

peut être décrite par les tenseurs de déformations macroscopiques élastiques et plastiques,  $E_{ij}^e$  et  $E_{ij}^p$  respectivement, qui sont dépendants en général des propriétés internes du matériau.

Dans un même moment, un grain « perçoit » la contrainte  $\sigma_{ij}$ , définie précédemment. Les déformations élastiques et plastiques correspondantes sont notées  $\varepsilon_{ij}^e$  et  $\varepsilon_{ij}^p$ . Pour prédire la déformation plastique, il est nécessaire de suivre les modifications des paramètres du grain, survenant pendant les phénomènes de glissement ou de maclage.

Nous allons définir deux comportements :

### Le Comportement local

On considère [LEV 99, BAC 04-1] un grain soumis à une contrainte  $\sigma_{ij}$ . Selon la loi de Schmid, le glissement est actif uniquement sur les systèmes de glissement  $[uvw](hkl)$  (respectivement la direction et le plan du glissement) pour lesquels la cission correspondant atteint une valeur critique  $\tau_c$  :

$$\sigma_{[uvw](hkl)} \geq \tau_c \quad (\text{II.11})$$

où  $\tau_c$  est la contrainte de cisaillement critique de glissement,  $\sigma_{[uvw](hkl)} = (\sigma \cdot n_i) m_j$  est la contrainte résolue pour laquelle le glissement est activé,  $m = [m_1, m_2, m_3]$  est le vecteur unitaire parallèle à la direction  $[uvw]$  et  $n = [n_1, n_2, n_3]$ , le vecteur unitaire normal au plan  $(hkl)$ .

Durant la déformation plastique, de nombreux phénomènes physiques influencent le comportement mécanique du grain considéré [WIE 87, LIP 95]. Ainsi, on notera la multiplication des dislocations et l'évolution de leurs distributions spatiales dans un grain conduisant au durcissement du matériau, l'apparition des contraintes internes (résiduelles) dues aux incompatibilités plastiques, les changements d'orientation des grains (texture) et enfin la modification de la forme des grains.

En général, la multiplication des dislocations devrait être considérée à l'échelle microscopique, c'est-à-dire dans le volume d'un grain. Si on considère la description cinétique du comportement des systèmes de glissement, l'écrouissage latent peut être décrit par une matrice traduisant l'interaction entre les systèmes de glissement : cette matrice est appelée la matrice d'écrouissage et est notée  $H$ . Cette dernière relie la vitesse de la cisson critique  $\dot{\tau}_c^g$  sur un système  $g$  à la vitesse de glissement  $\dot{\gamma}^h$  [FRA 80, BAC 04-2] :

$$\dot{\tau}_c^g = \sum_h H^{gh} \dot{\gamma}^h \quad (\text{II.12})$$

En pratique, l'interaction entre deux systèmes de glissement actifs ( $g$  et  $h$ ) dépend de leur orientation géométrique et donc on peut distinguer deux groupes d'écrouissage [WIE 87, FRA 80]. Les relations de *faibles écrouissages* (notées  $H_w$  dans la matrice d'écrouissage) existent pour les systèmes de glissement activés, les systèmes de glissement coplanaires, les systèmes de glissement dévié et enfin, les systèmes avec la direction de glissement perpendiculaire à celle du système primaire. Les autres relations correspondent à un fort écrouissage (notées  $H$ , dans la matrice d'écrouissage).

La matrice d'écrouissage peut ainsi être construite en tenant compte de deux paramètres :

$$H = H_w \text{ et } A = H_s / H_w \quad (\text{II.13})$$

Le gradient de la vitesse  $\dot{e}_{ij}$  se décompose en une partie symétrique  $\dot{\varepsilon}_{ij}$  (vitesse de déformation) et une partie antisymétrique  $\dot{w}_{ij}$  (spin). Chacun de ces deux termes possède une partie élastique et une partie plastique. On a alors :

$$\dot{e}_{ij} = (\dot{\varepsilon}_{ij} + \dot{\varepsilon}_{ij}^p) + (\dot{w}_{ij} + \dot{w}_{ij}^p) \quad (\text{II.14})$$

Les composantes plastiques du gradient de la vitesse résultent de la vitesse de glissement  $\dot{\gamma}^h$  sur le système actif de glissement  $g$ .

$$\begin{aligned} \dot{\varepsilon}_{ij}^p &= \frac{1}{2} \sum_g (m_i^g n_j^g + m_j^g n_i^g) \dot{\gamma}^g \\ \dot{w}_{ij}^p &= \frac{1}{2} \sum_g (m_i^g n_j^g - m_j^g n_i^g) \dot{\gamma}^g \end{aligned} \quad (\text{II.15})$$

Le comportement global

Pour prédire la déformation plastique, tous les phénomènes physiques mentionnés ci-dessus doivent être considérés à l'échelle du grain. De plus, l'influence des quantités macroscopiques ( $\Sigma_{ij}$ ,  $E_{ij}^e$  et  $E_{ij}^p$ ) sur le comportement du grain doit être établie. Dans ce but, les relations suivantes doivent être introduites :

$$\left\{ \dot{\Sigma}_{ij}, E_{ij}^{1p}, E_{ij}^{1e} \right\} \Leftrightarrow \left\{ \dot{\sigma}_{ij}, \varepsilon_{ij}^{1p}, \varepsilon_{ij}^{1e} \right\} \quad (\text{II.16})$$

Ce problème est d'une grande importance et peut être résolu en utilisant la méthode autocohérente pour le calcul des interactions grain – matrice. Cette méthode a tout d'abord été appliquée à la déformation élastoplastique par Kröner [KRO 58] et Hill [HIL 65], puis elle a été développée par beaucoup d'autres auteurs.

Dans notre cas, les calculs ont été réalisés à partir d'un modèle proposé par Berveiller et Zaoui [BER 84] et Berveiller et Lipinski [WIE 87, LIP 89] et développé par Andrzej Baczmanski pour notre étude. Selon ce formalisme et d'un point de vue strictement microscopique, la relation entre la vitesse locale de contrainte  $\dot{\sigma}_{ij}$  et la vitesse locale de déformation  $\dot{\varepsilon}_{ij}$  peut être écrite de la façon suivante [BER 84, LIP 90] :

$$\dot{\sigma}_{ij}(r) = l_{ijkl}(r) \dot{\varepsilon}_{kl}(r) \quad (\text{II.17})$$

Le tenseur  $l_{ijkl}$  est déterminé à partir du comportement élastique et des mécanismes de glissement plastique, il dépend de l'état de contrainte local, des conditions de plasticité et de l'orientation du cristal [LIP 90]. Il représente le module tangent à l'échelle microscopique.

Connaissant les constantes élastiques pour un grain polycristallin et en utilisant les équations (II.12) à (II.13) décrivant le comportement élastoplastique d'un monocristal, il est possible de dériver le tenseur  $l_{ijkl}$  [LIP 89, LIP 95]. Ce modèle est basé sur la condition d'équilibre suivante (en l'absence de toute force extérieure) :

$$\text{div} \left[ \dot{\sigma}_{ij}(r) \right] = 0 \quad (\text{II.18})$$

Dans le but de trouver une solution à cette équation d'équilibre, il est nécessaire de considérer que le matériau polycristallin est homogène à l'échelle macroscopique (macrohomogène) et hétérogène à l'échelle microscopique (microhétérogène). Dans ce cas, le tenseur  $l_{ijkl}$  peut être décomposé en une partie uniforme  $L^0$  (module tangent de localisation macroscopique dans un milieu supposé homogène) et en déviations  $\mathcal{A}(r)$  (module tangent de localisation microscopique) tels que [LIP 89, LIP 95] :

$$l_{ijkl}(r) = L_{ijkl}^0 + \mathcal{A}_{ijkl}(r) \quad (\text{II.19})$$

Il a été montré que la solution générale de l'équation (II.18) (en utilisant les équations (II.17) et (II.19)) obtenue pour un volume  $V$  considéré est égale à :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}(r) = \dot{E}_{ij}^0 + \frac{1}{V} \int \Gamma_{ijkl}(r-r') \mathcal{A}_{klmn}(r') \dot{\varepsilon}(r') dV' \quad (\text{II.19})$$

$$\text{où } \Gamma_{ijkl} = \frac{\partial g_{il}(r-r')}{\partial x^k \partial x^j},$$

avec  $g_{il}(r-r')$  et  $\dot{E}_{ij}^0$  représentent les tenseurs de Green et le gradient de vitesse pour un milieu infini caractérisé par le module élastoplastique  $L^0$  [KNE 63].

Cette dernière équation permet de calculer les grandeurs élastoplastique locales à partir d'un module élastoplastique macroscopique  $L^0$  et une déviation définie localement par  $\mathcal{A}(r)$ . Dans ce cas, les quantités macroscopiques pour le matériau considéré peuvent être définies en utilisant les opérations de moyenne par les relations suivantes :

$$\dot{E}_{ij} = \frac{1}{V} \int \dot{\varepsilon}_{ij}(r) dV \quad \text{et} \quad \dot{\Sigma}_{ij} = \frac{1}{V} \int \dot{\sigma}_{ij}(r) dV \quad (\text{II.20})$$

où  $\dot{\sigma}_{ij}$  est donné par l'équation (II.17).

D'un point de vue macroscopique, la vitesse de contrainte moyenne et le gradient de vitesse sont corrélés par la relation :

$$\dot{\Sigma}_{ij} = L_{ijkl}^{eff} \dot{E}_{kl} \quad (\text{II.21})$$

Le tenseur  $L^{eff}$  caractérise ainsi le comportement du polycristal dans un milieu homogène équivalent réel. Dans le but d'assurer la transition d'échelle micro-macro, il est nécessaire de remplir les conditions suivantes :

$$L^0 = L^{eff} \text{ et } E^0 = \dot{E} \quad (\text{III.22})$$

En pratique, les calculs autocohérents sont établis pour un matériau polycristallin représenté par un certain nombre d'inclusions ellipsoïdales (les monocristaux) noyées dans un milieu homogène avec un module élastique  $L^0$ . En supposant l'uniformité des propriétés élastoplastiques dans chaque grain, les quantités suivantes sont introduites pour le grain  $I$  et un volume  $V_I$  :

$$\begin{cases} \dot{\varepsilon}_{ij}^I = \frac{1}{V} \int_{V_I} \dot{\varepsilon}_{ij}(r) dV \\ \dot{\sigma}_{ij}^I = \frac{1}{V} \int_{V_I} \dot{\sigma}_{ij}(r) dV \\ \dot{l}_{ijkl}^I = \frac{1}{V} \int_{V_I} \dot{l}_{ijkl}(r) dV \end{cases} \quad (\text{II.23})$$

Pour chaque inclusion, les équations (II.17) et (II.19) sont réécrites de la façon suivante :

$$\dot{\sigma}_{ij}^I = l_{ijkl}^I \dot{\varepsilon}_{hk}^I \text{ et } l_{ijkl}^I = L_{ijkl}^0 + \Delta l_{ijkl}^I \quad (\text{II.24})$$

Pour simplifier les calculs, les interactions entre deux inclusions sont négligées, ce qui implique que la méthode constitue la solution autocohérente de l'équation (II.19) à partir de laquelle il est possible d'écrire :

$$\dot{\varepsilon}^I = E^0 + T^H : \Delta l^I : \dot{\varepsilon}^I \quad (\text{II.25})$$

où  $T^H = \frac{1}{V_I} \int \int_{V_I} \Gamma dV dV'$  est la matrice décrivant l'interaction à l'intérieur des grains

En résolvant cette équation, on obtient les déformations locales microscopiques  $\dot{\varepsilon}^I$  à partir de la valeur macroscopique  $E^0$  :

$$\dot{\varepsilon}^I = A^I E^0 \quad \text{avec } A^I = (I - T^H : \Delta l^I)^{-1} \quad (\text{II.26})$$

Les grandeurs macroscopiques pour le volume total de tous les grains sont donc :

$$\left\{ \begin{array}{l} \Sigma = \frac{1}{V} \int_V \sigma dV \\ \dot{E} = \frac{1}{V} \int_V \dot{\epsilon} dV \\ L^{eff} = \frac{1}{V} \int_V l^I : A^I dV \end{array} \right. \quad (III.27)$$

En définitive, l'équation (II.19) a été résolue. Le choix de la condition (II.22)  $L^0 = L^{eff}$  constitue la solution autocohérente à un site de l'équation intégrale. Les calculs de ce modèle autocohérent sont exécutés en utilisant la méthode des itérations et suivent le schéma suivant :

- ✎ Calcul du module tangent local  $l$  pour un grain soumis à une contrainte  $\sigma$  connue de l'itération précédente ;
- ✎ Calcul du tenseur de concentration (équation II.27) en utilisant les tenseurs  $L^0 = L^{eff}$  et  $T$  ;
- ✎ Modifications des valeurs de déformations  $\epsilon$  et contraintes  $\sigma$  locales pour un incrément de déformation  $\Delta E$  appliqué (équations (II.24) et (II.22)) ;
- ✎ Calculs des grandeurs macroscopiques  $\Sigma$ ,  $E$ , et  $L^{eff}$  ou  $L^0$  pour le prochain pas du calcul.

Ainsi, les grandeurs globales et locales du comportement élastoplastique d'un matériau polycristallin sont obtenues.

Le modèle autocohérent est basé sur la prédiction du comportement d'un grain dans un matériau polycristallin soumis à une contrainte extérieure. Les propriétés du matériau peuvent être étudiées à différentes échelles. Pour prédire la déformation plastique, il est nécessaire de suivre les modifications des paramètres d'un grain survenant lors de phénomènes de glissement ou maclage. Dans le modèle développé, seul le phénomène de glissement plastique cristallographique résultant du mouvement athermique est pris en compte. En effet, ce mécanisme correspond principalement à la plasticité à froid des métaux.

Afin de comparer les résultats expérimentaux avec le modèle autocohérent, il est nécessaire d'introduire (chapitre V, tableau V.1) certains paramètres caractéristiques du matériau et notamment les constantes élastiques, le coefficient d'anisotropie et la matrice d'écroutissage.

Dans un premier temps, des modélisations seront effectuées dans les domaines élastiques et thermo élastiques. Différents cas seront proposés pour la modélisation. Nous étudierons également l'influence du pourcentage de graphite sur le comportement élastoplastique d'une fonte ADI.

La situation n'est pas aussi avancée concernant les propriétés inélastiques telles que l'élastoplasticité des métaux polycristallins. Jusqu'à une date encore récente, les études de plasticité se sont limitées à des applications de modèles simples de Sachs ou de Taylor, ou à d'éventuelles améliorations de ceux-ci [LEV 99].

L'hypothèse de comportement uniforme à l'intérieur des grains constitue sans doute l'approximation la plus forte eu égard des observations expérimentales concernant les hétérogénéités plastiques intragranulaires. Le comportement élastoplastique du matériau étant fortement non linéaire, celui-ci dépend en particulier de l'état de contrainte (par l'intermédiaire du critère de plasticité) et de l'état de déformation plastique (variables d'écroutissage). L'hypothèse de comportement uniforme à l'intérieur des grains implique donc l'uniformité des contraintes et déformations. On peut considérer cependant, mis à part les interactions glissement – joints de grains, que les hypothèses précédentes sont relativement bien vérifiées pour les métaux à faible écroutissage latent, c'est-à-dire ceux pour lesquels le glissement multiple homogène constitue le mécanisme de déformation plastique prédominant (cas de l'aluminium et du cuivre) et nous allons essayer de l'adapter aux fontes ADI.

### **II.3.2 Détermination des contraintes microscopiques**

Dans le but de déterminer les contraintes microscopiques, il est nécessaire d'évaluer les contributions de chaque contrainte pour chaque phase présente. Le procédé de fabrication induit des contraintes d'origine thermique dans le matériau. Du fait de la différence des

constantes élastiques, les contraintes d'origine élastique sont présentes. Les contraintes d'origine plastique sont dues à la différence de comportement de chaque phase en présence pendant la déformation plastique. La méthode permettant d'évaluer chacune de ces contributions est basée sur le modèle d'Eshelby [LEV 99].

### II.3.2.1 Séparation des contraintes

La diffraction des neutrons permet le calcul des contraintes moyennées sur un petit volume correspondant au volume de la sonde neutronique. Les valeurs de déformations obtenues sur le diffractomètre G5.2 ou sur EnginX sont en fait des moyennes réalisées sur une famille de monocristaux satisfaisant les conditions de diffraction.

Les déformations "principales mesurées" ( $\varepsilon_{ij}$ ) et les contraintes principales ( $\sigma_{ij}$ ) résultants de chaque phase  $i$  et moyennées sur le volume de la sonde comprennent plusieurs types de contribution :

- ✎ La contrainte macroscopique  $\sigma_{macro}$ , qui représente la contrainte du matériau calculée à partir des contraintes de chacune de phases. Pour ce calcul nous faisons intervenir la fraction volumique  $f$ .
- ✎ L'incompatibilité élastique  $\sigma_E$ , qui représente le transfert de chargement des macrocontraintes de la matrice vers les phases minoritaires.
- ✎ L'incompatibilité entre la matrice et les phases minoritaires. Elle peut apparaître sous différentes formes :
  - Déformation plastique de la matrice ;
  - Les transformations de phases ;
  - Les variations de température (l'incompatibilité thermique).

Dans notre cas, la contrainte est décrite par la déformation plastique,  $\sigma_{pl}$  ainsi que par l'incompatibilité thermique  $\sigma_{th}$ , causée par le procédé de trempe isotherme, qui dépend des coefficients de dilatation thermique linéaire et des constantes élastiques de chaque phase. La contrainte moyenne dans la direction  $s$  et dans la phase  $i$  calculée à partir des déformations mesurées dans le volume de la sonde est :

$$\sigma^{si} = \sigma_{macro}^s + \sigma_E^{si} + \sigma_{pl}^{si} + \sigma_{th}^{si} \quad (\text{II.28})$$

La loi de mélange et l'équilibre des contraintes permettent d'écrire la relation suivante :

$$f \cdot \sigma_{th}^{sm} + (1-f) \cdot \sigma_{th}^{sp} = 0 \quad (\text{II.29})$$

où  $f$  est la fraction volumique de la matrice (dans ce cas  $i=m$ ) et où la phase est notée par  $p$  ( $i=p$ ). Des équations similaires peuvent être établies pour l'incompatibilité élastique et plastique.

La contrainte macroscopique peut être calculée en utilisant équation (II.28) et en multipliant la contrainte moyenne de chaque phase par  $f$  et  $(1-f)$  respectivement et en les additionnant [NOY 85, CUL 77]. Nous obtenons alors :

$$\sigma_{macro}^s = f \cdot \sigma^{sm} + (1-f) \cdot \sigma^{sp} \quad (\text{II.30})$$

La contribution de l'incompatibilité élastique exprime la redistribution du chargement macroscopique qui tient compte des constantes élastiques de chaque phase : il est donc directement relié au terme macroscopique et peut s'exprimer par :

$$\sigma_E^i = B^{si} \cdot \sigma_{macro}^s \quad (\text{II.31})$$

où  $B^{si}$  est un tenseur de concentration qui dépend de la forme des phases, de la fraction volumique et des constantes élastiques des phases. Il exprime la répartition inégale des déformations et des contraintes entre les phases après la déformation plastique. Ce tenseur peut être calculé en utilisant le modèle théorique équivalent à une inclusion homogène dans une matrice infinie (Eshelby) ou bien par l'approche de Berveiller et Lipinski [LIP 89].

L'incompatibilité élastique dans la phase  $i$  et dans la direction  $s$  est donc :

$$\sigma_E^{si} = \sum_{k=1-6} B^{sk,i} \cdot \sigma_s^{macro} \quad (\text{II.32})$$

Dans notre cas,  $\sigma_E^{si}$  a été calculé en supposant que les particules étaient sphériques : c'est une hypothèse cohérente compte tenu du fait que les particules n'ont pas de direction préférentielle d'alignement d'une part et qu'elles ont un faible rapport longueur/largeur d'autre part.

Par soustraction de  $\sigma_{macro}$  et  $\sigma_E$  à la contrainte de chacune de phase  $\sigma^{si}$ , nous pouvons calculer les contributions thermique et plastique. La contrainte  $\sigma^{si}$  déterminée est appelée la contrainte microscopique et elle est d'origine thermique ou thermoplastique.

### II.3.2.2 Détermination des microcontraintes

En utilisant la procédure de séparation des contraintes, nous pouvons déterminer les champs des microcontraintes thermiques et thermoplastiques.

Ainsi, l'incompatibilité élastique pour une phase se traduit par :

$$\begin{cases} \sigma_E^{xx,i} = B^{11,i} \cdot \sigma_{macro}^{xx} + B^{21,i} \cdot \sigma_{macro}^{xx} + B^{23,i} \cdot \sigma_{macro}^{xx} \\ \sigma_E^{yy,i} = B^{21,i} \cdot \sigma_{macro}^{yy} + B^{11,i} \cdot \sigma_{macro}^{yy} + B^{23,i} \cdot \sigma_{macro}^{yy} \\ \sigma_E^{zz,i} = B^{21,i} \cdot \sigma_{macro}^{zz} + B^{23,i} \cdot \sigma_{macro}^{zz} + B^{11,i} \cdot \sigma_{macro}^{zz} \end{cases} \quad (II.33)$$

L'incompatibilité élastique sert au calcul des microcontraintes d'origine thermique.

## II.4 Méthodes et techniques d'évaluation des contraintes résiduelles

### II.4.1 La technique de diffraction appliquée à l'évaluation des contraintes.

Lorsqu'un faisceau de neutrons ou des rayons X arrive sur un matériau polycristallin, il est alors diffracté selon la loi de Bragg :

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta_{hkl} \quad (II.34)$$

où  $(hkl)$  représente les indices de Miller d'un plan diffractant,  $d_{hkl}$  est la distance interréticulaire d'un plan  $(hkl)$  observé à un angle  $\theta_{hkl}$ ;  $\lambda$  est la longueur d'onde du faisceau incident et  $n$  est l'ordre de diffraction. Pour la suite de l'étude, nous considérons  $n$  égal à 1 [CER 93].

Une variation de la distance interréticulaire va se produire si on applique une action extérieure sur le matériau et donc sur les plans cristallins. La distance interréticulaire se comporte alors comme une jauge d'extensométrie et on a alors:

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_0}{d_0} \quad (II.35)$$

où  $\epsilon_{hkl}$  est la déformation dans la direction normale aux plans ( $hkl$ ) et  $d_0$  est la distance interréticulaire de référence des plans ( $hkl$ ). En utilisant de la loi de Bragg :

$$\epsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_0}{d_0} = \frac{\frac{1}{\sin \theta_{hkl}} - \frac{1}{\sin \theta_0}}{\frac{1}{\sin \theta_0}} = \frac{\sin \theta_0}{\sin \theta_{hkl}} - 1 \quad (\text{II.36})$$

On exprime la déformation  $\epsilon_{hkl}$  en fonction des angles  $\theta_{hkl}$ . En appliquant la différentiation de la loi de Bragg (éq. II.34) et en supposant la longueur d'onde constante nous obtenons :

$$\epsilon_{hkl} = -\cot \theta_0 \Delta \theta_0 \quad (\text{II.37})$$

L'équation (II.37) nous indique que pour avoir la meilleure résolution possible, il est nécessaire que le terme  $\Delta \theta$  soit le plus grand possible. La déformation étant imposée au matériau par une action extérieure, une bonne résolution est atteinte en réduisant le terme  $\cot \theta_0$ , c'est à dire en augmentant  $2\theta_0$  [CER 93, KOC 90]. En diffraction de neutrons, cette condition est remplie pour un angle proche de  $90^\circ$  : non seulement la résolution spatiale est correcte mais en plus la précision de mesure est acceptable.

#### II.4.2 Détermination de la distance interréticulaire de référence

Pour la diffraction des neutrons, la distance interréticulaire de référence  $d_0$  est indispensable pour déterminer les déformations à partir des distances interréticulaires (équation (II.35)), ou bien à partir des déplacements des pics de diffraction. En général, il est difficile de réaliser la détermination de cette valeur, car elle correspond à la valeur dans un matériau libre de toutes contraintes. Par diffraction, il est nécessaire de déterminer cette valeur dans les mêmes conditions expérimentales que l'expérience en elle-même (position des fentes, angle de diffraction, la même longueur d'onde, etc).

Jusqu'à aujourd'hui, parmi les nombreuses méthodes proposées pour essayer d'évaluer la valeur de cette distance interréticulaire  $d_0$  supposée sans contrainte, aucune méthode universelle fiable n'a été mise au point [ASS 00].

Les différentes manières et techniques d'atteindre la valeur de  $d_0$  sont principalement :

- le traitement thermique qui permet la relaxation des contraintes internes du matériau considéré est le recuit de détensionnement. Cette technique consiste maintenir l'échantillon à une température moitié moins élevée que sa température de fusion et à y rester quelques heures avant un refroidissement lent. Le traitement thermique pouvant avoir des effets sur la structure du matériau, il est préférable de mesurer la référence dans différentes directions et de considérer alors la moyenne. De plus, si l'échantillon est assez petit pour avoir une absorption toujours faible, on suppose que les contraintes macroscopiques sont en moyenne quasi-nulles. Il est possible d'évaluer la référence  $d_0$  en tenant compte d'une zone non affectée par un quelconque procédé de fabrication (traitements thermiques, mécaniques ou autres).
- l'utilisation d'une poudre obtenue à partir de l'échantillon permet d'accéder à la valeur de  $d_0$ . Les grains sont suffisamment petits pour que l'on puisse considérer que les effets de la relaxation conduisent à une poudre complètement libre de contraintes. Dans ce cas, les mesures sont généralement réalisées dans une seule direction.

En fonction du caractère des mesures (destructive ou non destructive), les méthodes de caractérisation des contraintes peuvent être regroupées, suivant que le composant peut être encore utilisé après la mesure.

#### ***II.4.2.1 Evaluation des contraintes résiduelles par diffraction classique des rayons X***

Depuis environ 30 ans [LM3 96], les techniques de détermination des contraintes par diffraction n'ont cessé de progresser aussi bien sur le plan fondamental qu'au niveau des performances techniques. Dans de nombreuses études de caractérisation des matériaux touchant la conception et l'amélioration du comportement en service des installations industrielles, la diffraction X vient de s'imposer. Dernièrement, cette technique de diffraction des rayons X a occupé une place dans le contrôle qualité, dans différents secteurs industriels (métallurgie, automobile, etc).

#### **Quelques limites de la méthode**

La méthode d'évaluation des contraintes résiduelles par diffraction de rayons X classique est très avancée. A la réduction du coût ont contribué : l'automatisation et l'informatisation de la technique, ainsi que l'emploi de détecteurs linéaires. L'analyse d'un

tenseur complet de contraintes peut être effectuée dans certains cas en moins de 30 minutes. Cependant, il ne faut pas perdre de vue les limites liées surtout aux hypothèses de base. Parmi ces limites, on notera particulièrement :

- ✎ la taille de grains
- ✎ la géométrie des pièces
- ✎ la texture
- ✎ les forts gradients
- ✎ les pics très larges

#### ***II.4.2.2 Evaluation des contraintes résiduelles par diffractions de neutrons***

Les faisceaux de neutrons sont actuellement largement utilisés pour l'évaluation des contraintes résiduelles, ainsi que pour l'étude de la structure des matériaux. Les neutrons thermiques issus d'un réacteur nucléaire peuvent être considérés comme un rayonnement de longueur d'onde compris entre 0,05 à 2 nm, comparable aux distances interatomiques dans les matériaux solides. Ils permettent donc des études du même type que celles effectuées avec les rayons X [NOV 96].

Les neutrons thermiques sont utilisés en cristallographie depuis 1945. Cependant, l'apparition de réacteurs expérimentaux utilisés pour la recherche fondamentale (comme par exemple le réacteur de l'Institut Laue-Langevin de Grenoble et le réacteur Orphée du Laboratoire Léon-Brillouin de Saclay) a permis de réaliser des développements importants [LOD 01].

Les statistiques de comptage ont évolué largement avec le développement des sources froides, des guides de neutrons, des appareillages expérimentaux associés à des moyens de détection très performants. En même temps l'apparition de ceux-ci a permis de réaliser des spectromètres à haute résolution en angle et en énergie.

Les neutrons sont un outil complémentaire des rayons X [KRA 91], très intéressant pour les études des éléments légers, le mouvement des atomes, les études des contraintes, de textures, etc.

## Comparaison entre les neutrons et les rayons X classique

### Avantages des neutrons

Jusqu'à présent les rayons X classiques ont été plus utilisés par rapport aux neutrons, malgré les avantages très intéressants de ces derniers :

- les neutrons donnent la possibilité d'étudier des structures magnétiques, et spécialement à l'aide de neutrons polarisés ;
- ils permettent aussi d'analyser les éléments légers comme le carbone, l'oxygène ainsi que de différencier des éléments très proches du tableau périodique comme le cuivre et le nickel ;
- par rapport au volume analysé sur des échantillons massifs, les mesures effectuées en diffraction des neutrons sont très représentatives (environ  $1\text{cm}^3$ )
- expérimentalement en diffraction de neutrons, on peut séparer les diffusions élastiques et inélastiques ;
- ils permettent des mesures à hautes températures grâce au fait qu'on peut étudier un échantillon dans un four clos transparent aux neutrons.

### Inconvénients des neutrons

- la détermination des paramètres de maille, les études sur le profil de raies de diffraction, ainsi que la séparation de raies de diffraction voisines, ne donnent pas de très bons résultats. Pour cela, il est intéressant d'effectuer des mesures avec les rayons X classiques ;
- le coût élevé ;
- le volume analysé étant plus important qu'en diffraction de rayons X classique, les neutrons sont moins adaptés pour effectuer des études sur des couches minces, sur des dépôts ;
- le flux de neutrons est beaucoup plus faible que celui des rayons X classique et nécessite un volume exploré de l'ordre de quelques  $\text{mm}^3$  et des temps de comptage plus long.

### II.4.3 Méthodes d'analyse par diffraction

#### Détermination des contraintes résiduelles par diffraction.

Les différentes méthodes de détermination des contraintes résiduelles par diffraction, seront présentées dans cette partie. Nous allons nous intéresser notamment aux techniques associées à la diffraction classique des rayons X et des neutrons. Dans un premier temps, les principes de la mesure ainsi que les différentes hypothèses associées aux calculs des contraintes seront exposées.

Les aspects macro et micro contraintes trouveront place en suite, ainsi que les interprétations, puis la présentation de la méthode de  $\sin^2\psi$  sera effectuée. Ensuite nous dédierons une partie pour discuter le cas particulier où  $\sigma_{33}=0$ .

#### II.4.3.1 Rappel sur le principe de la mesure

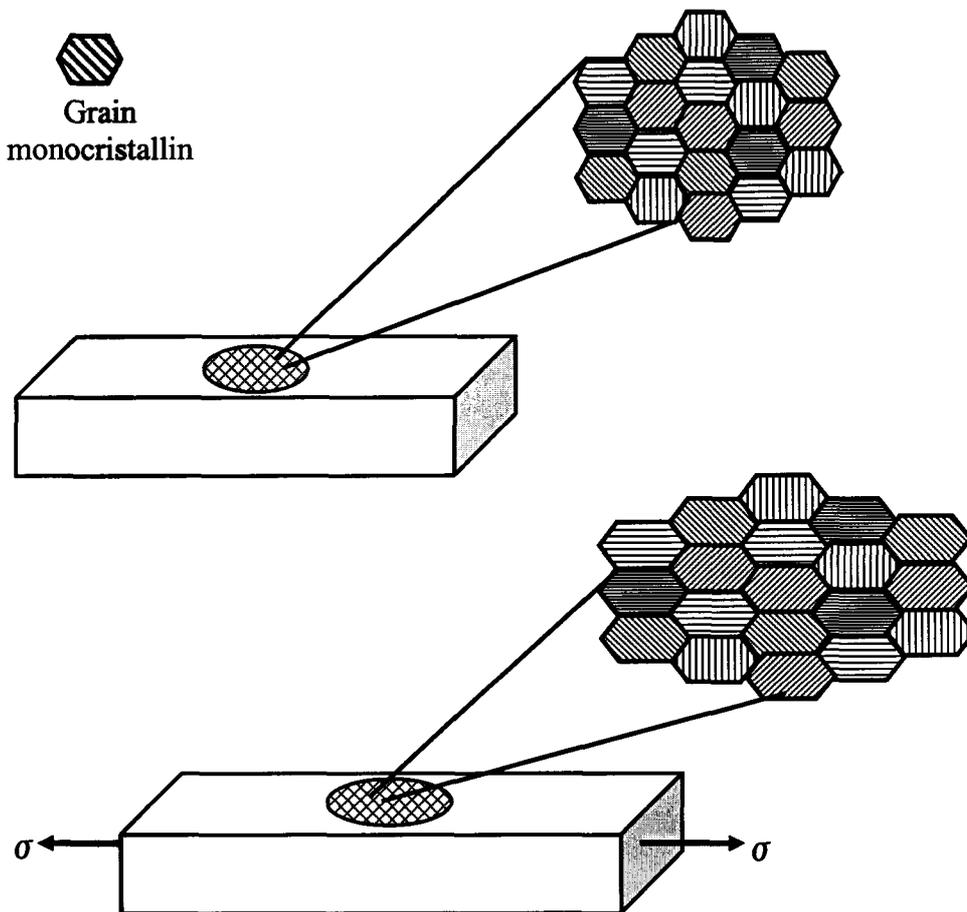


Fig. II.4 Déformation des plans (hkl) sous l'action d'une contrainte

$$\text{Soit } \sigma_{ap} = E_{hkl} \epsilon_{hkl} \quad [14] \quad (\text{II.38})$$

En général, on cherche à rapprocher la déformation des plans cristallins ( $hkl$ ) à une contrainte macroscopique. Il n'est pas possible d'utiliser la loi de Hooke avec les constantes élastiques du monocristal car les mesures sont réalisées sur un polycristal et les orientations cristallographiques n'ont pas toutes la même direction. Ainsi on fait l'hypothèse que la contrainte appliquée  $\sigma_{ap}$  est proportionnelle à la déformation subie par une famille de plans ( $hkl$ ) mesurée sur quelques grains (figure II.4)

Les  $S_1$  et  $\frac{1}{2}S_2$  sont les Constantes Élastiques Radio Cristallographiques. Par diverses approches il est alors possible de calculer ou de mesurer les CER. Lorsque l'on fait une mesure de déformation résiduelle et que l'on interprète en terme de contraintes à partir des C.E.R., on autorise des hypothèses. On présuppose en particulier que les déformations associées aux contraintes dans différentes directions s'additionnent. Cela permet d'écrire pour un matériau isotrope une loi de Hooke généralisée.

Nous supposons qu'il existe en un seul point, un seul et unique tenseur de contraintes macroscopiques,

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{12} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{13} & \sigma_{23} & \sigma_{33} \end{pmatrix} \text{ quelque soit } hkl.$$

Si on utilise les constantes élastiques radiocristallographiques adaptées, on obtient la valeur du champ de contraintes macroscopiques, donc la déformation mesurée est la déformation macroscopique. Mais cela n'est pas réellement correct que si l'on part d'un matériau libre de contraintes et qu'on applique une contrainte inférieure au seuil de plasticité, les contraintes résiduelles doivent être inférieures au seuil de plasticité.

Le fait que l'on ait des contraintes résiduelles signifie que l'échantillon a subi des déformations plastiques.

La déformation se fait à l'échelle du grain, lors d'une déformation plastique les inhomogénéités apparaissent à l'échelle du grain car il y a une anisotropie des plans de glissement dans les différentes directions cristallographiques du cristal. Différentes orientations de grains répondent différemment à une contrainte inférieure à la limite élastique. Cela mène à une discontinuité des  $d_{hkl}$  (par exemple des déformations d'ordre II et intergranulaires).

Comme les plans de glissement sont anisotropes, les plans d'une même famille  $\{hkl\}$ , se déforment différemment suivant uniquement l'angle entre la normale au plan et la contrainte historiquement appliquée.

#### II.4.3.2 Méthodes de calcul des contraintes

Les équations de la mécanique des milieux continus nous permettent de supposer qu'on superpose aux déformations libres de contraintes (incompatibles) des déformations élastiques telles que les déformations totales soient compatibles, on peut réaliser les conditions d'équilibre. Les contraintes résiduelles sont les contraintes correspondant à la part élastique de la déformation conformément aux lois de l'élasticité. Cette réponse élastique se traduit par une variation de la distance interréticulaire qui sert de jauge de déformation.

La déformation  $\varepsilon_{hkl}$  peut donc s'exprimer sous la forme :

$$\varepsilon = \frac{d_{hkl} - d_0}{d_0} = \frac{\Delta d_{hkl}}{d_{0(hkl)}} \quad (\text{II.39})$$

où  $d_0$  est la distance interréticulaire qui sépare les plans  $(hkl)$  du matériau libre de contraintes. On obtient par différentiation logarithmique de la loi de Bragg, l'approximation suivante :

$$\varepsilon_{hkl} = -\cot g\theta_0 \Delta\theta \quad (\text{II.40})$$

Cette expression le déplacement angulaire  $\Delta\theta$  du pic de diffraction en fonction de la déformation élastique des plans  $(hkl)$  associés. Avec l'hypothèse : d'un matériau homogène, macroscopiquement isotrope, possédant des grains suffisamment petits sur une surface plane et n'ayant pas de gradients de contraintes ni de composition, on peut faire le calcul des contraintes. Les relations contraintes déformations s'écrivent alors dans le cas général :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \delta_{ij} \sigma_{kk} \quad (\text{II.41})$$

où  $\delta_{ij}$  est le symbole de Kronecker.

En projetant l'équation II.41 sur la direction de mesure  $(\phi, \psi)$  (fig II.5) on obtient :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \sum_{j=1}^3 n_j \varepsilon_{ij} n_j = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{12} \sin 2\phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi - \sigma_{33}) \sin^2 \psi + \frac{1+\nu}{E} \sigma_{33} - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{13} \cos \phi + \sigma_{23} \sin \phi) \sin 2\psi \quad (\text{II.42})$$

Expression qui est plus généralement utilisée sous la forme

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{\phi} - \sigma_{33}) \sin^2 \psi + \frac{1+\nu}{E} \tau_{\phi} \sin 2\psi + \frac{1+\nu}{E} \sigma_{33} + \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \quad (\text{II.43})$$

Avec :

$$\sigma_{\phi} = \sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{12} \sin 2\phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi \quad \text{et} \quad \tau_{\phi} = \sigma_{13} \cos \phi + \sigma_{23} \sin \phi$$

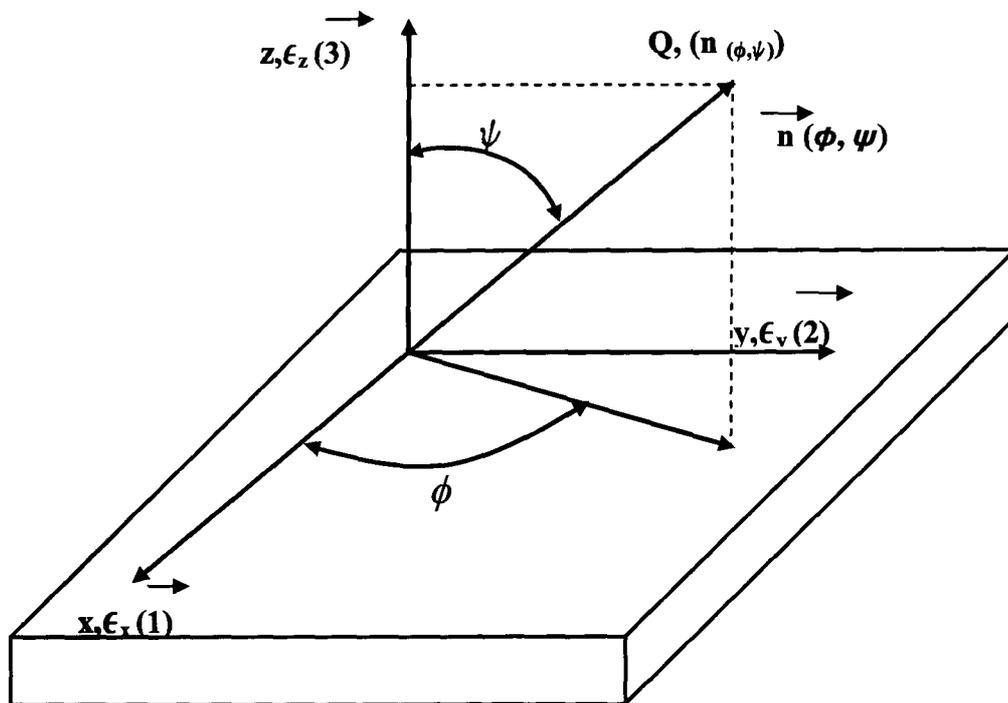


Fig. II.5 Repère de mesure et orientation du vecteur Q dans ce repère à l'aide des angles  $\phi$  et  $\psi$

La condition de surface libre de contraintes impose  $\sigma_{13} = \sigma_{23} = \sigma_{33} = 0$  à la surface du solide. Les rayons X pénètrent dans la matière, généralement une dizaine de microns. On suppose que le matériau est homogène et qu'il n'y a pas ou peu de gradient de contraintes (c'est à dire un niveau inférieur à 20-25 MPa/ $\mu\text{m}$ ) [ASS 00, CAS 87]. Il est raisonnable alors,

de poser comme hypothèse  $\sigma_{33}=0$  dans tout le volume analysé. L'équation (II.41) devient alors :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{S_2}{2} (\sigma_{\phi}) \sin^2 \psi + \frac{S_2}{2} \tau_{\phi} \sin 2\psi + S_1 (\sigma_{11} + \sigma_{22}) = -\cot g \theta_0 \quad (\text{II.44})$$

avec 
$$\frac{S_2}{2} = \frac{1+E}{\nu} \quad (\text{II.45})$$

$$S_1 = -\frac{\nu}{E} \quad (\text{II.62})$$

d'où :

$$\theta(\phi, \psi) = \theta_0 + \frac{1}{K_1} (\sigma_{\phi} \sin^2 \psi + \tau_{\phi} \sin 2\psi) + \frac{1}{K_2} Tr(\sigma) \quad (\text{II.46})$$

avec :

$$\frac{1}{K_1} = -\left(\frac{180}{\pi} \tan \theta_0\right) \frac{S_2}{2} \quad \text{et} \quad \frac{1}{K_2} = -\left(\frac{180}{\pi} \tan \theta_0\right) S_1 \quad (\text{II.47})$$

### Méthode 1D

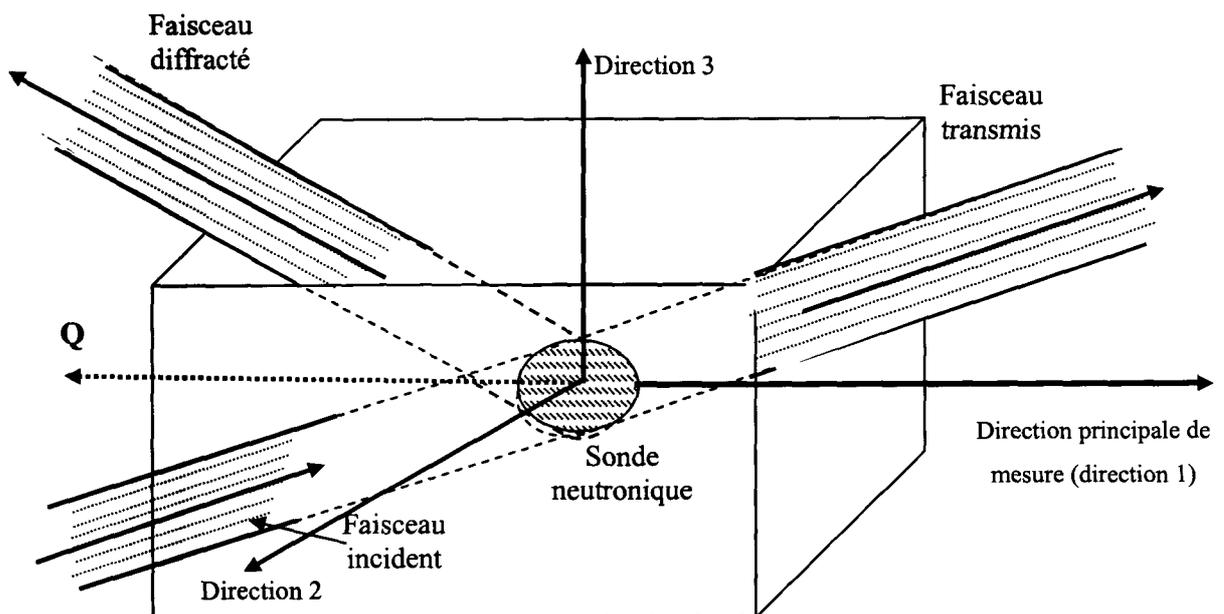


Fig. II.6 Mesure des déformations en diffraction neutronique

Dans le cas d'une contrainte uniaxiale :

$$\sigma_{11} = E\varepsilon_{11} \quad (\text{II.48})$$

où  $E$  est le module de Young du matériau étudié.

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} = (\cot g\theta)\Delta\theta \quad (\text{II.49})$$

La déformation  $\varepsilon_{11}$  est déterminée à partir de la mesure de  $\Delta d$  selon la direction 1. En diffraction des neutrons, compte tenu de leur forte pénétration, cette mesure peut être effectuée directement (figure II.7)

$$\varepsilon = \frac{d_p - d_0}{d_0} \text{ et } \sigma = \frac{E_{(hkl)}(d_p - d_0)}{d_0} \quad (\text{II.50})$$

avec  $d_p = d(\psi = 0)$  et  $d_0 = d$  (échantillon sans contrainte).

Cette méthode peut être également utilisée dans le cas de contraintes multiaxiales, mais où les directions sont connues, on parlera de Méthode 3x1D [ASS 00].

Dans ce cas, on utilise les relations définies par :

$$\sigma_{ij} = \frac{E_{(hkl)}}{1 + \nu_{(hkl)}} \varepsilon_{ij} + \frac{\nu_{(hkl)} E_{(hkl)}}{(1 + \nu_{(hkl)})(1 - 2\nu_{(hkl)})} \delta_{ij} \varepsilon_{kk} \quad (\text{II.51})$$

$$\text{où } \varepsilon_{ij} = \frac{1 + \nu_{(hkl)}}{E_{(hkl)}} \sigma_{ij} - \frac{\nu_{(hkl)}}{E_{(hkl)}} \delta_{ij} \sigma_{kk} \quad (\text{II.52})$$

Les déformations peuvent être obtenues en mesurant selon trois directions et une fois dans un échantillon de référence (libre de contraintes).

$$\varepsilon_{\phi,\psi} = -(\theta_{\phi,\psi} - \theta_0) \cot g\theta_0 \quad (\text{II.53})$$

$$\varepsilon_{zz} = \varepsilon_{0,0} = -(\theta_{0,0} - \theta_0) \cot g\theta_0 ; \varepsilon_{xx} = \varepsilon_{0,90} = -(\theta_{0,90} - \theta_0) \cot g\theta_0 \text{ et}$$

$$\varepsilon_{yy} = \varepsilon_{90,90} = -(\theta_{90,90} - \theta_0) \cot g\theta_0 \quad (\text{II.54})$$

L'accès aux trois directions n'est possible qu'en diffraction neutronique, cette méthode « 3x1D » ne puisse pas être utilisable en diffraction X classique. Certains auteurs préconisent de coupler ces mesures avec une mesure intermédiaire entre deux directions (à 45°), ce qui porte le nombre de points de mesure à 6 [LOR 91].

Par contre, en diffraction X classique la pénétration est faible et la déformation des plans  $(hkl)$  n'est pas accessible directement, on mesure alors la déformation normale à la pièce (figure II.7)

Pour déterminer  $\sigma_{11}$ , on utilisera alors :

$$\varepsilon_{33} = \varepsilon_{22} = -\nu\varepsilon_{11} = -\frac{\nu}{E}(\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (\text{II.55})$$

On procède en mesurant les déformations suivant plusieurs directions  $\psi$  et une direction  $\phi$  particulière [BAC 04] et on utilise la relation suivante :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{S_2}{2} \sigma_{11} \cos^2\phi \sin^2\psi + S_1 \sigma_{11} = -(\theta(\psi) - \theta_0) \cot g\theta_0 \quad (\text{II.56})$$

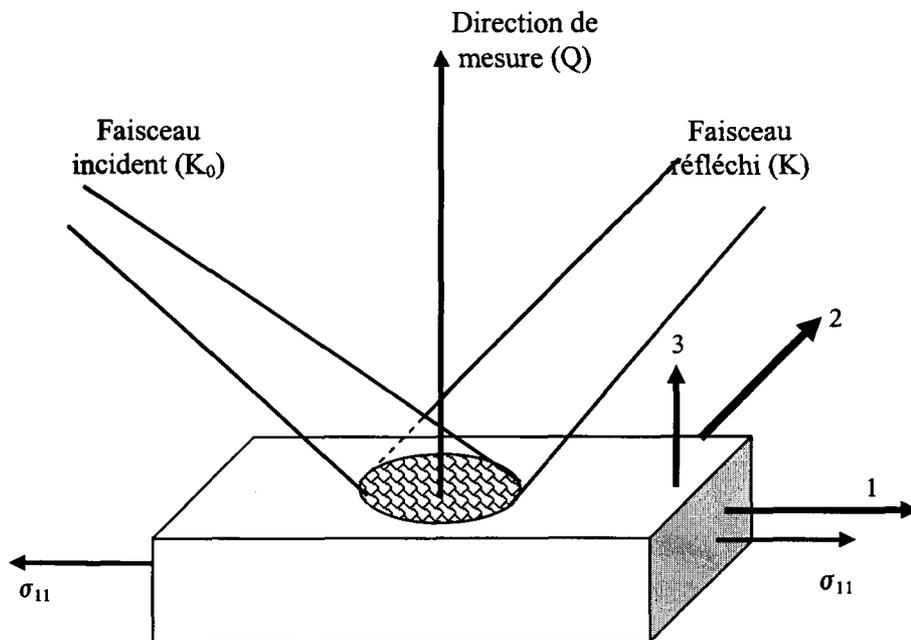
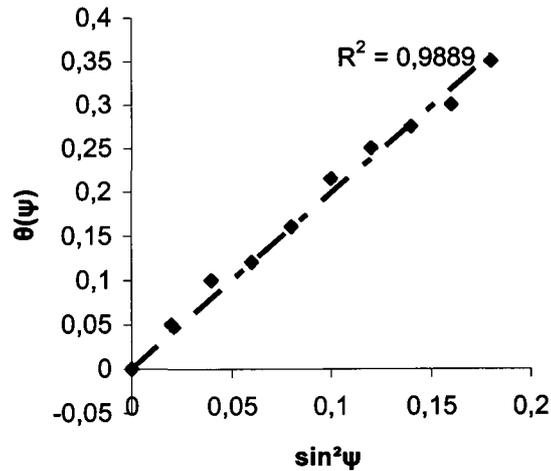


Fig. II.7 Mesure des déformations en diffraction des rayons X

On peut tracer  $\theta(\psi)=f(\sin^2\psi)$ , le lissage de la courbe (figure II.8) permettant de calculer la contrainte  $\sigma_{11}$ . Il est ici inutile de connaître  $\theta_0$ , on remplace  $\cot g\theta_0$  par  $\cot g\theta(\phi, \psi=0)$ .

Fig. II.8 Courbe des  $\sin^2\psi$  [ASS 00]

### Méthode 2D ou des $\sin^2\psi$

Habituellement en diffraction X, on considère la mesure superficielle et avec un état de contraintes planes à la surface du matériau :  $\sigma_{13}=\sigma_{23}=\sigma_{33}=0$  [CAS 87]. Dans ce cas, on obtient :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{11} \cos^2\phi + \sigma_{12} \sin 2\phi + \sigma_{22} \sin^2\phi) \sin^2\psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (\text{II.57})$$

Si  $S_1$  et  $S_2$  sont les constants élastiques radiocristallographiques relatives au plan  $hkl$  considéré, on a alors :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{S_2}{2} \sigma_{\phi} \sin^2\psi + S_1 (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (\text{II.58})$$

Cette expression est appelée loi des  $\sin^2\psi$ . Les mesures sont réalisées suivant deux directions  $\phi$  particulières et on procède comme dans le cas précédent, en mesurant la pente de la droite qui donne directement la valeur de  $\sigma_{\phi}$ . Compte tenu de l'hypothèse de départ en diffraction X, il n'est pas nécessaire de mesurer  $d_0$ .

En diffraction neutronique, par contre, on utilise rarement cette méthode car elle est trop coûteuse en temps de faisceau et on lui préfère dans ce cas les méthodes 2x1D et 3x1D. Mais alors la connaissance de la référence  $d_0$  est indispensable puisque la mesure ne peut pas être considérée comme superficielle.

### Cas de contraintes tri axiales

#### 1. Méthode Dölle et Hauk [ASS 00, DOL 77]

Quand  $\sigma_{13}$  et  $\sigma_{23}$  ne sont pas nulles, on obtient une ouverture de la courbe des  $\sin^2\psi$ , on parle alors d'ellipse des déformations. Dans ce cas, il est possible de résoudre les équations en considérant :

$$a_1 = \frac{d_{\phi\psi+} + d_{\phi\psi-}}{2d_0} - 1 = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{11} \cos^2\phi + \sigma_{12} \sin 2\phi - \sigma_{33}) \sin^2\psi + \frac{1+\nu}{E} \sigma_{33} - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \quad (\text{II.59})$$

$$\text{et} \quad a_2 = \frac{d_{\phi\psi+} - d_{\phi\psi-}}{2d_0} = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{13} \cos\phi + \sigma_{23} \sin\phi) \sin 2\psi \quad (\text{II.60})$$

On obtient, ainsi, deux relations simples qui permettent de déterminer les différents termes  $\sigma_{ij}$ . Mais on détermine toujours une différence ( $\sigma_{\phi} - \sigma_{33}$ ), la valeur de  $\sigma_{33}$  ne peut pas être déterminée que par la connaissance de  $d_0$  (difficultés expérimentales). En diffraction X, on peut généralement utiliser l'hypothèse  $\sigma_{33}=0$ .

#### 2. Méthode 3D ou méthode généralisée

En reprenant la relation de base, dans le cas d'état de contraintes quelconque, établie à partir des lois générales de l'élasticité, dans le cas d'un matériau isotrope :  $\varepsilon_{ij} = S_{ijkl}\sigma_{kl}$

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{11} \cos^2\phi + \sigma_{12} \sin 2\phi + \sigma_{22} \sin^2\phi - \sigma_{33}) \sin^2\psi + \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{13} \cos\phi + \sigma_{23} \sin\phi) \sin 2\psi + \frac{1+\nu}{E} \sigma_{33} - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \quad (\text{II.61})$$

qui devient :

$$\theta(\phi, \psi) = \frac{-180 \tan \theta_0}{\pi} \left[ \frac{S_2}{2} (\sigma_{xx} \cos^2\phi + \sigma_{xy} \sin 2\phi + \sigma_{yy} \sin^2\phi - \sigma_{zz}) \sin^2\psi + \frac{S_2}{2} (\sigma_{xz} \cos\phi + \sigma_{yz} \sin\phi) \sin 2\psi + -\frac{S_2}{2} \sigma_{zz} + S_1 (\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}) \right] + \theta_0 \quad (\text{II.62})$$

#### 3. Solution elliptique (triaxiale)

Les termes  $\sigma_{ij}$  peuvent être déterminés par régression elliptique, on a :

$$F(\phi, \sin^2\psi) = a_2 \sin^2\psi + a_1 \sin 2\psi + a_0 \quad (\text{II.63})$$

$$a_0 = -\left(\frac{180}{\pi} \tan \theta_0\right) S_1 \text{Tr}(\sigma) + \theta_0 a_1 = -\left(\frac{180}{\pi} \tan \theta_0\right) \frac{S_2}{2} \tau_\phi a_2 = -\left(\frac{180}{\pi} \tan \theta_0\right) \frac{S_2}{2} \sigma_\phi \quad (\text{II.64})$$

Pour  $\phi$  fixé  $\theta(\psi, \phi) = F(\phi, \sin^2 \psi)$  décrit une ellipse en fonction de  $\sin^2 \psi$ . Le lissage de l'ellipse permet la détermination des coefficients  $a_0$ ,  $a_1$ , et  $a_2$ . Il est généralement admis que remplacer  $\tan \theta_0$  par  $\tan(\theta(\phi, \psi=0))$  induit une erreur très faible.  $S_1$  et  $S_2$  sont connus et on suppose  $\sigma_{33}=0$ . L'étude des trois ellipses  $\phi=0^\circ$ ,  $\phi=45^\circ$  et  $\phi=90^\circ$  permet la détermination du tenseur complet des contraintes. On détermine ainsi  $a_0$ ,  $a_1$ , et  $a_2$ . Le coefficient  $a_2$  ne permet d'accéder qu'à la différence  $(\sigma_\phi - \sigma_{33})$ . Cependant, si on connaît la valeur de  $\theta_0$ , le paramètre  $a_0$  donne une relation supplémentaire qui relie  $\sigma_{33}$  à une forme linéaire de  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  qui permet de déterminer le tenseur complet des contraintes. Pour le cas de la solution triaxiale, on choisit 3 angles  $\phi$  et 13 angles  $\psi$  ce qui donne 39 valeurs du trio  $\theta, \phi, \psi$ .

Le système  $\{\theta(\phi, \psi); \sigma_{ij}\}$  devient indéterminé et est alors résolu au sens des moindres carrés. Dans notre cas, les rayons X utilisés sont peu pénétrant ( $50\mu\text{m}$ ) et on se placera sous l'hypothèse  $\sigma_{33}=0$  qui ne nécessite pas la mesure de l'état de référence (i.e.  $d_0$ ). Cette méthode permet d'accéder au tenseur complet des contraintes mais aussi de déterminer le paramètre de maille du réseau libre de contrainte en imposant à l'algorithme de lissage la contrainte  $\sigma_{33}=0$  [ASS 00].

#### 4. Le cas particulier d'analyse de contraintes résiduelles où $\sigma_{33}=0$

Dans ce cas, on utilise une mesure en  $\sin^2 \psi$  et la valeur de  $d_0$  est calculée par itération successive de façon à obtenir  $\sigma_{33}=0$ . On peut se placer en général, pour le cas des rayons X, sous la condition antérieure, parce qu'en diffraction de rayons X la profondeur de pénétration est très faible. La contrainte  $\sigma_{33}=0$  doit être nulle à la surface de matériau pour satisfaire aux conditions limites. Si les gradients de surfaces  $\partial_1 \sigma_{13}$  et  $\partial_2 \sigma_{23}$  sont négligeables, et en respectant les équations d'équilibres, le gradient  $\partial_3 \sigma_{33} = \frac{\partial \sigma_{33}}{\partial z}$  doit être nul [ASS 00, LOD 96].

L'hypothèse d'homogénéité et celles des deux conditions prises simultanément conduisent à faire l'hypothèse que  $\sigma_{33}$  est nulle à la profondeur mesurée. Cette hypothèse concerne principalement la diffraction des rayons X, car il est rare que l'on puisse négliger  $\sigma_{33}$  lors d'une mesure des contraintes résiduelles par diffraction des neutrons.

# CHAPITRE III

## TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Dans ce chapitre, nous présentons les principales techniques expérimentales utilisées pour cette étude. Les principales manipulations ont été réalisées par diffraction classique des rayons X et des neutrons.

### III.1 La diffraction classique des rayons X appliquée à l'étude des fontes ADI

L'appareil utilisé pour les mesures de diffraction des rayons X (SIEMENS D5000) est présenté dans la figure III.1

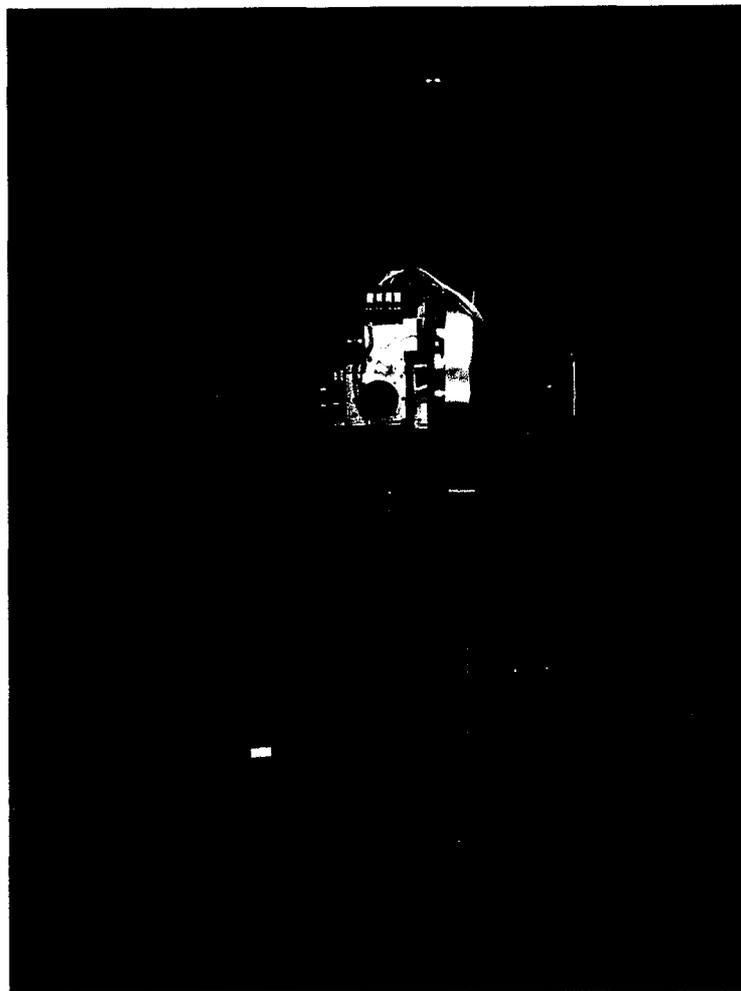


Figure III.1 Equipement de diffraction des rayons X

Les paramètres d'acquisition de spectres de diffraction sont :

Tableau III.1 Paramètres d'acquisition des spectres de diffraction

intensité du tube (Cr) (mA)	tension du tube (Cr) (kV)	type de couplage	acquisition ( $2\theta$ )	pas d'acquisition ( $^\circ$ )
30	45	$\theta - 2\theta$	40 – 169	0,05

Pour les analyses quantitatives des spectres de diffraction, nous avons utilisé le logiciel Full Prof (LLB Saclay). Ce logiciel a été développé pour l'affinement des données de diffraction de rayons X ou des neutrons par la méthode Rietveld et consiste à comparer un spectre théorique corrigé qui tient compte des données expérimentales avec un spectre expérimental. Autrement dit, il fait une correction du spectre expérimental tout en tenant compte des différents facteurs : facteur de forme, facteur de polarisation de Lorentz, de l'angle de diffraction, de l'intensité diffractée, de la largeur à mi-hauteur, etc.

L'affinement par la méthode de Rietveld est basé sur le principe statistique des moindres carrés en minimisant la fonction suivante :

$$M = \sum_i w_i (y_{obs} - y_{cal})^2$$

dans laquelle  $w_i$  représente le poids statistique affecté à chaque point de mesure avec :

$$w_i = \frac{1}{\sigma^2(y_{obs})}$$

où  $(\sigma^2(y_{obs}))$  est la variance) et  $y_{obs}$  est l'intensité mesurée pour un angle de diffraction  $2\theta_i$ ,  $y_{cal}$  est l'intensité calculée pour l'angle  $2\theta_i$ ,

$$y_{cal} = y_{iBF} + S \sum_h L_h F_h^2 \Omega(2\theta_i - 2\theta_h) A_h P_h$$

avec

- $y_{iBF}$  intensité du fond continu
- $P_h$  fonction décrivant éventuellement l'orientation préférentielle des grains
- $A_h$  fonction d'asymétrie
- $2\theta_h$  angle de diffraction pour la réflexion  $h$
- $2\theta_i$  angle de diffraction pour l'abscisse  $i$
- $\Omega(x)$  fonction de profil pour la réflexion  $h$  tenant compte des paramètres structuraux et instrumentaux
- $F_h$  facteur de structure

- $L_h$  correction de Lorentz - Polarisation et multiplicité de la réflexion
- $S$  facteur d'échelle.

Les principaux paramètres qui peuvent être affinés sont:

☞ Les paramètres structuraux:

- paramètres de maille
- positions atomiques
- taux d'occupation
- facteurs de déplacement atomique isotrope ou anisotrope.

☞ Les paramètres de profil des raies:

- $\eta_0$  est une fonction de type pseudo-Voigt. Dans ce cas  $\eta_0$  représente la proportion de Gaussienne et Lorentzienne  $\Omega = \eta_0 L + (1 - \eta_0) G$
- $U$ ,  $V$ , et  $W$  paramètres de variation, de la largeur à mi-hauteur LMH (FWHM), dépendants de la résolution instrumentale

$$FWHM^2 = U \tan 2\theta + V \tan \theta + W$$

$$U = \frac{4(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_1^2 \beta^2 + \alpha_2^2 \beta^2)}{\tan 2\theta_M (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + 4\beta^2)}$$

$$V = \frac{-4\alpha_2^2 (\alpha_1^2 + 2\beta^2)}{\tan 2\theta_M (\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2)}$$

$$W = \frac{\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + 4\beta^2 (\alpha_3^2 + \alpha_3^2)}{(\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2)}$$

- paramètres d'asymétrie des raies intervenant dans la fonction  $Ah$ .

☞ Les paramètres du fond continu :

Le fond continu peut être décrit par un polynôme de degré 5 en  $2\theta$ .

Des facteurs de confiance permettent de suivre la qualité de l'affinement après chaque cycle. Néanmoins, l'examen visuel du profil du diagramme calculé par rapport au diagramme expérimental reste le meilleur moyen de détection d'anomalies et d'indication sur les corrections à apporter. Les facteurs d'accord de profil sont:

$$R_p = \frac{\sum_i |y_{iobs} - y_{ical}|}{\sum_i y_{iobs}}, \quad R_{wp} = \sqrt{\frac{\sum_i w_i |y_{iobs} - y_{ical}|^2}{\sum_i w_i y_{iobs}^2}}$$

$$cR_p = \frac{\sum_i |y_{iobs} - y_{ical}|}{\sum_i y_{iobs} - y_{iBF}}, \quad cR_{WP} = \sqrt{\frac{\sum_i w_i |y_{iobs} - y_{ical}|^2}{\sum_i w_i (y_{iobs} - y_{iBF})^2}};$$

$$R_{exp} = \sqrt{\frac{N - P + C}{\sum_i w_i y_{iobs}^2}}, \quad Chi2 = \left( \frac{R_{WP}}{R_{exp}} \right)^2$$

et le facteur d'accord de structure est :  $R_B = \frac{\sum_k |I_{kobs} - I_{kcal}|}{\sum_k I_{kobs}}$ , avec

$I_{kobs}$  l'intensité intégrée de la raie k.

Dans les notations ci-dessus,  $N$  est le nombre de points utilisés dans l'affinement,  $P$  est le nombre de paramètres variables,  $C$  est le nombre de contraintes et  $N-P+C$  représente donc le nombre de degrés de liberté du système.

Des analyses qualitatives et de texture ont été menées sur les échantillons étudiés. La représentation du système de mesures, de rayons X, utilisée est la suivante :

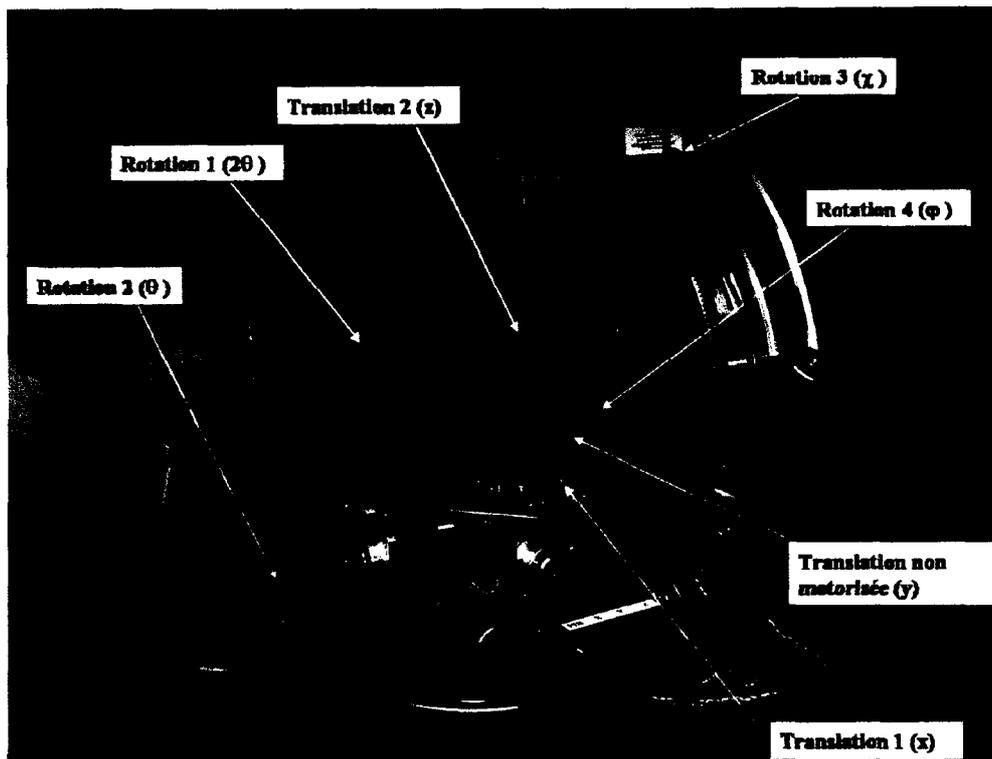


Figure III.2 Représentation du système de mesures de rayons X

## III.2 Diffraction des neutrons appliquée à l'évaluation des contraintes résiduelles

### III.2.1 Le diffractomètre G5.2.

#### *Présentation*

Le diffractomètre G5.2 est un diffractomètre à diffusion élastique dédié à la détermination des contraintes mécaniques dans les matériaux massifs.

A la sortie du conduit des neutrons, un faisceau de nature polychromatique est obtenu. Notre souhait étant de travailler avec une longueur d'onde constante, le faisceau doit donc être "monochromatisé". Pour ce faire, un monochromateur en graphite pyrolytique est placé en position de diffraction pour l'angle  $\theta_M$  ( $M$ , l'angle du monochromateur) donnant une disponibilité de longueurs d'onde variant de 2,2 à 5 Å. L'échantillon est monté sur un berceau d'Euler ou sur une table XYZ, le tout situé au centre du diffractomètre.

Afin de déterminer le volume de matériau à étudier, des jeux de fentes en Cadmium de différentes largeurs sont placés avant et après l'échantillon. L'enregistrement de la raie se fait par le biais d'un détecteur linéaire qui permet la récupération d'un plan entier.

#### *Définition du volume étudié*

Contrairement aux mesures classiques où tout l'échantillon est "baigné" dans le faisceau de neutrons, il est nécessaire pour déterminer l'état de déformations dans un matériau de définir un volume beaucoup plus faible, précisément situé dans la matière. En effet, pour toute mesure en diffraction des neutrons, l'enregistrement résulte d'une moyenne effectuée sur tout le volume de la sonde.

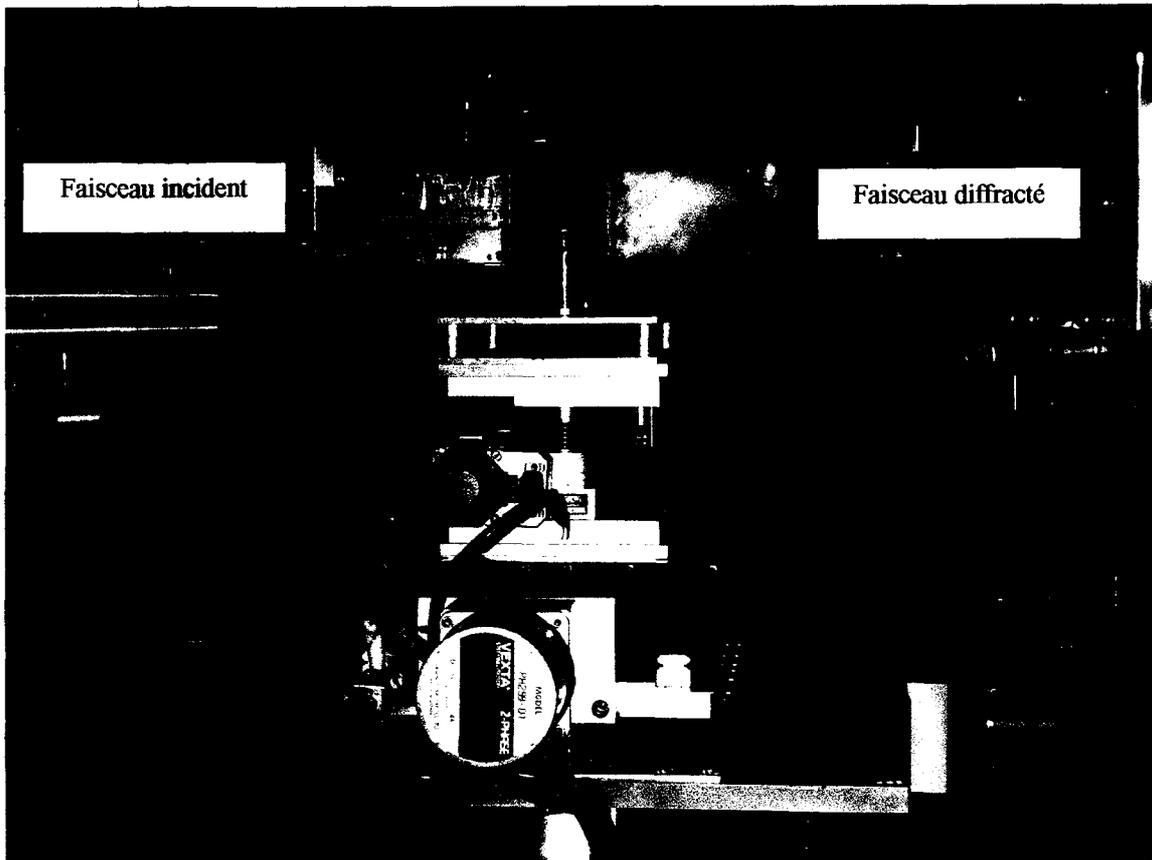


Figure III.3 Le diffractomètre G5.2

### ***Résolution spatiale***

La détermination des déformations est optimale lorsque le faisceau incident et le faisceau diffracté sont orthogonaux. C'est-à-dire pour un angle  $2\theta$  égal à  $90^\circ$ . De même on définit la résolution spatiale d'une expérience grâce aux différents collimateurs placés sur les faisceaux incident et diffracté.

Ainsi une première fente de largeur  $\omega_M$  est placée après le monochromateur, à une distance  $l_M$  du point mesuré et une seconde fente est placée juste avant l'échantillon, de largeur  $\omega_S$  et à une distance  $l_S$  du point de mesure.

La collimation du faisceau incident est alors déterminée par la relation suivante :

$$\tan \alpha_2 = \frac{\omega_M + \omega_S}{2(l_M - l_S)}$$

En installant du côté diffracté un système identique de fentes avec les caractéristiques ( $\omega_P$ ,  $l_P$ ,  $\omega_D$ ,  $l_D$ ), on détermine  $\alpha_3$  : 
$$\tan \alpha_3 = \frac{\omega_P + \omega_D}{2(l_P - l_D)}$$

Suivant le type d'expérience à réaliser, il est impératif de déterminer avec précision la largeur et le positionnement des fentes au cours de l'expérience. Elles déterminent le volume à étudier mais il faut tenir compte des phénomènes de divergence angulaire en limitant les angles  $\alpha_2$  et  $\alpha_3$ .

### ***Résolution instrumentale***

Afin de mesurer des déformations de l'ordre de  $10^{-3}$  et  $10^{-4}$ , une résolution instrumentale correcte est impérative. Elle est définie comme la largeur à mi-hauteur théorique de la raie, par les travaux de Cagliotti et al [CAG 58]. Pour une longueur d'onde fixée, la résolution instrumentale est liée aux divergences angulaires  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  et  $\alpha_3$  et à la mosaïcité du monochromateur  $\beta$  par l'expression présentée à la page 77.

La mosaïcité du monochromateur résulte du fait que celui-ci n'est pas tout à fait monocristallin. Il est formé d'un agrégat de petits blocs légèrement désorientés les uns par rapport aux autres. La mosaïcité du monochromateur en graphite pyrolytique installé sur le G5-2 est évaluée à  $20'$ .

## **III.2.2 La source pulsée de neutrons (ISIS)**

Les sources pulsées de neutrons, comme ISIS (Rutherford Appleton Laboratory, Royaume-Uni) se différencient des réacteurs nucléaires d'une part par le mode de production de neutrons et d'une autre part, par le principe de mesure de la distance interréticulaire. Dans le cas d'un réacteur nucléaire, la longueur d'onde est fixée pour la mesure de la distance interréticulaire d'un plan de diffraction. L'avantage majeur d'une source pulsée est qu'un spectre complet de diffraction est produit pour un angle fixe du détecteur.

### **Présentation du diffractomètre *ENGIN X***

Engin X est un diffractomètre dédié aux déterminations des contraintes résiduelles dans des pièces qui ont une masse entre quelques dizaines de gramme et une tonne. Un faisceau des neutrons est obtenu à la sortie du conduit des neutrons. L'échantillon est monté sur un berceau d'Euler ou sur une table XYZ, le tout situé au centre du diffractomètre.

La figure III.4 est une vue du diffractomètre Engin X.



Figure III.4 Vue du diffractomètre EnginX

Une représentation schématique du guide de neutrons et du système des détecteurs est présentée dans la figure III.5. Nous observons de chaque côté à la sortie du guide de neutrons, des banques de détecteurs. Chaque banque (Nord et Sud) est composée de 1200 éléments (5 unités à 240 détecteurs à scintillation).

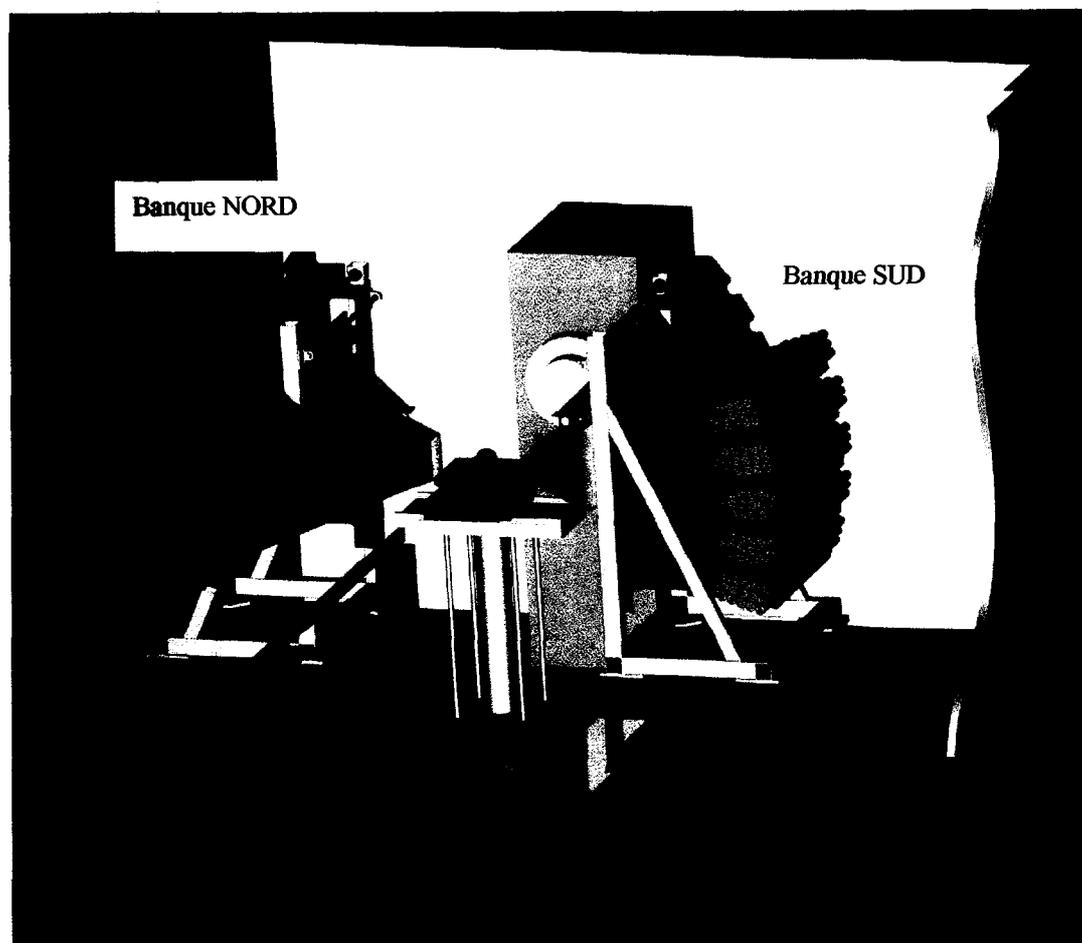


Figure III.6 Représentation schématique du guide de neutrons et des banques de détecteurs

Les détecteurs installés fonctionnent par transmission et étant en nombre de 2, nous obtenons des informations sur deux directions de mesure à la fois.

Afin de déterminer le volume de matériau à étudier, des collimateurs sont placés sur chaque banque de détecteurs (figure III.7).

#### *Définition du volume étudié*

Il est nécessaire pour déterminer l'état de déformations dans un matériau de définir un volume beaucoup plus faible, précisément situé dans la matière. Pour notre étude, nous avons utilisé une fente de 2 mm et des fentes de 2 mm pour les détecteurs. L'enregistrement résulte d'une moyenne faite pour tous les plans de diffraction de chaque phase en présence. Pour l'analyse nous avons étudié uniquement un plan de diffraction pour chaque phase [(110) pour la ferrite et (111) pour l'austénite].

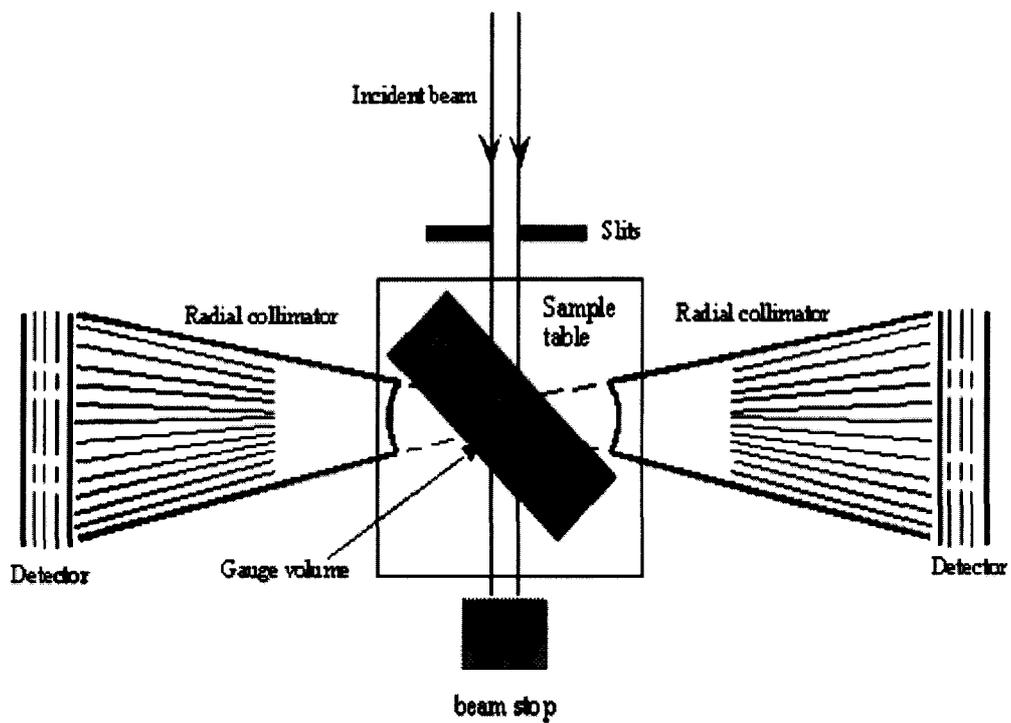


Figure III.7 Représentation du volume étudié

## **CHAPITRE IV**

# **ETUDE EXPERIMENTALE DES FONTES AUSTENO-FERRITIQUES A GRAPHITE SPHEROIDAL**

Dans ce chapitre, nous nous proposons d'étudier plus précisément la répartition des phases dans une fonte ADI, donnée par le traitement thermique de trempe isotherme. Ensuite nous nous intéressons à l'étude de la structure par des techniques de microscopie optique, d'analyse classique des rayons X. L'analyse des contraintes résiduelles est réalisée en fonction de l'évolution de la structure sous l'influence des traitements thermiques et thermomécaniques.

### Description des étapes

Dans notre travail, nous avons étudié l'influence des différents traitements thermiques ou thermomécaniques sur l'état des contraintes résiduelles dans une fonte ADI de composition chimique donnée.

La première étape consiste à faire différents traitements thermiques sur plusieurs échantillons en fonte ADI. La différence entre les traitements thermiques est due aux choix de différentes températures d'austénitisation ( $T_A$ ), de différentes températures de maintien isotherme ( $T_M$ ). Pour chaque température, nous avons défini un temps de maintien.

Ensuite sur les échantillons traités thermiquement, nous avons effectué des mesures quantitatives de phases en présence (austénite et ferrite), à l'aide de la diffraction classique des rayons X. Chaque traitement thermique pris en compte donnera des pourcentages différents d'austénite et ferrite. Pour les échantillons ayant le minimum et le maximum de pourcentage d'austénite, nous avons évalué la texture à l'aide de la diffraction classique des rayons X et l'état de contraintes résiduelles à l'aide de la diffraction des neutrons. Ces mesures ont été effectuées dans les 3 directions principales sur le diffractomètre G5.2 au LLB CEA Saclay. Les résultats obtenus nous ont permis de comprendre quelle est l'influence du traitement thermique sur l'état des contraintes résiduelles dans une fonte ADI de composition chimique donnée.

La deuxième étape de notre travail est dédiée à l'étude de la déformation plastique à froid sur l'état des contraintes résiduelles dans une fonte ADI. Pour cela l'échantillon précédent ayant le maximum d'austénite sera utilisé. Nous avons accepté l'utilisation d'un échantillon ayant beaucoup d'austénite pour avoir une meilleure résolution du spectre de diffraction.

Des **essais** de traction ont été appliqués sur des éprouvettes de forme rectangulaire. Un premier essai a été effectué jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Ensuite des essais de traction sous différentes charges ont été effectués, sans allant à la rupture des éprouvettes. Pour l'évaluation des contraintes résiduelles, nous avons utilisé la partie utile (par des raisons d'encombrement). L'évaluation des contraintes résiduelles a été faite dans les trois directions de mesure, à l'aide de la diffraction des neutrons sur le diffractomètre G5.2 au LLB CEA Saclay.

La dernière étape permettra d'évaluer les contraintes résiduelles dans les échantillons de fonte ADI soumises à des traitements thermomécaniques (déformation plastique à chaud). Des éprouvettes de même forme et dimensions que dans le cas précédent ont subi un écrasement suivant l'axe Z. L'écrasement est fait entre deux matrices, à haute température sur deux éprouvettes. Chaque éprouvette a été déformée à un taux différent (24 et 44 %), correspondant à la réduction globale de l'éprouvette et en excluant la bavure formée. Ensuite, à partir de cette température, les éprouvettes sont soumises à un traitement thermique. Par des raisons de confidentialité (dépôt d'un brevet), nous ne pouvons pas détailler ces traitements thermomécaniques.

Étant donné que l'écrasement se fait en entre deux matrices, nous allons avoir un état de contrainte non homogène sur la section de l'éprouvette (suivant les deux axes Z et X). Des profils de contraintes suivant les trois directions principales de mesures, ont été tracés à l'aide de la diffraction des neutrons. Ces mesures ont été menées sur le diffractomètre Engin X à ISIS Rutherford Appleton Laboratory, Royaume Uni.

Les détails de toutes ces étapes sont présentés ensuite.

## IV.1 Traitements thermiques et microstructures des fontes ADI

Nous avons tout d'abord cherché à définir les paramètres de traitement thermique permettant d'obtenir un pourcentage élevé d'austénite. Le pourcentage élevé d'austénite permet d'améliorer les propriétés mécaniques des fontes ADI contribuant aussi à faciliter l'analyse des contraintes. Le traitement thermique suit le chemin décrit par la figure IV.1.

La composition chimique des fontes utilisées est donnée dans le tableau IV.1 :

Tableau IV.1 Composition chimique des fontes étudiées

Elément	Composition chimique massique (%)
C	3,66
Si	2,23
Mn	0,11
S	0,014
P	0,026
Cu	0,71
Ni	0,6
Cr	0,032
Mg	0,045
Mo	0,15
Al	0,015

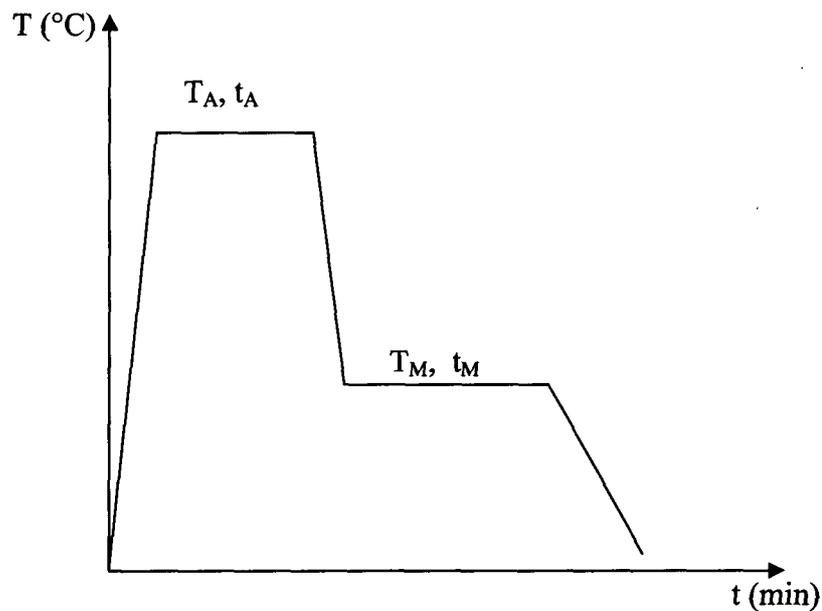


Figure IV.1 Cycle de traitement thermique pour une fonte ADI

Les essais de traitement thermique effectués sont présentés dans le tableau IV.2 :

Tableau IV.2 Description des essais de traitement thermique

Essai		Paramètres de traitement thermique			
		Température d'austénitisation	Temps d'austénitisation	Température de maintien isotherme	Temps de maintien isotherme $t_M$ (min)
		$T_A$ (°C)	$t_A$ (min)	$T_M$ (°C)	
1	S1	960	20	400	90
2	S2	960	20	400	170
3	S3	960	20	380	90
4	S4	960	20	360	90
5	S5	1050	20	360	80
6	S6	1050	40	380	90
7	S7	1050	20	380	90
8	S8	1050	20	400	90

Les éprouvettes sélectionnées pour la suite de l'étude sont : S1, S3, S4, S5, S7, S8. Elles ont toutes une forme rectangulaire avec les dimensions : 10x10x10 mm.

Après traitement thermique, nous observons systématiquement une structure typique des fontes ADI (figure IV.2 et IV.3) qui diffère d'un échantillon à l'autre. Cette différence est donnée par les dimensions des aiguilles de ferrite, par le pourcentage d'austénite en présence qui augmente avec la température d'austénitisation ou avec le temps de maintien isotherme. Le pourcentage d'austénite étant important dans cette étude, des analyses quantitatives ont été réalisées sur les éprouvettes définies précédemment. Les études menées sur les fontes ADI montrent l'existence d'une matrice constituée d'aiguilles de ferrite entourées d'austénite. D'ailleurs l'intérêt d'un traitement ADI est d'avoir une matrice sans carbures (notamment la cémentite).

Les paramètres de traitements thermiques sont présentés dans le tableau IV.1.

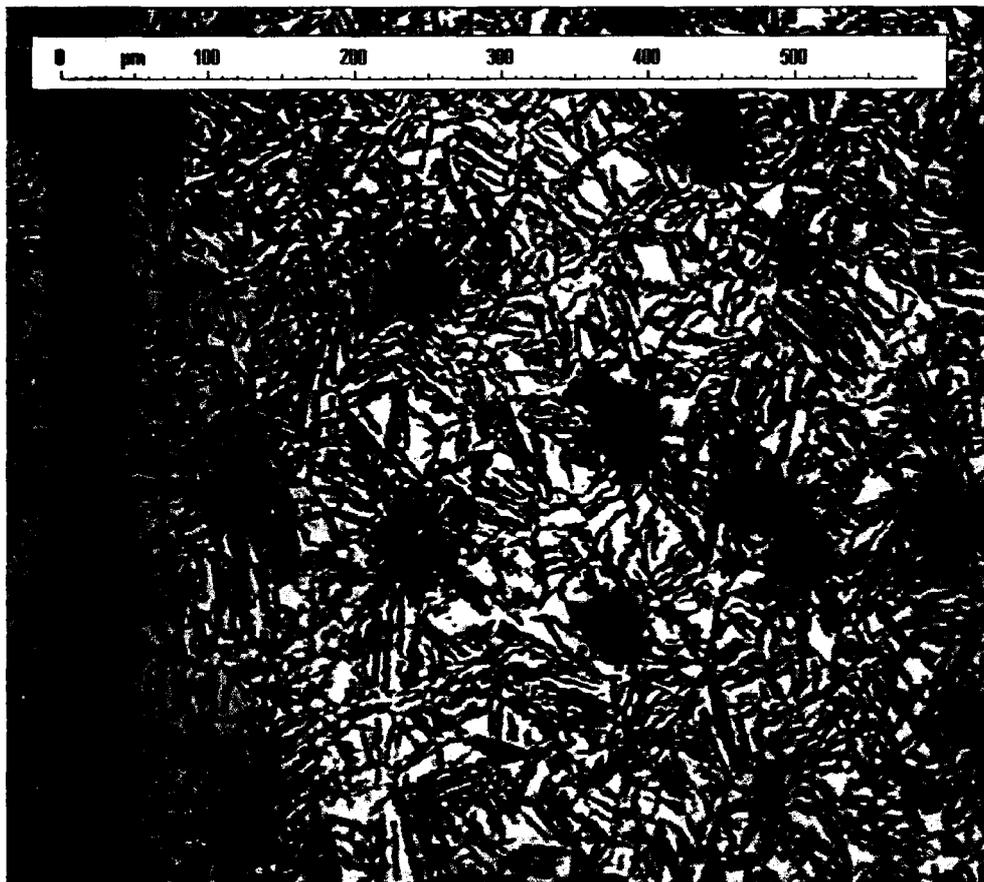


Figure IV.2 Micrographies de l'échantillon S4 (le minimum de pourcentage d'austénite)

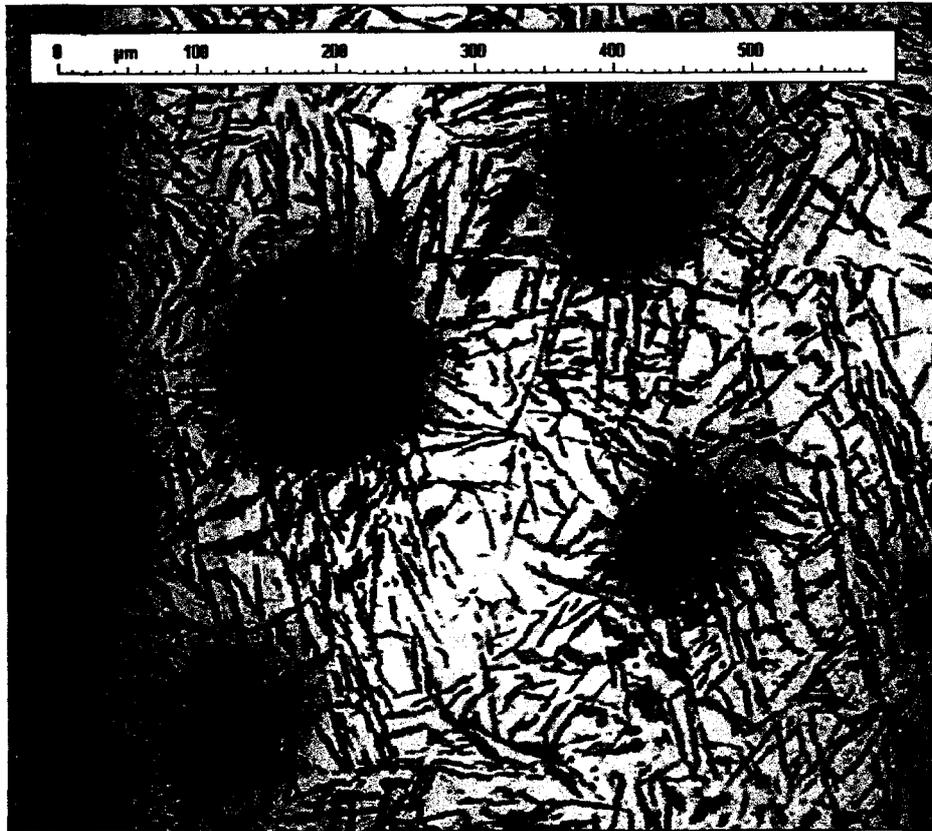


Figure IV.3 Micrographies de l'échantillon S8 (le maximum de pourcentage d'austénite)

Les microstructures obtenues pour les deux échantillons montre un même type de structure avec des morphologies différentes. La température de maintien élevée ( $400^{\circ}\text{C}$ ) favorise le développement de l'austénite, et la température de maintien plus faible ( $360^{\circ}\text{C}$ ) favorise le développement des aiguilles de ferrite.

Dans la limite de la résolution de l'instrument, nous supposons pour la suite des études, que la matrice est composée uniquement d'austénite et de ferrite. Les spectres de diffraction ne font apparaître que ces deux phases. Le travail mené à ISIS Rutherford Appleton Laboratory, nous a permis de vérifier après analyse des paramètres structuraux, l'unique présence d'austénite et de ferrite dans la matrice, dans la limite de résolution de l'appareillage.

L'analyse quantitative des deux phases en présence (en négligeant également le graphite) est donnée dans les figures IV.6 et IV.7. Cette analyse a été effectuée par diffraction

des rayons X. Un diagramme de diffraction X d'une fonte ADI est présenté dans la figure IV.4. Ce spectre représente l'intensité diffractée en fonction d'angle de diffraction  $2\theta$ .

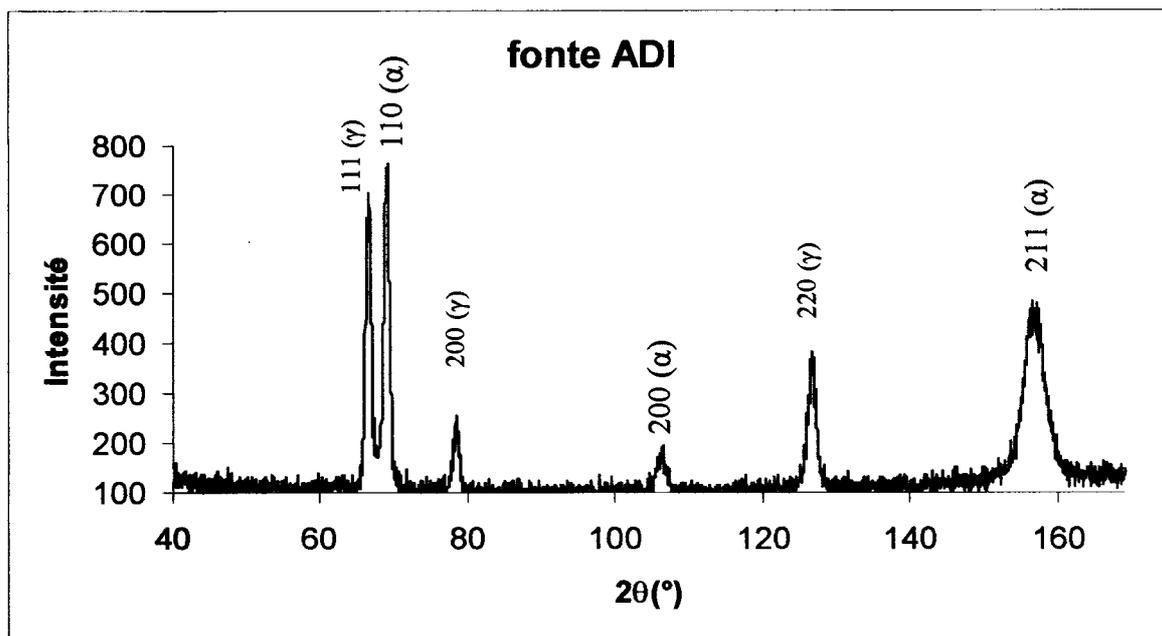


Figure IV.4 Spectre de diffraction d'une fonte ADI, obtenu par analyse classique des rayons X

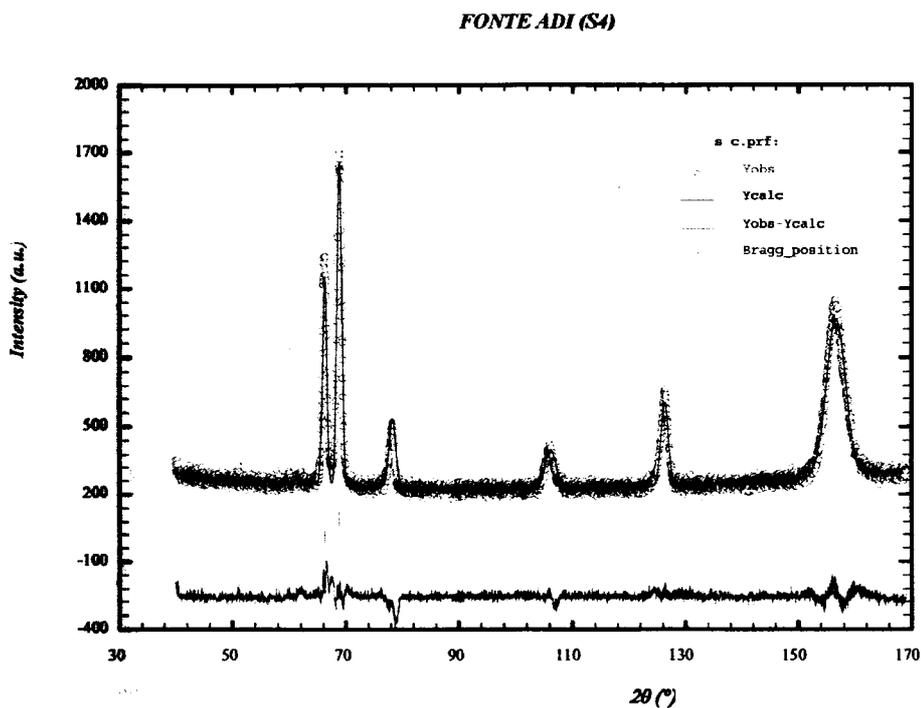


Figure IV.5 Spectre d'une fonte ADI après traitement sous FullProf

Pour l'analyse quantitative, nous avons utilisé le logiciel Full Prof (LLB Saclay). L'affinement des données a été fait pour les diagrammes obtenus par diffraction classiques de rayons X. Un spectre d'une fonte ADI après traitement sous FullProf est présenté par la figure IV.5.

Les résultats du calcul de pourcentage de phases, pour les 6 échantillons retenus après le traitement thermique, sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau IV.3 Les pourcentages de phases des échantillons retenues

N°	Paramètres de traitement thermique ( $T_A$ , $t_A$ , $T_M$ , $t_M$ ) (°C)	Pourcentage de phases (%)		Paramètres du réseau cristallin a (Å)	
		$\alpha$	$\gamma$	$\alpha$	$\gamma$
S4	960/20/360/90	53,5 ( $\pm 0,91$ )	46,5 ( $\pm 1,08$ )	2,86557	3,63203
S3	960/20/380/90	45,7 ( $\pm 0,78$ )	54,3 ( $\pm 1,18$ )	2,86633	3,63185
S1	960/20/400/90	50,4 ( $\pm 0,78$ )	49,6 ( $\pm 0,99$ )	2,86623	3,63087
S5	1050/20/360/90	46,9 ( $\pm 0,78$ )	53,1 ( $\pm 1$ )	2,86518	3,63186
S7	1050/20/380/90	41,1 ( $\pm 0,62$ )	58,9 ( $\pm 0,96$ )	2,86334	3,62914
S8	1050/20/400/90	40,2 ( $\pm 0,69$ )	59,8 ( $\pm 1,15$ )	2,86249	3,62675

Les incertitudes de calcul de paramètre de maille ne sont pas significatives. Elles sont comprises entre 0,00003 et 0,00009 pour la ferrite et 0,00007 et 0,0001 pour l'austénite. Pour cette raison elles ne sont pas représentées sur les graphiques.

Les évolutions du pourcentage de phases en fonction de la température de maintien, ainsi que celles du paramètre du réseau cristallin avec le pourcentage d'austénite sont présentées dans les figures IV.6 et IV.7 :

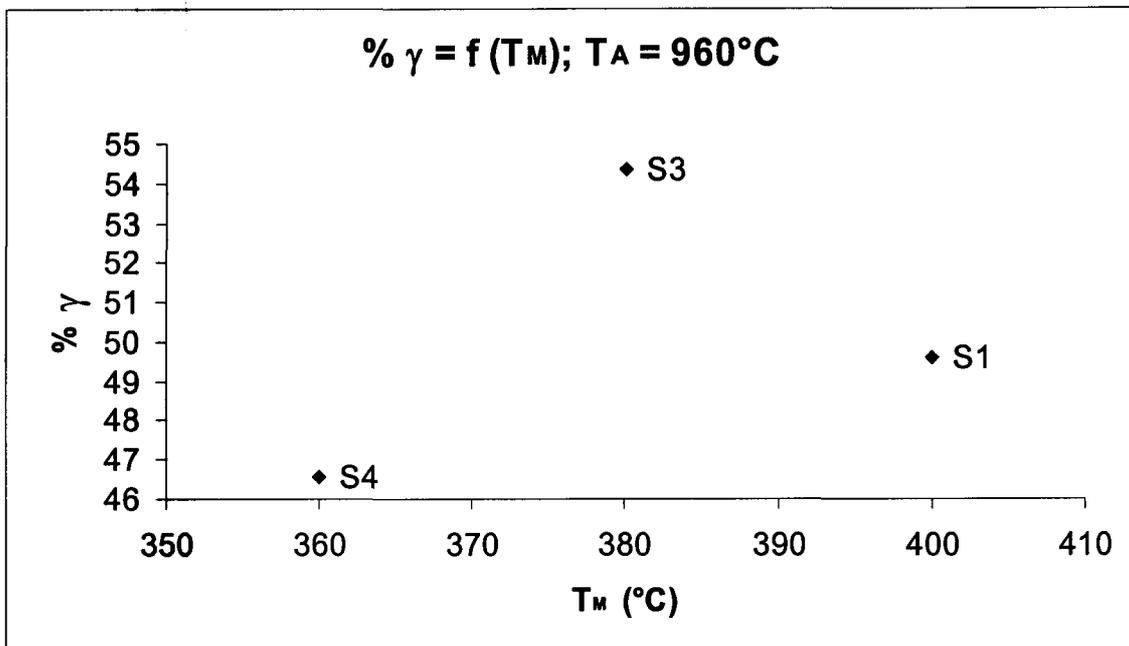


Figure IV.6. Pourcentage d'austénite en fonction de la température de maintien isotherme après austénitisation à 960°C et un temps de maintien de 90 min.

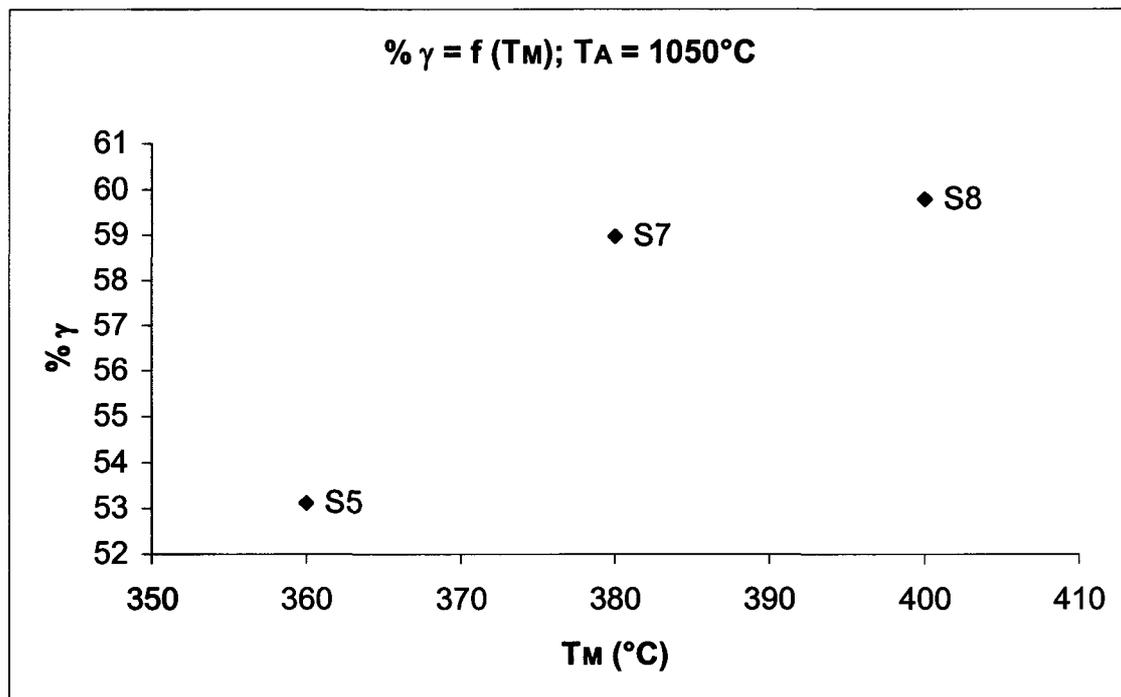


Figure IV.7. Pourcentage d'austénite en fonction de la température de maintien isotherme après austénitisation à 1050°C et un temps de maintien de 90 min

Dans l'ensemble, nous observons qu'avec l'augmentation de la température d'austénitisation (pour le même temps de maintien à cette température) la quantité d'austénite augmente. Une augmentation de la quantité d'austénite est aussi observée avec l'augmentation de la température de maintien isotherme. On remarque aussi une diminution du paramètre de maille de la ferrite, correspondant à la diminution de la quantité d'austénite (figure IV.8 et IV.9).

D'un point de vue des phénomènes physiques, pendant le maintien isotherme il y a un rejet du carbone présent dans les aiguilles de ferrite vers l'austénite. L'austénite s'enrichie en carbone et se stabilise. Cet enrichissement correspond donc à l'augmentation de pourcentage d'austénite. En même temps, l'austénite qui se trouve aux alentours des aiguilles de ferrite bloque le développement de ceux la.

Avec l'augmentation en température, les échanges ferrite austénite sont plus faciles (plus de diffusion), et les aiguilles de ferrite sont plus fines.

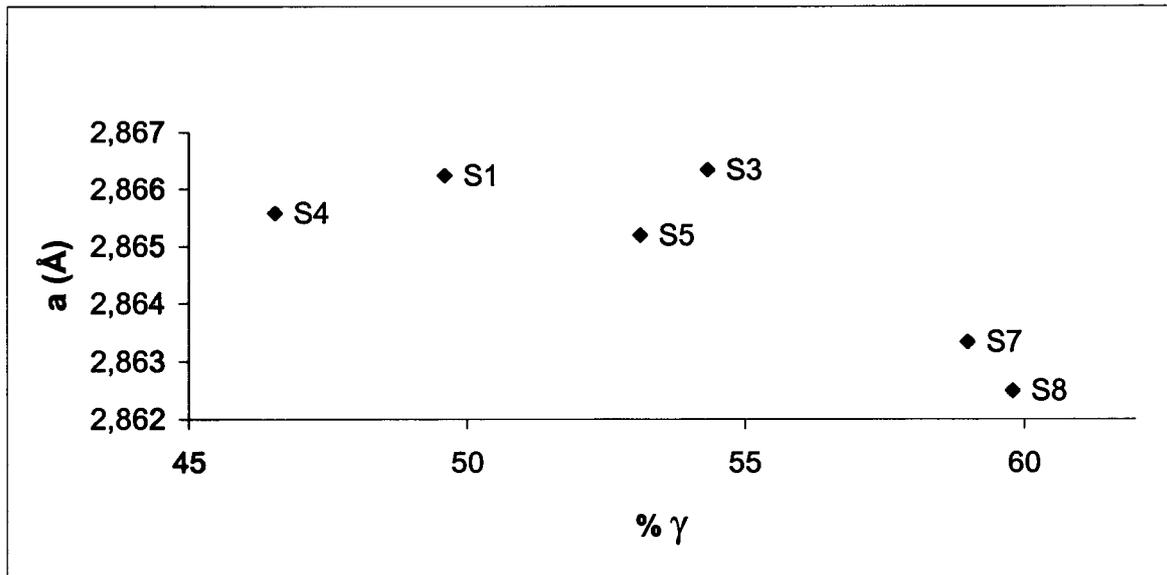


Figure IV.8 Evolution du paramètre du réseau cristallin de la ferrite avec le pourcentage d'austénite

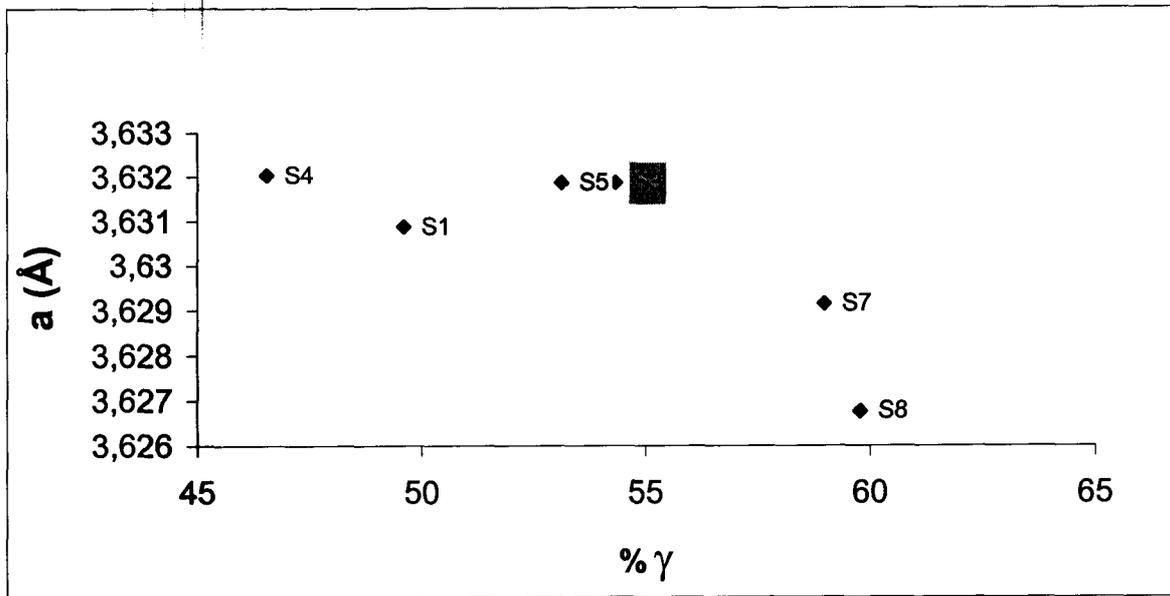


Figure IV.9 Evolution du paramètre du réseau cristallin de l'austénite avec le pourcentage d'austénite

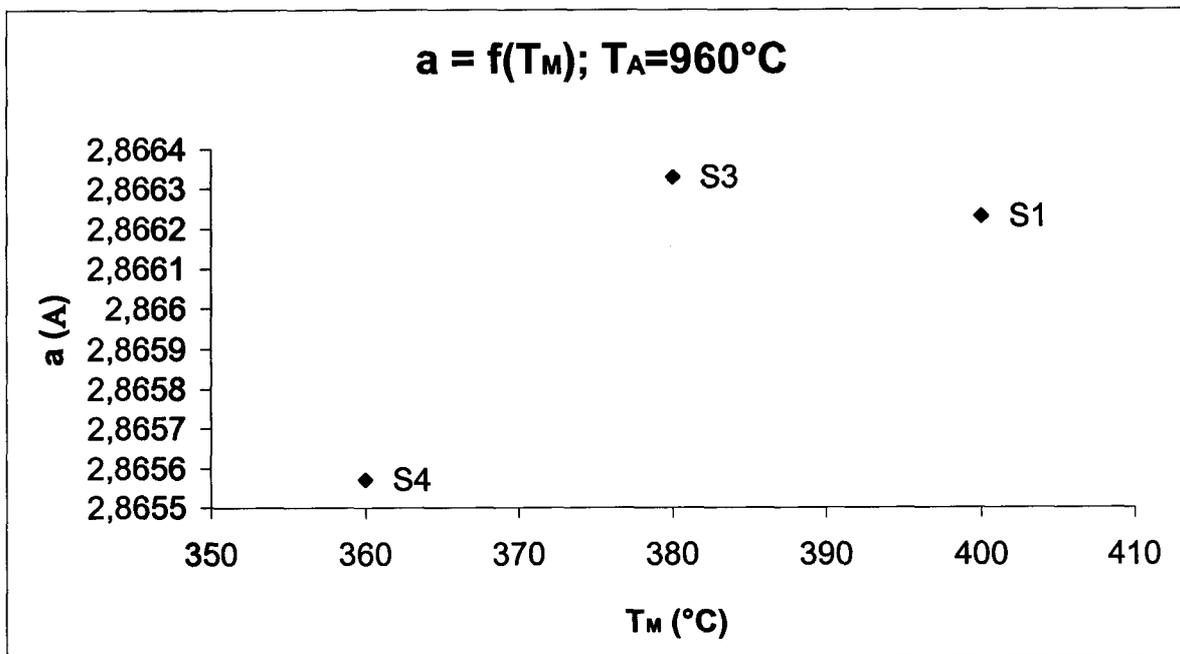


Figure IV.10 Evolution du paramètre de maille de la ferrite avec la température de maintien isotherme après austénitisation de 960°C et un temps de maintien de 90 min

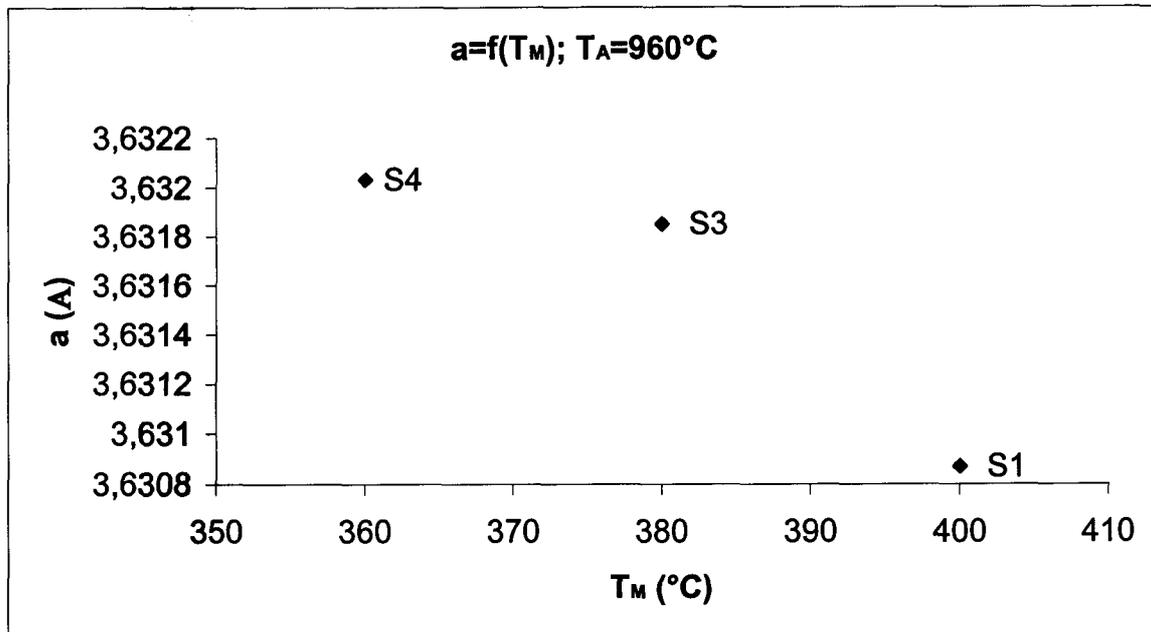


Figure IV.11 Evolution du paramètre de maille de l'austénite avec la température de maintien isotherme après austénitisation de 960°C et un temps de maintien de 90 min

Avec l'augmentation du pourcentage d'austénite, le paramètre de maille de celle-ci diminue ainsi que celui de la ferrite. En regardant l'influence de la température de maintien isotherme (pour une température d'austénitisation donnée) sur le paramètre de maille des deux phases, on observe que pour les deux phases celle-ci diminue au profit d'une augmentation de pourcentage d'austénite. Pour cette étude, nous avons retenu les échantillons contenant un minimum et un maximum d'austénite.

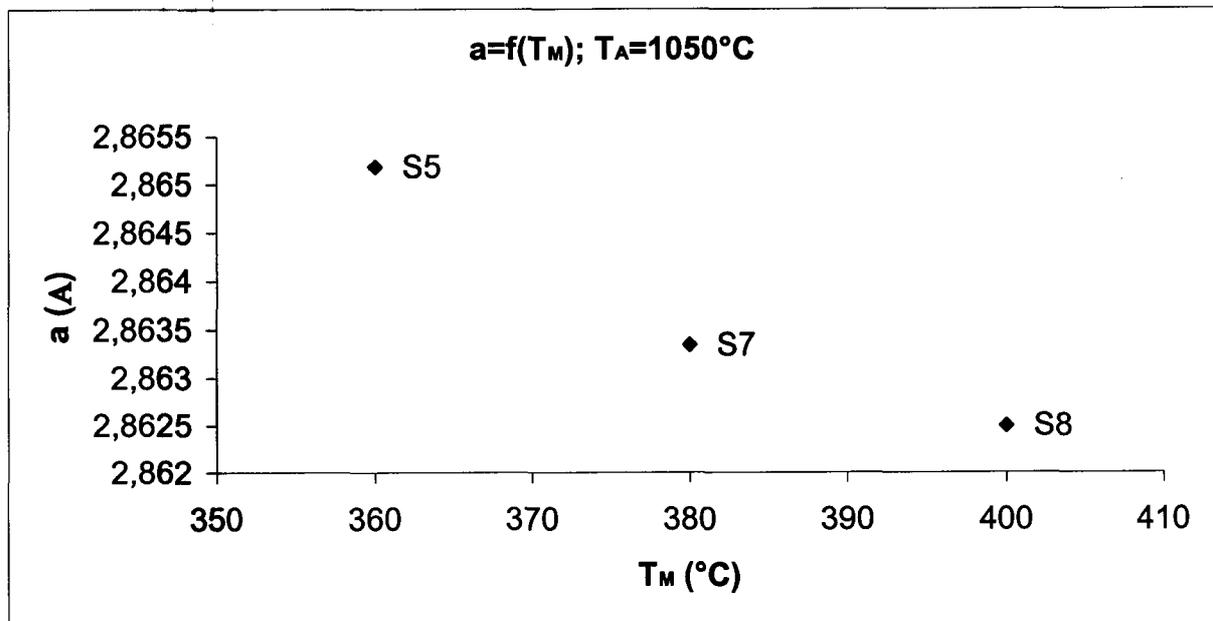


Figure IV.12 Evolution du paramètre de maille de la ferrite avec la température de maintien isotherme après austenitisation de  $1050^\circ\text{C}$  et un temps de maintien de 90 min

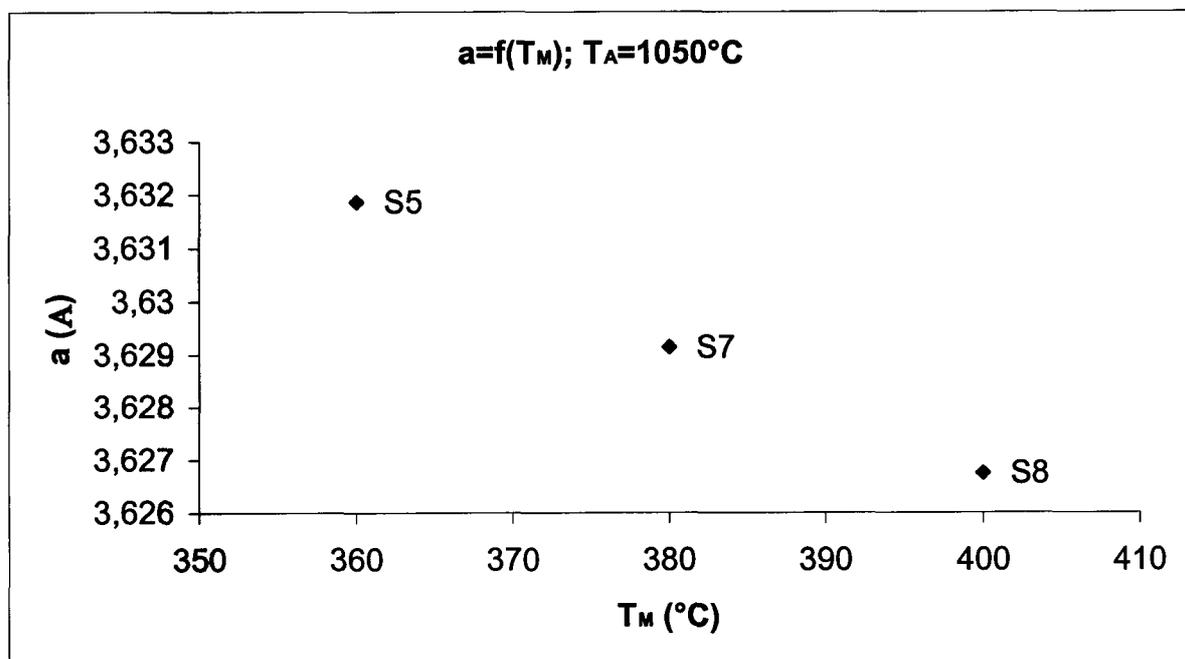


Figure IV.13 Evolution du paramètre de maille de l'austénite avec la température de maintien isotherme après austenitisation de  $1050^\circ\text{C}$  et un temps de maintien de 90 min

L'étape suivante de notre travail consiste à analyser ces deux échantillons. Des mesures de nanoindentation sont faites sur un des deux échantillons, suivis d'une évaluation des contraintes résiduelles par diffraction des neutrons.

## IV.2 Evaluation des contraintes résiduelles dans les fontes austéno-ferritiques à graphite sphéroïdal

Pour une meilleure compréhension du comportement mécanique d'une fonte ADI et pour l'application du modèle autocohérent, des mesures de texture par diffraction des rayons X et des mesures des déformations par diffraction des neutrons sont effectuées.

### IV.2.1 Diffraction classique des rayons X appliquée à l'évaluation de la texture dans les fontes austéno-ferritiques à graphite sphéroïdal.

Etant donné les caractéristiques microstructurales de ces fontes, des mesures de texture ont été réalisées avant l'évaluation des contraintes résiduelles.

Les figures IV.14 – IV.17 présentent les figures de pôles obtenues pour les deux phases : ferrite et austénite et pour les deux échantillons ayant le minimum et le maximum d'austénite.

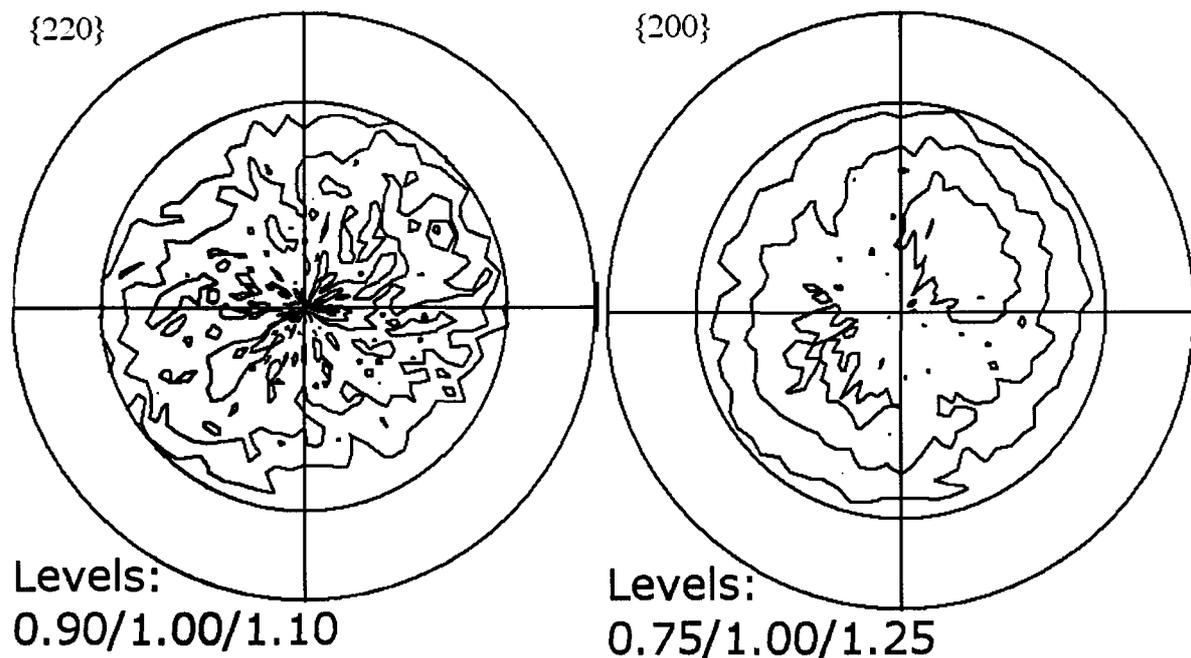


Figure IV.14 Figures de pôles (220) et (200) de l'austénite pour l'échantillon 4

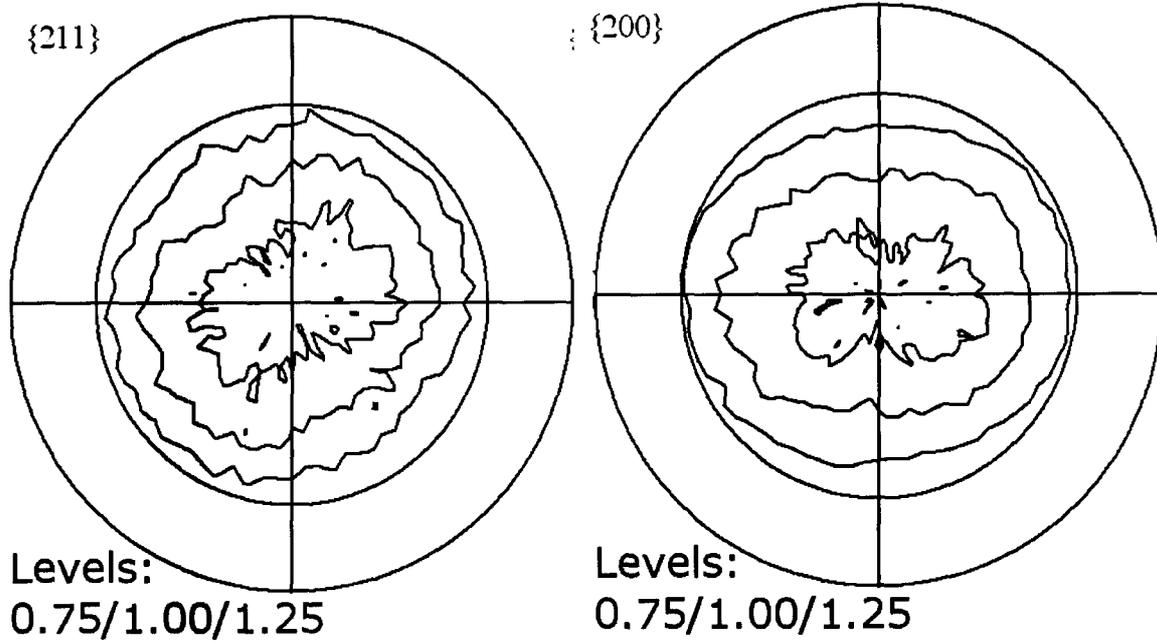


Figure IV.15 Figures de pôles (211) et (200) de la ferrite pour l'échantillon 4

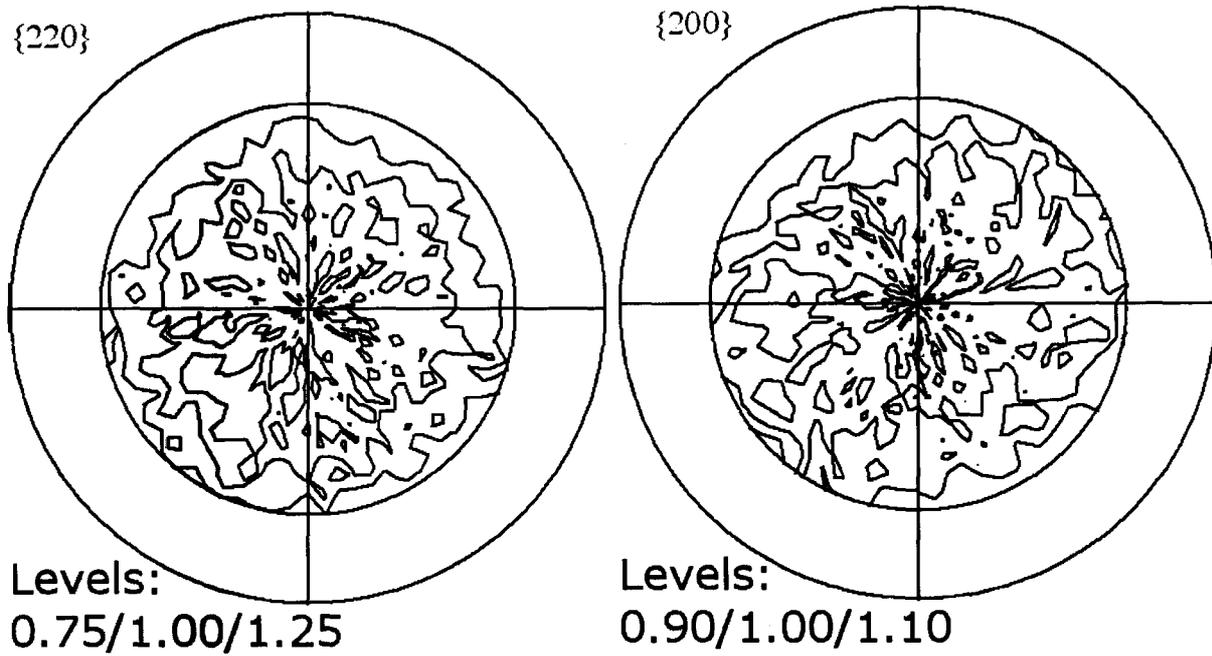


Figure IV.16 Figures de pôles (220) et (200) de l'austénite pour l'échantillon 8

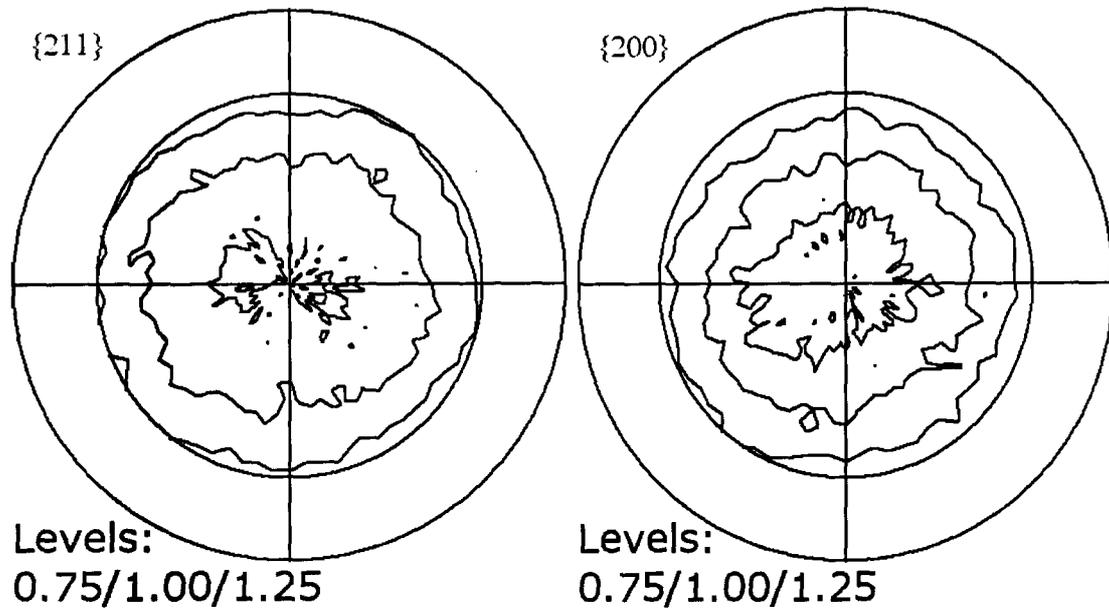


Figure IV.17 Figures de pôles (211) et (200) de la ferrite pour l'échantillon 8

L'ensemble des figures de pôles, nous permet de constater que les échantillons ne sont pas texturés. Nous observons uniquement que la taille des grains a augmenté avec la montée en température tant pour la ferrite que pour l'austénite.

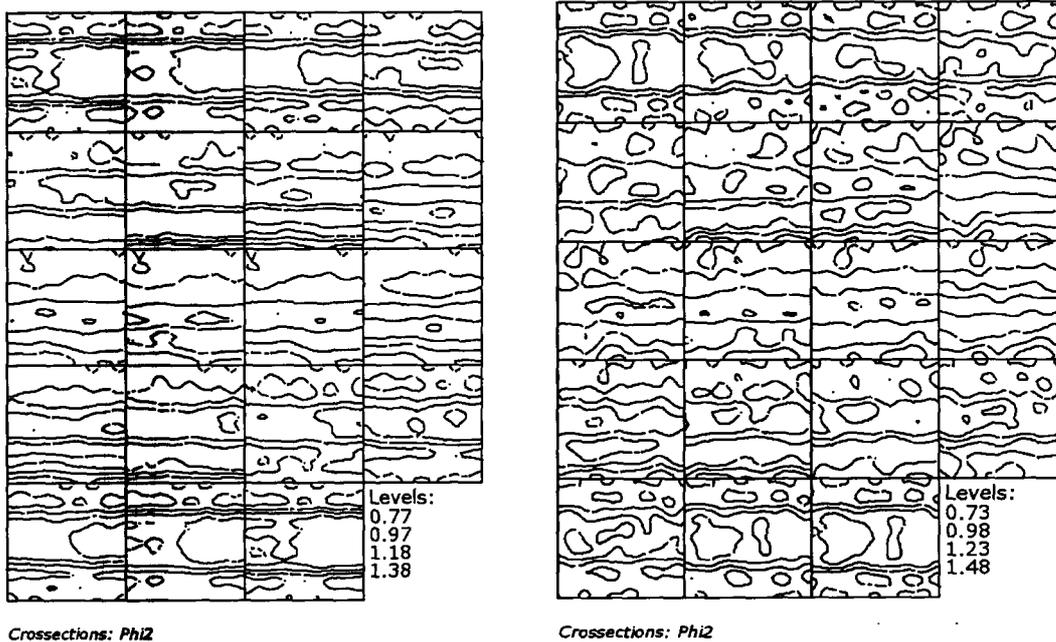


Figure IV.18 Fonctions de distribution des orientations cristallines (ODF), pour l'austénite, échantillons S4 et S8

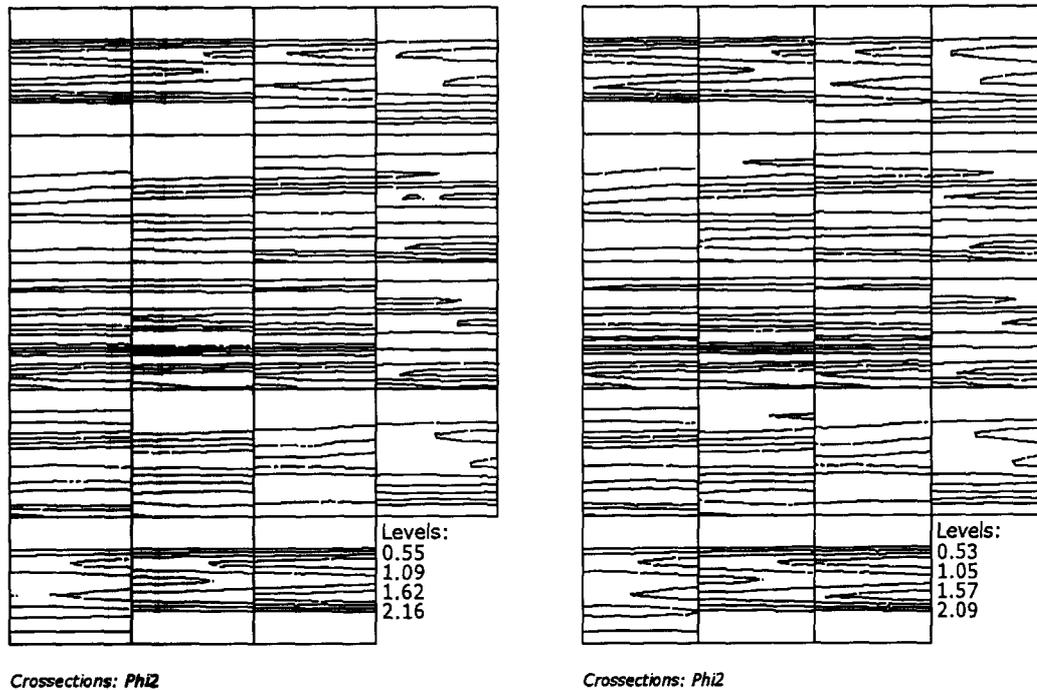


Figure IV.19 Fonctions de distribution des orientations cristallines (ODF), pour la ferrite, échantillons S4 et S8

L'ensemble des fonctions de distribution des orientations cristallines nous permet de constater que les échantillons ne sont pas texturés, les niveaux d'intensité restant situés entre 0,55 et 2,16 pour la ferrite et 0,77 et 1,38 pour l'austénite. Nous observons uniquement que la taille de grains a augmenté avec la montée en température tant pour la ferrite que pour l'austénite, cela confirmé aussi par la micrographie.

### **IV.3.2 Diffraction des neutrons appliquée à l'évaluation des contraintes résiduelles dans les fontes austéno-ferritiques à graphite sphéroïdal.**

Les mesures par diffraction de neutrons ont été effectuées au Laboratoire Léon Brillouin (CEA Saclay) sur le diffractomètre G5.2 et au Laboratoire Rutherford Appleton (ISIS Chilton) sur le diffractomètre EnginX

Sachant que la valeur de la distance interréticulaire de référence est très importante dans l'évaluation des contraintes, nous avons envisagé plusieurs méthodes pour le calcul de celle-ci. L'extraction de poudres n'est pas possible en raison de la transformation possible de l'austénite en martensite, en utilisant les moyens classiques, l'utilisation d'une poudre de fer a été envisagée. Nous pouvons également envisager l'utilisation d'un échantillon en fonte ADI soumis à un traitement thermique de relaxation de contraintes, dans le domaine de la stabilité de l'austénite, en supposant que les contraintes soient relâchées dans les deux phases. Une autre méthode est l'utilisation de la diffraction classique des rayons X avec l'hypothèse  $\sigma_{33}=0$ , qui permet l'évaluation du paramètre moyen de référence pour chaque phase.

Parmi toutes ces techniques possibles, nous avons choisi l'utilisation d'un traitement thermique de relaxation des contraintes, pour le calcul de la distance interréticulaire de référence. Cette relaxation est faite, uniquement au niveau de phases en présence (pas entre les grains), donc les résultats présentés dans la suite d'étude seront des contraintes « relatives » dans le matériau.

Un diagramme de diffraction de l'échantillon de référence (obtenu sur EnginX), est présenté dans la figure IV.20.

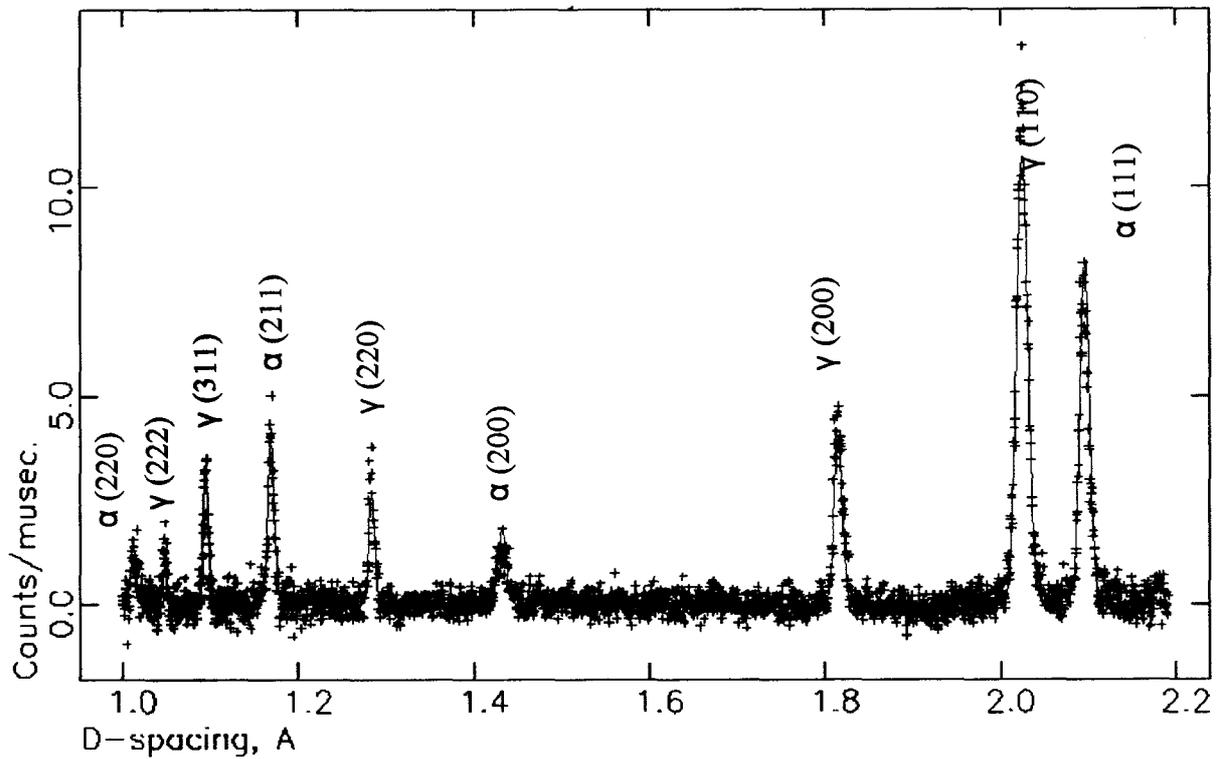


Figure IV.20 Diagramme de diffraction de l'échantillon de référence

La figure IV.20 présente un spectre de diffraction de tous les plans de diffraction qui ont un  $d_{hkl}$  compris entre 1 et 2,2 Å. Pour la suite des études, nous avons utilisé le plan (111) de l'austénite ( $d \cong 2,09$  Å) et le plan (110) de la ferrite ( $d \cong 2,02$  Å). Les pics correspondants aux plans mentionnés sont présentés dans la figure IV.21.

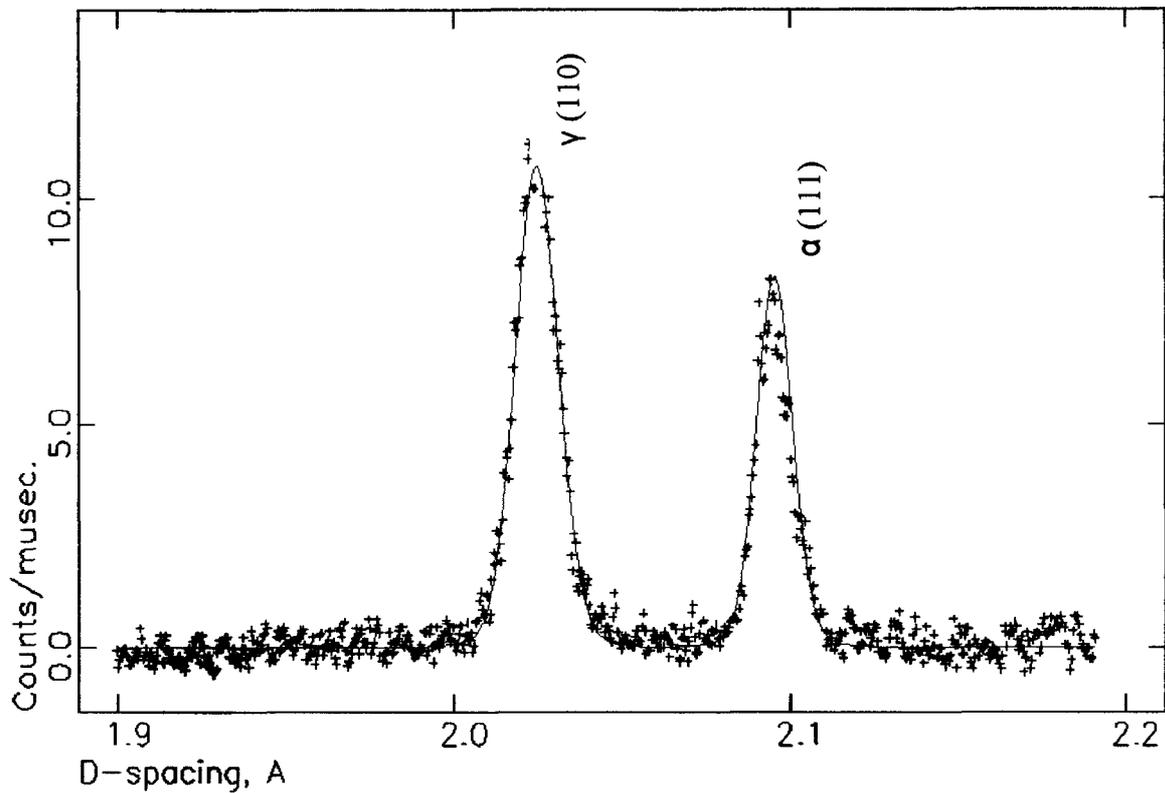


Figure IV.21 Pics de diffraction correspondant aux plans (111) de l'austénite et (110) de la ferrite

Pour l'étude des données, nous avons déterminé le paramètre de maille correspondant aux plans de diffraction et nous avons calculé ainsi les distances interréticulaires, les déformations et évalué les contraintes résiduelles.

Pour les deux échantillons (4 et 8), les plans utilisés pour l'évaluation des contraintes sont : (111) pour l'austénite et (110) pour la ferrite. Les figures suivantes présentent ces plans de diffraction (sur le diffractomètre G5.2) avant et après le lissage des données. Le lissage de données est nécessaire pour le calcul de la largeur à mi-hauteur, l'angle de diffraction etc.

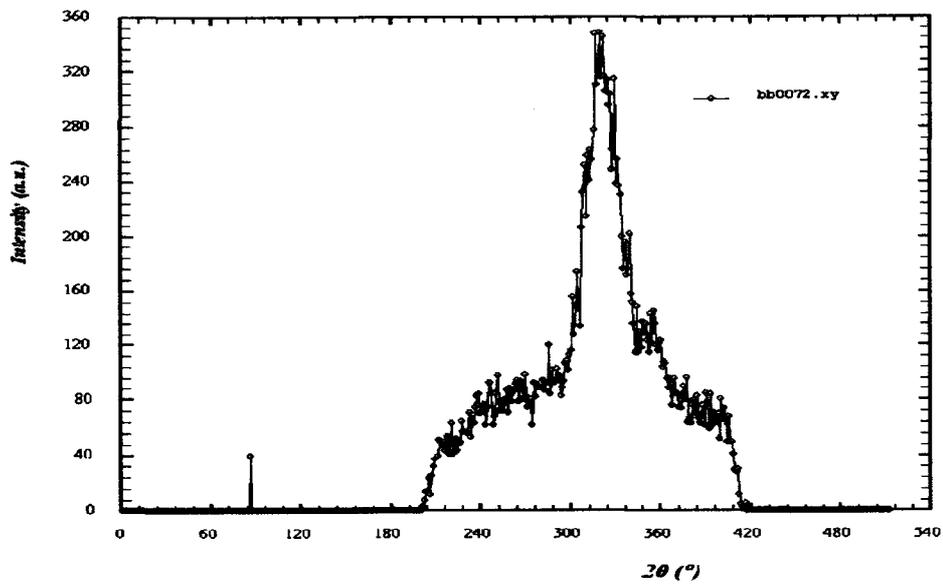


Figure IV.22 Diagramme de diffraction du plan (111) d'austénite après acquisition, pour l'échantillon S4

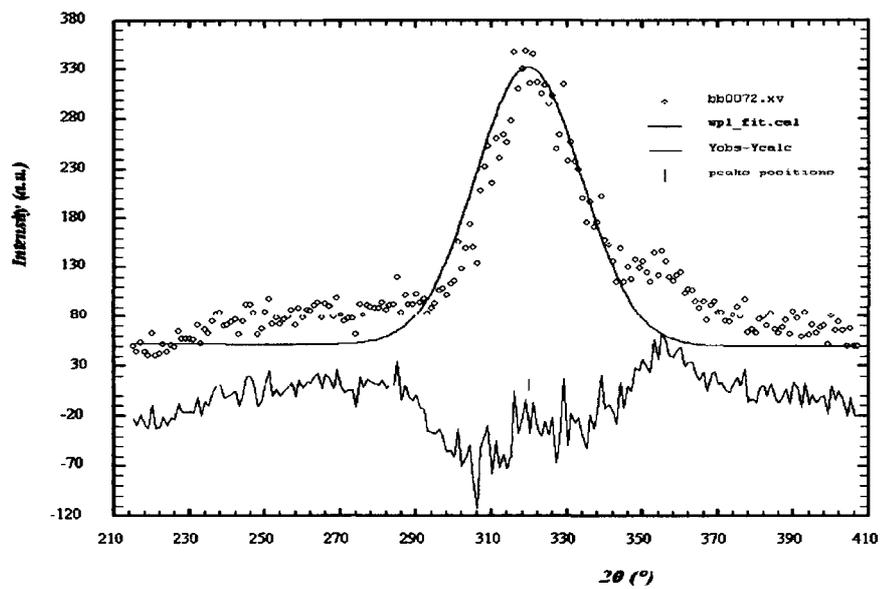


Figure IV.23 Spectre de diffraction du plan (111) d'austénite après traitement sous WinPlotr (LLB Saclay), pour l'échantillon S4

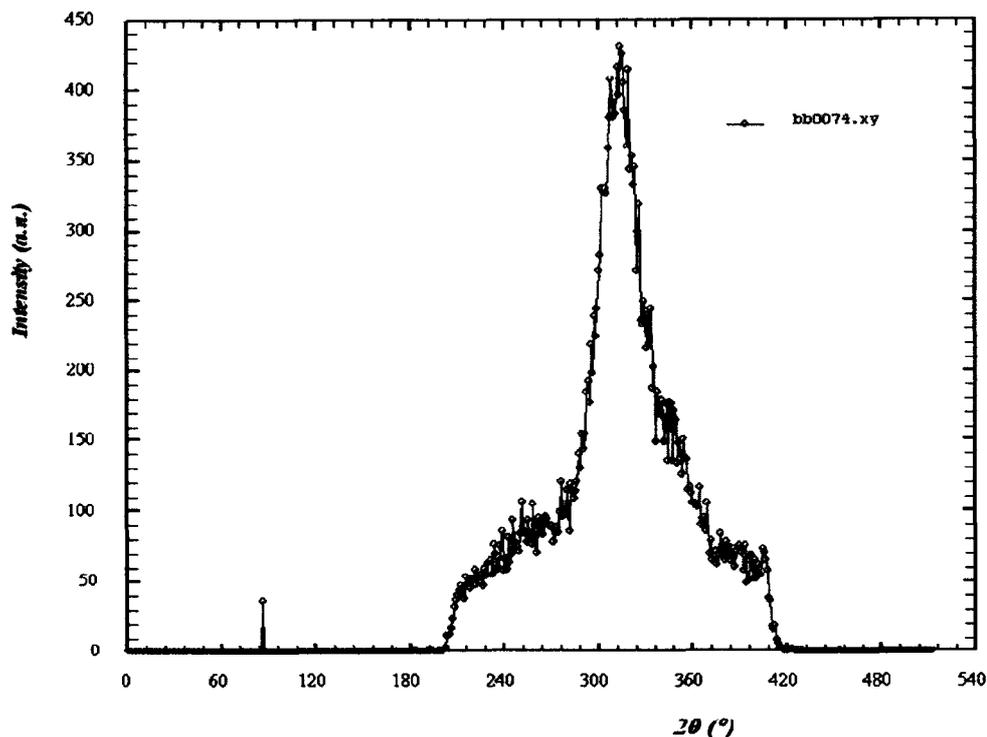


Figure IV.24 Spectre de diffraction du plan (110) de la ferrite après acquisition, pour l'échantillon S4

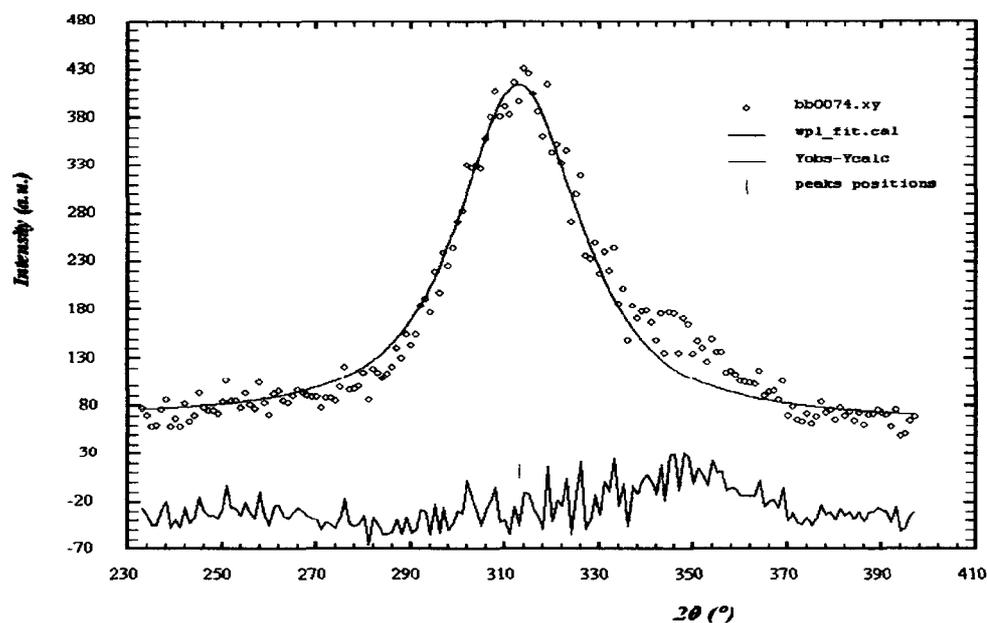


Figure IV.25 Spectre de diffraction du plan (110) de la ferrite après traitement sous WinPlotr (LLB Saclay), pour l'échantillon S4

### IV.2.2.1 Influence du traitement thermique sur l'état des contraintes résiduelles dans les fontes ADI

Le volume de diffraction a été défini en utilisant des fentes de 2 mm pour le faisceau incident et pour le faisceau réfléchi. La sonde de diffraction a ainsi les dimensions de 2x2x2 mm<sup>3</sup>. Pour chaque échantillon et pour chaque phase, nous avons évalué les contraintes principales dans les directions X, Y, Z.

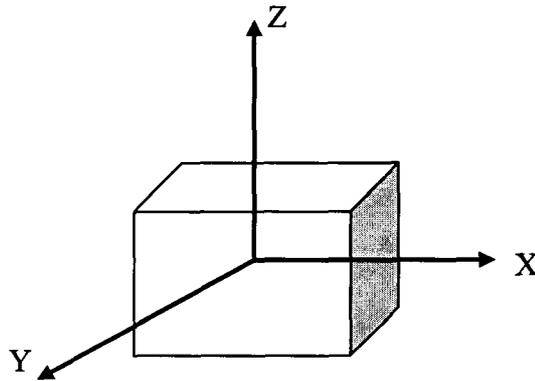


Figure IV.26 Représentation schématique de 3 directions de mesure

Les figures IV.27 - IV.28 montre l'évolution de la largeur à mi-hauteur de l'austénite et de la ferrite avec le taux d'austénite. Elle n'est pas significative pour les deux pourcentages d'austénite prises en compte pour l'étude.

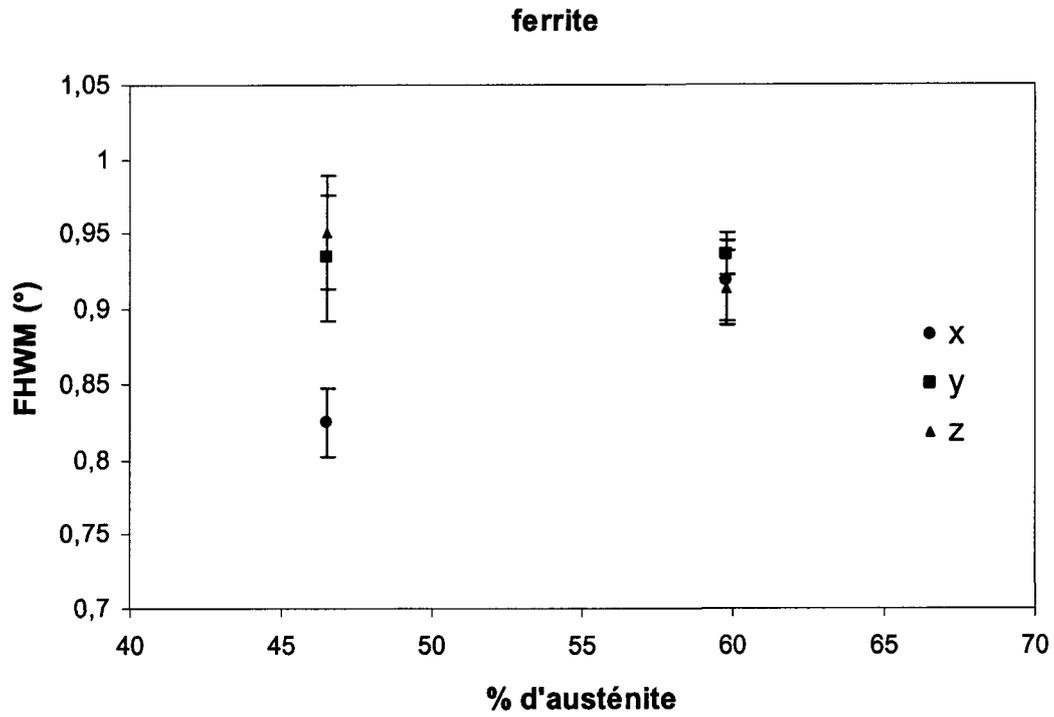


Figure IV.27 Evolution de la largeur à mi-hauteur de la ferrite avec le pourcentage d'austénite pour les trois directions de mesure

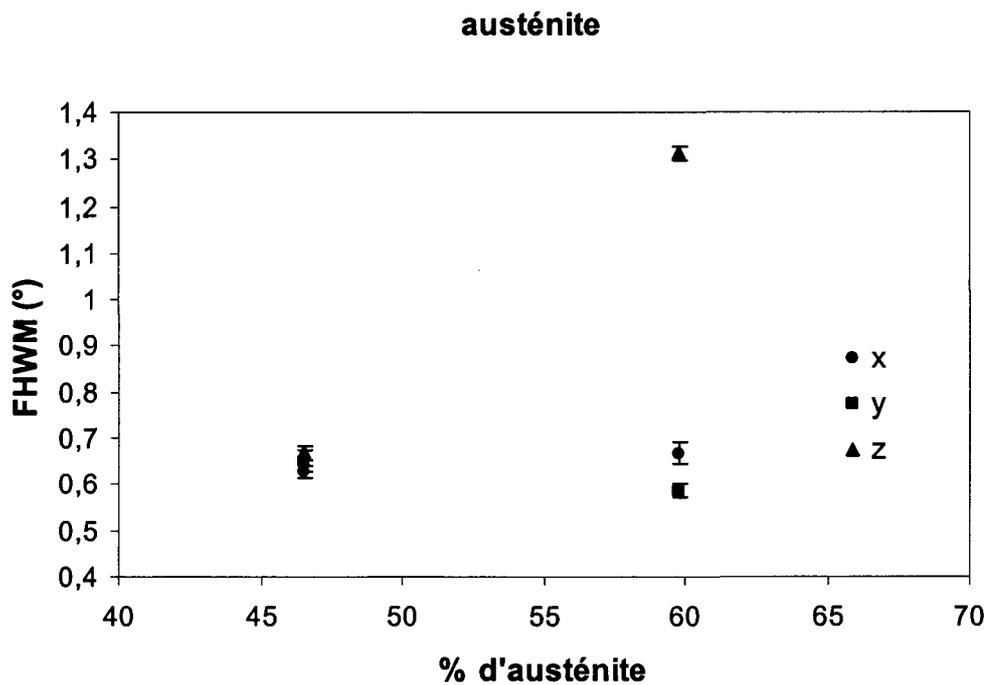


Figure IV.28 Evolution de la largeur à mi-hauteur de l'austénite avec le pourcentage d'austénite pour les trois directions de mesure

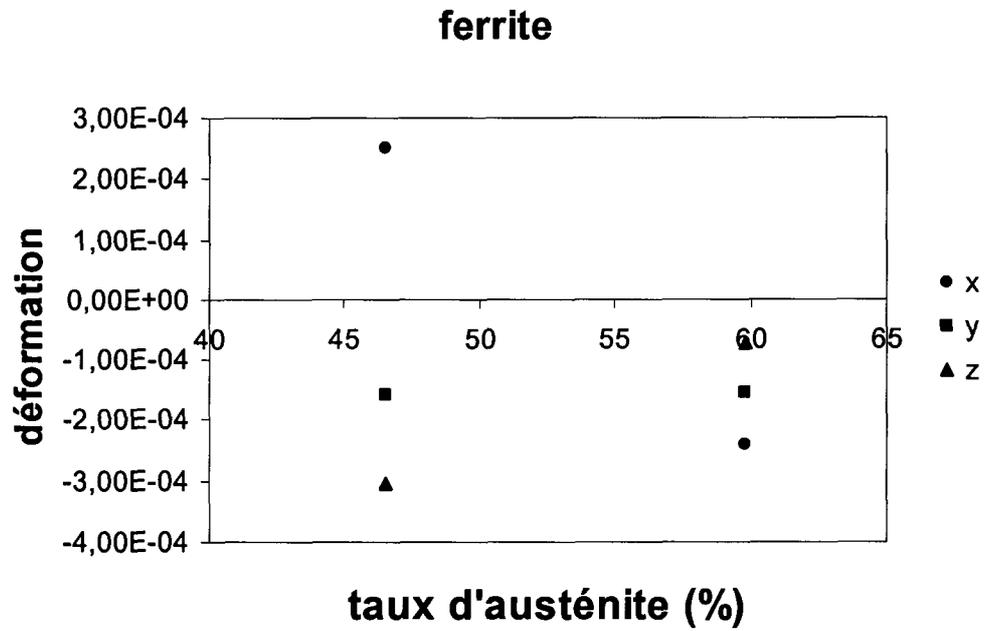


Figure IV.29 Evolution des déformations dans la ferrite en fonction du pourcentage d'austénite

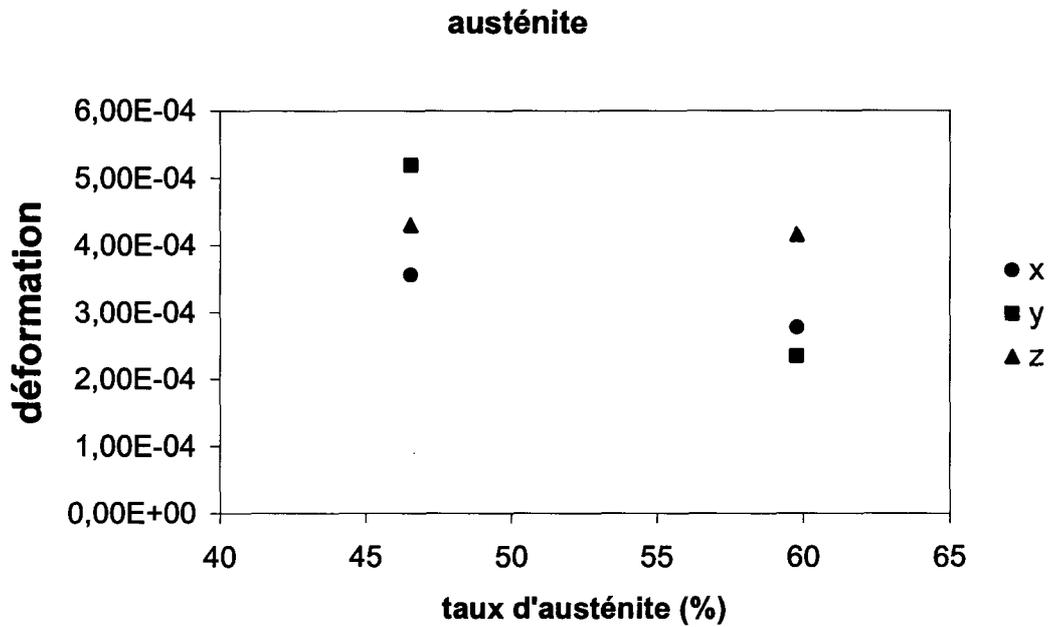


Figure IV.30 Evolution des déformations dans l'austénite en fonction du pourcentage d'austénite

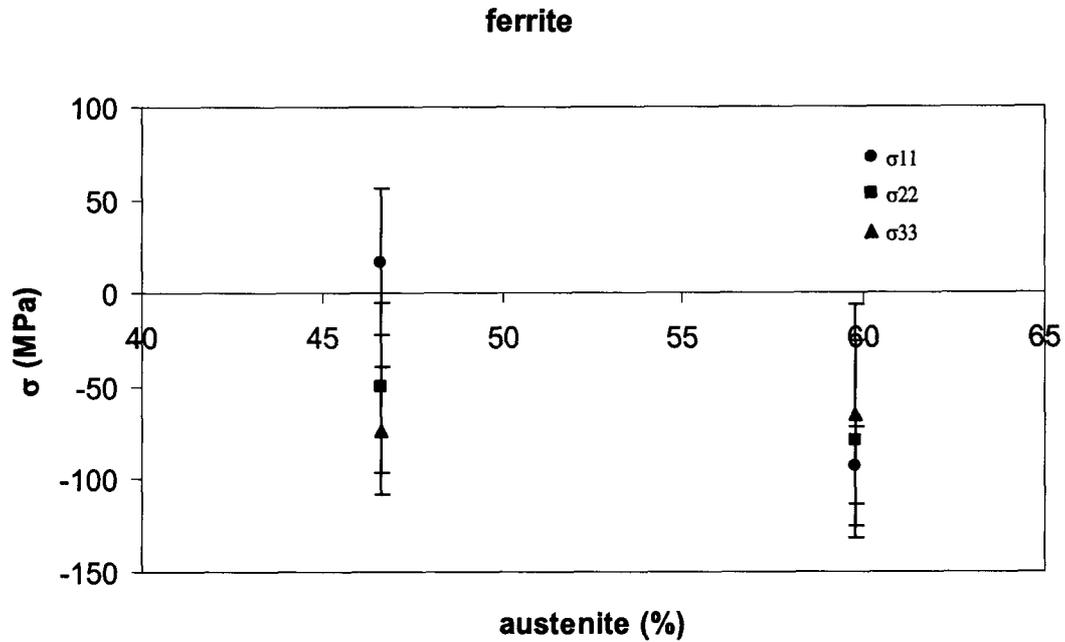


Figure IV.31 Evolution des contraintes résiduelles dans la ferrite en fonction du pourcentage d'austénite

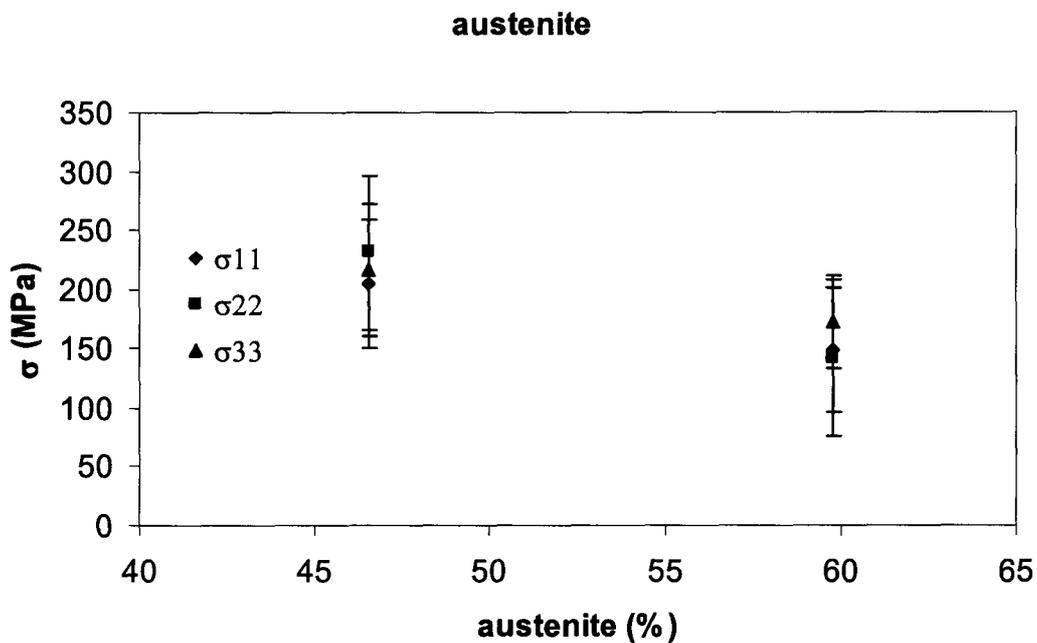


Figure IV.32 Evolution des contraintes résiduelles dans l'austénite en fonction du pourcentage d'austénite

Après l'analyse de déformations (figure IV.29 et IV.30) et des contraintes résiduelles (figures IV.31 et IV.32) nous observons que la ferrite se trouve en compression hydrostatique et l'austénite en traction hydrostatique, l'équilibre hydrostatique étant atteint. En plus, nous observons que l'augmentation du pourcentage d'austénite favorise la

diminution des contraintes dans l'austénite et l'augmentation dans la ferrite pour les trois directions de mesure. La comparaison des valeurs des contraintes résiduelles des deux phases est présentée dans la figure IV.33 :

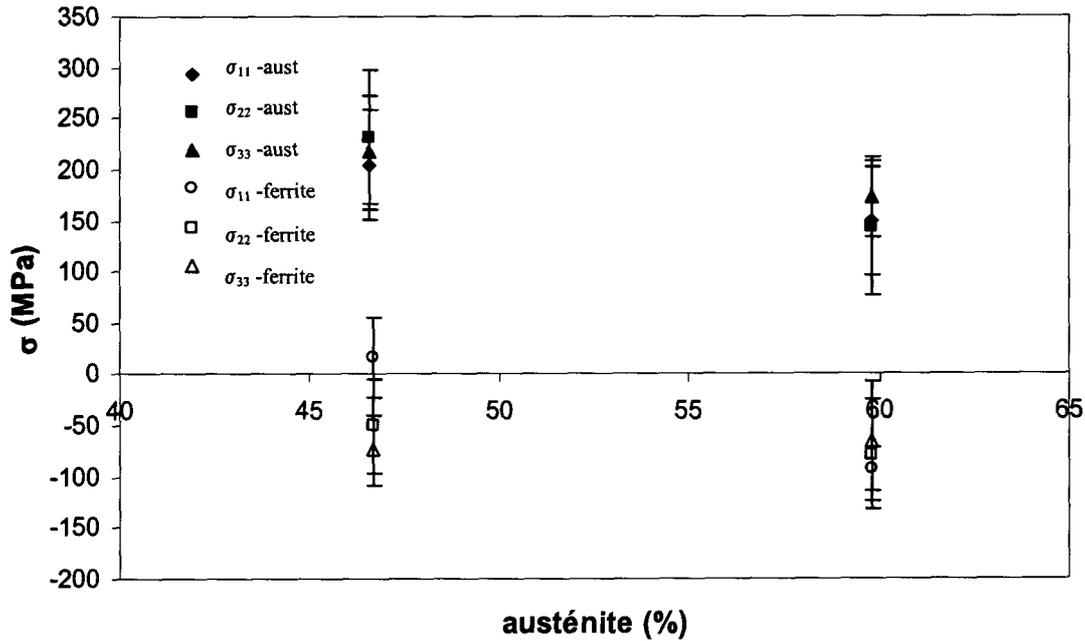


Figure IV.33 Evolution des contraintes résiduelles dans l'austénite et la ferrite en fonction du pourcentage d'austénite

L'évolution de la loi de mélange en fonction de pourcentage d'austénite est présentée dans la figure IV.34. L'équilibre des contraintes suivant la loi des mélanges, est presque atteint. La différence s'explique soit par une relaxation des contraintes de deuxième ordre (ou troisième ordre), soit par le choix de la distance interréticulaire de référence.

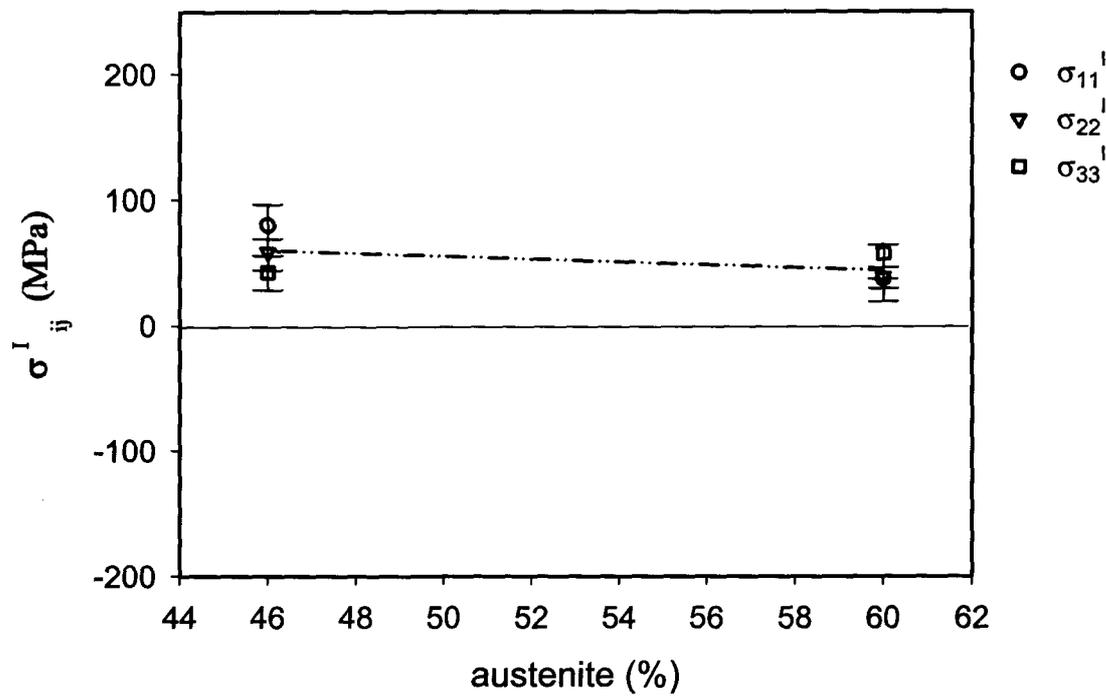


Figure IV.34 L'évolution de la loi de mélange en fonction de pourcentage d'austénite

#### IV.2.2.2 Influence de la déformation plastique à froid sur l'état de contraintes résiduelles dans les fontes ADI

Cette influence a été étudiée par diffraction des neutrons. Les éprouvettes utilisées pour cette étude ont la forme présentée dans la figure IV.35.

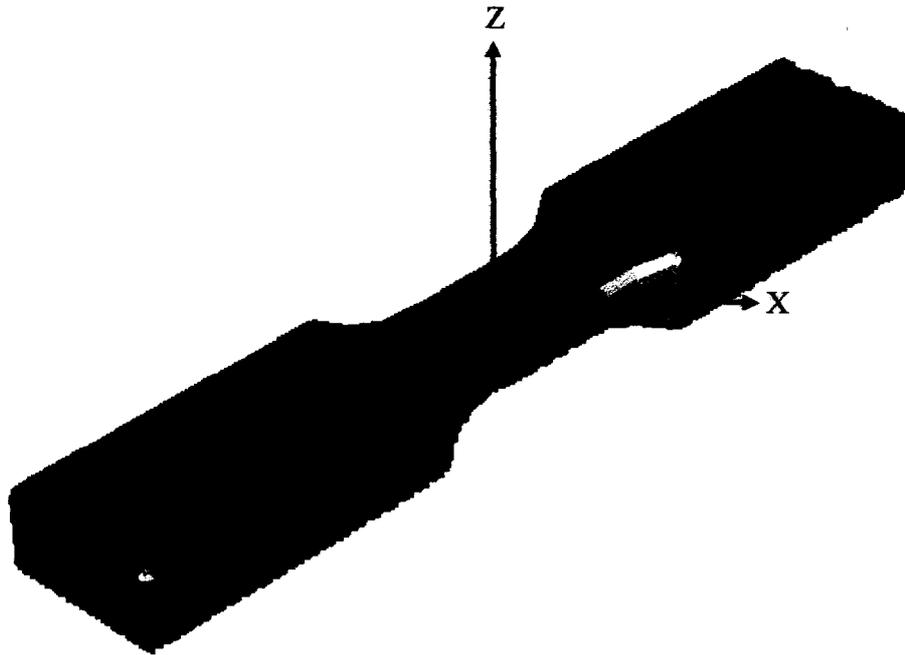


Figure IV.35 Forme des éprouvettes utilisées pour étudier l'influence de la déformation plastique sur l'état de contraintes

Un essai de traction jusqu'à la rupture a été effectué sur une éprouvette (suivant l'axe Y) avec une vitesse de déformation de  $0,004 \text{ s}^{-1}$ . La courbe de traction obtenue à l'aide d'un extensomètre est présentée dans la figure IV.36 :

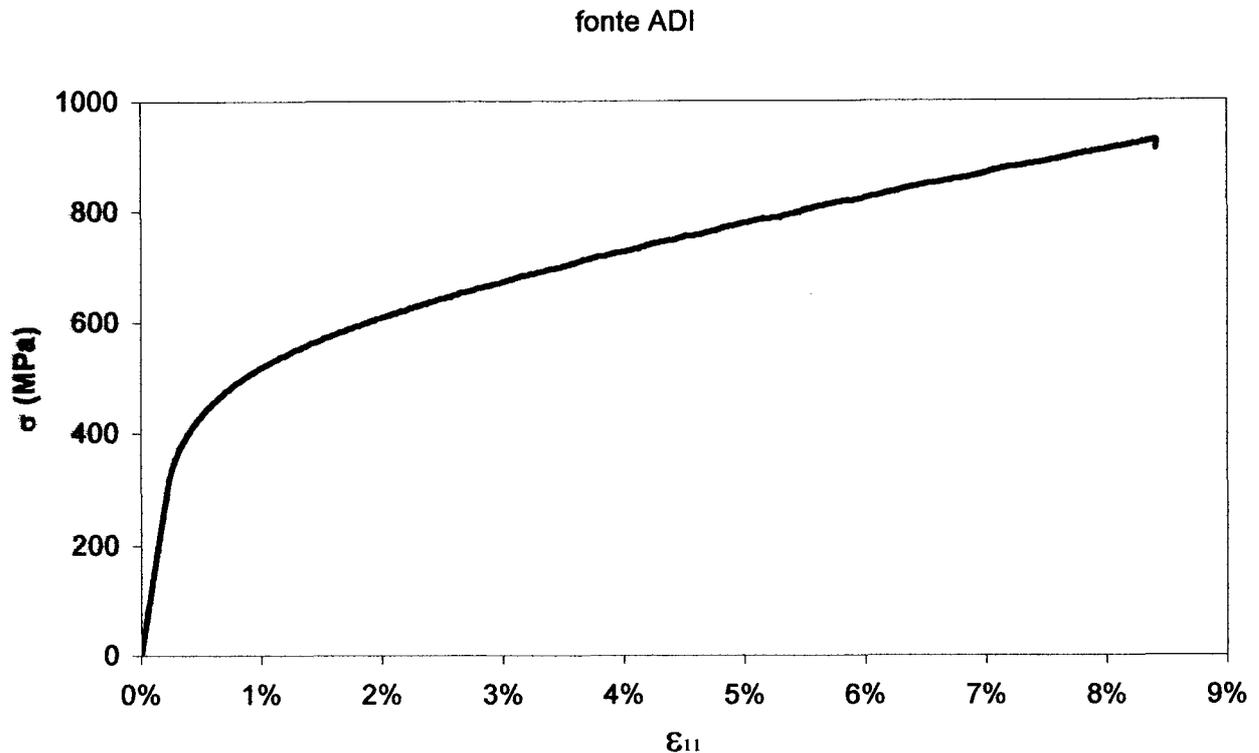


Figure IV.36 Courbe de traction d'une éprouvette en fonte ADI

Nous avons retenu la valeur de 900 MPa pour la rupture. En suite, différentes charges (tableau IV.5) ont été appliquées sur différentes éprouvettes sans aller à la rupture de celles-ci, afin d'obtenir des taux d'écrouissage différents.

Tableau IV.5 Description des essais de traction

Eprouvette	Contrainte appliquée (MPa)
rupture	900
Ecrouissage 1	500
Ecrouissage 2	600
Ecrouissage 3	700

Les mesures de déformations et l'évaluation des contraintes résiduelles (en utilisant la distance interréticulaire de référence obtenue suite au traitement thermique) sur les deux phases sont présentées par les figures suivantes.

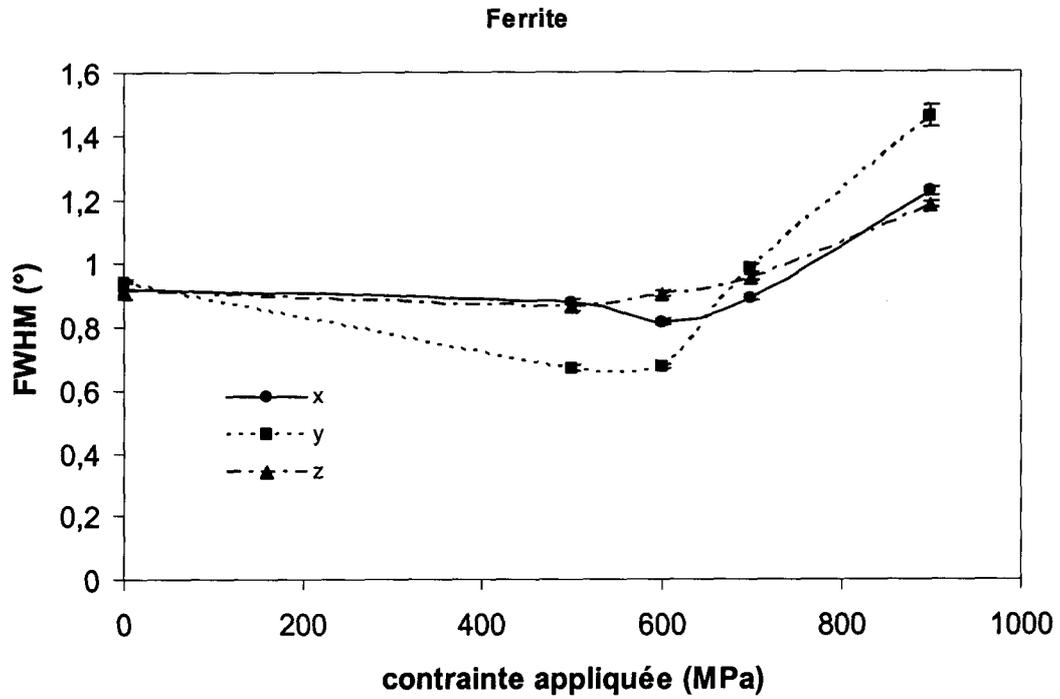


Figure IV.37 Evolution de la largeur à mi-hauteur de la ferrite en fonction de la contrainte appliquée pour les trois directions de mesure

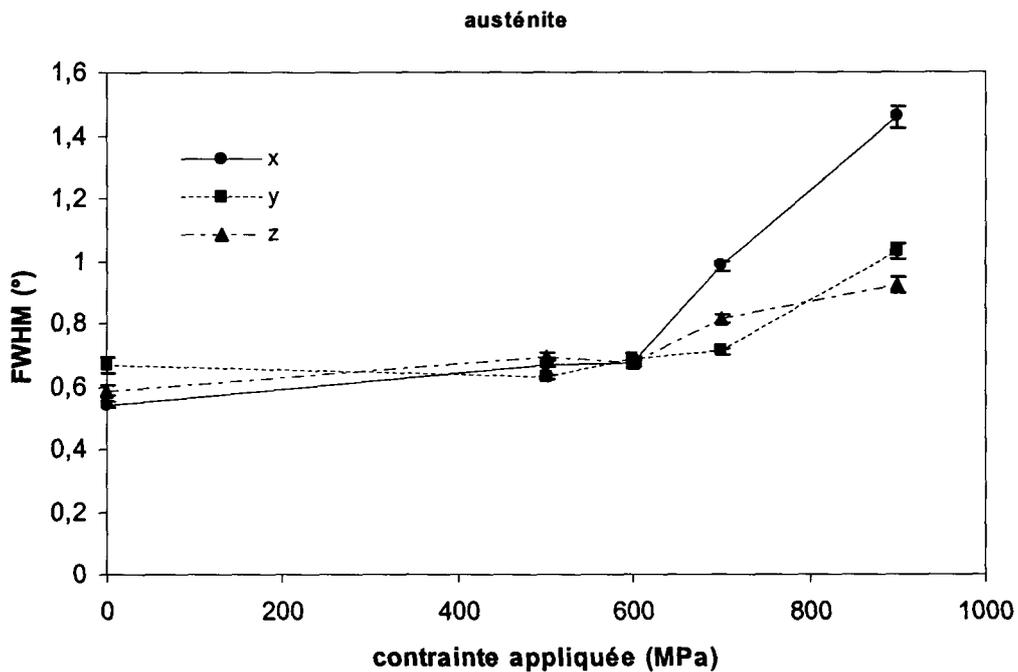


Figure IV.38 Evolution de la largeur à mi-hauteur de l'austénite en fonction de la contrainte appliquée pour les trois directions de mesure

Les figures IV.37 et IV.38 présentent l'évolution de la largeur à mi-hauteur de la ferrite (110) et d'austénite (111), avec la contrainte appliquée. L'augmentation de celle-ci entraîne l'accroissement de la largeur à mi-hauteur de chaque phase. Ces largeurs seront comparées dans le chapitre V, avec les valeurs théoriques obtenues par le modèle autocohérent.

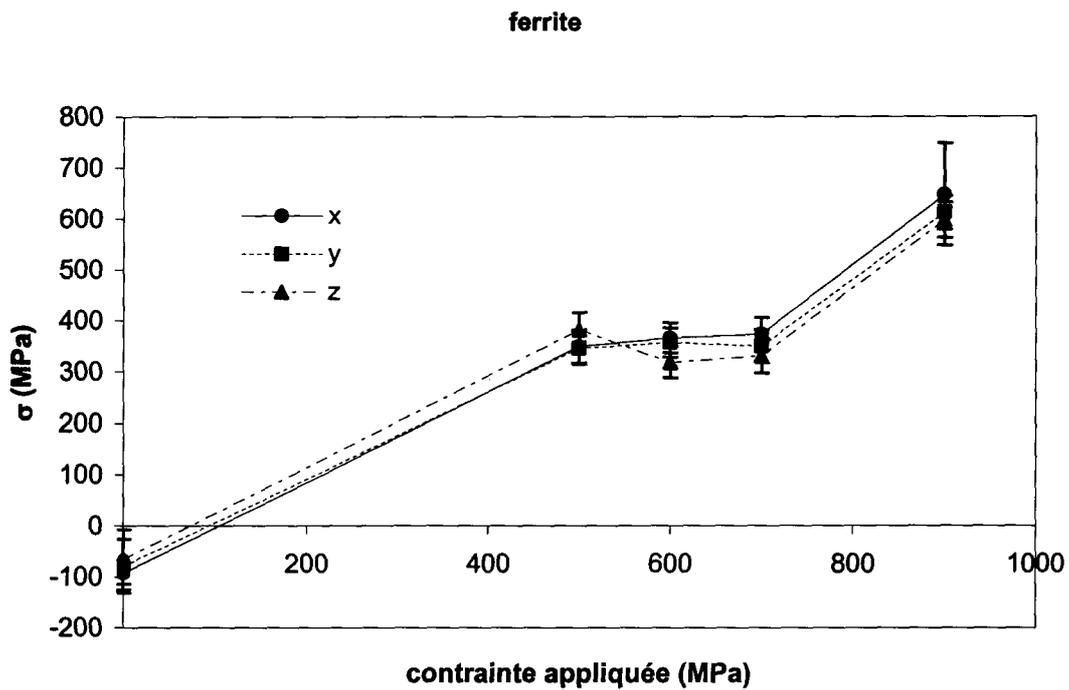


Figure IV.39 Evolution des contraintes de la ferrite en fonction de la contrainte appliquée pour les trois directions de mesure

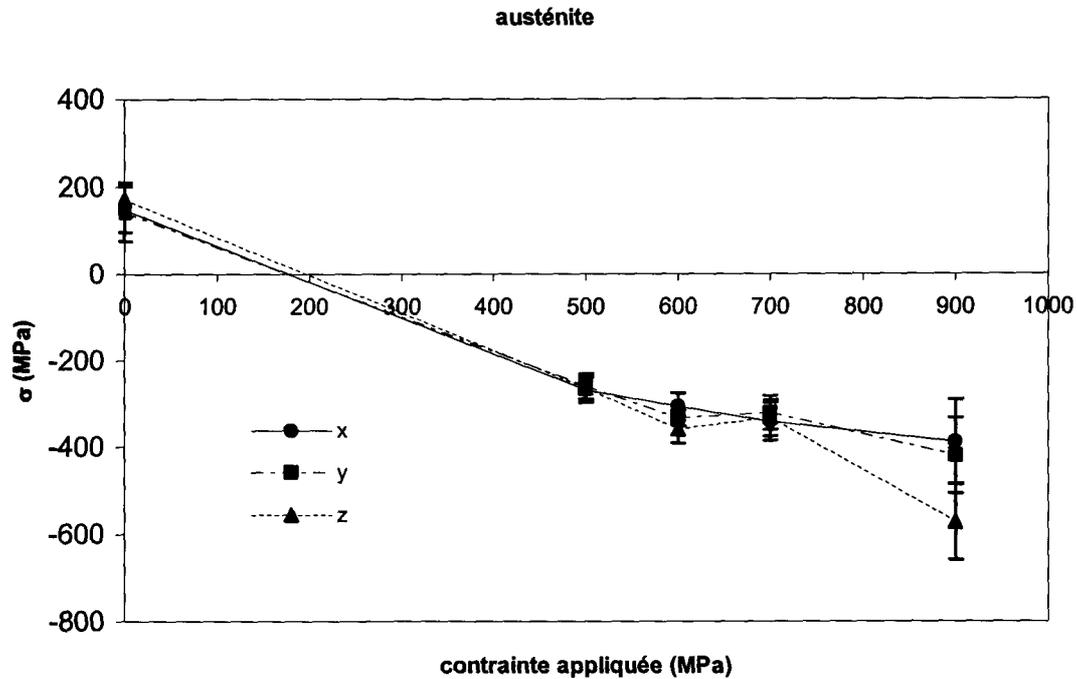


Figure IV.40 Evolution des contraintes de l'austénite en fonction de la contrainte appliquée pour les trois directions de mesure

D'après les figures IV.39 et IV.40, nous observons que la déformation plastique entraîne un changement de comportement dans les deux phases. A l'état non déformé, la ferrite est en compression et l'austénite en traction. Avec la déformation plastique, la ferrite passe en traction et l'austénite en compression. En valeur absolue, la ferrite se déforme le plus.

### IV.2.3 L'influence du traitement thermomécanique sur l'état de contraintes dans les fontes ADI. Evaluation et simulation

La forme des éprouvettes et les directions de mesures sont présentées dans la figure IV.41.

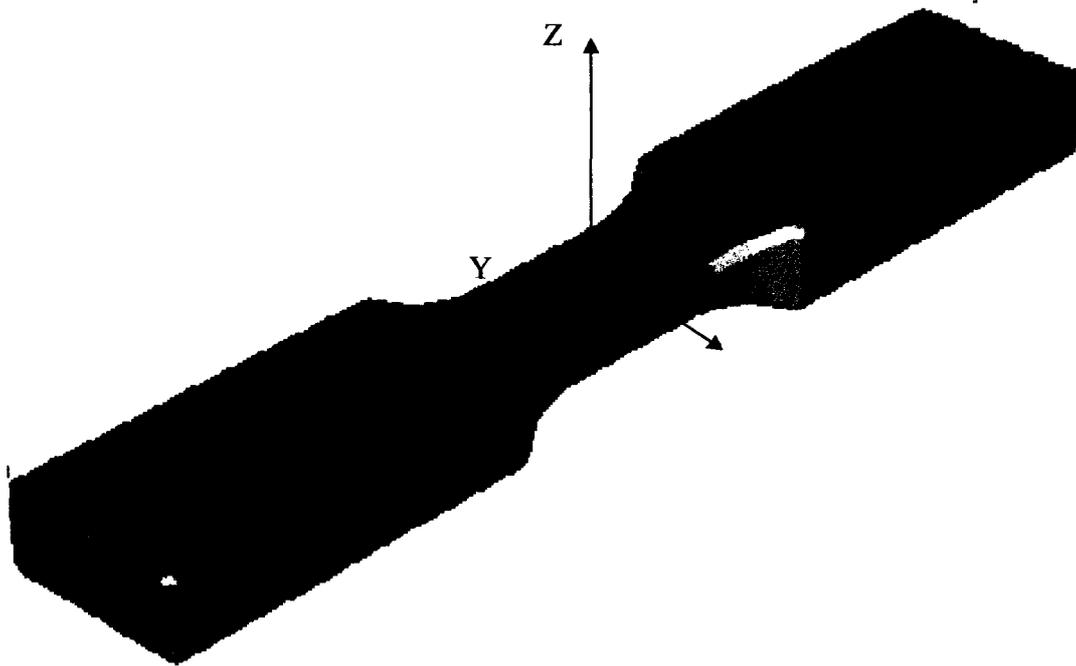


Figure IV.41 Forme des éprouvettes utilisées pour le traitement thermomécanique

Les traitements appliqués sont effectués pour deux taux de déformation : 24 et 44%.

L'analyse par simulation numérique aux éléments finis à l'aide du Forge2, nous permet de visualiser les zones de déformation. Nous avons utilisé une loi de comportement d'un matériau avec un pourcentage élevé de carbone et des éléments d'alliage identique à notre fonte. Les courbes de traction correspondant au matériau choisi sont présentées dans les figures IV.42 et IV.43 :

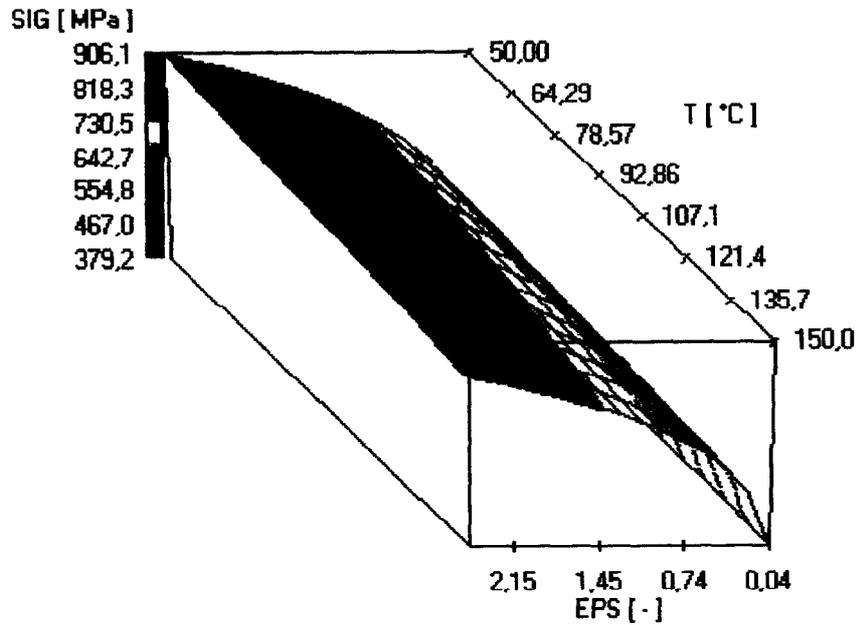


Figure IV.42 La courbe de traction à froid du matériau choisi

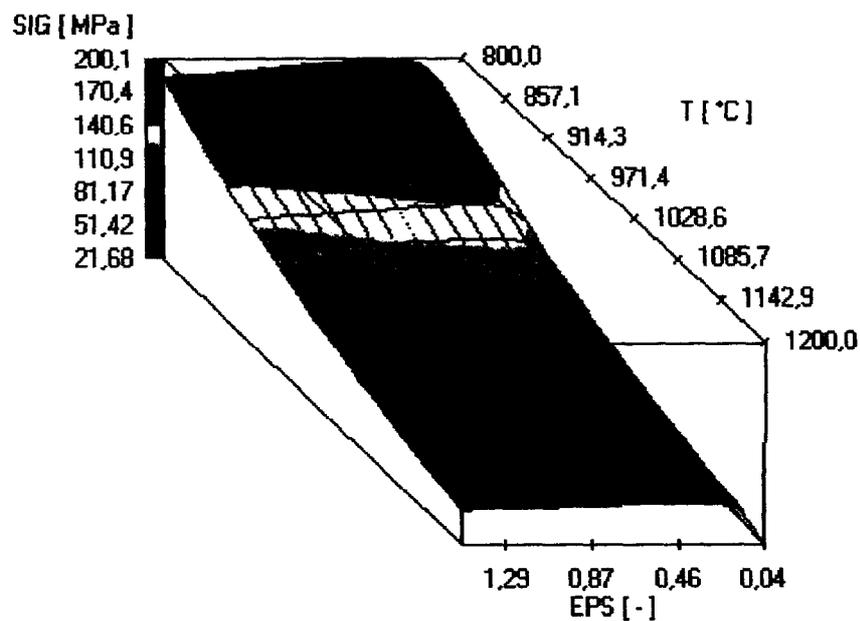


Figure IV.43 La courbe de traction à chaud du matériau choisi

Les 2 éprouvettes ont été ainsi simulées. Les déformations équivalentes et la contrainte  $\sigma_{zz}$ , obtenues suite aux simulations sont présentées dans les figures IV.44 - IV.47 :

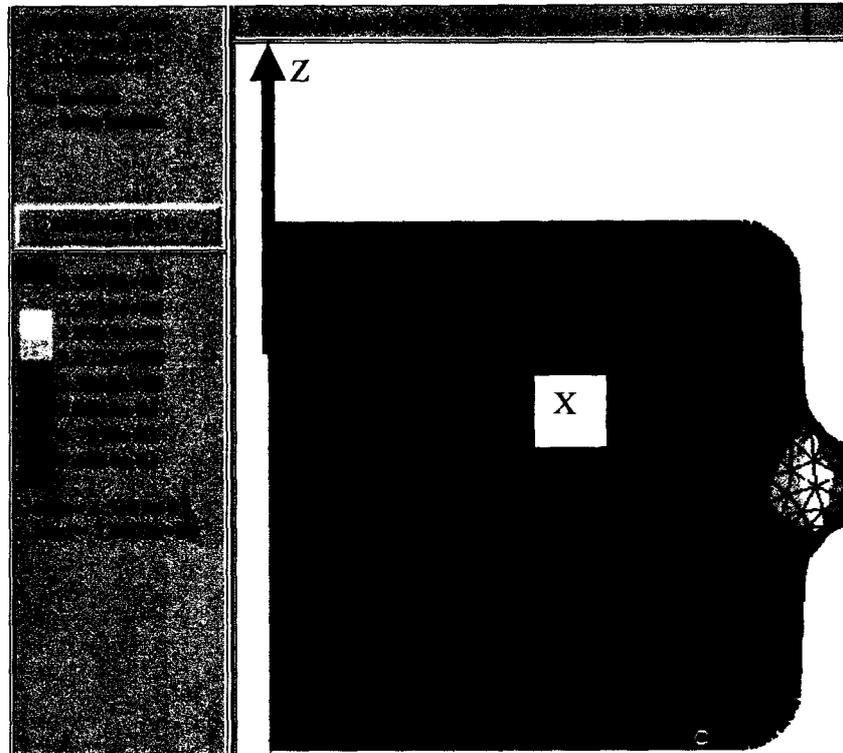


Figure IV.44 Simulation sous forge 2 de la déformation équivalente de l'éprouvette déformé à 24%

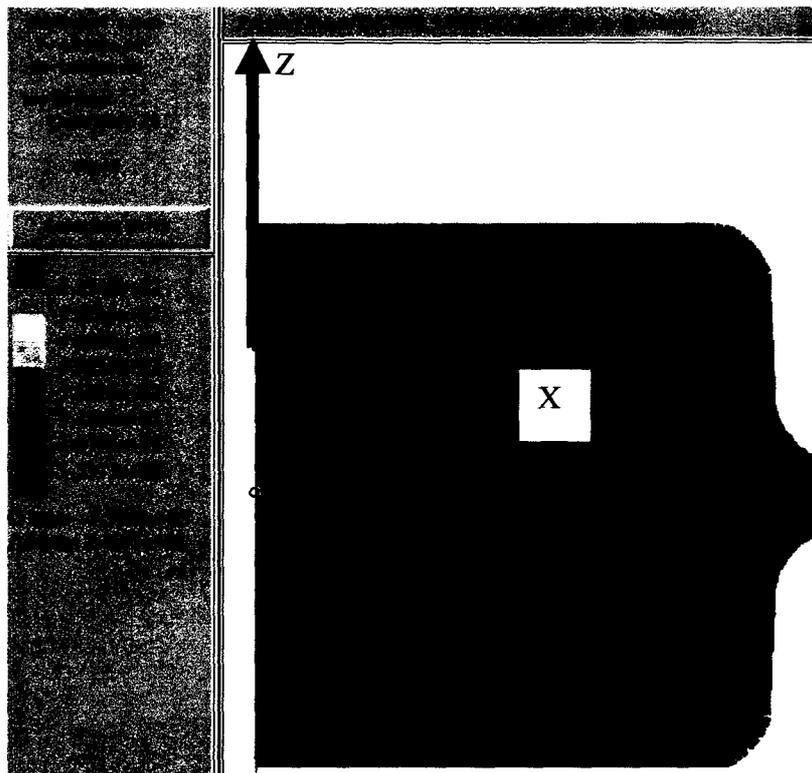


Figure IV.45 Simulation sous forge 2 de la contrainte  $\sigma_{zz}$  de l'éprouvette déformé à 24%

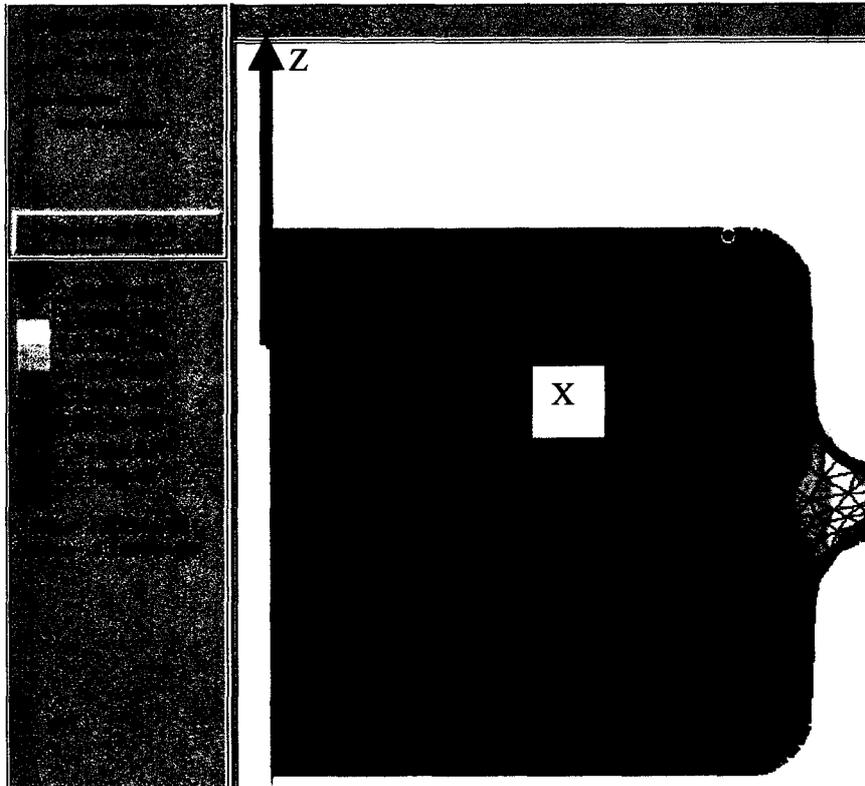


Figure IV.46 Simulation sous forge 2 de la déformation équivalente de l'éprouvette déformé à 44%

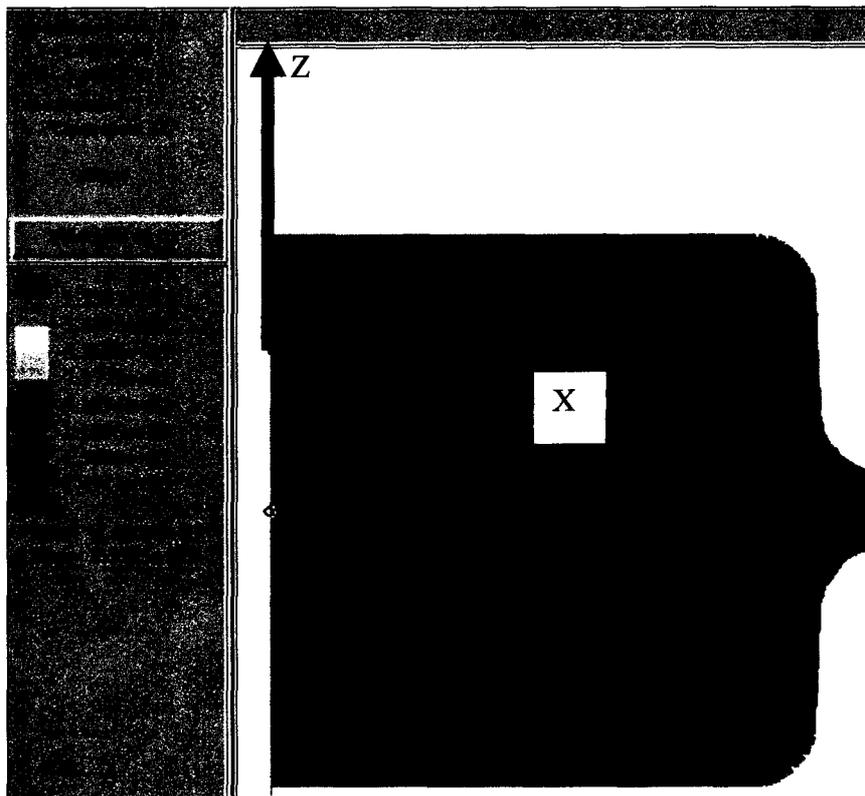


Figure IV.47 Simulation sous forge 2 de la contrainte  $\sigma_{zz}$  de l'éprouvette déformé à 44%

Cette première approche d'évolution de la déformation équivalente et de la contrainte  $\sigma_{zz}$  (échantillons déformés à 24 et 44%) nous permet de visualiser les déformations suivant les deux axes. On observe ainsi une forte déformation sur le bord de l'éprouvette, une faible déformation au centre (quasi inexistante) et une déformation moyenne entre le bord et le centre.

La microscopie électronique par balayage nous permet de visualiser cette déformation grâce à la présence des nodules de graphite. Les figures suivantes nous montrent que l'éprouvette présente plusieurs zones : une zone non déformée qui correspond à un graphite non déformé et des zones avec de déformations de plus en plus importantes en se rapprochant des bords de l'éprouvette.

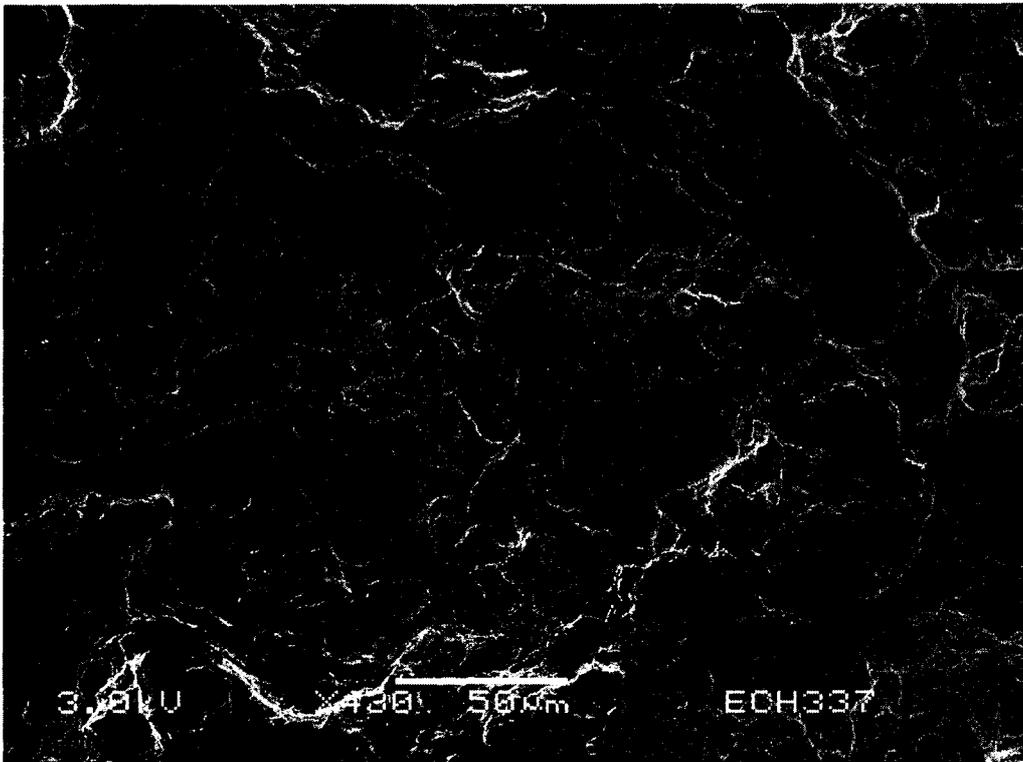


Figure IV.48 Zones de déformations de l'échantillon déformé à 44% (centre de l'échantillon)

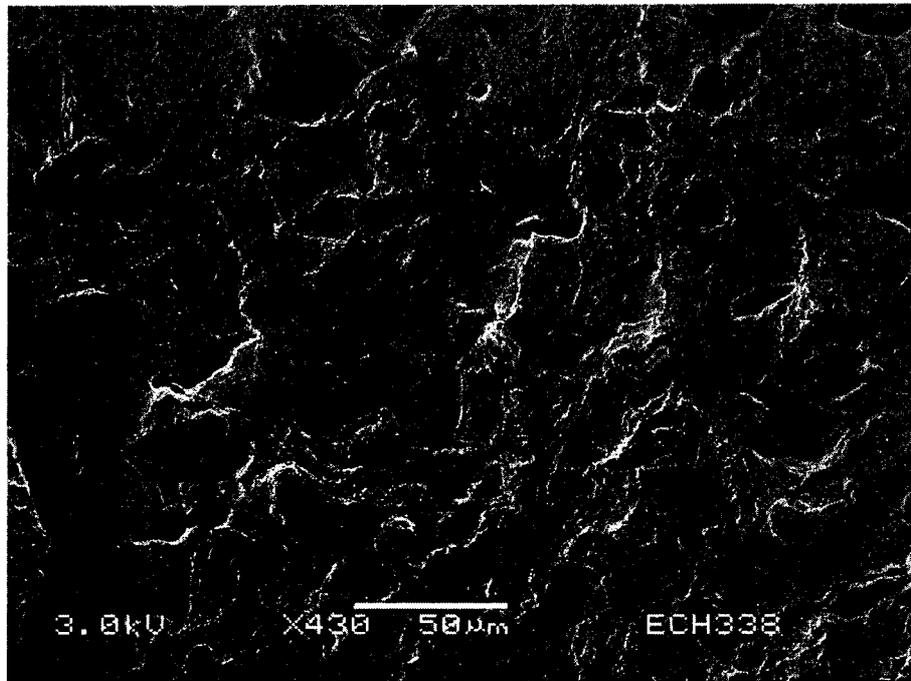


Figure IV.49 Zones de déformations de l'échantillon déformé à 44% (zone proche du centre de l'échantillon)

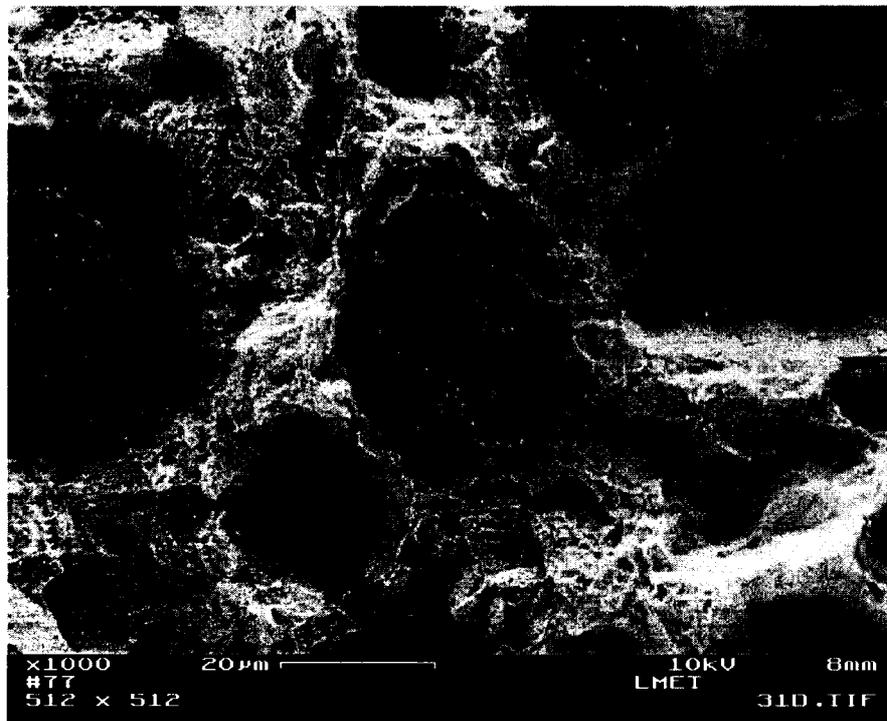


Figure IV.50 Graphite non déformé, centre de l'échantillon déformé à 44%

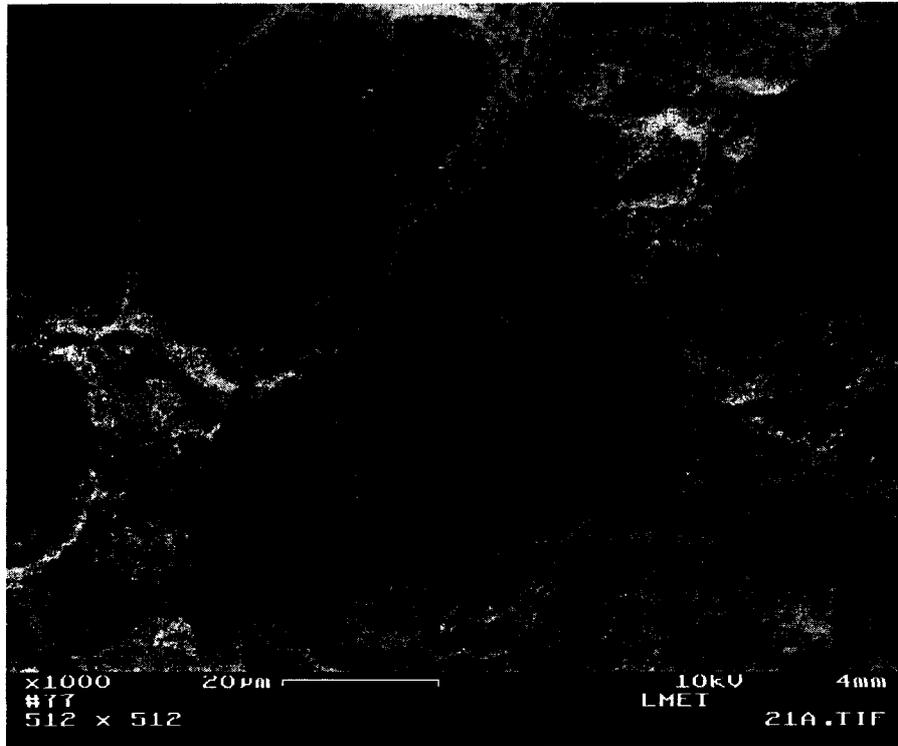


Figure IV.51 Graphite partiellement déformé, zone proche du centre de l'échantillon déformé à 44%

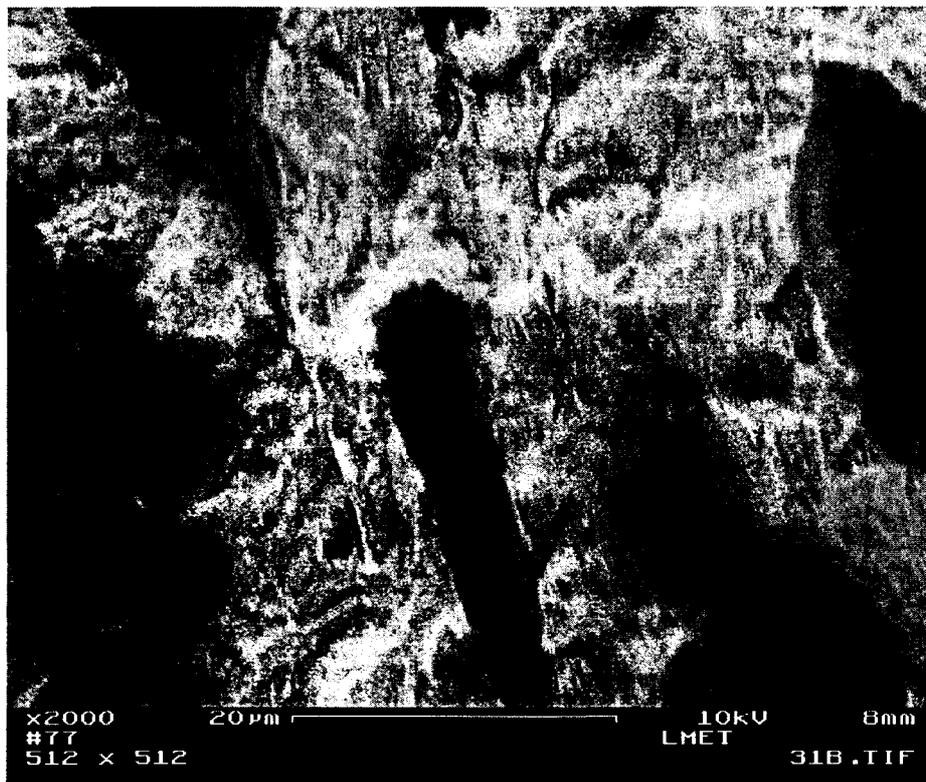


Figure IV.52 Graphite déformé (échantillon déformé à 44%) – zone proche du bord de l'éprouvette

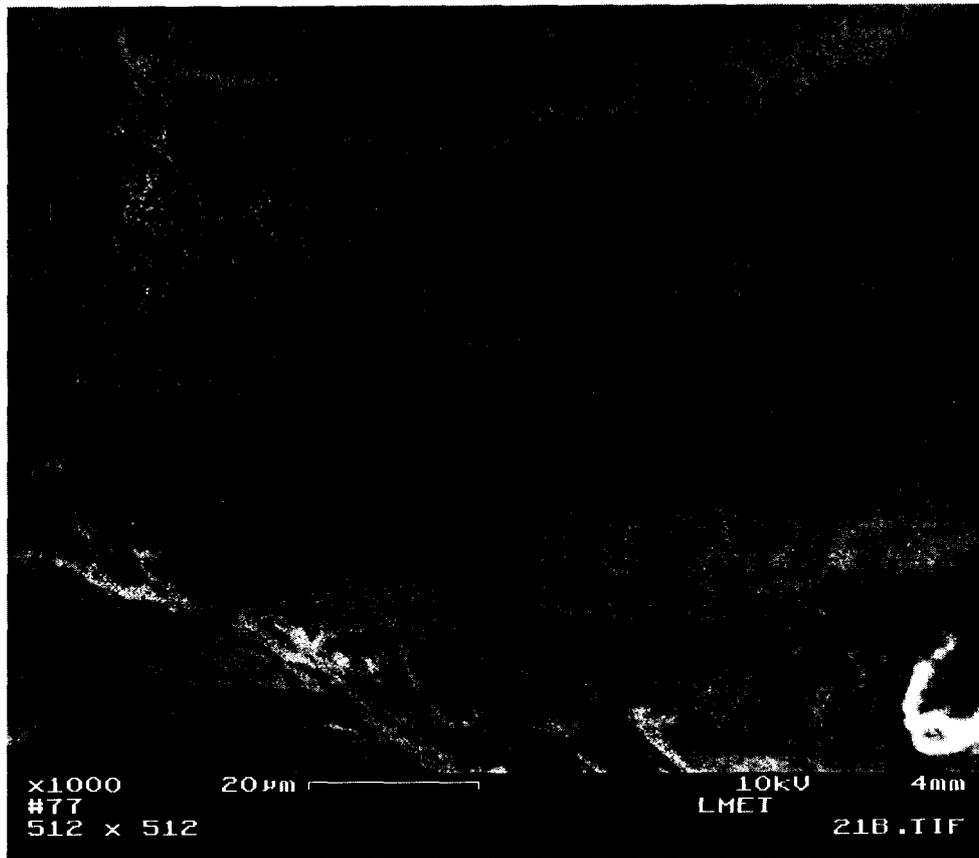


Figure IV.53 Graphite déformé (échantillon déformé à 44%) –zone très proche du bord de l'éprouvette

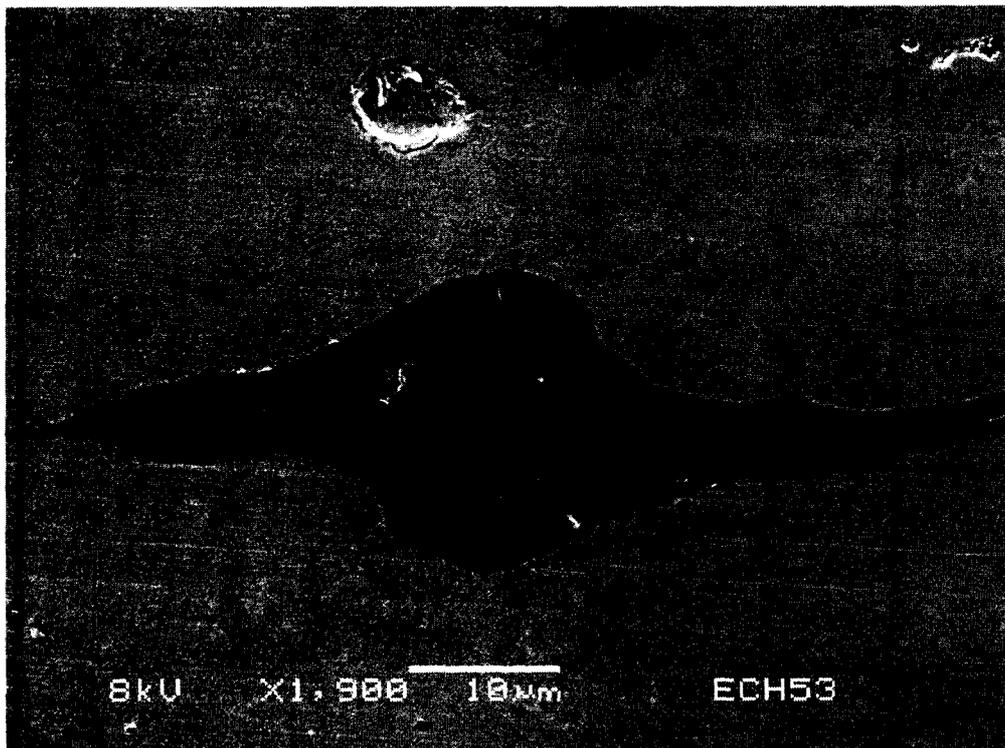


Figure IV.54 Graphite déformé – MEB, faible grossissement (proche du bord de l'éprouvette déformé à 44%)

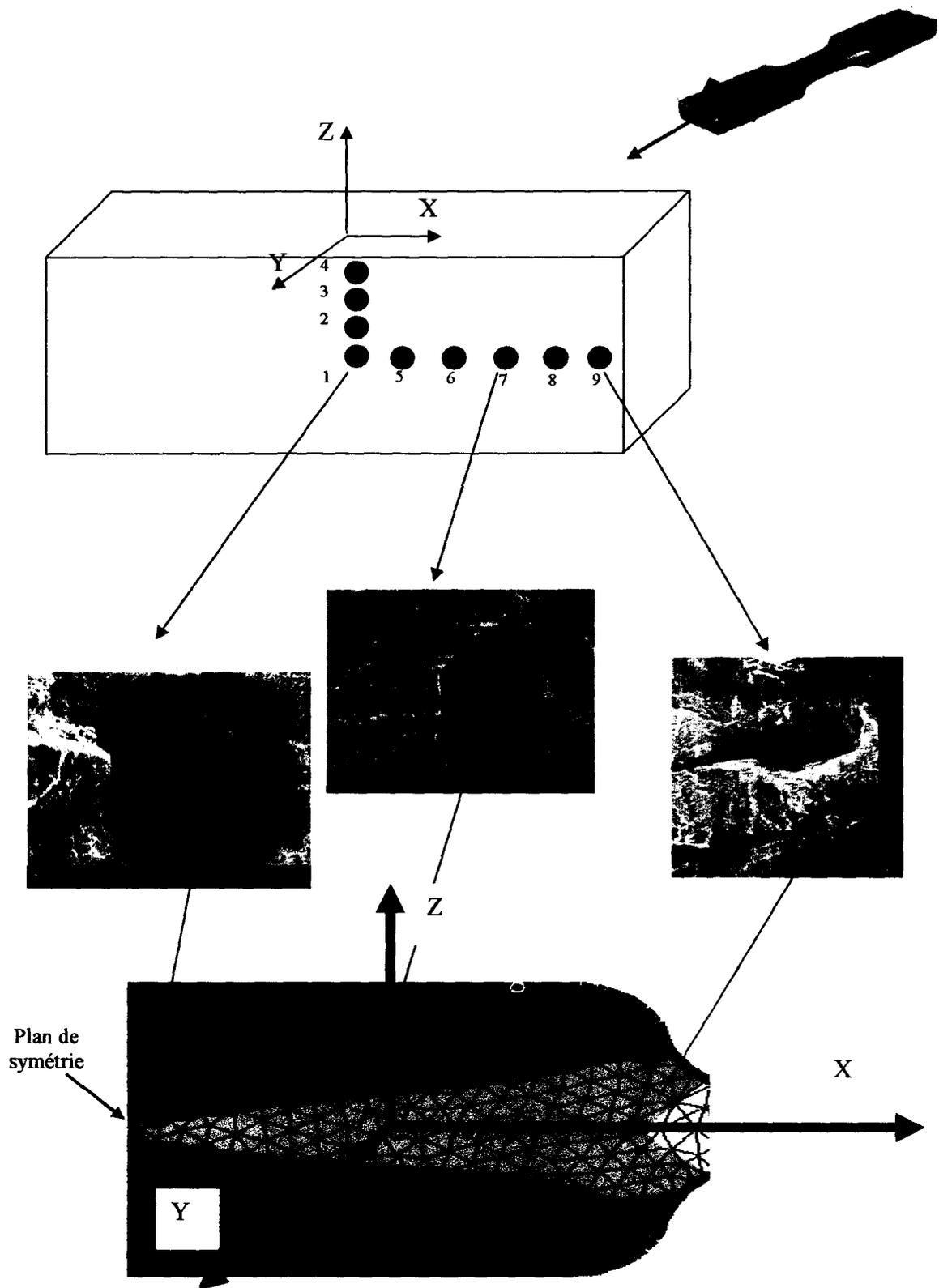


Figure IV.55 Représentation schématique de points de mesure de l'échantillon et des zones de déformations

L'évaluation des contraintes résiduelles a été réalisée au *ISIS Rutherford Appleton Laboratory* sur les 2 échantillons. Nous avons fait un profil des contraintes (9 points de mesure) de l'austénite et de la ferrite, dans les 3 directions de mesures. Une représentation schématique des points de mesure de l'échantillon et des zones de déformation, est montrée par la figure IV.55

Une représentation schématique des directions de mesure pour les deux échantillons est présentée dans la figure IV.47. EnginX nous permet la mesure des déformations suivant deux directions simultanément.

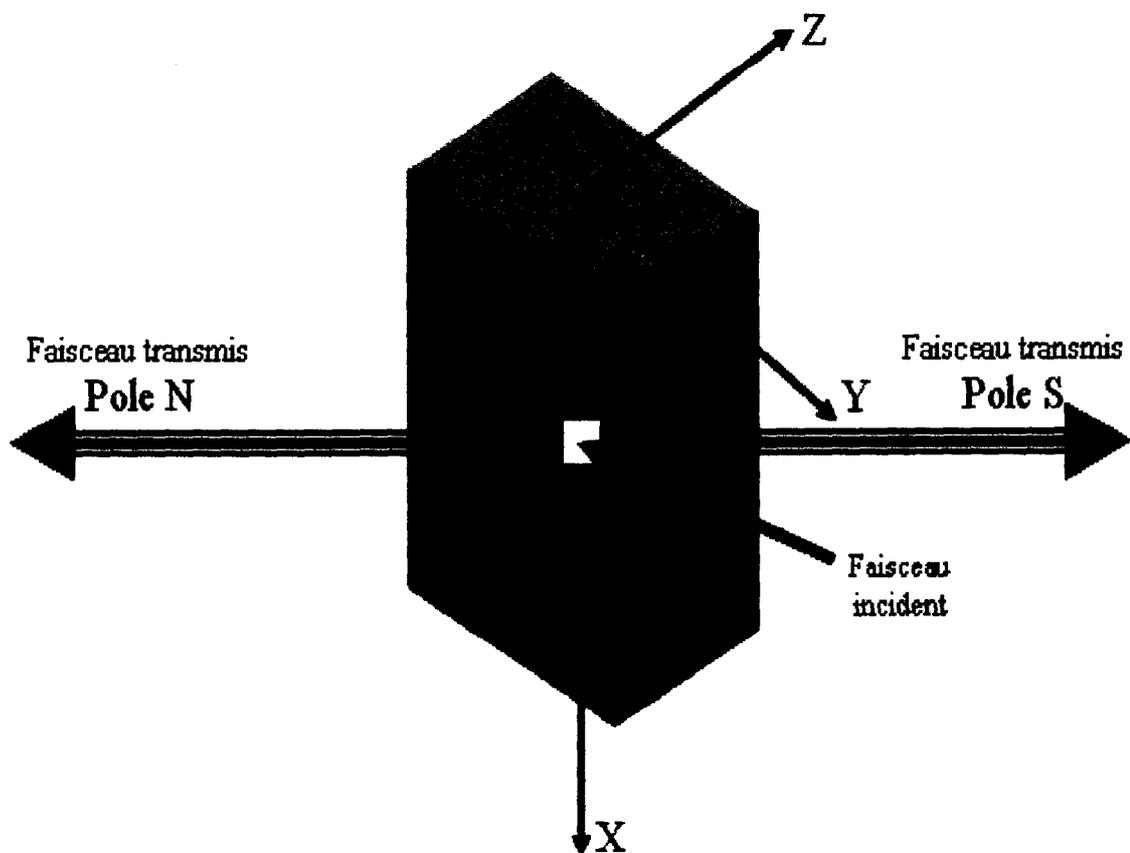


Figure IV.56 Représentation schématique des directions de mesure

Tableau V.6 Définition des directions de mesure

Pole ( $\Phi, \Psi$ )	Direction de mesure (ij)
Pole S (0,0)	yy (22)
Pole N (0,0)	zz (33)
Pole S (90,90)	xx (11)
Pole N (90,90)	zz (33)

Pour chaque échantillon, nous avons analysé 9 points dans les 3 directions de mesure : 4 points (1-4) suivant l'axe Z avec un pas de mesure de 1,3 mm et 5 points (5-9), suivant l'axe X avec un pas de mesure de 1,5 mm.

Différentes mesures ont été effectuées sur les deux phases et sur les deux échantillons, dans le but de comparer les valeurs de contraintes résiduelles suivant différentes zones de déformation.

Les valeurs des distances interréticulaires de référence de l'austénite et de la ferrite pour les deux cas proposés ont les valeurs présentées dans le tableau IV.7. Pour l'évaluation des contraintes résiduelles nous avons utilisé les distances interréticulaires des plans considérés.

Tableau IV.7

Distance interréticulaire (Å)	Austénite	Ferrite
Valeur correspondant au plan considéré ( $d_{hkl}$ )	2,0926 (111)	2,0221 (110)

Les figures IV.57 et IV.58 présentent l'évolution des contraintes résiduelles de la ferrite pour les deux échantillons, pour différentes directions de mesure.

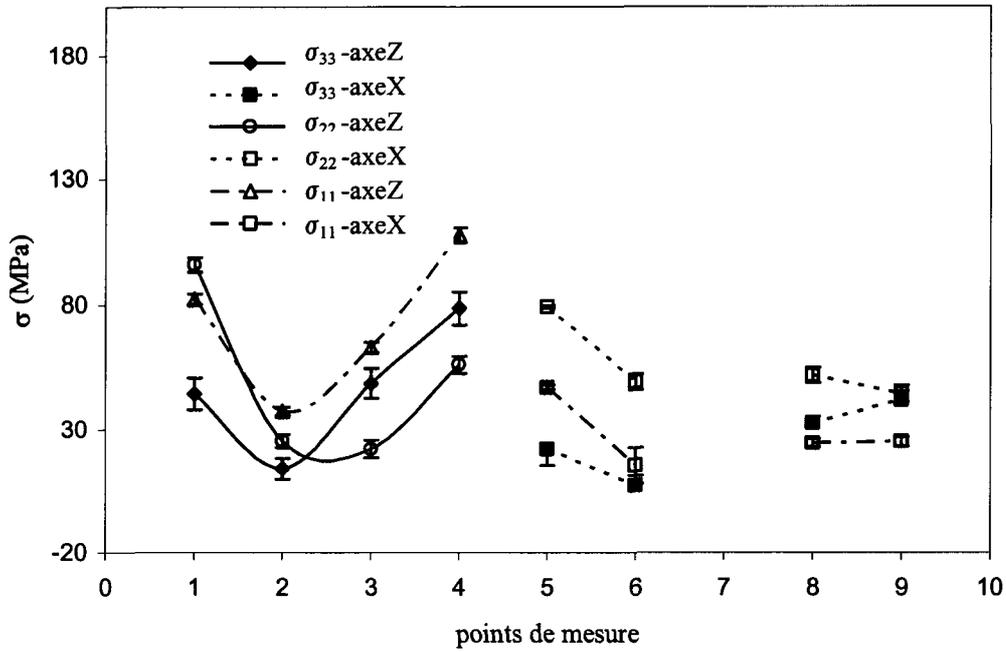


Figure IV.57 Evolution des contraintes résiduelles  $\sigma_{11}$ ,  $\sigma_{22}$  et  $\sigma_{33}$  de la ferrite suivant les trois directions de mesure pour l'échantillon déformé à 24%

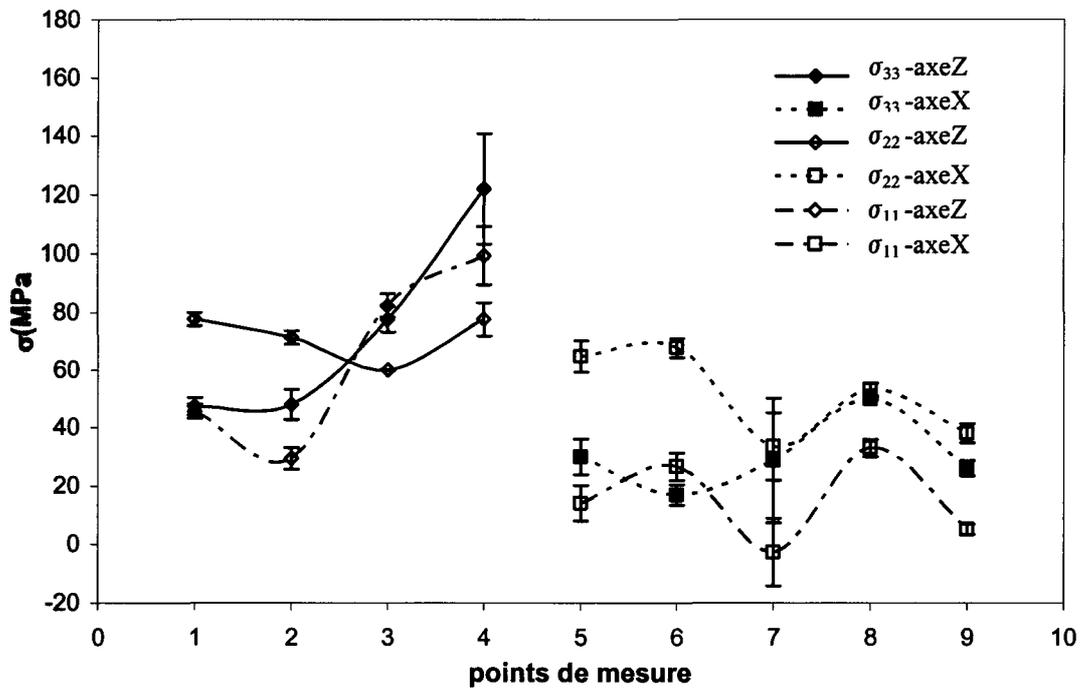


Figure IV.58 Evolution des contraintes résiduelles  $\sigma_{11}$ ,  $\sigma_{22}$  et  $\sigma_{33}$  de la ferrite pour l'échantillon déformé à 44%

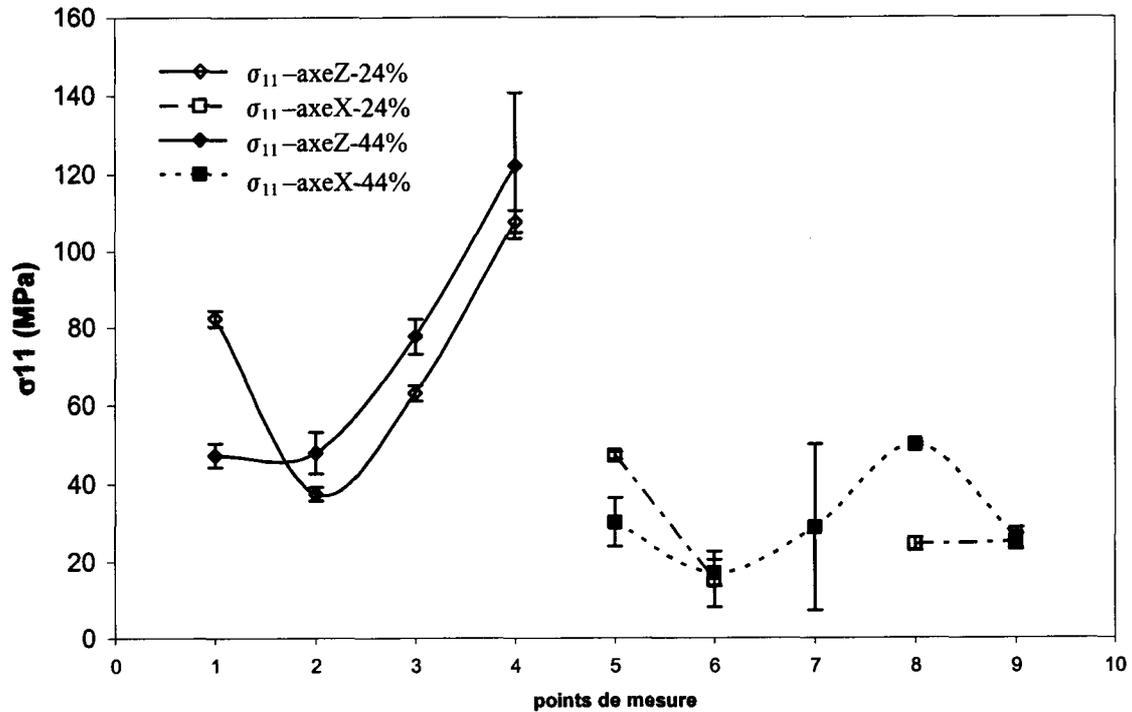


Figure IV.59 Comparaison de la contrainte résiduelle  $\sigma_{11}$  de la ferrite pour les deux échantillons analysés

L'analyse des figures IV.57 - IV.58 nous permet de constater que la ferrite est en traction triaxiale. L'échantillon déformé à 24% présente un état de contraintes résiduelles sensiblement plus important au centre (point 1) qu'au bord (point 9), suivant son axe X. Suivant l'axe Z les contraintes résiduelles sont presque identiques entre le centre (point 1) et le bord (point 4).

Pour l'échantillon déformé à 44% nous constatons presque le même effet, avec un état de contraintes résiduelles sensiblement plus important au bord (point 4) qu'au centre (point 1). Entre les deux échantillons analysés nous remarquons que l'échantillon déformé à 44% présente un état de contraintes légèrement plus important (figure IV.59).

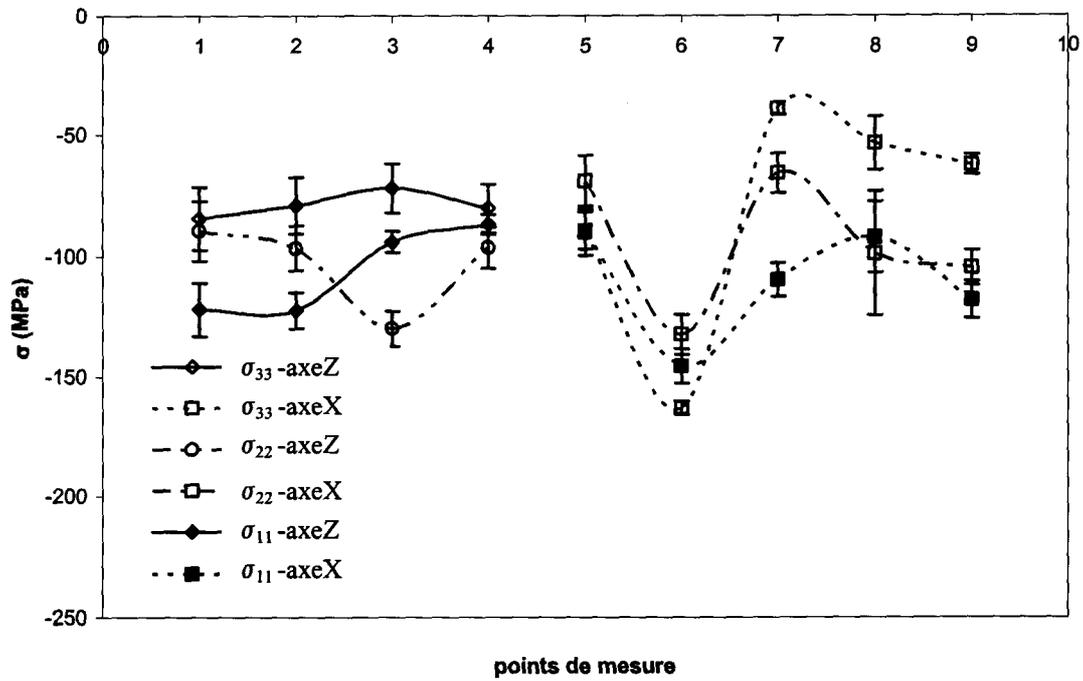


Figure IV.60 Evolution des contraintes résiduelles  $\sigma_{11}$ ,  $\sigma_{22}$  et  $\sigma_{33}$  de l'austénite pour l'échantillon déformé à 24%

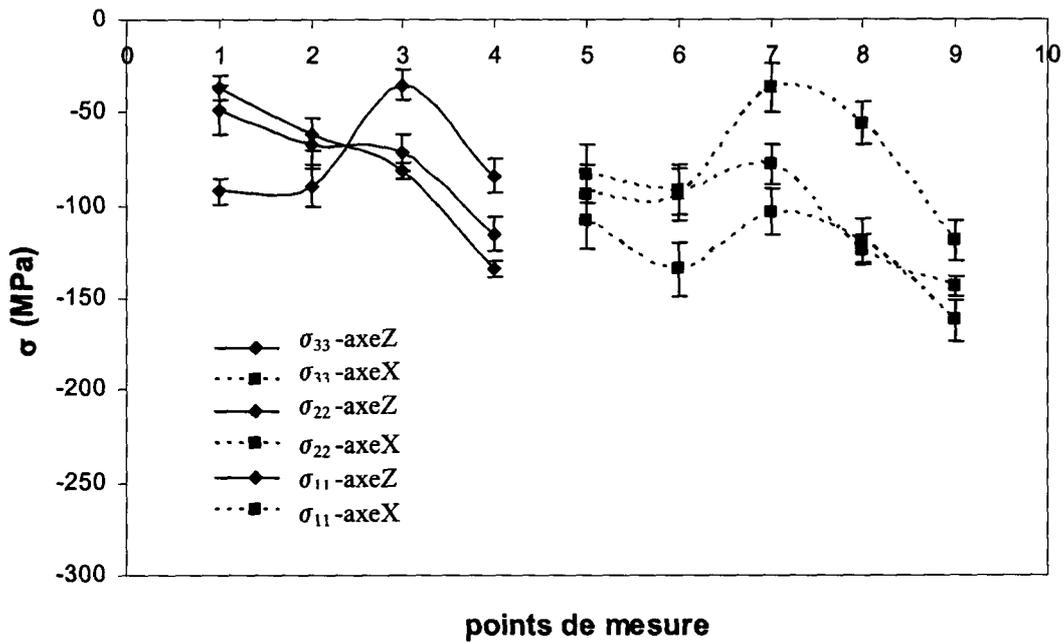


Figure IV.61 Evolution des contraintes résiduelles  $\sigma_{11}$ ,  $\sigma_{22}$  et  $\sigma_{33}$  de l'austénite pour l'échantillon déformé à 44%

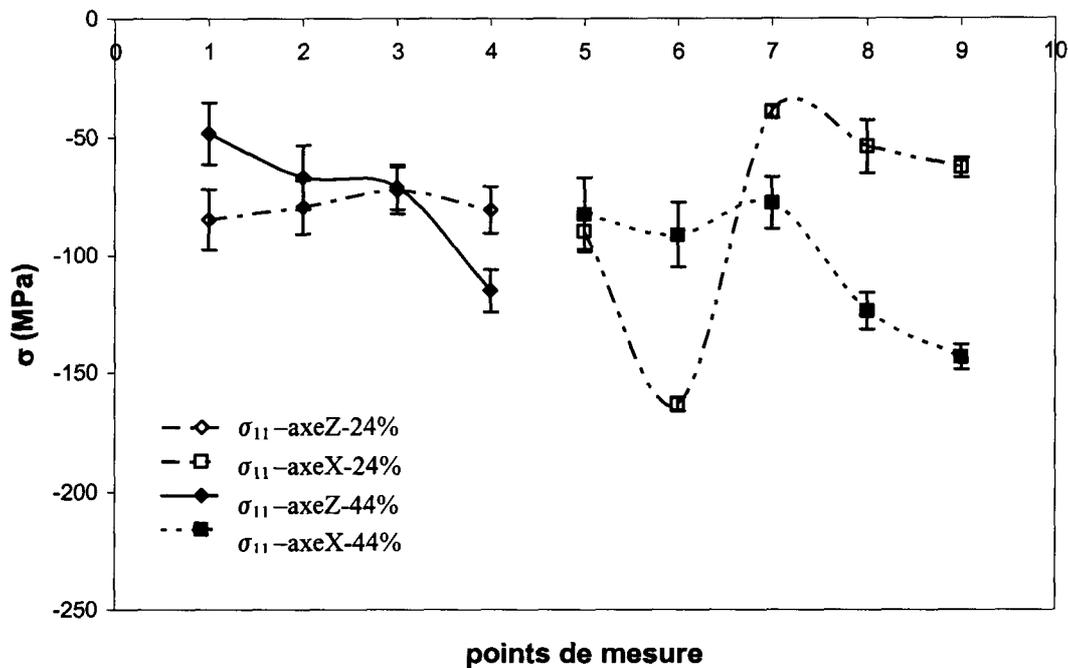


Figure IV.62 Comparaison de la contrainte résiduelle  $\sigma_{11}$  de l'austénite pour les deux échantillons analysés

Les figures IV.60 – IV.61, présentent l'évolution des contraintes résiduelles de l'austénite pour les deux échantillons, pour différentes directions de mesure. L'analyse de ces figures nous permet de constater que l'austénite est en compression dans toutes les directions de mesure, l'équilibre hydrostatique ne semblant pas être atteint. L'échantillon déformé à 24% présente un état de contraintes résiduelles sensiblement identiques pour tous les points de mesure.

Pour l'échantillon déformé à 44% nous constatons que l'état de contraintes résiduelles est légèrement plus important sur les bords (point 4 et 9) qu'au centre (point 1). Entre les deux échantillons analysés, nous constatons que l'échantillon déformé à 44% présente un état de contraintes légèrement plus important (figure IV.62).

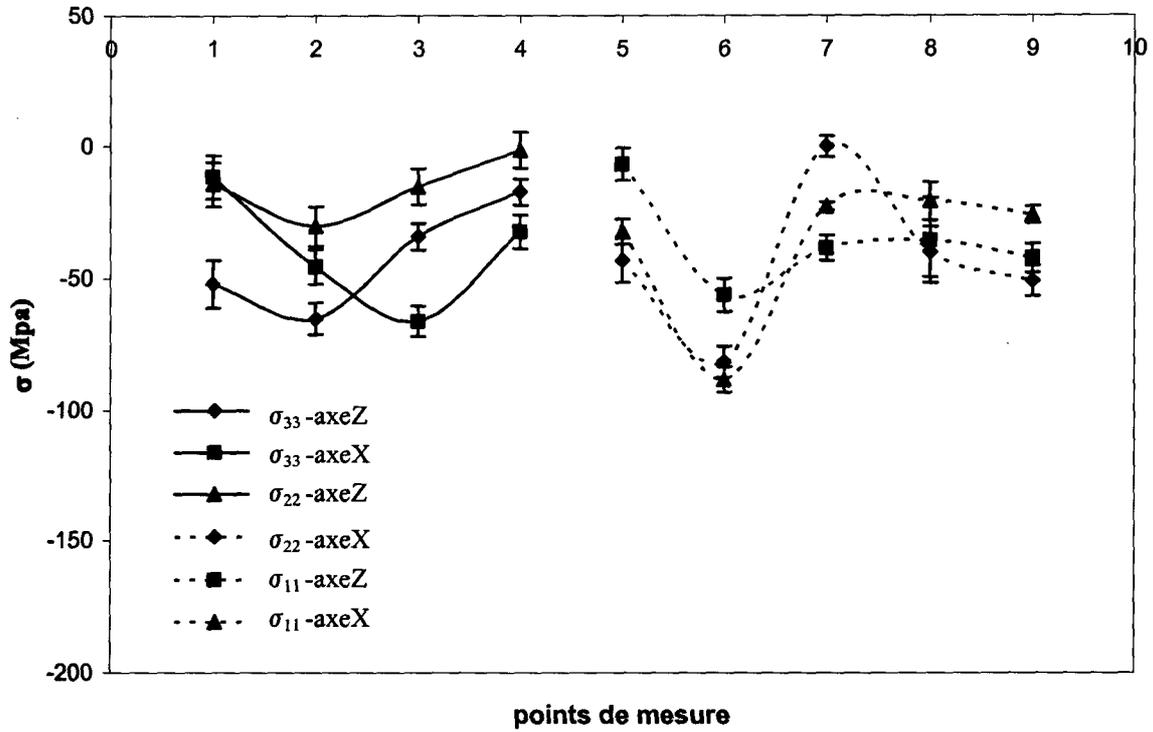


Figure IV.63 Evolution de la loi de mélange dans les trois directions de mesure pour l'échantillon forgé à 24%

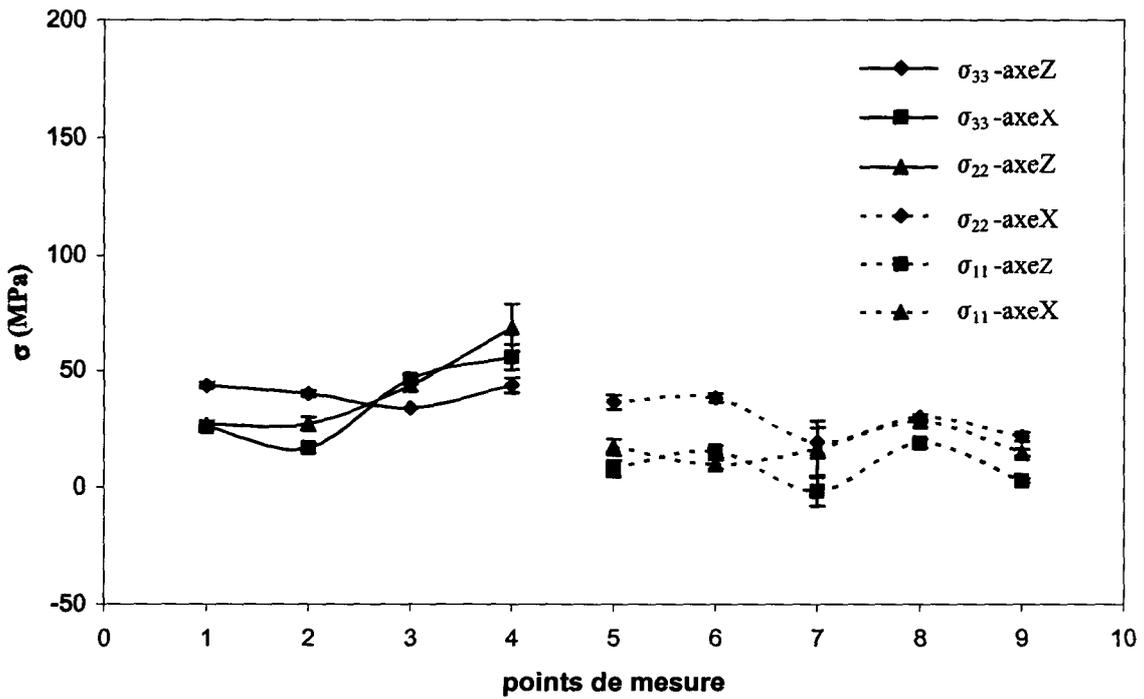


Figure IV.64 Evolution de la loi de mélange dans les trois directions de mesure pour l'échantillon forgé à 44%

L'analyse des contraintes résiduelles montre que l'équilibre des phases est atteint : ferrite en compression triaxiale et austénite en traction triaxiale. Entre les 2 échantillons, celui qui a subi la déformation la plus importante (44%) est celui qui présente des valeurs de contraintes résiduelles plus importantes.

L'équilibre des contraintes suivant la loi des mélanges, n'est pas atteint. L'évolution de la loi de mélange de deux échantillons suivant leurs axes est présentée dans la dans les figure IV.63 et IV.64. Le fait que la condition d'équilibre ne soit pas satisfaite, est probablement dû soit à une relaxation des contraintes entre les grains, soit à la présence du graphite, soit à une évolution de la structure pendant la déformation (précipitation d'une nouvelle phase (cémentite) pendant le vieillissement au cours de revenu [YIN 94])

# **CHAPITRE V**

## **MODELISATION DE L'ELASTOPLASTICITE. CALCUL DE MICROCONTRAINTE**

Le modèle autocohérent a été *utilisé* pour la modélisation polyphasée du comportement du matériau. La modélisation de l'élasticité et de l'élastoplasticité a été ainsi effectuée. Pour l'application du modèle nous avons admis l'hypothèse que le matériau est polycristallin, polyphasé et que les contraintes initiales sont nulles. La seconde partie de ce chapitre est dédiée aux calculs des microcontraintes dues essentiellement aux incompatibilités thermiques entre les phases.

## V.1 Modélisation de l'élasticité

Pour chaque phase en présence, nous avons considéré une orientation aléatoire des grains et les contraintes initiales nulles. Le comportement élastique d'un grain est caractérisé par des constantes élastiques (tableau V.1, [BAC 04 - 2]). Les calculs sont effectués pour un nombre de grains de 5000 avec différentes proportions d'austénite, de ferrite et de graphite (tableau V.2) tout en considérant le graphite sans liaison avec la matrice ( $C_{ij}=0$ ). Les modélisations sont comparées avec les résultats expérimentaux.

Tableau V.1 Constantes élastiques d'anisotropie:

Phase	Constantes élastiques (GPa)			$d_{hkl}$
	$c_{11}$	$c_{22}$	$c_{44}$	
Austénite	198	125	122	111
Ferrite	231	134	116	110

Les pourcentages de phases en présence, utilisés pour le calcul sont présentés dans le tableau V.2.

Tableau V.2 Pourcentages des phases utilisés pour le calcul:

Austénite (%)	Ferrite (%)	Graphite (%)	$C_{ij}$ Graphite
60	40	0	0
51,6 (60 % dans la matrice)	34,4 (40 % dans la matrice)	14	0

L'hypothèse de non liaison entre le graphite et la matrice est justifiée par l'analyse au MEB (figures V.1 et V.2) qui montre qu'il n'y a pas en contact direct.

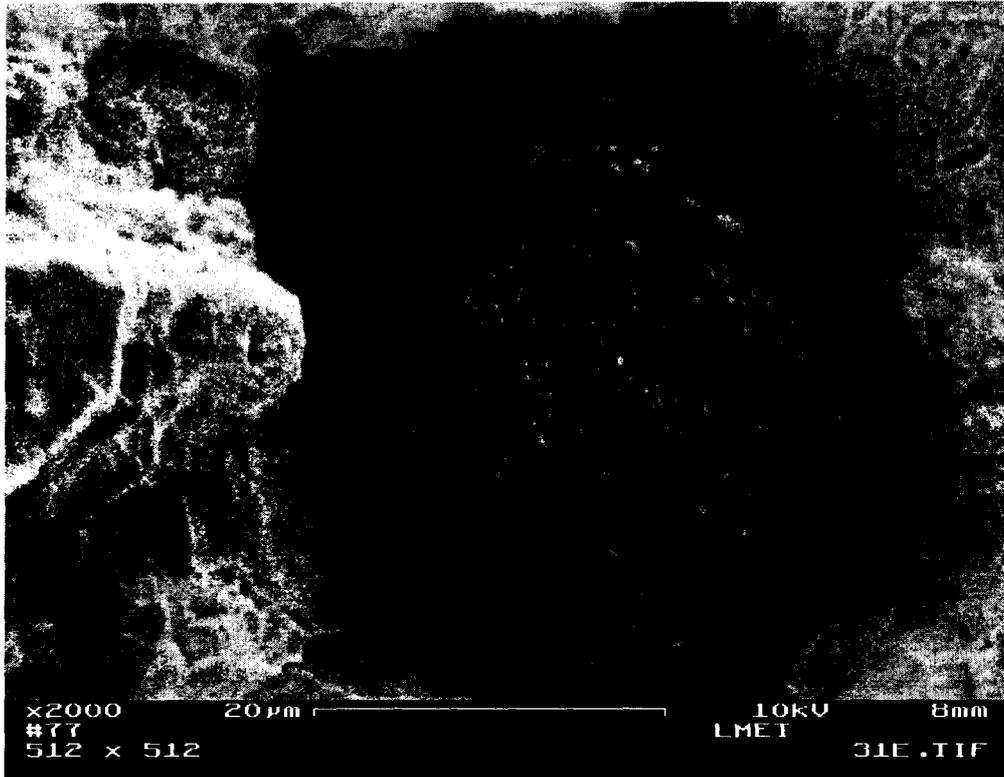


Figure V.1 Nodule de graphite dans la matrice (MEB), grossissement x20000

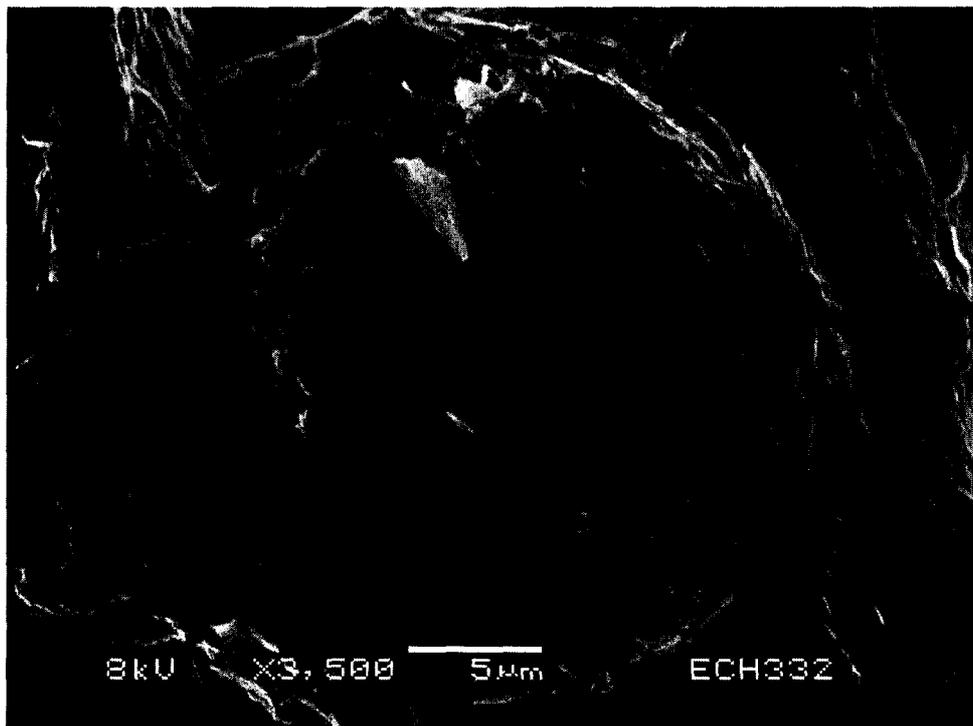


Figure V.2 Nodule de graphite dans la matrice (MEB) grossissement x35000

Les résultats de la modélisation, en utilisant les paramètres du tableau V.1 et les pourcentages de phases présentés dans le tableau V.2, sont présentés dans la figure V.3.

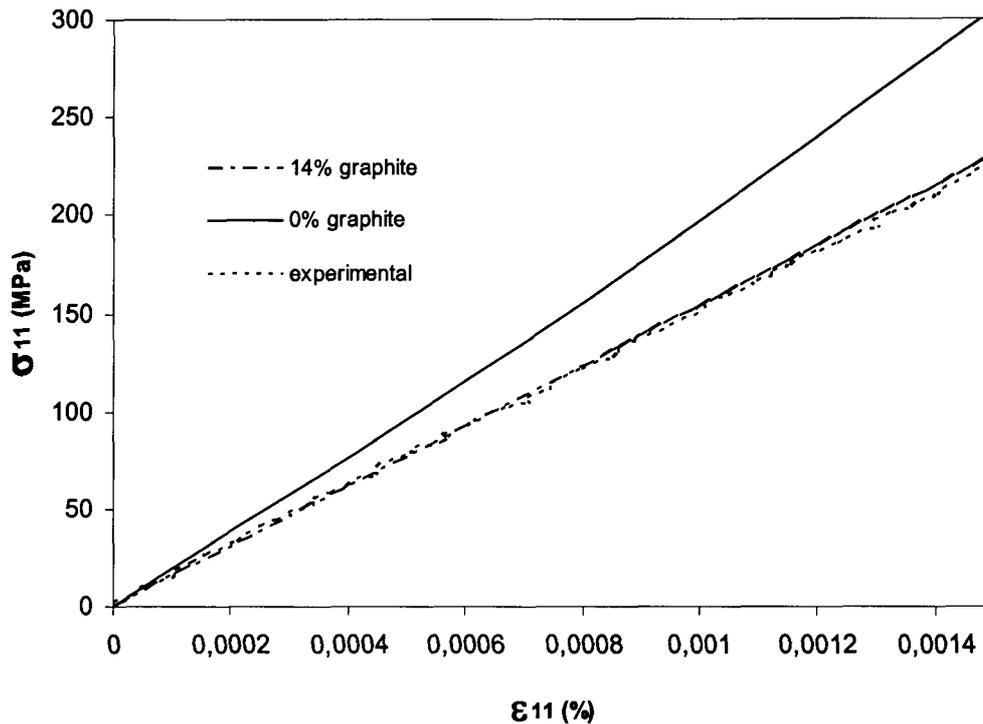


Figure V.3. Modélisation de l'élasticité

Cette première modélisation du comportement élastique est fait à partir des constants élastiques d'anisotropie, pour deux taux de graphite différents. La figure V.3 nous montre clairement qu'un pourcentage de 14% de graphite (celui de notre fonte utilisée) permet de rendre compte du comportement élastique du matériau. Le graphite agit uniquement sur la section utile de l'éprouvette.

Pour la suite de l'étude nous allons faire des modélisations pour les deux pourcentages de graphite mentionnées. Nous pouvons envisager une relaxation des contraintes entre la matrice et le graphite et nous allons introduire dans le modèle l'expression suivante :

$$\sigma^{gr} = \mathbf{0} \quad \text{et} \quad B^{gr} = \mathbf{0}$$

où  $gr$  représente l'inclusion du graphite.

## V.2 Modélisation de l'élastoplasticité

Pour chaque phase en présence, nous avons considéré une distribution aléatoire des grains et les contraintes initiales nulles. Le comportement élastoplastique d'un grain est caractérisé par les paramètres présentés dans le tableau V.3 [BAC 04-2]). Les calculs ont été effectués pour un nombre de grains de 5000 avec les proportions d'austénite, de ferrite et de graphite présentées.

Les modélisations ont été faites dans le but d'affiner au maximum la courbe obtenue pour un modèle contenant 14% de graphite (celle qui a donné le meilleur résultat en élasticité) par rapport aux résultats expérimentaux.

**Tableau V.3** Paramètres utilisés pour le modèle élastoplastique

Phase	$\tau_c^0$ (MPa)	$H$ (MPa)	Pourcentage des phases (%)
Austénite	140	900	51,6 (60 dans la matrice)
Ferrite	260		34,4 (40 dans la matrice)
Graphite	0	0	14

Les résultats de la modélisation, en utilisant les paramètres proposés dans le tableau V.3 sont présentés dans les figures V.4 et V.5.

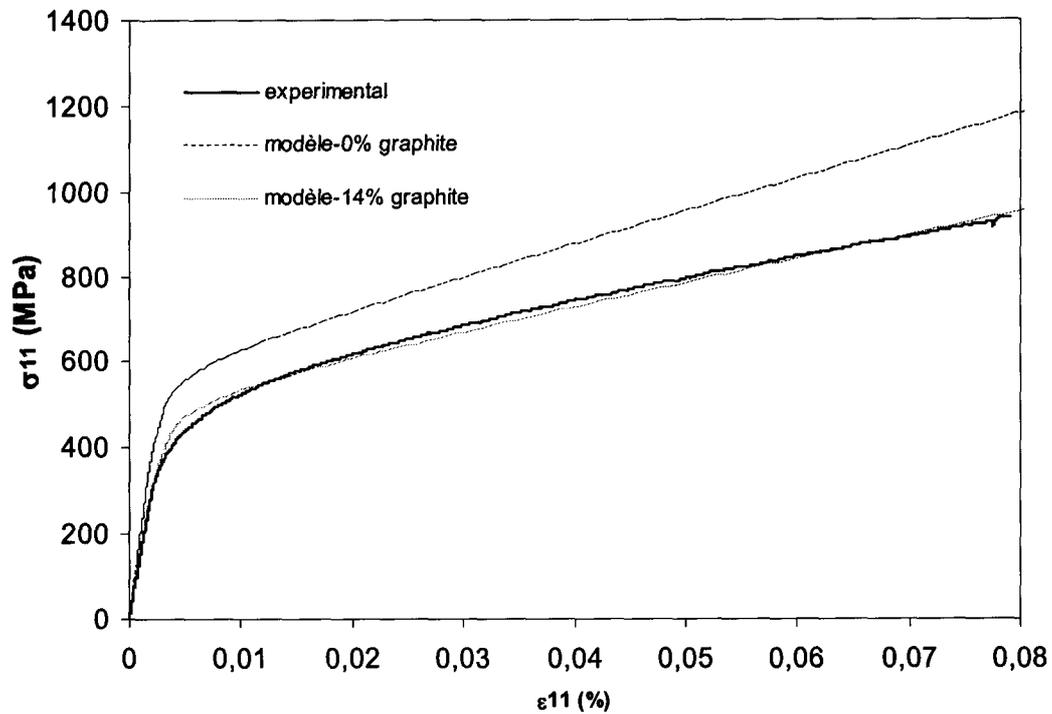


Figure V.4 Comparaison entre le modèle et les résultats expérimentaux

La figure V.4 présente la comparaison entre les résultats expérimentaux et les modélisations pour 0 et 14% de graphite. Nous observons une bonne corrélation entre les valeurs expérimentales et le modèle contenant 14% de graphite (notre cas). Pour les mêmes conditions de modélisation, les résultats sont très éloignés en utilisant un modèle qui ne contient pas le graphite.

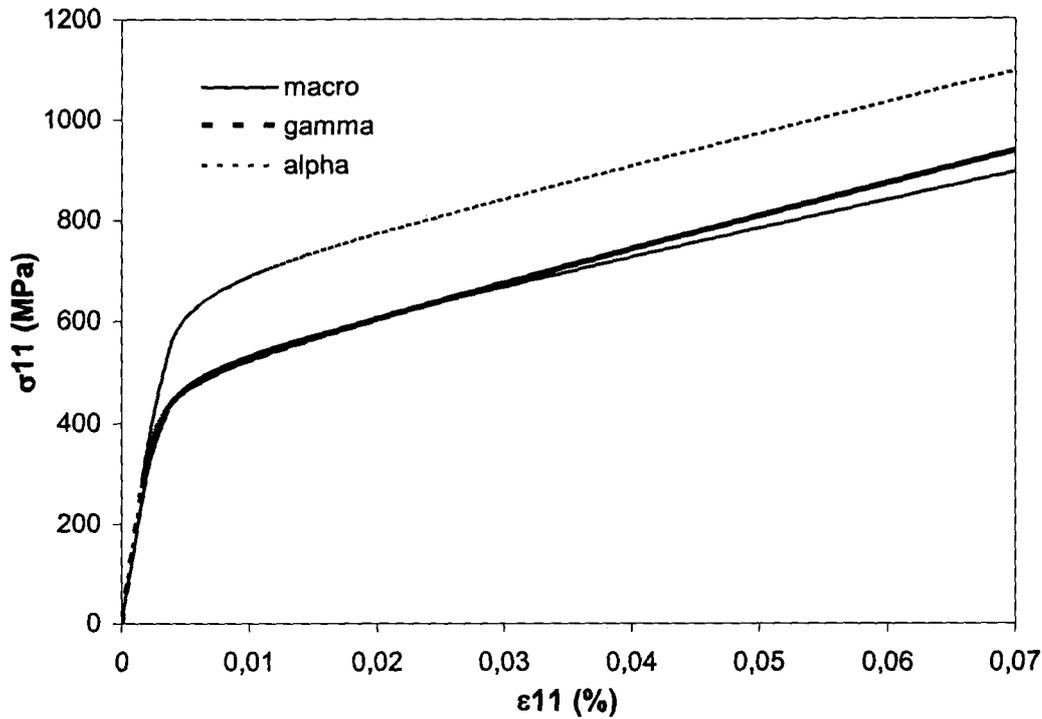


Figure V.5 Prédiction du comportement macroscopique et du comportement de chaque phase pour un pourcentage de graphite de 14 %

Dans la figure V.5 nous présentons, la prédiction du comportement macroscopique et du comportement de chaque phase pour un pourcentage de graphite de 14 %. Nous observons une bonne corrélation entre les valeurs obtenues et l'évaluation des contraintes faite dans le chapitre précédent : ferrite en traction et l'austénite en compression.

### V.3 Influence de la déformation plastique sur l'état des contraintes résiduelles. Comparaison avec le modèle autocohérent.

Dans le modèle, l'essai de traction a été suivi d'un déchargement. Les figures V.6 - V.7 montrent l'évolution de la largeur à mi-hauteur mesurée ( $d_{111}$  pour l'austénite et  $d_{110}$  pour la ferrite), comparée avec les valeurs du modèle, valeurs obtenues à partir de la relation suivante [BAC 99, BAC 00] :

$$FWHM = b + c\tau_c$$

où  $b$  et  $c$  représentent les facteurs de correction et ils sont ajustés par le modèle.

Pour les modélisations, nous avons utilisé les paramètres présentés dans le tableau V.3. Les hypothèses faites et les résultats obtenus sont présentés ensuite :

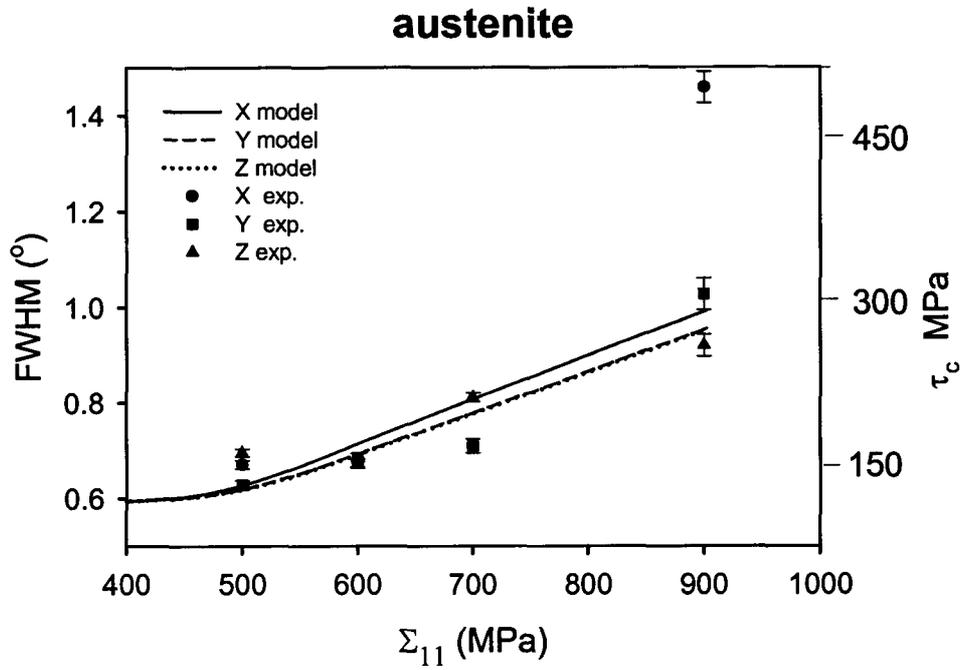


Figure V.6 Comparaison des résultats théoriques de la largeur à mi-hauteur du plan (111) de l'austénite et les résultats expérimentaux

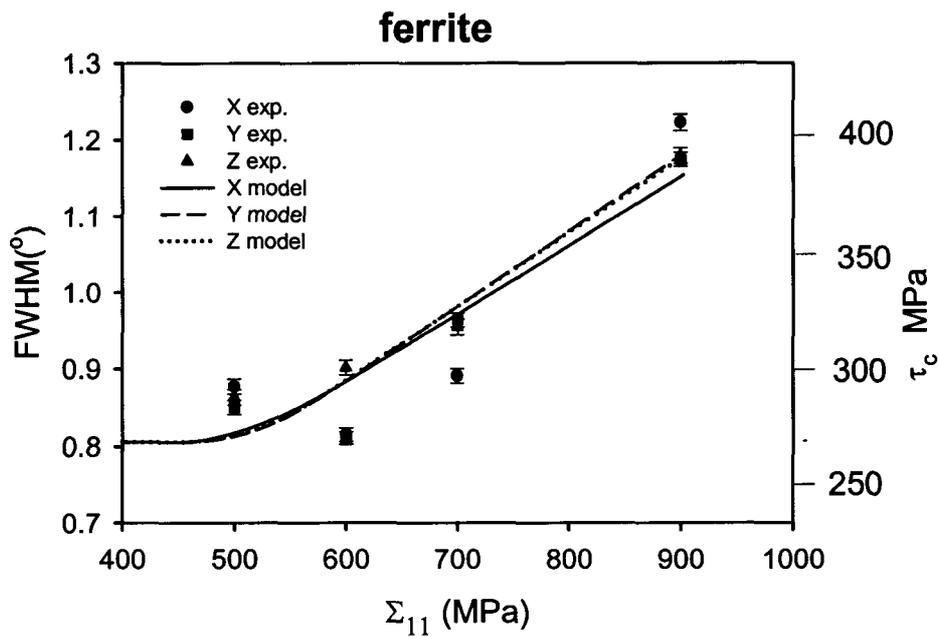


Figure V.7 Comparaison des résultats théoriques de la largeur à mi-hauteur du plan (110) de la ferrite et les résultats expérimentaux

Les figures V.6 – V.7 présentent l'évolution de la largeur à mi-hauteur de plan de diffraction ((111) pour l'austénite et (110) pour la ferrite) avec la contrainte appliquée. Des

comparaisons sont faites entre les résultats expérimentations et le modèle. Egalement, ces figures montrent l'évolution du  $\tau_c$  de chaque phase, en fonction de la contrainte appliquée. Sa valeur augmente avec l'augmentation de la contrainte appliquée. Nous observons une bonne corrélation entre les valeurs expérimentales et le modèle.

Ensuite nous présentons l'évolution de la distance interréticulaire mesurée ( $d_{111}$  pour l'austénite et  $d_{110}$  pour la ferrite), comparée avec les valeurs théoriques (en utilisant les paramètres présentés dans le tableau V.3) des variations caractéristiques relatives de la distance interréticulaire  $\Delta d_{111}$  et  $\Delta d_{110}$ . Les valeurs limites de  $\Delta d_{111}$  et  $\Delta d_{110}$  ont été obtenues en multipliant les contraintes résiduelles de l'austénite et de la ferrite avec les valeurs expérimentales respectives de  $d_{111}$  et  $d_{110}$ .

Les figures V.8 et V.9 présentent l'évolution expérimentale de la distance interréticulaire de l'austénite et de la ferrite avec la contrainte appliquée.

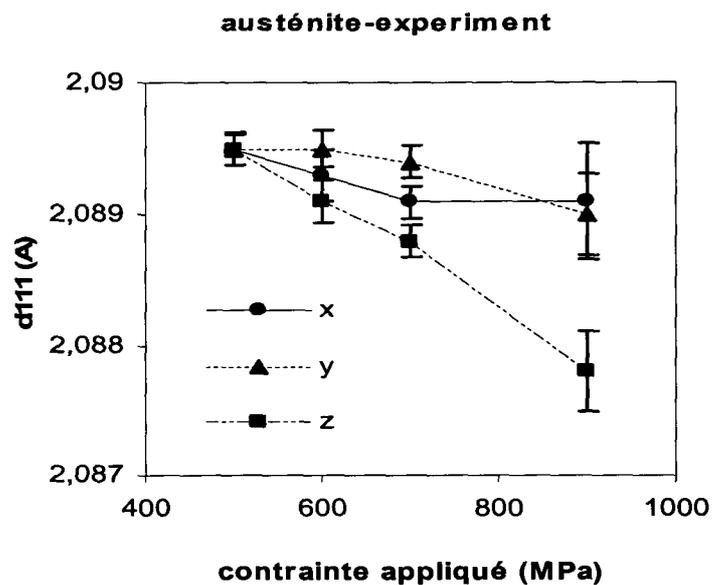


Figure V.8 Evolution expérimentale de la distance interréticulaire de l'austénite avec la contrainte appliquée

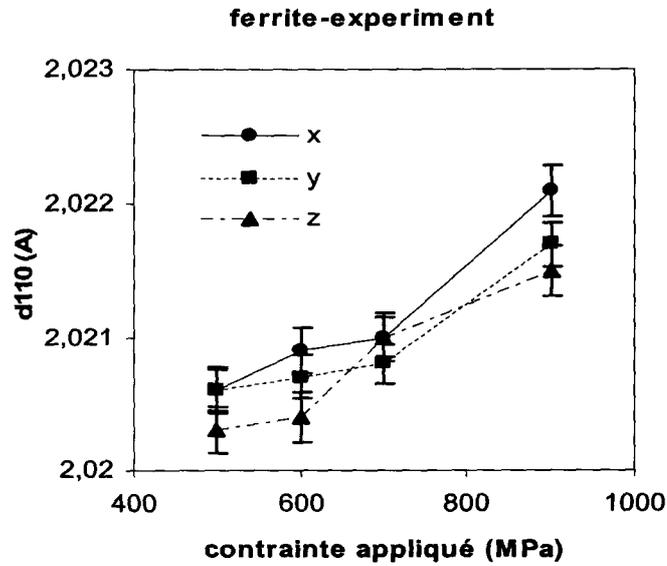


Figure V.9 Evolution expérimentale de la distance interréticulaire de ferrite avec la contrainte appliquée

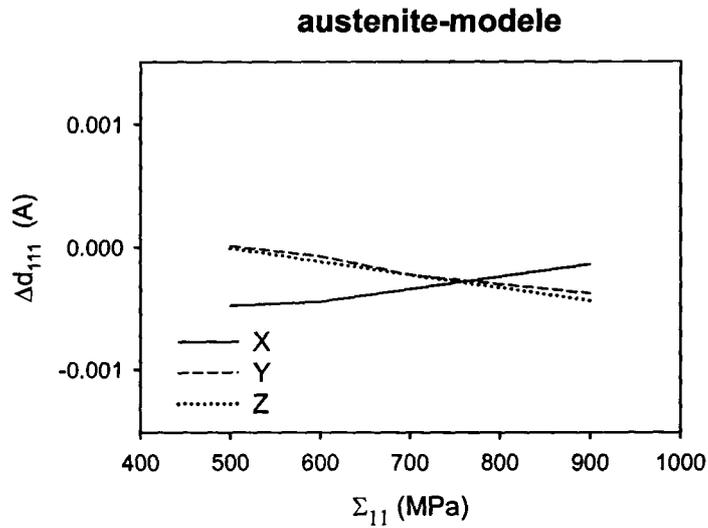


Figure V.10 Evolution théorique des variations caractéristiques relatives de la distance interréticulaire de l'austénite avec la contrainte appliquée

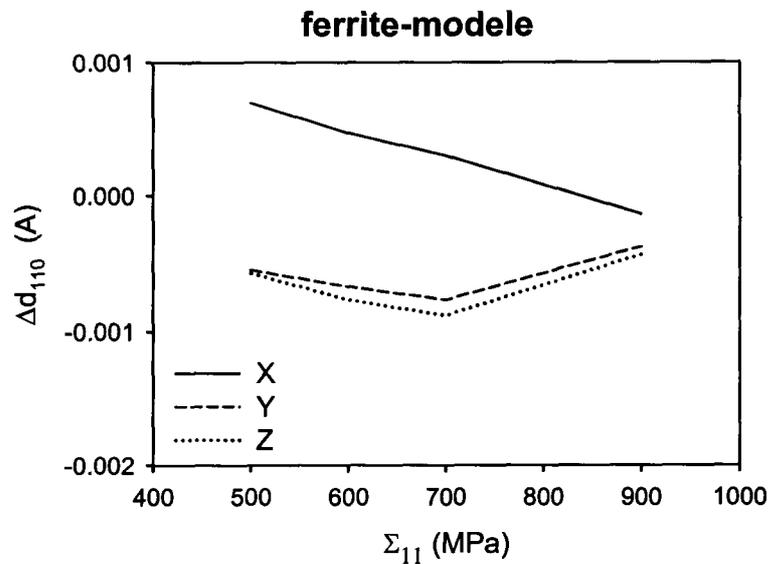


Figure V.11 Evolution théorique des variations caractéristiques relatives de la distance interréticulaire de la ferrite avec la contrainte appliquée

Les figures V.10 et V.11 présentent l'évolution théorique des variations caractéristiques relatives de la distance interréticulaire de l'austénite et de la ferrite avec la contrainte appliquée. Cette évolution pour les deux phases est sensiblement en accord avec l'évolution de la largeur à mi-hauteur mesuré.

Après l'analyse des résultats obtenus à partir de la modélisation de l'élastoplasticité, nous pouvons conclure que :

a) Dans le domaine de la déformation plastique, l'évolution théorique du  $\tau_c$  pour les deux phases sont en accord avec l'évolution de la largeur à mi-hauteur mesuré. Nous observons des valeurs proches pour les deux phases. La différence peut s'expliquer par :

- une valeur pas très correcte de la distance interréticulaire de référence pour le deux phases ;

- la méconnaissance du  $\tau_c^0$  de chaque phase.

b) Dans le domaine de la déformation plastique, l'évolution de la distance interréticulaire pour les deux phases est sensiblement en accord avec les variations caractéristiques relatives de la distance interréticulaire  $\Delta d_{111}$  et  $\Delta d_{110}$ .

c) Cependant le modèle peut diverger pour différentes raisons :

- L'évolution de phases pendant la déformation, la forme de celles-ci, qui ne sont pas prise en compte par le modèle.
- La précipitation possible d'une faible quantité de cémentite, non détectable par les techniques utilisées.

d) Les contraintes d'origine thermique présentes à l'état initial peuvent se relaxer pendant la déformation. Nous observons que la distance interréticulaire diminue pour l'austénite dans les 3 directions de mesure et augmente pour la ferrite, dans les mêmes directions de mesure. Une relaxation de contraintes présentes au niveau des grains, peut donner cet effet.

## V.4 Microcontraintes et incompatibilités thermiques entre les phases

Pour cette partie nous allons introduire les termes suivants :

$\sigma_{ij}^{ph}$  - contrainte de la phase (austénite ou ferrite) sur la facette de la normale  $j$ , dans la direction  $i$  ;

$\sigma_{ij}^I$  - la contrainte macroscopique sur la facette de la normale  $j$ , dans la direction  $i$  ;

Les contraintes de chaque phase ont été évaluées à partir des mesures issues de la diffraction des neutrons (la partie expérimentale sur l'évaluation des contraintes résiduelles) (figure V.12).

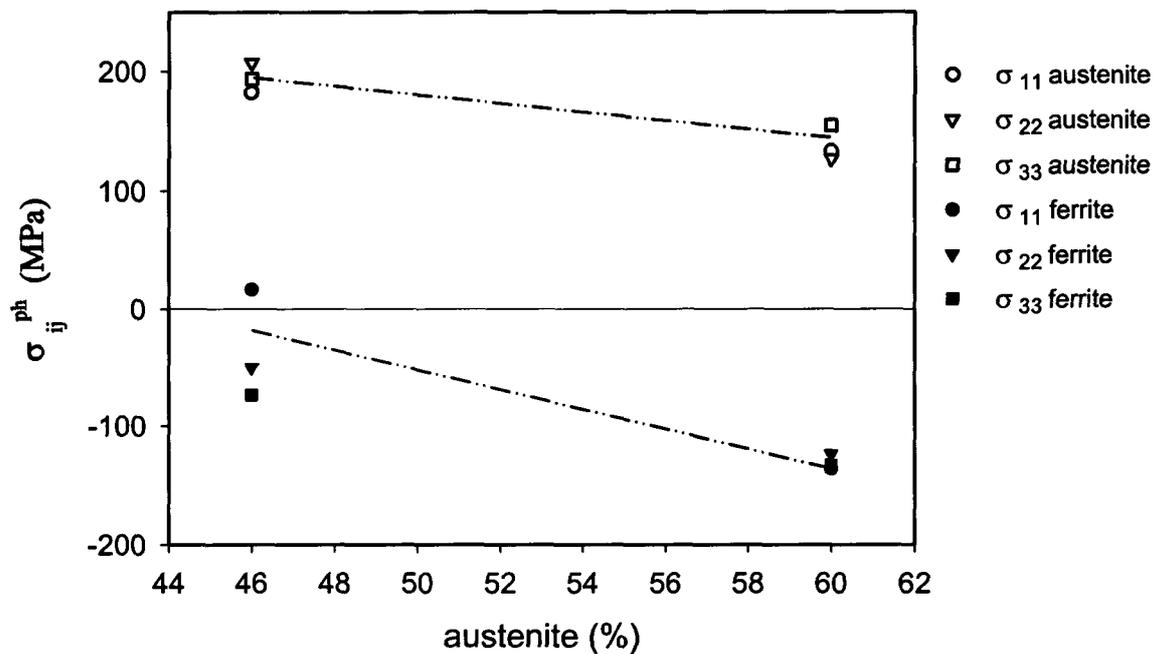


Figure V.12 Influence du pourcentage d'austénite sur l'état des contraintes

Nous rappelons ainsi que la valeur des contraintes résiduelles diminue pour les deux phases avec l'augmentation du pourcentage d'austénite.

La contrainte macroscopique est calculée à partir de la loi de mélanges :

$$\sigma_{ij}^I = f_\gamma \sigma_{ij}^\gamma + f_\alpha \sigma_{ij}^\alpha + f_{gr} \sigma_{ij}^{gr} \quad (V.1)$$

où  $f_\gamma$  est le pourcentage d'austénite,  $f_\alpha$  le pourcentage de ferrite et  $f_{gr}$  le pourcentage de graphite. Compte tenu de l'hypothèse  $\sigma_{ij}^{gr} = 0$  nous pouvons écrire :

$$\sigma_{ij}^I = f_\gamma \sigma_{ij}^\gamma + f_\alpha \sigma_{ij}^\alpha \quad (V.2)$$

Avec les différentes hypothèses faites, nous avons différents pourcentages « relatifs » d'austénite et de ferrite (tableau V.5) :

Tableau V.5 Pourcentages de phases obtenus expérimentalement

Pourcentage de graphite $f_{gr}$	Pourcentage d'austénite $f_\gamma$	Pourcentage de ferrite $f_\alpha$
14%	39,6%	46,4%
14%	51,6%	34,4%

Les valeurs utilisées pour l'équation V.2 sont celles qui correspondent à un pourcentage de graphite de 14%. L'évolution des macrocontraintes avec le pourcentage d'austénite est présentée par la figure V.13.

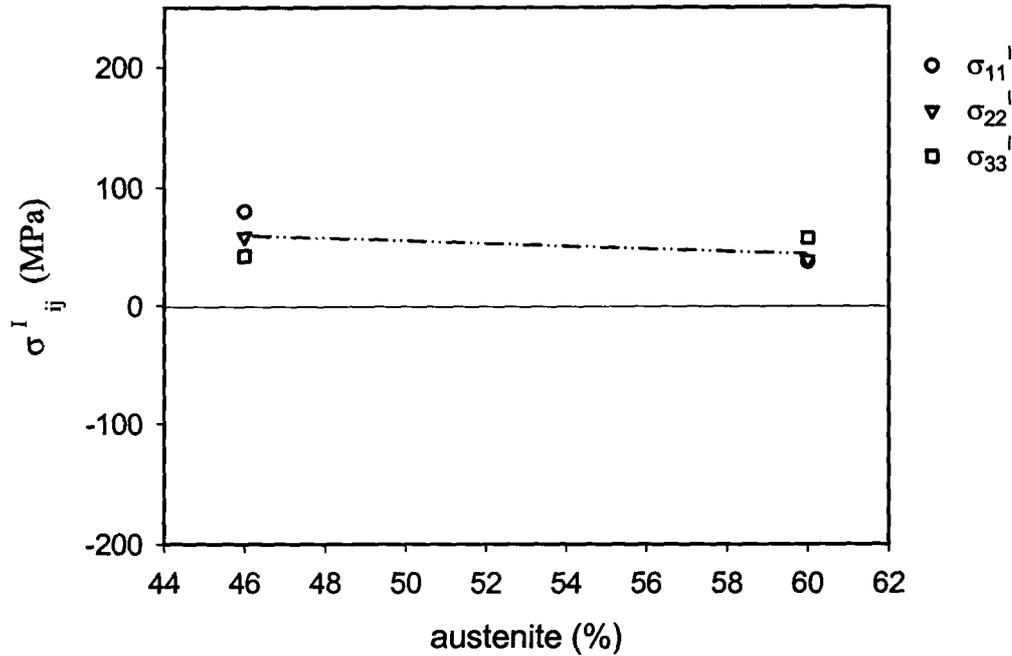


Figure V.13 Evolution des macrocontraintes avec le pourcentage d'austénite.

Les contraintes de chaque phase peuvent être calculées en utilisant le modèle autocohérent et le tenseur de concentration des contraintes ( $B_{ijkl}$ ):

$$\sigma_{ij}^{ph} = B_{ijkl} \sigma_{kl}^I \quad (V.3)$$

Les contraintes d'origine élastique d'une phase peuvent être calculées à partir de macrocontraintes.

$$\sigma_{ij}^{El,ph} = \frac{1}{V_{ph}} \int_{V_{ph}} \{B_{ijkl} dV\} \sigma_{kl}^I = B_{ijkl}^{ph} \sigma_{kl}^I \quad \text{où} \quad B_{ijkl}^{ph} = \frac{1}{V_{ph}} \int_{V_{ph}} B_{ijkl} dV \quad (V.4)$$

avec  $V_{ph}$  le volume de la phase.

Le tenseur  $B_{ijkl}^{ph}$  est calculé avec le modèle autocohérent en utilisant les constantes élastiques d'anisotropie présentés dans le tableau V.3, avec l'hypothèse que la distribution de

grains est aléatoire et que les deux phases ne présentent pas de texture (vérifiée expérimentalement).

Les différentes composantes du tenseur  $B_{ijkl}^{ph}$  ont été calculées par le modèle (tableau V.6) pour différents pourcentages de graphite.

Tableau V.6 Les composantes du tenseur  $B_{ijkl}^{ph}$  calculées par le modèle

N° échantillon	Pourcentage de graphite $f_\gamma$	Austénite		Ferrite	
		$B_{1111}^\gamma = B_{2222}^\gamma = B_{3333}^\gamma$	$B_{1212}^\gamma = B_{2323}^\gamma = B_{1313}^\gamma$	$B_{1111}^\alpha = B_{2222}^\alpha = B_{3333}^\alpha$	$B_{1212}^\alpha = B_{2323}^\alpha = B_{1313}^\alpha$
S4	0 %	9,791372E-01	4,890312E-01	1,017788 E 00	5,093372E-01
	14%	1,141520E 00	5,683903E-01	1,181007 E 00	5,925324E-01
S8	0%	9,841654E-01	4,925006E-01	1,023718 E 00	5,093372E-01
	14%	1,146022 E00	5,724109E-01	1,188012 E 00	5,949121E-01

Les contraintes dues aux incompatibilités thermiques (contraintes thermiques de deuxième ordre) sont déterminées à l'aide d'équation V.5 :

$$\sigma_{ij}^{II,ph} = \sigma_{ij}^{ph} - \sigma_{ij}^{El,ph} = \sigma_{ij}^{ph} - B_{ijkl}^{ph} \sigma_{kl}^I \quad (V.5)$$

où  $\sigma_{ij}^{ph}$  ont été calculées par diffraction des neutrons,  $\sigma_{kl}^I$  est calculée en utilisant l'équation V.2 et  $B_{ijkl}^{ph}$  est calculé par le modèle.

Les résultats sont présentés dans la figure V.14:

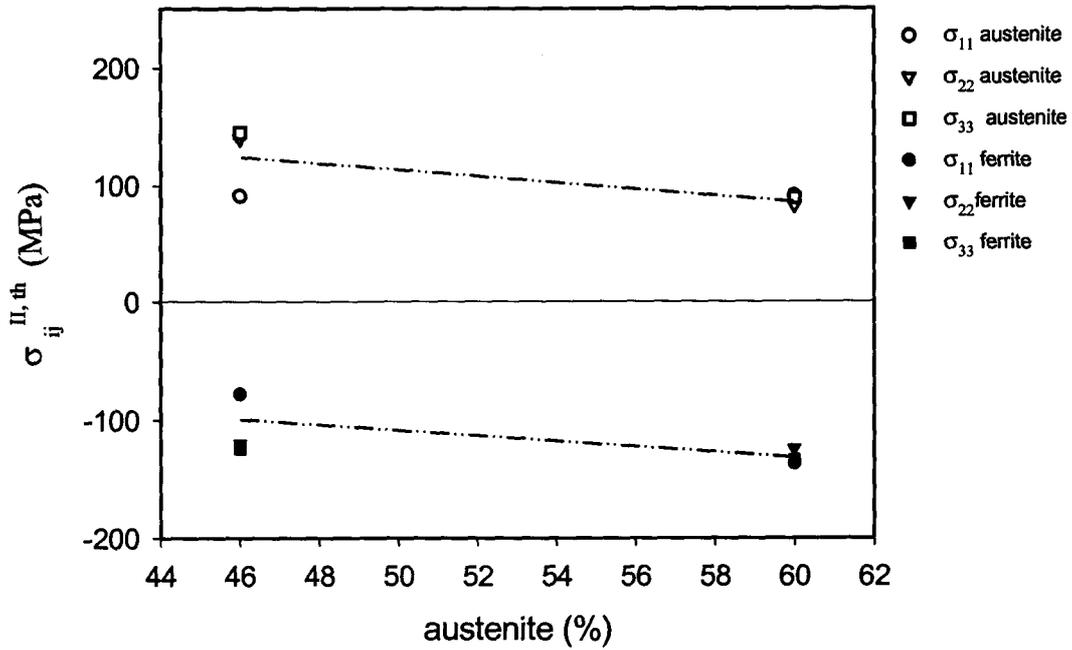


Figure V.14 Evolution des contraintes d'origine thermique avec le taux d'austénite, pour un pourcentage de graphite de 14%

Pour la modélisation des incompatibilités thermiques, nous avons utilisé les constants élastiques d'anisotropie, présentées dans le tableau V.4 pour un nombre des grains de 5000, en utilisant aussi les coefficients [JOH 99] de dilatation thermique linéaire de chaque phase. Des modélisations ont été réalisées pour différents pourcentages de graphite (figure V.15).

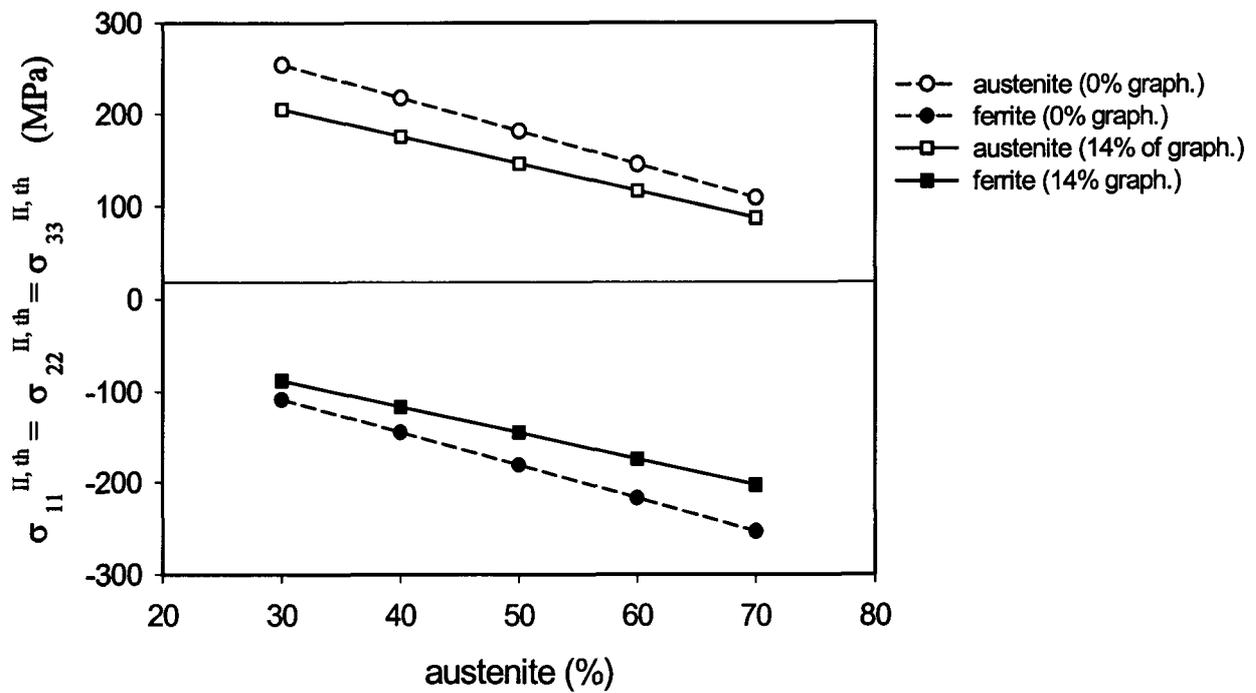


Figure V.15 Dépendance des incompatibilités thermiques des contraintes en fonction du pourcentage d'austénite

La figure V.15 présente la dépendance des incompatibilités thermiques des contraintes dans les deux phases (austénite et ferrite) en fonction du pourcentage d'austénite, pour les deux taux de carbone considéré (0 et 14%). Nous observons une diminution des valeurs de contraintes d'origine thermique dans l'austénite avec l'augmentation de pourcentage de graphite. Dans la ferrite, l'effet est inverse. Cela confirme l'hypothèse que la présence du graphite a un effet sur la relaxation des contraintes résiduelles.

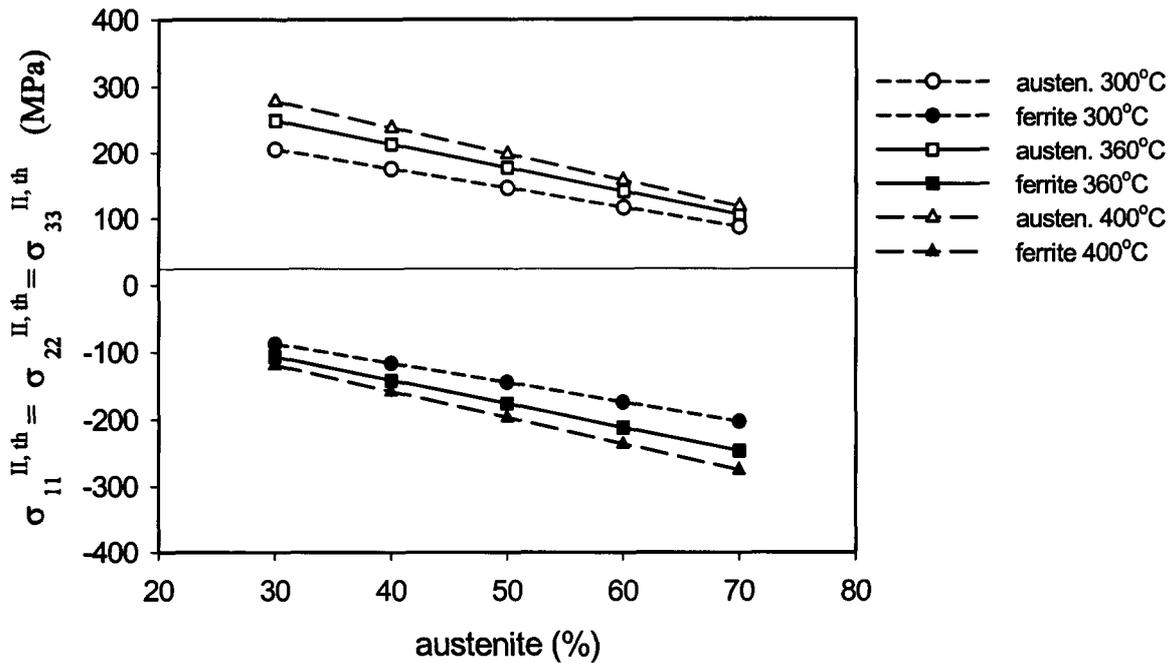


Figure V.16. Contraintes du deuxième ordre, prédites pour différentes températures de maintien et pour un pourcentage de graphite de 14%. Le refroidissement se fait entre les températures indiquées et 20°C.

Dans la figure V.16 nous présentons l'évolution des contraintes d'origine thermique dans les deux phases, avec la température de maintien isotherme du traitement de trempe isotherme des fontes ADI. Cette évolution est prédite à l'aide du modèle autocohérent. Nous constatons que la valeur des contraintes résiduelles d'origine thermique augmente pour l'austénite avec l'augmentation de la température de maintien. Pour la ferrite nous observons la diminution de valeurs des contraintes d'origine thermique l'augmentation de la température de maintien. Les modélisations correspondent à un pourcentage de graphite de 14%.

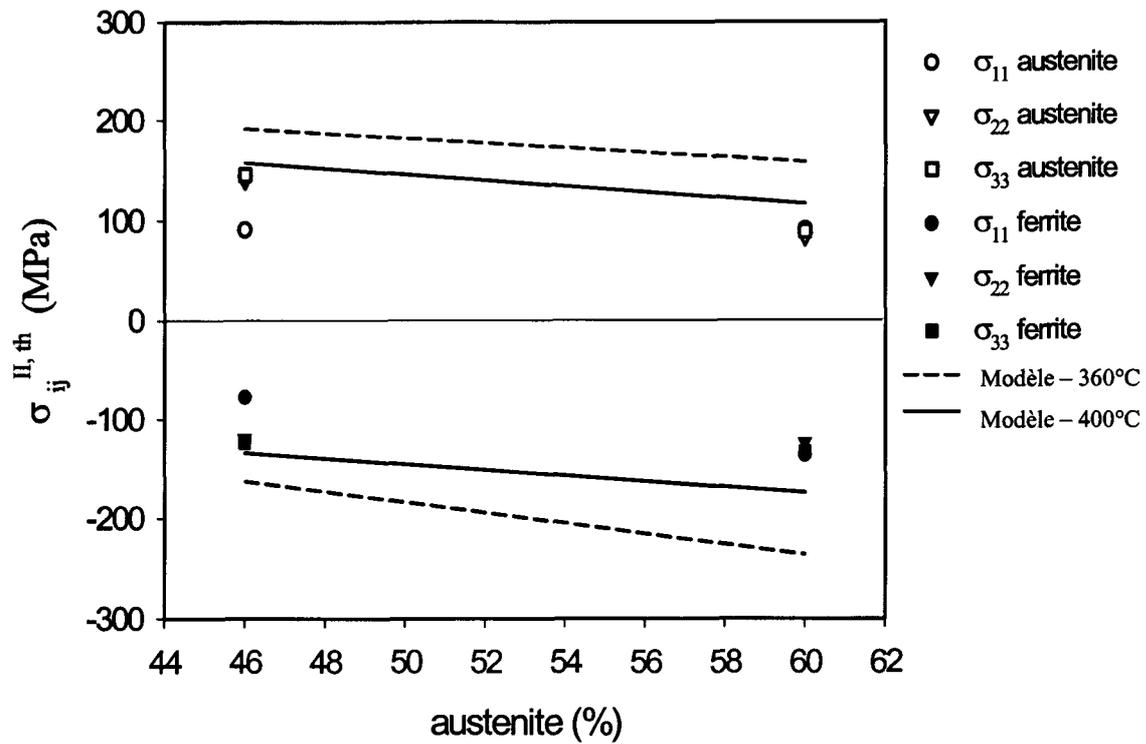


Figure V.17 Comparaison entre les contraintes thermiques obtenues expérimentalement et celles prédites par le modèle. Les modélisations correspondent à un pourcentage de graphite de 14%

La figure V.17 présente la comparaison entre les contraintes résiduelles d'origine thermiques obtenues expérimentalement et celles prédites par le modèle pour un pourcentage de graphite de 14%, pour deux températures de maintien différentes : 360°C et 400°C. Le choix dans le modèle d'une température de maintien de 400°C, donne des valeurs de contraintes très proches des valeurs expérimentales.

Après l'analyse de différentes modélisations proposées et l'analyse de données expérimentales nous constatons que :

- a) Le modèle anticipe qualitativement les contraintes résiduelles de deuxième ordre (contraintes d'origine thermique dans notre cas). L'évolution des contraintes d'origine thermique avec la variation du pourcentage d'austénite et les signes des contraintes sont respectés ;
- b) Le choix dans le modèle d'une température de maintien isotherme de 400°C, donne des valeurs de contraintes très proches des valeurs expérimentales ;
- c) Dans les cas de l'élasticité et de la thermoélasticité, quand le matériau n'est que peu déformé et qu'il n'y a pas de changement de forme pour les constituants (les phases), le modèle est en accord avec les résultats expérimentaux.
- d) Le modèle ne prend pas en compte la variation des paramètres élastoplastiques avec la température ;
- e) La présence du graphite réduit la valeur de contraintes résiduelles. Le modèle autocohérente montre son influence sur la section utile de l'éprouvette et sa présence a un effet de relaxation. La non cohésion avec la matrice peut expliquer cet effet.

# *CONCLUSIONS*

Le présent travail s'est attaché d'une part à analyser l'influence des traitements thermiques et thermomécaniques sur l'état de contraintes dans les fontes austéno-ferritiques à graphite sphéroïdal et d'autre part aux évaluations et modélisations des contraintes résiduelles.

Les résultats obtenus nous ont permis de mettre en évidence les différents aspects micrographiques des fontes ADI, d'évaluer à l'aide de la diffraction des neutrons les contraintes résiduelles dans les phases en présence, de déterminer le comportement mécanique de ces fontes et d'estimer l'influence des incompatibilités thermiques entre les phases.

Les propriétés mécaniques d'une fonte ADI sont dépendantes de la microstructure de la matrice, qui est constituée d'une ferrite aciculaire et d'une austénite enrichie en carbone. Cette structure est produite par une transformation isotherme de l'austénite, en deux étapes. Les conditions de traitement thermique ont une influence sur la structure et ainsi sur les caractéristiques et propriétés mécaniques des fontes ADI.

Après différents traitements thermiques, nous observons une structure ADI qui diffère d'un échantillon à l'autre. En fonction de la température d'austénitisation et de la température de maintien isotherme, on a une variation du pourcentage d'austénite. Le taux d'austénite augmente de 46 % jusqu'à 60 %, en augmentant la température d'austénitisation de 960°C à 1050°C. Une augmentation est aussi constatée avec l'augmentation de la température de maintien isotherme, le pourcentage d'austénite passant de 53 % pour 360°C à 60 % pour 400°C.

Avec l'augmentation du pourcentage d'austénite le paramètre de maille de celle-ci diminue ainsi que celui de la ferrite. Le pourcentage élevé d'austénite permet alors d'améliorer les propriétés mécaniques des fontes ADI et contribue aussi à faciliter l'analyse des contraintes.

Au cours d'une transformation de phases, des parties du matériau, même des constituants, voient leurs volumes modifiés, ainsi que leur forme dans certains cas. Un état de

contrainte interne résulte de l'accommodation géométrique entre les régions ou les phases dernièrement créées et celles voisines. Dans la limite de la résolution de l'instrument nous avons supposé que la matrice est composée uniquement d'austénite et de ferrite. Les spectres de diffraction ne font apparaître que ces deux phases.

Etant donné les caractéristiques microstructurales de ces fontes, des mesures de texture ont été réalisées avant l'évaluation des contraintes résiduelles. Après analyse des figures de pôles et des fonctions de distribution des orientations cristallines, nous constatons que les échantillons ne sont pas texturés (les niveaux d'intensité entre 0,55 et 2,16 pour la ferrite et 0,77 et 1,38 pour l'austénite) et nous observons uniquement que la taille de grains a augmenté avec la montée en température tant pour la ferrite que pour l'austénite.

Parmi toutes les techniques possibles de détermination de la distance interréticulaire de référence, nous avons choisi l'utilisation d'un traitement thermique de relaxation des contraintes. Cette relaxation est faite, uniquement au niveau des phases en présence, donc les résultats se réfèrent aux contraintes « relatives » dans le matériau. Nous avons étudié d'abord l'influence du traitement thermique sur l'état des contraintes résiduelles.

Après l'analyse des déformations et l'évaluation des contraintes résiduelles, nous constatons que la ferrite se trouve en compression hydrostatique et l'austénite en traction hydrostatique. En plus, nous observons que l'augmentation du pourcentage d'austénite favorise la diminution des contraintes pour chaque phase et pour les trois directions de mesure. L'équilibre des contraintes suivant la loi des mélanges, n'est pas tout à fait atteint. Une relaxation des contraintes de deuxième ordre (ou troisième ordre) peut expliquer cette différence.

La seconde étape de notre travail nous a permis de mettre en évidence l'état des contraintes résiduelles sous l'influence de la déformation plastique. Ainsi, l'augmentation de la contrainte appliquée entraîne l'accroissement de la largeur à mi-hauteur de chaque phase. Plus la contrainte appliquée croît, plus la maille se déforme. Les largeurs à mi-hauteur seront comparées avec les variations de valeurs théoriques obtenues par le modèle autocohérent. Egalement nous observons que la déformation plastique entraîne un changement de comportement dans les deux phases. A l'état non déformé, la ferrite est en compression et

l'austénite en traction. Avec la déformation plastique, la ferrite passe en traction et l'austénite en compression.

Une autre étape de notre travail consiste en l'étude des éprouvettes soumises à un traitement thermomécanique. Deux taux de déformation sont proposés pour l'évaluation des contraintes résiduelles. Des profils des contraintes suivant les axes X et Z de chaque échantillon, pour les trois directions de mesure de chaque phase, ont été effectués. L'étude préliminaire en simulation par éléments finis sous Forge2, ainsi que des analyses au MEB, nous a permis de relier les zones de déformation à la déformation du graphite. Ainsi nous avons observé une forte déformation sur le bord de l'éprouvette, une faible déformation au centre (quasi inexistante) et une déformation moyenne entre le bord et le centre.

L'analyse des contraintes résiduelles montre que l'équilibre des phases est atteint: la ferrite en compression et l'austénite en traction hydrostatique. Pour les 2 échantillons étudiés, celui qui a subi la déformation la plus importante est celui qui présente des valeurs de contraintes plus importantes. L'équilibre des contraintes suivant la loi des mélanges n'est pas atteint en totalité. Le fait que la condition d'équilibre ne soit pas satisfaite est probablement dû soit à une relaxation des contraintes aux niveaux de grains, soit à la présence du graphite soit à une évolution de la structure pendant la déformation.

Le modèle autocohérent a été utilisé pour la modélisation polyphasée du comportement du matériau. La modélisation de l'élasticité et de l'élastoplasticité a été ainsi effectuée. Pour l'application du modèle, nous avons admis que le matériau est granulaire polyphasé et que les contraintes initiales sont nulles. La seconde partie de la modélisation est dédiée aux calculs de microcontraintes dues essentiellement aux incompatibilités thermiques entre les phases.

Pour chaque phase en présence, nous avons considéré une orientation aléatoire des grains et les contraintes initiales nulles. Le comportement élastique d'un grain est caractérisé par des constantes élastiques. Les calculs sont effectués pour un nombre de grains de 5000 avec différentes proportions d'austénite, de ferrite et de graphite tout en considérant le graphite sans liaison avec la matrice. Un pourcentage de 14% de graphite permet de rendre compte du comportement élastique du matériau. Le graphite agit uniquement sur la réduction de la section utile de l'éprouvette, en la diminuant. Nous avons envisagé une relaxation des

contraintes entre la matrice et le graphite, cette hypothèse étant confirmée par les analyses au MEB.

Le modèle a été utilisé aussi pour la modélisation de la déformation plastique et son influence sur l'état de contraintes résiduelles. Les résultats obtenus peuvent être caractérisés ainsi :

a) Dans le domaine de la déformation plastique, l'évolution théorique du  $\tau_c$  pour les deux phases, est en accord avec l'évolution de la largeur à mi-hauteur mesurée. Nous observons de valeurs proches pour les deux phases.

b) Dans le domaine de la déformation plastique, l'évolution de la distance interréticulaire pour les deux phases est sensiblement en accord avec les variations caractéristiques relatives de la distance interréticulaire  $\Delta d_{111}$  et  $\Delta d_{110}$ .

c) Cependant le modèle peut diverger pour différentes raisons :

- ✎ L'évolution des phases pendant la déformation, la forme de celles-ci, qui ne sont pas prise en compte par le modèle.
- ✎ La précipitation possible d'une faible quantité de cémentite, non détectable par les techniques utilisées.

d) Les contraintes d'origine thermique présentes à l'état initial peuvent se relaxer pendant la déformation. Nous observons que la distance interréticulaire diminue pour l'austénite dans les 3 directions de mesure et augmente pour la ferrite, dans les mêmes directions de mesure. Une relaxation de contraintes présente au niveau des grains peut donner cet effet.

Pour la modélisation des incompatibilités thermiques, nous avons utilisé les constantes élastiques d'anisotropie et les coefficients de dilatation thermique linéaire de chaque phase. Des modélisations ont été réalisées pour différents pourcentages de graphite. Nous constatons que les contraintes résiduelles d'origine thermique jouent un rôle important dans le comportement mécanique d'une fonte ADI, leurs valeurs restant élevées.

Les différentes modélisations proposées et l'analyse des données expérimentales nous permet de conclure que :

- Le modèle anticipe qualitativement les contraintes résiduelles de deuxième ordre (contraintes d'origine thermique dans notre cas). L'évolution des contraintes d'origine thermique avec la variation du pourcentage d'austénite et les signes des contraintes sont respectés ;
- Le choix dans le modèle d'une température de maintien isotherme de 400°C, donne des valeurs de contraintes très proches des valeurs expérimentales ;
- Dans les cas de l'élasticité et de la thermoélasticité, quand le matériau n'est que peu déformé et qu'il n'y a pas de changement de forme pour les constituants (les phases), le modèle est en accord avec les résultats expérimentaux.
- Le modèle ne prend pas en compte la variation des paramètres élastoplastiques avec la température ;
- La présence du graphite réduit la valeur de contraintes résiduelles. Le modèle autocohérent montre son influence sur la section utile de l'éprouvette et sa présence a un effet de relaxation. La présence du graphite réduit la valeur des contraintes par la réduction de la section utile de l'éprouvette, la non cohésion avec la matrice peut expliquer cet effet.
- Le modèle ne prend pas en compte la variation des paramètres élastoplastiques avec la température ;
- La détermination de  $d_0$  s'avère très importante pour le calcul de contraintes résiduelles;

## BIBLIOGRAPHIE

- [ACH 00-1] J. Achary – *Tensile properties of austempering ductile iron during thermomechanical processing* – Journal of materials engineering and performance, vol. 9, n° 1, pages 51 – 56, 2000
- [ACH 00-2] J. Achary, D. Venugopalan – *Mircostructural development and austempering Kinetics of ductile iron during thermomechanical processing* – Metallurgical and materials transactions A, vol.31A, n° 10, pages 2575 – 2585, 2000
- [ACK 96] K. Van Acker & al – *Neutron diffraction measurement of the residual stress in the cementite and ferrite phases of cold-drawn steel wires* – Acta Materialia, vol. 44, n° 10, pp. 4039-4049, 1996
- [ARA 97] J. Aranzaba, I. Gutierrez and & - *Influence of the amount and morphology of retained austenite on the mechanical properties of an Austempered Ductile Iron* – Metallurgical and Materials Transactions A, Vol.28 A, n° 5, pages 1143 – 1156, 1997
- [ASM 91] ASM Handbook – *Volume 4, Heat Treating* – Heat Treating of Ductile Irons, pg. 683– 692; The Materials Information Society, 1991
- [ASM 96] ASM Speciality Handbook – *Cast Iron – Metallurgy and Properties of Ductile Iron*, pg.55 – 79; The Materials Information Society, 1996
- [ASS 00] Olivier Asserin – *Analyse des contraintes résiduelles dans un acier martensitique F82H soudé par faisceau d'électrons* – Thèse présentée à l'U.F.R. de Sciences Exactes et Naturelles pour obtenir le titre de docteur de l'Université de ReimsChampagne-Ardenne, le 15 décembre 2000
- [BAC 00] A. Baczmanski & al – *Evolution of microstresses in plastically deformed duplex steel* – Materials Science Forum, Vols. 347-349, pp. 253-258, 2000
- [BAC 04] A. Baczmanski & al – *Multi-reflection method and grazing incidence geometry used for stress measurements by X-ray diffraction* – Surface and coatings technology, n° 182, pp. 43-54, 2004
- [BAC 04-1] A. Baczmanski & al – *Elastoplastic deformation of Al/SiP metal-matrix composite studied by self-consistent model and neutron diffraction* – Acta Materialia, n° 52, pp. 1565 – 1577, 2004
- [BAC 04-2] A. Baczmanski, C. Braham – *Elastoplastic properties of duplex steel determined neutron diffraction and self consistent model* – Acta Materialia, 2004
- [BAC 97] A. Baczmanski & all – *Internal Stresses in metal matrix composite – diffraction experiment and elastoplastic model* – MAT-TEC 97, pp. 269, 1997
- [BAC 99] A. Baczmanski & al – *Internal stresses in two phase materials* – Archives of Metallurgy, vol. 44, pp. 40-50, 1999
- [BER 83] M. Berveiller, A. Zaoui – *Modelling of the plasticity and the texture development of two-phase materials* – Proceeding of the 4th Risq

- International Symposium on Metallurgy and Materials Science, Roskilde Danemark, pp. 153 – 160, 1983
- [BER 84] M. Berveiller, A. Zaoui, *Journal Mechanics Physics Solids*, n° 106, pp. 295, 1984
- [BON 01] N. Bonfoh - *Modélisation micromécanique de l'écrouissage des matériaux polycristallins contenant des hétérogénéités intra granulaires. Introduction à l'endommagement ductile* – Thèse de doctorat, Université de Metz, 2001
- [BRA 98] C. Braham – *Microstructure et mécanique en corrosion sous contraintes. Apport des techniques de diffraction X et neutronique* – Habilitation à Diriger des Recherches présentée à l'Université de Reims Champagne-Ardenne, 1998
- [BRE 91] P. Brenot - Thèse d'INPL, Nancy 1991
- [CAG 58] Caglioti, G.; Paoletti, A.; Ricci, F.P. – *Choice of Collimators for a Crystal Spectrometer for Neutron Diffraction* – *Nuclear Instrumentation*, Vol. 3, pp. 223-228 (1958).
- [CAM 98] R. E. Campos-Cambranis & al. – *Effect of initial microstructure on the activation energy of second stage during austempering ductile iron* – *Scripta Materialia*, Vol. 38, N° 8, pp. 1281 – 1287, 1998
- [CAS 87] L. Castex, J.M. Sprauel – *Recent evolution of the residual stress analysis by X ray diffraction* – *Revue française de mécanique*, no. 2, 1987
- [CER 93] M. Cerreti – *Evaluation des contraintes résiduelles par diffraction des neutrons. Application aux matériaux composites à matrice métallique et aux revêtements déposés par torche plasma* – Thèse de Doctorat Européen, Université de Reims Champagne Ardennes, 1993
- [CER 96] M. Ceretti, A. Lodini – *Evaluation des contraintes résiduelles à partir de la mesure des microdéformations dans les matériaux polycristallins* – Chapitre III. III. 1 en *Analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X et des neutrons*, A. Lodini and M. Perrin Eds, CEA, 1996, pp 31-43
- [CET 80] *Techniques nouvelles - Déformation plastique de la fonte à graphite sphéroïdal* – CETIM ; *Informations* n° 64, 1980
- [CHA 98] L. C. Chang – *Carbon content of austenite in austempered ductile iron* – *Scripta Materialia*, Vol. 39, N° 1, pp. 35 – 38, 1998
- [CHO 92] J.P. Chobaut – *La fonte G.S. et ses nouvelles applications industrielles* – Cyclatef 92 A663, Orleans 22-24 Avril 1992
- [COL 80] G. Colette – *Sur le comportement thermomécanique des matériaux et de structures mécaniques* - Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, 1980
- [DAI 01] P.Q. DAI, and & - *In-situ observation on the fracture of austempered ductile iron* – *Materials Science and Engineering A319 -321*, pp. 531 – 534, 2001
- [DAY 02] M. R. Daymond, H. G. Priesmeyer – *Elastoplastic deformation of ferritic steel and cementite studied by neutron diffraction and self-consistent modelling* – *Acta Materialia*, n° 50, pp. 1613-1626, 2002

- [DIA 95] J. M. Diani – *Micromechanical modelling of the transformation induced plasticity (TRIP) phenomenon in steels* – International Journal Engineering Science, vol. 33, n° 13, pp. 1921 – 1934, 1995
- [DOO 77] H. Döller, V. Hauk – *Z. F. Metalkde*, 68, page 728, 1977
- [DRA 69] I. Dragan, G. Vermesan, E. Dragos – *Déformation à chaud des fontes. Son influence sur leurs propriétés mécaniques et structurales* – Fonderie, 284, pp. 453 – 464, Novembre 1969
- [DRA 76] E. Dragos , I. Dragan, E. Indrea – *Influence du traitement thermomécanique à haute température sur la structure cristalline fine de la fonte à graphite sphéroïdal* – Fonderie, 353, pp. 57 – 65, Février 1976
- [DRA 78] E. Dragos, V. Zubac, G. Zirbo – *Etude sur les fontes à graphite nodulaire pour l'estampage à chaud* – Hommes et fonderie, pp. 37 – 42, avril 1984
- [DRA 84] E. Dragos, I. Dragan – *Comportements mécanique et métallurgie des fontes à graphite sphéroïdal en cours de déformation à haute température* – Fonderie Fondateur d'aujourd'hui, n° 40, décembre 1984
- [FRA 80] P. Franciosi & all, *Acta Metallurgica*, n° 28, pp. 273, 1980
- [FRA 95] D. François & al – *Comportement mécanique des matériaux. Elasticité et plasticité* – Edition Hermes, Paris, 1995
- [GAU 85] E. Gautier – *Transformations perlitiques et martensitiques sous contrainte de traction dans les aciers* – Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, 1985
- [GRE 65] G. W. Greenword, R. H. Johnson – *The deformation of metals under small stresses during phase transformation* – Proc. Roy. Soc., vol. 283, pp. 403 -422, 1965
- [GUI 98] R. Guillen, C. Cossu, M. François, E. Girard – *Texture and residual stresses analyses in Zircalloy-4 cylindrical samples* – Journal of Nuclear Materials, n° 255, pp. 174-179, 1998
- [GUN 85] R. B. Gundlach, J. F. Janowak – *The physical metallurgy of cast iron*, New York 1985
- [HAU 82] V.M. Hauk – *Residual Stress and Stress Relaxation* – E. Kula and V. Weiss, Plenum Press. New York and London, pp. 117-138, 1982
- [HAY 00] J.L. Hay, G.M. Pharr – *Instrumented indentation testing* – book chapter in ASM Handbook Volume 8: Mechanical Testing and Evaluation (10th edition), pp. 232-243, 2000
- [HIL 82] R. Hill, J. Rice, *Journal Mechanics Physics Solids*, n° 20, pp. 401, 1972
- [JOH 62] R. H. Johnson, G. W. Greenword – *Deformation of uranium during alpha-beta cycles under small stresses and a quantitative interpretation of the mechanical weakness of metals undergoing phase transformations* – Nature, vol. 185, pp. 138 – 139, 1962
- [JOH 99] J. Johansson & al – *Evolution of the residual stress state in a duplex stainless steel during loading* – Acta Materialia, vol. 47, n° 9, pp. 2669-2684, 1999
- [KNE 63] G. Kneer, *Physics Status Solids*, n° 3, pp. 331, 1963
- [KOC 90] H. Kockelman – *Mechanical Methods of Determining Residual Stresses - Residual Stresses. Measurement, Calculation, Evaluation; Papers*

- presented at the Conference on Residual Stresses, Darmstadt, Germany, 1990
- [KOV 97] B.V. Kovacs – *Development of austempered ductile iron (ADI) for automobile crankshafts* – J. Heat Treating, Vol. 5, n° 1, pp 55-60, 1987
- [KRA 97] A.D. Krawitz – *Neutron Stress Measurements in the 21st Century* – Journal of Neutronic Research, Vol. 9, pp. 119-127, 1997
- [KRA 99] D. Kramer, H. Huang, M. Kriese, J. Robach, & - *Yield strength predictions from the plastic zone around nanocontacts* - Acta mater. Vol. 47, N° 1, pp. 333 - 343, 1999
- [KRO 58] E. Kroner, Z. Physic. 151, pp. 504 – 518, 1958
- [KRO 77] E. Kroner, Journal Mechanics Physics Solids, 25, pp. 137 – 155, 1977
- [KUT 99] A. Kutsov & - *Formation of bainite in ductile iron* – Materials Science and Engineering, A 273 – 275, pp. 480 – 484, 1999
- [LEB 89] J. C. Leblond & al – *Mathematical modelling of transformation plasticity in steels I: case of ideal plastic phases* - International Journal of Plasticity, vol.5, pp. 551 – 572, 1989
- [LER 00] F. H. Leroy, B. Passily – *An energetic approach for the determination of a Young Modulus by micro-indentation* - 12èmes Journées Nationales sur les Composites, CACHAN, 2000
- [LEV 99] R. Levy-Tubiana – *Etude des composites à matrice métallique par la technique de la diffraction de neutrons: analyse du comportement élastoplastique et évaluation des contraintes résiduelles* – Thèse présentée pour obtenir le Grade de docteur, Université XI Orsay, 1999
- [LEV 99-1] R. Levy-Tubiana & all – *Determination of residual stresses in metal matrix composites* – ICCE/6, Orlando USA, pp. 477, June 1999
- [LIN 94] B.Y. Lin, E.T. Chen, T.S. Lei – *The effect of alloy elements on the microstructure and properties of austempered ductile irons* – Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 32, N° 9, pp 1363 – 1367, 1995
- [LIN 96] Y. F. Lin, T. S. Lui and L. H. Chen – *The effect of graphite shape on the tensile deformation behaviour in hot-swaged and hot-rolled ferritic spheroidal graphite cast iron* – Int. J. Cast Metals Res., Vol. 9, pp. 63 – 69, 1996
- [LIP 89] P. Lipinski & all, International Journal of Plasticity, n° 5, pp. 149 - 172, 1995
- [LIP 90] P. Lipinski, J. Krier et M. Berveiller - *Elastoplasticité des métaux en grandes déformations : comportement global et évolution de la structure interne* - Revue phys. Appl. 25 (1990) 361-388, Avril 1990
- [LIP 95] P. Lipinski & all, Archive of Applied Mechanics, n° 65, pp. 291, 1995
- [LM3 96] Laboratoire de Microstructure et Mécanique des Matériaux URA CNRS 1219 – *Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X, première partie : Cas général* – Formation Continue, Février 1996
- [LOD 01] A. Lodini – *The recent development of neutronic techniques for determination of residual stresses* – Radiation physics and chemistry, n° 61, pp. 227 – 233, 2001

- [LOR 91] T. Lorentz – *On the determination of stress/strain tensors from strains measured by neutron diffraction* – Proc. ICRS 3, 1991
- [LUC 97] B.N. Lucas, W.C. Olivier, G.M. Pharr, J-L Loubet – *Time dependent deformation during indentation testing* - Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 436, 1997
- [MAC 86] E. Macherauch, K.H. Kloss – Proc. Of The Int. Conf. On Residual Stresses - Garmish-Partenkirchen (FRG), pp 3-26, 1986 ;
- [MAG 66] C. L. Magee – *Transformation kinetics, microplasticity and ageing of martensite in Fe-31-Ni* – Thèse de doctorat, Carnegie Mellon University, Pittsburg, 1966
- [MUR 82] T. Mura – *Micromechanics of Defects in Solids* – Martinus Nijhoff Publishers, the Hague, Netherlands, 1982 ;
- [NOV 96] C. H. de Novion – *Intérêt de neutrons dans la caractérisation des matériaux – Chapitre I en: « Analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X et des neutrons »*, A. Lodini and M. Perrin Eds, CEA, 1996, pp 1-15
- [NOY 87] I. C. Noyan, J.B. Cohen – *Residual Stress, Measurement by diffraction and Interpretation* – Springer-Verlag, 1987
- [NYE 76] J. F. Nye – *Physical Properties of Crystals* – Oxford University Press, Oxford, Great Britain, 1976
- [OLI 92] W.C. Olivier, G.M. Pharr – *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments* – J. Mater. Res., Vol 7, N° 6, June 1992
- [PER 97] F. Perron, E. Gatignol, M. Malka - *Dosage de l'austénite résiduelle dans le fontes bainito-austenitiques par diffraction des rayons X – I. Bases théoriques* - La revue Polytechnique n° 1605, 6-7, 1997
- [PET 00] Petit-Grostabussiat Sophie – *Conséquences mécaniques des transformations structurales dans les alliages ferreux* – Thèse de doctorat de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2000
- [REU 29] A. Reuss, Z. Angew Mathematical Mechanics, n° 9, pp. 49-58, 929
- [RIO 90] Rio Tinto Iron & Titanium Inc. – *Ductile Iron Data for Design Engineers* – Montreal, Canada, 1990
- [ROB 98] J.S. Robach, D.E. Kramer, W.W. Gerberich – *Determining Yield Stress via measurement of nanoindentation plastic zone radii* – Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 552, 1998
- [SCH 72] J. M. Schissler - Thèse d'état, Nancy 1972
- [SCH 84] J. M. Schissler - 1st International Conference on ADI, Illinois (USA), Avril 1984
- [SCH 86] J. M. Schissler - Homme et fonderie, Avril 1986
- [SHI 96] C. S. Shieh & Co, – *Effect of nodule size and silicon content on tensile deformation. Behaviour of austempered spheroidal graphite cast iron at elevated temperatures* – AFS Transactions, 93 – 133, pp. 365 – 371, 1996
- [SIM 71] G. Simmons, H. Wang – *Single crystal elastic constants and calculated aggregate properties* – A. Handbook, 2<sup>emé</sup> edition, the MIT press, 1971

- [SUR 98] S. Suresh, A.E. Giannakopoulos – *A new method for estimating residual stresses by instrumented sharp indentation* – Acta mater. Vol. 46, N° 16, pp. 5755 – 5767, 1998
- [SUS 01] Susil K. Putatunda – *Development of austempered ductile cast iron (ADI) with simultaneous high yield strength and fracture toughness by a novel two-step austempering process* – Materials Science and Engineering, A 315, pp. 70 – 80; 2001
- [TRU 97] A. Trudel, M. Gagné – *Effect of composition and heat treatment parameters on the characteristics of austempered ductile iron* – Canadian Metallurgical Quarterly, Vol. 36, N° 5, pp. 289 – 298, 1997
- [VER 85] J. D. Verhoeven, A. Elnagar – *The physical metallurgy of cast iron*, New York 1985, pp. 387 – 398
- [VOI 89] W. Voigt – Wied. Ann 38 - 1989
- [VOI 89] W. Voigt, Wied. ANN. 38, 1989, pp. 573 – 587
- [WIE 87] K. Wierzbowski – *Some results of a theoretical study of plastic deformation and texture formation in polycrystal* – Scientific Bulletins of St. Staszic Academy in Mining and Metallurgy, n° 1132, Physic Bulletin 12, 1987
- [YAN 95] Yan Mi – *Effect of Cu, Mo, Si on the content of retained austenite of austempered ductile iron* – Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 32, N° 9, pp. 1313 – 1317, 1995
- [YIN 94] Yingcai Liu – *Etude de fontes G.S. bainitiques alliées de type "ADI". Stabilité de la structure "ausferritique" soit en cours de revenu, soit en condition d'usure abrasive* – Thèse de doctorat de l'Université de Nancy I, 1994
- [ZHA 88] X. J. Zhang, G. H. J. Bennett – *Rolling of ductile (SG) cast iron* – Ironmaking and steelmaking, Vol. 15, N° 6, pp. 323 – 328, 1988

## Evaluation et modélisation des contraintes résiduelles dans les fontes austéno-ferritiques à graphite sphéroïdal : influence du traitement thermique et thermomécanique

### Résumé :

Le développement des fontes à graphite sphéroïdal de type ADI (*Austempered Ductile Iron*) est une avancée importante dans la technologie des fontes ductiles. Ces propriétés sont comparables ou dans certains cas, supérieures à celles d'aciers forgés. L'utilisation de la fonte ADI pour l'industrie automobile présente plusieurs avantages comme par exemple : la flexibilité du design, une masse moins élevée, une très bonne résistance mécanique, une meilleure usinabilité et un coût de fabrication réduit.

Depuis une quinzaine d'années, la fonte austéno-ferritique fait l'objet d'études très variées, tant sur la théorie de la transformation, que sur les domaines d'application et sur les propriétés mécaniques. Pourtant, il reste des problèmes à élucider. On note ainsi : la stabilité thermique et thermomécanique de la structure austéno-ferritique, l'influence des éléments d'alliage sur les propriétés mécaniques, la cinétique de la transformation bainitique, l'influence des paramètres de traitement thermique sur la structure (phases en présence), sur l'état des contraintes résiduelles, etc.

Le travail réalisé porte sur l'étude des fontes austéno-ferritiques à graphite sphéroïdal, sur leur comportement élastoplastique et thermo élastique à l'aide de la diffraction des neutrons et de la diffraction classique de rayons X.

En connaissant les valeurs des contraintes résiduelles générées par les traitements thermiques ou thermomécaniques dans la réalisation des fontes ADI, en rapprochement avec un modèle mathématique (le modèle auto cohérent, dans notre cas) et autres méthodes d'investigation, nous pourrions ensuite envisager de prédire le comportement mécanique des fontes austéno-ferritiques à graphite sphéroïdal.

Mots clés : fonte ADI, traitement thermomécanique, diffraction de neutrons, contraintes résiduelles, modèle auto-cohérent.

## Evaluation and modelling of residual stresses in Austempered Ductile Iron: influence of thermal and termomechanical treatment.

### Abstract :

The development of *Austempered Ductile Iron* is an important advance in the cast iron technology. Its properties are comparable or superiors that of the forged steel. The using of ADI in automobile industry shows a lot of advantages as: design flexibility, a smaller weight, very good mechanical strength, good machinability and a reduced price of production.

The austempered ductile iron makes the object of various studies in the last fifteen years, as for the phase transformation theory than applications area or mechanical properties. Nevertheless there are a lot of problems to be solved: thermal and termomechanical stability of matrix, the influence of alloy elements on mechanical properties, kinetics of bainitic transformation, influence of thermal and termomechanical treatment parameters on the structure (each phases), on the residual stresses.

This work is based on the study of Austempered Ductile Iron, on theirs elastic and thermo elastic behaviour using neutron and X ray diffraction techniques.

Knowing the values of residual stresses generated by thermal or termomechanical treatment in ADI production, in agreement with a mathematic model (in our case, self consistent model), and other investigation methods, we will able to predict the behaviour of Austempered Ductile Iron.

Keywords: Austempered Ductile Iron, termomechanical treatment, neutron diffraction, residual stresses, self consistent model.