



**HAL**  
open science

## Détermination des contraintes résiduelles par diffractométrie X des couches biphasées. Application au cas de la cémentation

F. Bloquel, L. Barrallier, G. Bourse, J. Dürr

► **To cite this version:**

F. Bloquel, L. Barrallier, G. Bourse, J. Dürr. Détermination des contraintes résiduelles par diffractométrie X des couches biphasées. Application au cas de la cémentation. Journal de Physique IV Proceedings, 1996, 06 (C4), pp.C4-211-C4-217. 10.1051/jp4:1996419 . jpa-00254302

**HAL Id: jpa-00254302**

**<https://hal.science/jpa-00254302>**

Submitted on 4 Feb 2008

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## Détermination des contraintes résiduelles par diffractométrie X des couches biphasées. Application au cas de la cémentation

F. Bloquel, L. Barrallier\*, G. Bourse et J. Dürr

*Ecole des Mines de Douai, Département Matériaux Métalliques, 941 rue Charles Bourseul, BP. 838, 59508 Douai cedex, France*

*\* ENSAM, Laboratoire MécaSurf, 2 cours des Arts et Métiers, 13617 Aix-en-Provence cedex, France*

**Résumé :** L'objectif de ce travail est de déterminer par diffraction des rayons X les contraintes résiduelles dans les deux phases présentes en surface des aciers cémentés : la martensite et l'austénite résiduelle. Une caractérisation fondée sur la diffraction des rayons X (quantification de phases, mesures de paramètres de maille, contraintes résiduelles) permet d'obtenir des résultats nécessaires à la compréhension de la genèse des contraintes résiduelles de cémentation.

**Abstract :** The aim of this work is the X-ray determination of residual stresses in the two surface phases of carburized steels : martensite and retained austenite. A characterization, based on X-ray diffraction (retained austenite fraction, cell parameters measurements, residual stresses), allows the obtention of results which are necessary for the understanding of the residual stresses growth.

### INTRODUCTION

Les traitements thermo-chimiques superficiels sont couramment utilisés dans l'industrie pour des pièces soumises à des actions de contact et de fatigue. La cémentation consiste à enrichir en carbone la couche superficielle et à tremper ensuite l'acier, conduisant ainsi à une dureté élevée associée à des contraintes résiduelles de compression. L'apparition des contraintes est reliée aux variations de volume entre le coeur et la peau, induites par les transformations de phase lors de la trempe. La fraction volumique d'austénite retenue dans la couche martensitique conditionne alors le profil des contraintes près de la surface.

Au cours de ce travail, nous nous sommes essentiellement intéressés à l'étude de l'influence de l'austénite résiduelle dans les couches cémentées sur le profil des contraintes déterminé par diffraction des rayons X. Cette technique a permis une caractérisation assez large qui va de l'identification de phases à la détermination des contraintes résiduelles en passant par l'analyse de la texture et la quantification des phases en présence.

En ce qui concerne la détermination des contraintes résiduelles dans le cas d'alliages polyphasés, la diffractométrie X permet d'accéder uniquement à l'état mécanique de la phase considérée. L'originalité de cette étude est de déterminer les contraintes à la fois dans la martensite et dans l'austénite résiduelle alors que seule la martensite est généralement considérée. Connaissant les valeurs des contraintes dans les deux phases en présence, il est possible de remonter à la contrainte moyenne.

## 1. DETERMINATION DES CONTRAINTES RESIDUELLES PAR DIFFRACTION X

Le principe de la méthode de détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X est d'utiliser comme jauge de déformation la distance interréticulaire  $d_{hkl}$  d'une famille de plans cristallins  $\{hkl\}$ . Les contraintes sont calculées à partir de la mesure des déformations  $\varepsilon_{\phi,\psi}$  dans une direction  $\phi\psi$  par rapport à un repère attaché à la pièce. Dans le cas d'un matériau continu élastique homogène et isotrope, la relation déformation-contrainte s'écrit en négligeant les cisaillements :

$$\varepsilon_{\phi,\psi} = \frac{1}{2} (S_2)_{hkl} \sigma^\phi \sin^2 \psi + (S_1)_{hkl} (\sigma_1 + \sigma_2)$$

$\left(\frac{1}{2} S_2\right)_{hkl}$  et  $(S_1)_{hkl}$  sont les constantes élastiques radiocristallographiques dépendant du choix de la famille de plans diffractants et du matériau étudié.

L'utilisation de la diffraction des rayons X entraîne les conséquences suivantes : la méthode est non destructive et elle ne concerne que l'extrême surface du matériau.

Dans le cas des matériaux polyphasés, la diffraction des rayons X présente l'avantage, par rapport aux méthodes dites globales, de fournir des informations distinctes sur les diverses phases. Il existe dans ce cas deux sources de contraintes résiduelles : les macrocontraintes et les pseudo-macrocontraintes dues à la répartition inégale des déformations plastiques entre phases. Lorsqu'il est possible de déterminer les contraintes moyennes dans chaque phase  $\sigma^\alpha$  et  $\sigma^\beta$  pour un matériau biphasé  $\alpha/\beta$ , la macrocontrainte  $\sigma^m$  est donnée, à partir des fractions volumiques  $f_i$  des phases en présence, par la relation [1] :

$$\sigma^m = f_\alpha \sigma^\alpha + f_\beta \sigma^\beta$$

## 2. METHODES EXPERIMENTALES

### 2.1 Matériau étudié

L'acier étudié est un acier faiblement allié de nuance 16 NiCr 6 dont la composition chimique est reportée dans le tableau 1. Les échantillons, sous forme de « galettes » d'épaisseur 10mm, ont subi une cémentation à la température de 980°C suivie d'une trempe à l'huile. Selon les cas étudiés, un revenu d'une durée de 2h à 140°C a été effectué. Le profil de diffusion, consigné sur la figure 1 est obtenu à l'aide d'une lampe à décharge lumineuse associée à un spectromètre UV.

**Tableau 1** : Composition chimique en %pds  
Chemical composition in wt%

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Al	Cu
0.15	0.26	0.61	0.01	0.02	1.02	1.27	0.02	0.11

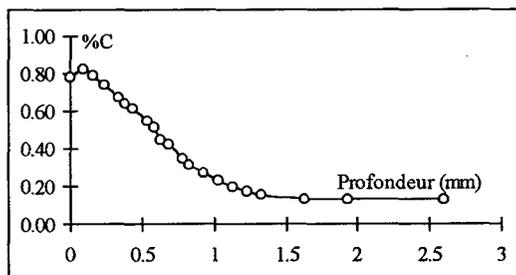


Figure 1 : Profil de diffusion du carbone  
Carbon wt% profile

## 2.2 Diffraction des rayons X

Toutes les mesures par diffraction des rayons X sont obtenues à partir de données recueillies sur un diffractomètre quatre cercles D5000 SIEMENS équipé d'un berceau d'Euler ouvert, en utilisant le rayonnement  $K\alpha$  du chrome. Cet appareillage permet à la fois l'identification de phases, l'analyse des textures et la détermination des contraintes résiduelles. Equipé d'un compteur à scintillations, les acquisitions sont possibles jusqu'à  $170^\circ(2\theta)$ .

### 2.2.1 Identification et quantification des phases

Lorsqu'un acier subit une trempe à partir du domaine austénitique, le temps nécessaire à la diffusion n'est pas suffisant. L'acier se transforme alors en martensite accompagnée, dans certains cas, d'austénite résiduelle. Les dimensions de la maille tétragonale centrée de la martensite dépendent de la teneur en carbone selon la relation :  $c/a = 1 + 0.045\%C$ .

L'austénite résiduelle présente une structure cubique à faces centrées.

Le diagramme de diffraction type obtenu sur un acier cémenté est présenté sur la figure 2.

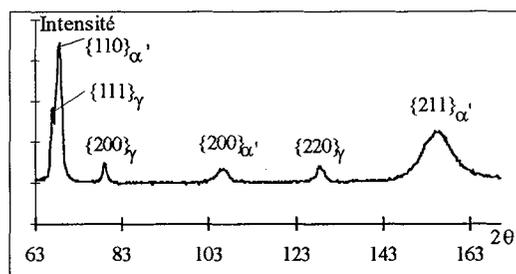


Figure 2 : Diagramme de diffraction d'un acier cémenté  
X-ray diffraction pattern of a case carburized steel

Il est nécessaire de quantifier la teneur en austénite résiduelle car cette phase influence fortement les propriétés d'emploi des aciers cémentés. L'analyse de la texture n'ayant pas révélé de forte orientation préférentielle [2], nous avons pu estimer les proportions relatives de

phases par diffraction des rayons X à partir des intensités intégrées de deux pics pour chaque phase :

- {200} et {211} pour la martensite
- {200} et {220} pour l'austénite résiduelle

### 2.2.2 Détermination des contraintes résiduelles

Les mesures sont effectuées en montage  $\psi$  sur la famille de plans {211} de la martensite diffractant à  $156^\circ(2\theta)$  et sur la famille de plans {220} de l'austénite diffractant à  $128^\circ(2\theta)$ , de manière à obtenir le plus de résolution possible. Les constantes d'élasticité radiocristallographiques sont calculées en utilisant le modèle de Kröner[3] :

$$- S_2^* = 11,66 \cdot 10^{-6} \text{MPa}^{-1} \text{ pour le pic } \{211\} \text{ de la martensite}$$

$$- S_2^* = 12,24 \cdot 10^{-6} \text{MPa}^{-1} \text{ pour le pic } \{220\} \text{ de l'austénite}$$

Afin de déterminer le gradient de contrainte en profondeur, il est nécessaire d'enlever successivement les couches superficielles. Un polissage électrolytique partiel de la surface permet de réaliser l'enlèvement de matière sans introduire de contraintes. Il est alors nécessaire de corriger les valeurs des contraintes déterminées expérimentalement pour retrouver celles qui existaient avant le polissage. Le principe de calcul a été défini par Moore et Evans [4], Castex l'a amélioré en prenant en compte l'enlèvement partiel de matière [5].

## 3. RESULTATS ET DISCUSSION

La caractérisation la plus couramment rencontrée dans le milieu industriel consiste en la réalisation du profil de microduretés Vickers Hv1 en profondeur des aciers cémentés. Ce profil permet, selon la norme NF A 04-202, de déterminer la profondeur conventionnelle de cémentation Hv550. Dans cette étude, la profondeur de cémentation est de 0,96mm pour l'échantillon brut de trempe et de 0,87mm pour l'échantillon ayant subi un revenu. Outre ces informations, les mesures de duretés nous permettent à la fois de constater la présence d'austénite résiduelle en surface ainsi que l'influence du revenu qui diminue la dureté de la couche (figure 3). En effet, un revenu en dessous de  $200^\circ\text{C}$  a pour effet de faire diffuser le carbone en sursaturation dans la martensite afin de former des carbures  $\epsilon$  [6]. Cette diffusion du carbone hors de la martensite se traduit donc par une diminution des distorsions du réseau et donc par une diminution de la dureté. Cependant, la caractérisation unique des aciers cémentés par la dureté est insuffisante pour expliquer le comportement métallurgique et mécanique du matériau.

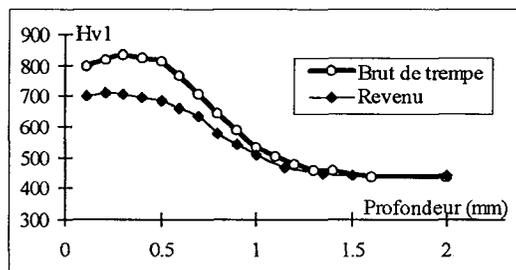


Figure 3 : Profils de dureté  
Hardness profiles

La caractérisation plus poussée des couches cémentées passe par l'estimation des fractions de phases en présence. Les mesures de fraction volumique d'austénite résiduelle révèlent une évolution en profondeur qui peut être reliée au profil de diffusion en carbone. Malgré la dispersion des mesures (figure 4), il est possible de constater une chute de la teneur en austénite résiduelle en surface que l'on peut mettre en parallèle avec la chute en carbone constatée sur la figure 1. En effet, une baisse de la teneur en carbone augmente la température de début de transformation martensitique ( $M_s$ ) et par conséquent la fraction d'austénite résiduelle  $F_a$  diminue selon la relation de Koistinen et Marburger [7]. Les mesures permettent aussi de constater qu'un revenu à 140°C ne déstabilise pas l'austénite résiduelle.

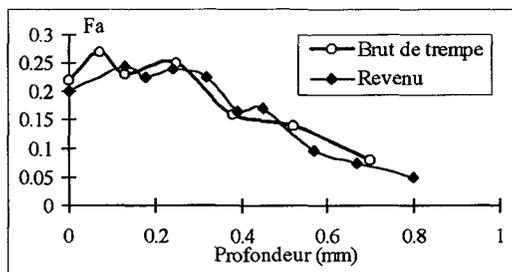


Figure 4 : Evolution de la fraction volumique d'austénite résiduelle  
Retained austenite volume fraction versus depth

Les rapports  $c/a$  présentés sur la figure 5 sont de bons indicateurs de l'évolution de la taille de la maille de martensite. Ils sont obtenus par déconvolution du pic  $\{110\}$  de la martensite qui est en réalité constitué d'un doublet 110/101 selon la relation :

$$\frac{c}{a} = \left( \frac{\left( \frac{d_{101}}{d_{110}} \right)^2}{2 - \left( \frac{d_{101}}{d_{110}} \right)^2} \right)^{1/2}$$

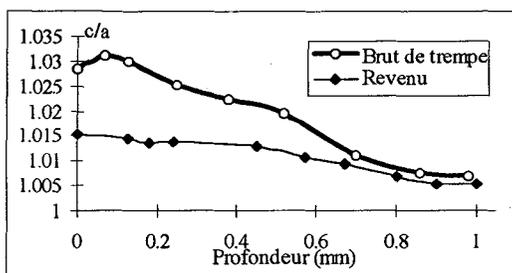


Figure 5 : Evolution du rapport  $c/a$   
 $c/a$  ratio versus depth

L'objectif majeur de ce travail est de déterminer les contraintes résiduelles par diffraction des rayons X dans les aciers cémentés. Il s'agit principalement de prendre en compte l'austénite résiduelle, communément omise dans le calcul des contraintes [8,9]. La figure 6 illustre les résultats obtenus dans les deux phases en présence. La description des contraintes dans la martensite, de la surface vers le cœur de la pièce, permet de mettre en évidence trois zones.

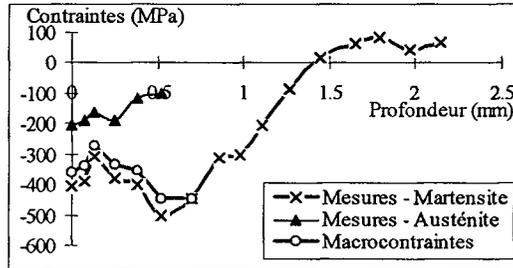


Figure 6 : Distribution des contraintes dans les deux phases  
Stresses distribution in martensite and retained austenite

Les contraintes mesurées en peau dans la phase martensitique sont en compression (-400MPa). L'amplitude des contraintes diminue dans le premier 1/10mm, cette évolution peut être corrélée à la teneur en austénite résiduelle et au rapport  $c/a$  (figures 4 et 5). Elle augmente ensuite pour atteindre une valeur maximale (-500MPa) vers 0,5mm. Dans cette plage, la présence d'austénite résiduelle en forte proportion vient s'opposer à l'effet de dilatation de la maille martensitique.

La détermination des contraintes résiduelles dans l'austénite est effectuée jusqu'à 0,5mm de profondeur car au delà, la proportion d'austénite est trop faible pour obtenir des résultats significatifs (figure 6). On remarque la présence de contraintes de compression dont le maximum, de -200MPa, se situe en surface et dont l'intensité diminue en profondeur. Cette dernière observation est liée à la chronologie de transformation qui s'effectue du cœur vers la surface de la pièce. La température de début de transformation martensitique diminuant du cœur vers la surface, la limite d'élasticité de l'austénite résiduelle en début de transformation augmente selon cette même direction. Cette description est confirmée par d'autres observations que nous avons effectuées et qui indiquent une plus forte plastification de l'austénite en sous-couche par rapport à la surface.

Entre 0,5 et 1,5mm de profondeur, l'amplitude des contraintes diminue. Dans cette zone, il y a de moins en moins d'austénite résiduelle et, l'effet des dilatations de la maille de martensite s'affaiblit en même temps que la teneur en carbone diminue (figures 1 et 5).

A cœur (profondeur > 1,5mm), les contraintes sont en traction et leur niveau est relativement faible (< 100MPa). Ces contraintes permettent d'assurer l'équilibre sur toute l'épaisseur de la pièce.

L'application de la "loi de mélange" pour le calcul de la macrocontrainte révèle que la détermination des contraintes résiduelles dans l'austénite affecte peu la courbe obtenue dans la martensite. Ce résultat est bien sûr dépendant de la fraction volumique d'austénite résiduelle.

L'influence du revenu sur les macrocontraintes est de diminuer l'intensité des contraintes de compression et de repousser la contrainte maximale vers le cœur (figure 7). Ceci est dû, d'une part, à l'appauvrissement en carbone de la martensite, et d'autre part, à la stabilité de l'austénite au cours du revenu.

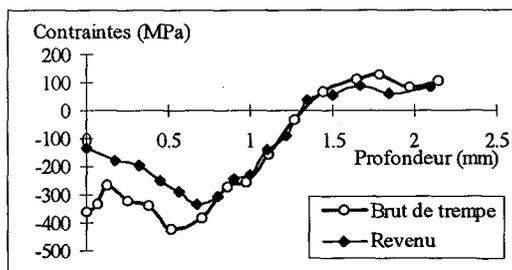


Figure 7 : Effet du revenu sur les contraintes résiduelles  
Effect of tempering on residual stresses

## CONCLUSION

La caractérisation d'un acier cémenté par diffraction des rayons X a permis de relier les mesures effectuées au profil de diffusion en carbone. Cela conduit à une description du profil des contraintes en relation avec la fraction volumique d'austénite résiduelle et le rapport  $c/a$ . Dans un même objectif, l'étude a révélé qu'un revenu de 2h à 140°C diminue l'intensité des contraintes de compression développées lors de la cémentation.

La détermination des contraintes résiduelles dans l'austénite influence peu le profil déterminé dans la martensite mais permet, en revanche, de compléter les connaissances sur la genèse des contraintes résiduelles dans les couches cémentées.

## Références

- [1] I.C. Noyan, J.B. Cohen, "An X-ray Diffraction Study of the Residual Stress-Strain Distributions in Shot-peened Two-phase Brass", *Materials Science and Engineering* **75** (1985) 179-193.
- [2] P. Guiraldencq, "Les possibilités actuelles de l'analyse aux rayons X de l'austénite résiduelle", VI<sup>ème</sup> Journée des Aciers Spéciaux, Toulouse le 8 Juin 1967.
- [3] - E. Kröner, "Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls", *Z. Phys.* **151** (1958) 504-518.
- [4] M. G. Moore, W.P. Evans, "Mathematical Correction for Stress in Removed Layers in X-Ray Diffraction Residual Stress Analysis", *SAE Transactions* **66** (1958) 340-345.
- [5] L. Castex, "Redistribution des contraintes dans une plaque après enlèvement de matière", Journée du Groupement Français pour l'analyse des contraintes par diffraction des rayons X, Aix-en-Provence 1984.
- [6] Y. Ohmori, I. Tamura, "Epsilon Carbide Precipitation during Tempering of Plain Carbon Martensite", *Met. Trans. A* **23A** (Oct; 1992) 2737-2751.
- [7] D.P. Koistinen, R.E. Marburger, "A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels, *Acta Metallurgica* **7** (1959) 59.
- [8] S. Preston, "Bending fatigue strength of carburising steel SS 2506", *Materials Science and Technology* **7** (1991) 105.
- [9] X. Hongbin, C. Qing and S. Eryu, "The effect of shot peening on rolling contact fatigue behavior and its crack initiation and propagation in carburized steel", *Wear* **151** (1991) 77-86.