

Université de Paris-Sud

Centre d'Orsay

HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

Spécialité Sciences Chimiques

Présentée par

Monica CERETTI

**APPORT DE LA DIFFRACTION DES NEUTRONS A L'ANALYSE DES
CONTRAINTES INTERNES**

Soutenue le 18 février 2004 devant la commission :

Michel Bessière	Rapporteur
Thierry Bretheau	
Charles Henri de Novion	
Alan Hewat	Rapporteur
Walter Reimers	Rapporteur
Alain Lodini	Invité

Ai miei gioielli : Matthias e Leonardo

Remerciements

Je tiens, tout d'abord, à remercier les directions, Charles Henri de Novion et José Teixeira, Pierre Monceau et Michel Alba, qui se sont succédés au Laboratoire Léon Brillouin, qui m'ont toujours soutenue dans mon travail. En particulier, j'exprime ma reconnaissance à Charles Henri de Novion qui a eu un rôle important dans le déroulement de ma carrière, et, en suivant de près la rédaction, il m'a fait part des ses précieux conseils et ses critiques enrichissantes.

Thierry Bretheau, Charles Henri de Novion, Alain Lodini ont accepté de faire partie de la commission de cette habilitation, et Michel Bessière, Alan Hewat et Walter Reimers ont bien voulu en être les rapporteurs ; je leur adresse mes sincères remerciements pour l'intérêt qu'ils ont témoigné à l'égard de mon travail.

Ce mémoire est une synthèse de quelques travaux menés au LLB sur l'apport de la diffraction de neutrons pour l'analyse des contraintes internes. Le texte s'appuie, en particulier, sur les thèses de Ronite Lévy-Tubiana et de Karina Hirschi, que je remercie sincèrement, ainsi que tous les autres étudiants qui ont contribué à ce travail.

Tout au long des ces années, l'ensemble de mon travail s'est nourri de nombreuses collaborations scientifiques ainsi que de soutiens amicaux. Je voudrai remercier vivement : Alain Menelle, Alain Cousson, Marie-Hélène Mathon, Jean-Claude Guézou, Thierry Baudin, Mirco Grosse, Ludovic Molliex et Jean-François Fromentin, Michele Marcantoni, Burkard Annighofer, Mike Fitzpatrick, Chedly Braham, Vincent Ji, Petr Lukas, Jean-Michel Sprauel, Jean-Pierre Lauriat, Erik Elkaim, Bernard Marini.

Je ne pourrais pas oublier de remercier chaleureusement tout le personnel administratif et technique du LLB pour leur sympathie, gentillesse et efficacité.

Enfin, un grand merci à Leonardo, à Matthias et à Werner, qui m'ont permis de rédiger cette habilitation dans de bonnes conditions...

Avant propos

La présentation de ce projet pour une habilitation à diriger des recherches s'articule autour de deux parties :

1. La 1^{ère} partie, « **dossier scientifique** », montre mes travaux de recherche effectués ces dernières années au Laboratoire Léon Brillouin, dans le domaine de la diffraction neutronique pour l'analyse des contraintes internes. Les perspectives, personnelles et de la technique, envisagées dans un futur proche, concluront cette partie ;
2. La 2^{ème} partie, « **dossier administratif** », comporte mon curriculum vitae, décrivant mon déroulement de carrière, mes activités d'enseignement et d'encadrement de chercheurs (stagiaires, thésards et post-docs) ainsi que mon implication dans plusieurs activités scientifiques (participation à des groupes de travail et comités scientifiques). Une liste exhaustive de mes travaux scientifiques (publications, mémoires, rapports, séminaires invités) conclura cette partie.

Table des matières

I *Dossier scientifique*

1	Introduction	1
2	Principes de la détermination des contraintes résiduelles et des déformations plastiques par diffraction des neutrons	7
2.1	Introduction	7
2.2	Evaluation des contraintes macroscopiques	7
2.3	Evaluation des microcontraintes : analyse des élargissements de profils des raies de diffraction	9
2.3.1	Déconvolution	10
2.3.2	Méthode de Warren-Averbach	11
2.3.3	Effet des hétérogénéités des déformations élastiques	13
2.3.4	Méthode sur un seul pic de diffraction	13
2.4	Relation des paramètres microstructuraux avec des paramètres macroscopiques	15
	Références	16
3	Matériaux Composites à Matrice Métallique	18
3.1	Introduction	18
3.2	Modèle pour l'évaluation des contraintes dans les composites	19
3.3	Evolution des contraintes dans un composite Al/SiCw en fonction de la température	20
3.4	Evolution des contraintes dans un composite Al/SiCp soumis à déformation plastique	22
3.4.1	Contraintes dans chaque phase macroscopique	22
3.4.2	Macrocontraintes	24
3.4.3	Contraintes microscopiques	26
3.4.4	Vérification de la relaxation	28
3.5	Conclusion	30
	Références	31

4	Evaluation des microdéformations	33
4.1	Introduction	33
4.2	Environnement instrumental	34
4.3	Validation de la méthode, comparaison avec les rayons X	35
4.4	Caractérisation des contraintes résiduelles et de l'écroutissage dans les zones proches de la pointe de fissure de fatigue dans un acier 316L	39
4.4.1	Contraintes internes élastiques	40
4.4.2	Déformations microscopiques locales	41
4.4.2.1	Diffraction des neutrons	41
4.4.2.2	Mesures au synchrotron	44
4.4.3	Conclusion	46
	Références	46
5	Autres travaux	47
5.1	Détermination des déformations élastiques dans les quartzites naturels	47
5.1.1	Mesures des déformations élastiques par diffraction des neutrons	48
5.1.2	Conclusion et perspectives	51
5.2	Etudes à caractère industriel	52
5.2.1	Standardisation de la technique de diffraction neutronique pour l'analyse des contraintes	52
5.2.2	Répartition des contraintes résiduelles dans le prototype des anneaux aubagés monoblocs en composite Ti/SiC	54
5.2.3	Mesure du champ radial de déformations dans un secteur de roue de train ICE	56
	Références	57
6	Construction au LLB d'un nouveau diffractomètre pour la détermination des contraintes	58
6.1.	Introduction	58
6.2	DIANE : le Diffractomètre Italo-Français pour l'Analyse Neutronique des Efforts au Laboratoire Léon Brillouin	60
6.3	Conclusion	63
	Références	64
7	Avenir de la technique de diffraction neutronique pour l'analyse des contraintes internes dans les matériaux	65
7.1	Introduction	65
7.2	La source neutronique européenne de troisième génération et son impact sur la technique de mesure des contraintes par neutrons	66

7.2.1	Une stratégie pour la neutronique internationale	66
7.2.2	Le projet ESS	67
7.2.3	Pourquoi une source neutronique à haut flux de troisième génération ?	68
7.2.4	Comparaison des techniques monochromatique et de temps de vol pour l'analyse des contraintes	69
7.2.5	Le spectromètre « contrainte » de troisième génération	70
7.3	Comparaison rayonnement synchrotron/neutrons pour l'analyse des contraintes internes	71
7.4	Accès des industriels aux mesures des contraintes par diffraction sur les grands instruments	74
	Références	75
8	Perspectives de recherche	77
II. Dossier administratif		
	Curriculum Vitæ	84
	Activité professionnelle	86
	Activité d'enseignement	87
	Encadrement des chercheurs	89
	Autres activités et responsabilités	92
	Collaborations	93
	Liste des publications et travaux	94

Première partie

Dossier scientifique

Chapitre 1

Introduction

Les contraintes résiduelles sont des contraintes internes qui existent pour un système isolé non soumis à des forces extérieures et en équilibre mécanique et thermique [1.1] ; elles sont présentes dans tous les matériaux, les composants et dans toute structure d'importance technologique. Ces contraintes sont généralement dues aux incompatibilités locales engendrées par des déformations plastiques, ou induites par une variation de volume, la dilatation ou la contraction thermique. Elles sont souvent introduites dans un matériau lors de son élaboration, ou dans les composants, comme conséquence des procédés de fabrication, des traitements technologiques ou du fonctionnement en service. Suivant l'échelle à laquelle on considère le matériau, on parle de contraintes résiduelles macroscopiques ou du 1^{er} ordre (homogènes sur plusieurs grains), mésoscopiques ou du 2^{ème} ordre (homogènes sur un grain ou sur une phase) et microscopiques ou du 3^{ème} ordre (homogènes sur quelques distances interatomiques) [1.2]. Dans le cas de matériaux réels, l'état des contraintes résiduelles résulte de la superposition de ces trois ordres de contraintes. Celles-ci s'ajoutent aux contraintes appliquées en service et elles peuvent ainsi avoir des conséquences importantes, néfastes ou bénéfiques, sur les performances, la sûreté et la fiabilité du matériau ou du composant. Il est alors nécessaire de prendre en compte l'état de contraintes résiduelles dans la conception des composants. Malgré les techniques analytiques et de calcul modernes, il est bien plus difficile de prédire et de modéliser les contraintes résiduelles que les contraintes de service d'un composant. Pour cette raison il est important d'avoir des méthodes expérimentales fiables pour l'évaluation des contraintes résiduelles et de comprendre le niveau d'information que l'on peut en obtenir.

Les méthodes d'analyse des contraintes résiduelles se divisent grossièrement en trois catégories : les méthodes mécaniques, de diffraction et physiques (Tableau 1.1) [1.3].

Méthode	Pénétration	Résolution spatiale	Précision sur la contrainte*	Caractéristiques
Trou incrémental	≈1,2xdiamètre du trou	50 μm en profondeur	± 50 MPa	Mesures dans un plan des contraintes du 1 ^{er} ordre - semi-destructive
Diffraction des rayons X classiques (jauge de déformation atomique)	< 50 μm (Al) ; < 5 μm (Ti); < 1mm (Fe) (si polissage)	1 mm latérale, 20 μm en profondeur	± 20 MPa, limité par les non-linéarités dans le sin ² ψ ou par les conditions de surface	Non destructive seulement pour l'analyse de surface ; sensible à la préparation de la surface. Contraintes de 1 ^{er} , 2 ^{ème} et 3 ^{ème} ordre
Diffraction des rayons X durs (jauge de déformation atomique)	50 mm (Al)	20 μm latéral et 1 mm parallèle au faisceau	± 2-5 MPa limité par la taille des grains dans le volume analysé	Contraintes de 1 ^{er} , 2 ^{ème} et 3 ^{ème} ordre. Non destructive, mais seulement déformations
Diffraction des neutrons (jauge de déformation atomique)	200 mm (Al), 30mm (Fe), 4mm (Ti)	500 μm	± 7-20 MPa, limité par la statistique de comptage et la fiabilité de la référence	Contraintes de 1 ^{er} , 2 ^{ème} et 3 ^{ème} ordre. Tenseur complet des contraintes
Ultrasons	> 10 cm	5 mm	10%	Sensible à la microstructure. Contraintes de 1 ^{er} , 2 ^{ème} et 3 ^{ème} ordre
Magnétiques	10 mm	1 mm	10%	Sensible à la microstructure. Pour matériaux magnétiques seulement. Contraintes de 1 ^{er} , 2 ^{ème} et 3 ^{ème} ordre
Raman	< 1μm	< 1μm env.	Δλ≈0.1cm ⁻¹ =50MPa	Contraintes de 1 ^{er} et 2 ^{ème} ordre

Tableau 1.1 : Méthodes pour l'analyse des contraintes et leurs principales caractéristiques.

Avec les méthodes mécaniques, de la matière est enlevée au composant par cisaillement ou par forage, elles sont alors complètement ou partiellement destructives. Les méthodes physiques sont généralement non-destructives et comprennent des méthodes acoustiques, magnétiques et optiques : elles sont sensibles à la microstructure et limitées aux matériaux magnétiques (dans le cas des méthodes magnétiques). Les méthodes par diffraction comprennent les méthodes de diffraction des rayons X (classiques ou rayonnement synchrotron) et des neutrons.

*La précision sur la contrainte est donnée par la précision sur la déformation mesurée et par la valeur du module de Young du matériau.

Toutes ces méthodes ont leurs avantages et leurs limites, mais il est évident que les neutrons, par leur pouvoir de pénétration dans la plupart des matériaux (qq. cm), permettent :

- (i) d'obtenir des informations à l'intérieur même de la pièce ;
- (ii) la détermination du tenseur complet des contraintes ;
- (iii) l'évaluation des contraintes dans chaque phase d'un matériau polyphasé.

La limitation de cette technique est liée à son coût et à la difficulté d'accès aux sources neutroniques.

La faisabilité de la diffraction de neutrons pour l'analyse des contraintes a été démontrée dans les années 1980 : les premières expériences visaient surtout à la validation de la méthode sur des échantillons dont le champ de déformation était connu. Les résultats de ces premières expériences furent très encourageants et la méthode fut rapidement appliquée à des problèmes d'importance pratique. Au fil des années, le champ d'investigation n'a cessé de s'élargir et aujourd'hui la diffraction neutronique appliquée à l'évaluation des contraintes internes est devenue une technique assez utilisée dans le domaine de la science des matériaux.

Depuis une dizaine d'années, le Laboratoire Léon Brillouin s'est engagé dans le développement de cette méthode et un diffractomètre, « DIANE », entièrement dédié à la détermination des contraintes internes par diffraction neutronique, a été construit, dont j'assume la responsabilité scientifique et technique depuis le début.

Cet appareil, actuellement unique en France, est ouvert aux chercheurs des communautés nationale et européenne, après évaluation d'un projet écrit. Il est utilisé pour des travaux de recherche propre (en particulier thèses), pour des projets d'utilisateurs extérieurs, et pour répondre aux demandes d'industriels (contrats).

Mon activité de recherche au LLB, est essentiellement liée à la détermination des contraintes par diffraction neutronique et au développement de cette technique au niveau fondamental ainsi qu'instrumental. Parmi les principaux travaux effectués ces dernières années, dans ce mémoire je focaliserai l'attention sur:

1. Les études effectuées sur les matériaux composites à matrice métallique (alliages d'aluminium renforcés avec des fibres en carbure de silicium) pour la compréhension de leur comportement élasto-plastique et de l'évolution des contraintes internes. Ces études sont la suite et l'approfondissement des mes travaux de thèse;
2. Les études théoriques et expérimentales pour la détermination des paramètres microstructuraux (taille des domaines cohérents de diffraction D et microdéformations $\langle \epsilon \rangle$) par diffraction des neutrons. Il s'agit d'un sujet tout à fait nouveau ;

3. L'application de la diffraction neutronique pour l'analyse des contraintes dans les matériaux géologiques, et l'ouverture de la technique au monde industriel ;
4. Le développement instrumental du diffractomètre « contrainte » du LLB pour satisfaire à toutes les conditions requises à l'analyse des contraintes par diffraction neutronique et le rendre ainsi compétitif au niveau international ;
5. Mon implication dans un groupe international de travail, lié au comité scientifique consultatif (Scientific Advisory Comitee) du projet de source européenne de troisième génération ESS (« European Spallation Source »), pour la définition des nouveaux thèmes scientifiques ainsi que de l'instrumentation nécessaire à leur réalisation.



1. Les matériaux composites à matrice métallique connaissent une évolution de plus en plus importante, car ils offrent de nouvelles combinaisons des propriétés mécaniques et thermiques (améliorations de rigidité, de tenue mécanique, de comportement à la dilatation et de résistance à l'usure). Les composites les plus étudiés sont les composites à matrice d'aluminium renforcée par fibres (whiskers) ou par des particules de carbure de silicium. Lors de la fabrication des CMM ou lorsqu'ils sont portés à haute température et refroidis à température ambiante, il y a apparition de contraintes résiduelles dans la matrice et dans les fibres, en raison de la différence significative entre les deux coefficients de dilatation thermique. Ces contraintes résiduelles peuvent avoir des effets indésirables sur les propriétés mécaniques et sur le comportement à la fatigue des matériaux. L'objectif principal de nos études est de déterminer les contraintes résiduelles d'origine thermique et leur évolution au cours des traitements élasto-plastiques (traction uniaxiale et flexion 4 points). Les contraintes déterminées expérimentalement sont en accord avec les résultats prédits par un modèle basé sur la théorie d'Eshelby (chapitre 3).

2. La technique de la diffraction neutronique a connu ces dernières années une évolution rapide et une importante croissance pour l'évaluation des contraintes macroscopiques (du 1^{er} ordre), liées aux déformations élastiques interréticulaires qui entraînent un déplacement de la position angulaire du pic de diffraction. Par contre, la détermination des contraintes microscopiques (de 3^{ème} ordre), directement liées à la densité et à la répartition des défauts (principalement des dislocations) à l'intérieur du réseau cristallin et qui entraînent un élargissement du pic de diffraction, reste encore au stade préliminaire et limitée principalement aux rayons X. Nous avons étendu l'analyse des profils de diffraction aux neutrons. Pour cela nous avons amélioré le diffractomètre « contraintes », pour obtenir une haute résolution instrumentale, permettant l'analyse de l'élargissement des pics de diffraction. Ceci nous a permis d'étudier, par diffraction neutronique (complétée par des expériences de diffraction des

rayons X (rayonnement synchrotron)), l'état des contraintes résiduelles macroscopiques et l'état microstructural associé dans les zones proches de la pointe de fissure de fatigue dans un acier 316L, employé dans l'industrie nucléaire (chapitre 4).

3. L'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des neutrons concerne jusqu'à présent essentiellement les matériaux métalliques. Mais le potentiel d'application de cette technique est plus vaste et nous l'avons appliqué à d'autres domaines de recherche, notamment la géologie. En particulier, l'attention est focalisée sur les quartzites déformés naturellement, reconnus comme indicateurs sensibles de la déformation dans les roches métamorphiques, dans le but d'établir une relation entre leur microstructure, leur texture et leur déformation (chapitre 5).

Pour ouvrir la technique de la diffraction des neutrons pour l'analyse des contraintes à la communauté industrielle, nous nous sommes engagés dans un programme international (**VAMAS**, TV20) qui vise à standardiser la technique en fixant des protocoles de mesure. En parallèle, nous avons développé avec des partenaires industriels plusieurs programmes de travail (chapitre 5).

4. Pendant longtemps, les études de caractérisation des contraintes par diffraction des neutrons ont été effectuées « en parasite » sur des appareils conçus pour des études de structures cristallines ou magnétiques, qui n'étaient pas optimisés pour ce type de mesure. C'est seulement récemment que des diffractomètres entièrement dédiés à l'analyse des contraintes par diffraction neutronique ont été conçus et réalisés pour répondre à toutes les exigences de ce type d'analyse et donc utiliser pleinement le potentiel de cette technique. Dans les dernières années, en collaboration avec l'INFM (Istituto Nazionale per Fisica della Materia, Italie), nous avons conçu et construit au LLB un nouveau diffractomètre entièrement dédié à l'analyse des contraintes (chapitre 6). Il a été dessiné pour répondre aux exigences suivantes : (i) bonne résolution spatiale; (ii) positionnement précis de l'échantillon dans les trois directions orthogonales xyz et (iii) espace suffisant pour la manipulation et l'analyse des pièces volumineuses et complexes. Combinée à tous ces aspects, une bonne résolution instrumentale est obtenue grâce à un large angle de « take-off » du monochromateur, et un gain en temps d'acquisition des données, avec un détecteur à localisation.

5. Le chapitre 7 est dédié à une prospective sur la technique d'analyse des contraintes par diffraction des neutrons, en relation avec les projets internationaux de sources neutroniques de troisième génération et en comparaison avec la diffraction du rayonnement synchrotron, qui est en train de s'affirmer comme une technique complémentaire aux neutrons dans ce domaine. L'amélioration de l'accès des industriels à cette technique est un aspect important pour son développement ultérieur : nous proposons quelques pistes dans ce sens.

En conclusion, le chapitre 8 est consacré aux perspectives personnelles de travail, comme approfondissement des thèmes scientifiques déjà abordés mais aussi comme développement de nouvelles thématiques de recherche.

Références

- [1.1] T. Mura, *Micromechanics of Defects in Solids*, Martinus Nijhoff Publishers, the Hague, Netherlands, 1982
- [1.2] E. Macherauch , K. H. Kloss, *Proc. of the Int. Conf. on Residual Stresses*, Garmish-Partenkirchen (FRG), pp. 3-26, 1986
- [1.3] P.J. Withers, H.K.D.H. Bhadeshia, *Mat. Science and Tech.*, vol. 17, April 2001, 355-365

Chapitre 2

Principe de la détermination des contraintes résiduelles et des déformations plastiques par diffraction des neutrons

2.1 Introduction

Nous rappelons que les contraintes résiduelles sont usuellement divisées en trois catégories :

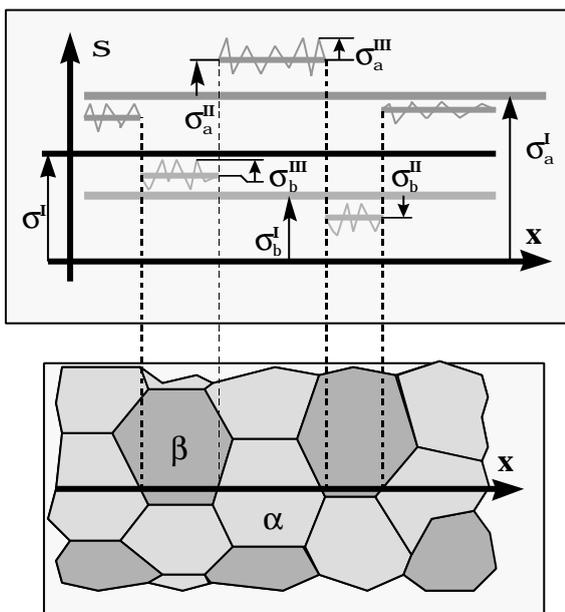


Figure 2.1 : Définition schématique des différents ordres des contraintes dans un matériau biphasé.

1. Les contraintes macroscopiques, ou du 1^{er} ordre (σ^I), qui induisent un déplacement du pic de diffraction ;
2. Les contraintes mésoscopiques (ou aussi pseudo-macroscopiques), ou du 2^{ème} ordre (σ^{II}), qui induisent un déplacement et un élargissement du pic de diffraction ;
3. Les contraintes microscopiques, ou du 3^{ème} ordre (σ^{III}), qui induisent un élargissement du pic de diffraction.

Dans ce chapitre, nous allons brièvement rappeler les principes de la technique de la diffraction des neutrons pour la détermination des contraintes macroscopiques et microscopiques.

2.2 Evaluation des contraintes macroscopiques

Les contraintes résiduelles macroscopiques sont calculées à partir des déformations mesurées en utilisant un modèle mécanique. Le principe de la mesure des déformations par diffraction des neutrons est fondé sur l'évaluation précise de la distance inter réticulaire d_{hkl} d'une famille de plans de diffraction $\{hkl\}$, qui agit alors comme une jauge de déformation [2.1-2.4]. En effet,

sous l'effet de la contrainte la distance initiale, $d_{0(hkl)}$ va varier de Δd . En différentiant la loi de Bragg, à longueur d'onde constante, la mesure de la déformation peut être reliée à la mesure du déplacement ($\Delta 2\theta$) de la position angulaire (2θ) de la raie de diffraction correspondant à la famille de plans $\{hkl\}$ par rapport à sa position de référence ($2\theta_0$) :

$$e = \left(\frac{d - d_0}{d_0} \right)_{hkl} = \left(\frac{\Delta d}{d_0} \right)_{hkl} = -\frac{1}{2} \cot \theta_0 * (\Delta 2\theta) \quad (2.1a)$$

Pour un angle de diffraction donné, la différentiation de la loi de Bragg donne la déformation interplanaire en fonction de la longueur d'onde (λ) (ou du temps de vol (t) des neutrons entre le modérateur et le détecteur dans une source à spallation) :

$$\varepsilon = \left(\frac{d - d_0}{d_0} \right)_{hkl} = \left(\frac{\Delta d}{d_0} \right)_{hkl} = \frac{\Delta \lambda}{\lambda} \left(= \frac{\Delta t}{t} \right) \quad (2.1b)$$

En diffraction des neutrons, le volume à analyser dans l'échantillon est défini par l'intersection des faisceaux incident et diffracté. La taille de ce volume est donnée par des masques en Cadmium situés sur les deux faisceaux (figure 2.2). La déformation mesurée est donc une

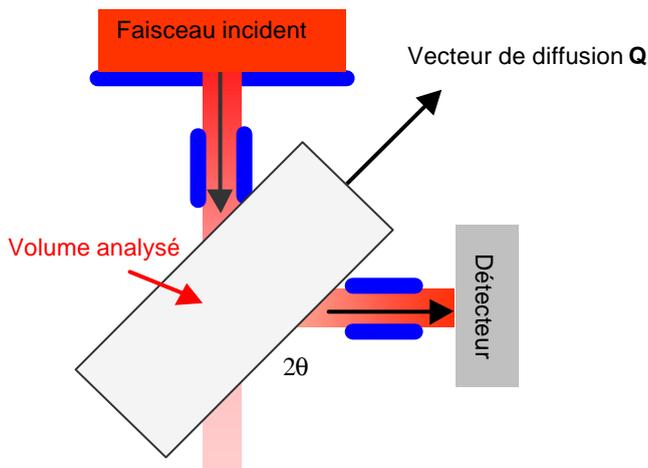


Figure 2.2 : Définition du volume d'analyse à l'intérieur d'un échantillon dans une expérience d'analyse des contraintes par diffraction neutronique.

déformation moyenne sur le volume diffractant. Pour avoir une bonne définition du volume sonde, on travaille généralement à un angle de diffraction de l'échantillon 2θ proche de 90° , pour lequel on obtient un bon compromis entre la résolution spatiale et la précision de la mesure. La direction de mesure de la déformation est la direction du vecteur de diffusion \mathbf{Q} , normal aux plans $\{hkl\}$ considérés.

Par convention, l'orientation de \mathbf{Q} par rapport au repère de l'échantillon est définie par les angles ϕ et ψ illustrés sur la figure 2.3.

A partir des lois de la mécanique des milieux continus (loi de Hooke généralisée) et en supposant le matériau élastique homogène et isotrope, la déformation mesurée ($\varepsilon_{\phi\psi}$) selon la direction $\mathbf{Q}(\phi, \psi)$ est reliée aux composantes du tenseur des contraintes (σ) définies dans le repère de l'échantillon P_1, P_2, P_3 .

$$e_{fy} = \left(\frac{1}{2}S_2\right)_{hkl}(s_{xx} \cos^2 f \sin^2 y + s_{yy} \sin^2 f \sin^2 y + s_{zz} \cos^2 y + s_{xy} \sin 2f \sin^2 y + s_{xz} \cos f \sin 2y + s_{yz} \sin f \sin 2y) + (S_1)_{hkl}(s_{xx} + s_{yy} + s_{zz}) \quad (2.2)$$

où $\left(\frac{1}{2}S_2\right)_{hkl}$ et $(S_1)_{hkl}$ représentent les constantes élastiques de diffraction, liées aux grandeurs caractéristiques du matériau par les relations suivantes :

$$S_1(hkl) = -\frac{\nu_{hkl}}{E_{hkl}} \quad \text{et} \quad \frac{1}{2}S_2(hkl) = \frac{1+\nu_{hkl}}{E_{hkl}} \quad (2.3)$$

E_{hkl} et ν_{hkl} représentent respectivement le module de Young et le coefficient de Poisson pour un plan (hkl) bien défini. Les constantes élastiques de diffraction permettent de tenir compte de l'anisotropie élastique des plans diffractants. Il existe de nombreux modèles théoriques permettant de calculer ces constantes à partir des caractéristiques mécaniques du monocristal [2.5-2.10]. Ces constantes peuvent être aussi déterminées expérimentalement.

L'expression (2.2) représente l'équation fondamentale de l'analyse des contraintes par diffraction. Dans le cas général, les six composantes du tenseur des contraintes peuvent être calculées par régression multilinéaire au sens des moindres carrés, à partir d'au minimum six directions indépendantes (ϕ, Ψ).

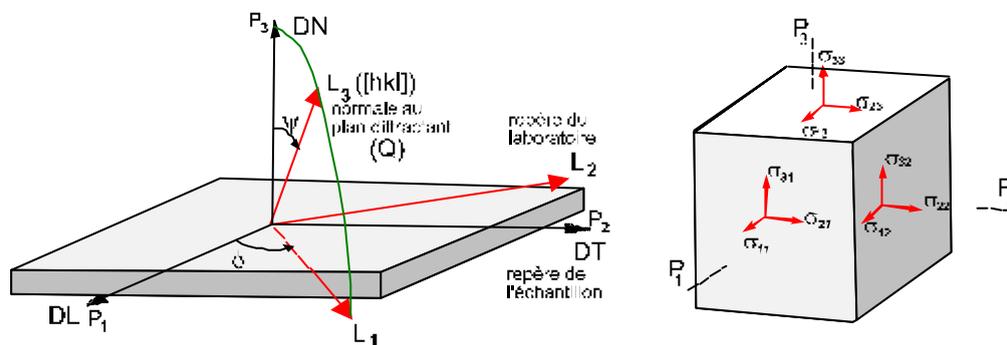


Figure 2.3 : Systèmes de coordonnées et notations habituellement utilisés en mesure de déformation par diffraction. L et P sont respectivement les repères du laboratoire (repère de la mesure) et de l'échantillon.

2.3 Evaluation des microcontraintes : analyse des élargissements de profils de raies de diffraction

Les perturbations élastiques locales du réseau cristallin (microcontraintes ou contraintes de 3^{ème} ordre), associées aux défauts cristallographiques (dislocations, défauts ponctuels ou plans), se traduisent par un élargissement et par une modification de la forme des pics de diffraction.

Le premier modèle permettant une analyse fine de l'élargissement des pics de diffraction X a été proposé au début des années 50 par Warren et Averbach, pour les matériaux polycristallins

[2.11]. Divers modèles ont été ensuite développés pour quantifier les composantes de l'élargissement des pics de diffraction [2.20-2.24, 2.27].

L'élargissement du pic de diffraction pour un matériau polyphasé est lié en général aux phénomènes suivants [2.11] :

- *l'élargissement instrumental* qui dépend de la géométrie des faisceaux incident et diffracté (taille et divergence du faisceau) et de la distribution spectrale du rayonnement incident ;
- *l'hétérogénéité de la composition chimique dans le matériau*, qui se traduit par une distribution des distances interréticulaires ;
- *l'hétérogénéité des déformations des domaines cohérents*. Cette hétérogénéité a pour origine l'anisotropie élastique des cristallites et les incompatibilités plastiques des déformations ;
- *la taille des domaines cohérents de diffraction et l'hétérogénéité des déformations élastiques internes* (distorsions).

2.3.1 Déconvolution

Le profil observé $h(2\theta)$ est la convolution de deux fonctions : une fonction $f(2\theta)$ due à la microstructure de l'échantillon et une fonction $g(2\theta)$ qui caractérise l'élargissement instrumental :

$$h(2\theta) = g(2\theta) * f(2\theta) \quad (2.4)$$

Avant toute analyse, une correction de l'élargissement instrumental doit être alors effectuée.

La transformée de Fourier d'une fonction exprimée par un produit de convolution est le produit simple des transformées de Fourier des fonctions convoluées:

$$F(n) = H(n)G(n) \quad (2.5)$$

où $F(n)$, $H(n)$ et $G(n)$ sont respectivement les coefficients de Fourier normalisés ($F(0)=H(0)=G(0)=1$) des profils f , h et g , et n est l'harmonique de Fourier. Le profil f qui nous intéresse peut être reconstitué à partir de ses coefficients de Fourier (méthode proposée par Stokes [2.14]).

Les coefficients de Fourier peuvent être déterminés également en lissant chaque profil de diffraction par une fonction mathématique qui est ajustée aux données expérimentales par une optimisation aux moindres carrés (méthode proposée par J.M. Sprauel [2.26-2.27]).

Dans les méthodes de largeur intégrale β pour l'analyse des profils, des fonctions symétriques sont très souvent utilisées pour modéliser les profils. Les premières fonctions proposées ont été des fonctions de Gauss et de Cauchy-Lorentz [2.13]. Plusieurs fonctions, combinaisons des deux formes limites Gaussienne et Lorentzienne, décrivent souvent mieux les profils de raies [2.17]. Ces fonctions sont répertoriées dans le tableau 2.2. La fonction de Voigt [2.16] est la

convolution de deux distributions limites: une Lorentzienne de largeur intégrale β_L et une Gaussienne de largeur intégrale β_G . La fonction de Pseudo-Voigt [2.22] est la sommation de composantes Lorentzienne et Gaussienne avec une proportion de mélange η qui varie entre deux valeurs limites 0 et 1. La fonction de Pearson VII [2.18] est dérivée d'une Lorentzienne avec le facteur de forme m , elle devient une Lorentzienne quand m est égal à 1 et une Gaussienne quand m tend vers l'infini. Dans notre étude, nous avons utilisé les fonctions de Voigt et pseudo-Voigt.

Fonction	Expression analytique	Paramètres
Gauss (G)	$I_0 \exp(-\pi x^2 / \beta_G^2)$	$2\theta, \beta_G$
Cauchy-Lorentz (C)	$I_0 (1 + (\pi x / \beta_C)^2)^{-1}$	$2\theta, \beta_C$
Voigt (V)	$I_0 \int C(z)G(x-z)dz$	$2\theta, \beta_G, \beta_C$
Pseudo-Voigt (pV)	$I_0 (\eta C(x) + (1-\eta)G(x))$	$2\theta, \beta_G, \beta_C, \eta$
Pearson VII (PVII)	$I_0 (1 + x^2 / ma^2)^{-m}$ $1 \leq m \leq \infty,$ $a = \frac{\beta \Gamma(m)}{((m\pi)^{1/2} \Gamma(m-1/2))}$	$2\theta, \beta, m$ (Γ est la largeur à mi-hauteur)

Tableau 2.2 : Fonctions généralement utilisées pour modéliser les profils de diffraction [2.13, 2.15-2.18]

La déconvolution pour les fonctions décrites précédemment peut être effectuée à l'aide de relations simples entre les largeurs des profils h , g , et f [2.16]. Par exemple, si h , f et g sont des fonctions de Voigt, les composantes β_{fG} et β_{fC} s'expriment par :

$$\beta_{fC} = \beta_{hC} - \beta_{gC} \quad \text{et} \quad \beta_{fG}^2 = \beta_{hG}^2 - \beta_{gG}^2 \quad (2.6)$$

Différentes techniques numériques sont également utilisées pour effectuer la déconvolution des profils présentés sous la forme de valeurs discrétisées :

$$g * f_{(i)} = \sum_{j=-n}^{+n} g_{(i-j)} f_{(j)} \quad (2.7)$$

2.3.2 Méthode de Warren-Averbach

Warren et Averbach [2.11] ont proposé une méthode générale pour traiter le problème d'une poudre pour laquelle l'élargissement est simultanément dû à la taille des particules et à la présence des déformations. En considérant chaque domaine cohérent de diffraction comme un

ensemble de colonnes de mailles orthorhombiques, fictives, de longueur L et perpendiculaires aux plans de réflexion, le profil d'une raie de diffraction peut être représenté sous la forme d'une série de Fourier suivante:

$$f(s) = K \sum_{\ell=-\infty}^{\infty} (A(\ell, s_n) \cos(2\pi\ell\Delta s) + B(\ell, s_n) \sin(2\pi\ell\Delta s)) \quad (2.8)$$

où K est une constante, $\Delta s = s - s_n = 2(\sin\theta - \sin\theta_n)/\lambda$, (s_n est le centre du pic), et ℓ est une distance normale aux plans de diffraction. La moyenne des longueurs L des colonnes est la taille moyenne D des domaines cohérents de diffraction ($\langle L \rangle = D$).

Dans le cas où les pics de diffraction sont symétriques (métaux cubiques centrés et matériaux à énergie de défaut d'empilement élevée), la partie imaginaire $B(\ell, s_n)$ de l'équation (2.8) est supposée nulle.

Si on considère les domaines cohérents comme un ensemble de colonnes de mailles orthorhombiques, fictives, de longueur L , on peut montrer que le coefficient $A(\ell, s_n)$ est le produit d'un coefficient $A^S(\ell)$, lié à l'effet de taille, et d'un coefficient $A^D(\ell, s)$ relatif à la distorsion (déformation) de ces domaines:

$$A(\ell, s) = A^S(\ell) A^D(\ell, s) \quad (2.9)$$

Le coefficient de taille est réel et indépendant de l'ordre de la réflexion, contrairement au coefficient de distorsion. En particulier, $A^S(\ell)$ est déterminé par la distribution des longueurs des colonnes $p(L)$:

$$A^S(\ell) = \frac{1}{\langle L \rangle} \int_{|\ell|}^{\infty} (L - |\ell|) p(L) dL \quad (2.10)$$

Le coefficient de distorsion est déterminé par :

$$A^D(\ell, s) = \int_{-\infty}^{\infty} p(e_\ell) \cos(2\pi\ell s e_\ell) de_\ell \quad (2.11)$$

où $p(e_\ell)$ est la distribution des déformations des colonnes.

Pour ℓ et s petits, le développement limité des cosinus des coefficients $A^D(\ell, s)$ (équation 2.11) conduit à l'équation suivante:

$$\ln[A^D(\ell, s)] \approx -2\pi^2 \ell^2 s^2 \langle e_\ell^2 \rangle \quad (2.12)$$

où $\langle e_\ell^2 \rangle$ est la moyenne quadratique de la distorsion.

La représentation graphique des logarithmes des coefficients $A(\ell, s_n)$ en fonction de s permet d'évaluer A^S et $\langle e_\ell^2 \rangle$, si au moins deux ordres de la même réflexion sont disponibles.

2.3.3 Effet des hétérogénéités des déformations élastiques

Comme il a été décrit plus haut, l'analyse de Warren et Averbach permet de quantifier séparément les effets de taille et de distorsion des domaines cohérents de diffraction (DCD). Cette méthode ne tient pas compte de l'effet des Hétérogénéités des Déformations Élastiques (HDE) entre les DCD. Ces hétérogénéités des déformations sont principalement dues à une hétérogénéité des caractéristiques mécaniques des cristallites (anisotropie de comportement élastique) et à l'incompatibilité des déformations plastiques qui peut exister entre des cristallites d'orientations différentes.

L'influence des HDE entre les cristaux d'un polycristal sur l'élargissement des pics de diffraction des rayons X a été étudiée par P. Marbely et J.M. Sprauel [2.26-2.27]. Pour traduire l'état d'hétérogénéité des déformations élastiques internes au volume diffractant, de nouveaux termes sont introduits dans le modèle de type Warren-Averbach. En supposant que le profil de diffraction $f(x)$ a une forme de Voigt, on peut obtenir une expression de ces paramètres en fonction des trois paramètres d'analyse microstructurale $\langle D \rangle$, ε_0 et ε_1 :

$$\begin{aligned}\beta_C &= \frac{1}{2 \langle L \rangle} + \pi^2 s_n^2 \langle \varepsilon_1^2 \rangle \\ \beta_G &= \frac{1}{\sqrt{2\pi} \langle L \rangle} + s_n \sqrt{2\pi \langle \varepsilon_0^2 \rangle}\end{aligned}\tag{2.13}$$

où ε_0 est le terme des effets HDE et ε_1 est le terme de distorsion ($\langle e_\ell^2 \rangle = \frac{\langle \varepsilon_1^2 \rangle}{\ell} + \langle \varepsilon_0^2 \rangle$). Les effets de taille conduisent donc à un élargissement mixte. Les effets de distorsion n'ont que la composante de Lorentz et les effets de HDE n'ont que la composante de Gauss.

2.3.4 Méthode sur un seul pic de diffraction

L'analyse de Warren-Averbach nécessite l'enregistrement au moins de deux ordres de réflexion hkl. Cependant, il n'est pas toujours possible dans les conditions d'expériences de disposer de plusieurs ordres de réflexion. Dans le cas de l'analyse d'un seul profil, des hypothèses supplémentaires sont nécessaires pour séparer l'effet de taille et l'effet de déformation. Ce type d'analyse introduit souvent d'importantes erreurs de calcul, mais néanmoins reste d'une grande importance en pratique.

Il existe deux approches proposées par Keijser [2.21-2.24] d'analyse de taille – déformation en utilisant des fonctions analytiques pour décrire les profils de diffraction.

Dans une première approche, la taille des domaines cohérents de diffraction et la microdéformation sont estimées à partir des coefficients de Fourier. Dans le cas où les profils $h(x)$ et $g(x)$ sont approximés avec les fonctions de Voigt (V) et dans l'hypothèse que l'élargissement dû à l'effet de taille est approximé par la fonction de Cauchy, la taille des

domaines cohérents de diffraction D et la microdéformation $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ sont donnés par les formules suivantes :

$$D = \lambda / (2\beta_C^f \cos \theta) \quad (2.14)$$

$$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} = \frac{\beta_G^f}{2(2\pi)^{1/2} \tan \theta} \quad (2.15)$$

Si une fonction de pseudo-Voigt est utilisée pour décrire les profils $h(x)$ et $g(x)$, D et $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ sont donnés par les formules suivantes :

$$D = \lambda / (2C_1 \cos \theta) \quad (2.16)$$

avec $C_1 = (1-h) \frac{b_C^2}{b}$, β étant la largeur intégrale de la pV ;

$$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} = \frac{(C_3 - \frac{2}{p} C_2)^{1/2}}{2(2p)^{1/2} \tan \theta} \quad (2.17)$$

avec $C_2 = (1-h) \frac{b_C^3}{b}$, $C_3 = h \frac{b_G^3}{b}$.

Dans une deuxième approche, toujours proposée par Keijser, les profils de diffraction sont décrits par des fonctions de Voigt et les élargissements dus à la taille des domaines et à la distorsion sont décrits respectivement par les fonctions de Cauchy et de Gauss : $\beta_C^f = \beta^S$ et $\beta_G^f = \beta^D$, où b^S et b^D sont les deux composantes de la largeur intégrale du profil qui dépendent des effets de taille et de déformation. Dans ce cas : $\langle D \rangle_V = \lambda / (\beta_S \cos \theta)$ et

$\varepsilon = \frac{1}{4} \beta_D \cot \theta$ (dans l'hypothèse que la fonction de distribution de $\langle \varepsilon_\ell \rangle$ est gaussienne et

indépendante de ℓ : $\varepsilon = \frac{1}{2} (2\pi)^2 \langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$). Il est important de remarquer que dans cette

approche, le paramètre de taille $\langle D \rangle_V$ qu'on obtient, est moyenné sur un volume, contrairement aux paramètres obtenus précédemment, qui sont moyennés sur des surfaces (dans les deux approches de Keijser : $\langle D \rangle_V = 2D$).

Si une autre fonction est adoptée pour décrire les profils de diffraction, il est nécessaire de trouver « le profil de Voigt correspondant » [2.24].

Les méthodes pour la détermination des paramètres microstructuraux à partir de l'analyse des pics de diffraction, illustrées dans les paragraphes précédents, ont été essentiellement développées pour la diffraction des rayons X. La méthode de Warren-Averbach ne nécessite

aucune hypothèse sur la forme des pics de diffraction et elle reste la plus rigoureuse. Cependant, elle est très sensible au phénomène de troncature de profil et à une surévaluation du bruit de fond, qui peut conduire à une erreur de 20-30% sur la détermination des coefficients de Fourier. Dans la méthode de Sprauel, les coefficients de Fourier sont déterminés en lissant chaque profil de diffraction par une fonction mathématique (en général de Voigt), ajustée aux valeurs expérimentales par une optimisation aux moindres carrés. De plus, cette méthode, permet de prendre en compte les effets dus à l'hétérogénéité des déformations élastiques. L'analyse est encore effectuée sur deux ordres de la même réflexion.

Les méthodes basées sur l'analyse d'un seul pic de diffraction reposent sur des hypothèses assez restrictives quant à la forme des pics et à la contribution des effets de taille et de déformation. Elles sont plutôt des méthodes d'analyse qualitative, mais de facile et rapide application. Les résultats obtenus dans les cas les plus simples (matériaux isotropes cubiques) sont en accord avec ceux qu'on peut obtenir avec les méthodes basées sur l'analyse de deux ordres de réflexion [2.33].

En diffraction des neutrons (sur une source continue), il est souvent impossible de travailler sur plusieurs ordres de réflexion, on doit donc adopter des méthodes basées sur l'étude d'un seul profil. De plus, il est nécessaire de pousser au maximum la résolution instrumentale des appareils pour analyser avec précision l'élargissement des pics de diffraction. La technique de diffraction de neutrons, comme des rayons X, devient alors complémentaire à la microscopie électronique en transmission pour l'étude non destructive de l'endommagement des pièces, induit par des sollicitations mécaniques, thermiques ou chimiques.

2.3.5 Relation des paramètres microstructuraux avec des paramètres macroscopiques

A partir des paramètres obtenus par l'analyse des profils de diffraction, il est possible d'obtenir des informations sur la microstructure et les propriétés mécaniques des matériaux. En particulier, la microdéformation $\langle \epsilon \rangle$ permet d'estimer la densité de dislocations (ρ) dans le matériau (formule de Williamson-Smallman) [2.29]:

$$\rho = \frac{k \langle \epsilon \rangle^2}{Fb^2} \quad (2.18)$$

où b est le vecteur de Burgers, F est un paramètre lié à l'interaction entre les dislocations ($F \approx 1$) et k est une constante de l'ordre de $12A$ ($A \approx 2$ pour une distribution lorentzienne des déformations de Cauchy et $A \approx 1/2\pi$ pour une distribution gaussienne des déformations).

A partir des microdéformations, on peut également évaluer les valeurs de l'énergie élastique stockée dans le matériau [2.30] : $W \approx 3E_{hkl} \langle \epsilon \rangle^2$, où E_{hkl} est le module d'élasticité dans la direction hkl .

Références

- [2.1] I.C. Noyan and J.B. Cohen, *Residual Stress Measurement by Diffraction and Interpretation*, Materials Research Engineering, Springer-Verlag, 1987
- [2.2] M. Ceretti, *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
- [2.3] M. Ceretti, A. Lodini, Caractérisation des macrocontraintes, in *Analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X et des neutrons*, Chapitre 3.1, Eds A. Lodini, M. Perrin, DIST CEA/Saclay 96038, ISBN 2 7272 0182 6 (1996) ; 31-44,
- [2.4] M. Ceretti, A. Lodini, Diffractomètre pour la caractérisation des contraintes, in *Analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X et des neutrons*, Chapitre 5.1, Eds A. Lodini, M. Perrin, DIST CEA/Saclay 96038, ISBN 2 7272 0182 6 (1996) ; 115-128,
- [2.5] W. Voigt, *Lehrbuch der Kristallphysik*, Teubner, Leipzig/Berlin, 1928.
- [2.6] W. Voigt, Wied. Ann. 38, 1989, pp 573-587.
- [2.7] A. Reuss, Z.Angw.Math.Mech., 9, 1929, 49-58.
- [2.8] E. Kroner, Z.Physic.151, 1958, 504-518,.
- [2.9] E. Kroner; J. Mech. Phys. Solids 15, 1967, 319-329.
- [2.10] R. Hill, Proc. Phys.Soc. A65, 1952, 349-354.
- [2.11] B.E. Warren and B.L. Averbach, J. App. Phys., vol 21, 1950, 595,
- [2.12] B.E. Warren, X-Ray Diffraction, Addison Wesley, 1969, London
- [2.13] H.P. Klug and L.E. Alexander, Wiley, X-Ray Diffraction Procedures, 1974, London,
- [2.14] A.R. Stokes, Proc. Phys. Soc. London ,vol 61, 1948, 382-391,
- [2.15] L. Alexander, J. Appl. Phys., 21, 1950, 126,
- [2.16] J.I. Langfort, J. Appl. Cryst., 11, 1978, 10-14,
- [2.17] R.A. Young and D.B. Wiles, J. Appl. Cryst., 15, 1982, 430-438
- [2.18] M.M. Hall, V.G. Veeraraghavan, H. Rubin and P.G. Winchell, J. Appl. Cryst., 10, 1977, 66-68
- [2.19] F. Bertaut, C.R. Acad. Sci. Paris, 1949, 228, 492,
- [2.20] M. Wilkens, 5th Risø Int. Symp. on Metal. and Mat. Sci, Roskilde 1984, 539,
- [2.21] Th.H. de Keijser and E.J. Mittemeijer and H.C.F. Rozendaal, J. Appl. Cryst., 16, 1983, 309-316
- [2.22] R. Delhez, Th.H. de Keijser and E.J. Mittemeijer, *Accuracy in Powder Diffraction*, Vol. 567, 1980, Natl. Bur. Stand. Publ., Washington
- [2.23] Th.H. de Keijser, J.I. Langford, E.J. Mittemeijer and A.B.P. Vogels, J. Appl. Cryst., 15, 1982, 308-314
- [2.24] R. Delhez, Th.H. de Keijser, E.J. Mittemeijer, Fresenius Z. Anal. Chem, 312, 1982, 1-16,
- [2.25] J.M. Sprauel, *Etude par diffraction X des facteurs mécaniques influençant la corrosion sous contrainte d'aciers inoxydables*, Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie (Paris 6), 1988
- [2.26] J.M. Sprauel and L.Castex, in *Analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X et des neutrons*, Chapitre 3.2, Eds A. Lodini, M. Perrin, DIST CEA/Saclay 96038, ISBN 2 7272 0182 6 (1996) ;
- [2.27] P. Marbelly, *Contribution à l'étude des pics de diffraction. Approche expérimentale et modélisation micromécanique*, Thèse de doctorat, ENSAM, Centre d'Aix-en-Provence, 1996
- [2.28] B. Bourniquel, J.M. Sprauel, J. Feron, and J.L. Lebrun, Proc. of ICRS II, Nancy, 1988
- [2.29] G.K. Williamson and R.E. Smallman, Phil. Mag.,1956, 1, 34,

- [2.30] R.P.I. Adler and H.M. Otte and C.N.J. Wagner, Metallurgical Trans., 1, 1970, 2375,
- [2.31] E.O. Hall, Proc. phys. Soc., 64B, 1951, 747,
- [2.32] N.J. Petch, J. Iron Steel Inst., 173, 1953, 25,
- [2.33] K. Hirschi, M. Ceretti, C. Braham, P. Lukas, A. Lodini, Texture and Microstructure, vol. 33, 1999, 219

Chapitre 3

Matériaux Composites à Matrice Métallique

3.1 Introduction

Ces dernières années, les matériaux composites à matrice métallique (CMM) sont devenus importants dans les applications industrielles qui nécessitent l'emploi de matériaux à haute résistance mécanique spécifique et bonne tenue au fluage à haute température. Lors de l'élaboration ou des traitements thermiques de ces CMM, des contraintes résiduelles apparaissent dans la matrice et les renforts, principalement à cause de la différence significative qui existe entre les coefficients de dilatation thermique des deux constituants. Des contraintes résiduelles peuvent aussi être engendrées dans les CMM par des déformations plastiques (même en traction uniaxiale). En effet, la présence des particules dures de renforts provoque un écoulement non homogène dans le matériau, engendrant ainsi des contraintes résiduelles après décharge. Ces contraintes résiduelles peuvent affecter la tenue en service du matériau, en favorisant par exemple son endommagement par fatigue ou par corrosion sous contraintes. Il est donc important de les évaluer et de séparer les contributions d'origines différentes.

De nombreuses études ont été effectuées, aux niveaux théorique et expérimental, pour comprendre les mécanismes de déformation dans ce type de matériaux [3.1-3.13]. Les techniques de diffraction des rayons X et des neutrons ont été largement utilisées pour évaluer le champ de contrainte moyen dans chaque constituant du composite. Ces techniques sont effectivement bien adaptées à l'analyse des contraintes dans les CMM, puisqu'elles permettent des mesures dans chacune des phases, matrice et renfort, leurs diffractogrammes étant différents.

L'objectif principal de nos travaux était de déterminer par la technique de la diffraction des neutrons, l'état des contraintes résiduelles, d'origine thermique, élastique et plastique dans des matériaux composites à matrice métallique utilisés dans l'industrie aéronautique. En particulier, nous avons étudié deux types de composites : dans les deux cas, la matrice est un alliage d'aluminium (Al 7075 et Al 2124), renforcé respectivement avec des fibres (whiskers) et des

particules de carbure de silicium (SiC). En ce qui concerne le composite Al 7075 renforcé par whiskers de SiC, on a étudié l'évolution des contraintes résiduelles en fonction de la température et sous charge. D'autre part, l'étude menée sur le composite Al 2124 renforcé par particules de SiC se proposait d'examiner les effets de traitement thermique et de l'application d'une déformation élastoplastique sur l'évolution des contraintes internes. Dans les deux cas, les contraintes mesurées expérimentalement ont été comparées avec les résultats prédits par un modèle basé sur la théorie d'Eshelby. La seconde partie de ce chapitre (l'étude sur le composite Al 2124) faisait partie de la thèse de Ronite Levy dont j'ai assuré la co-responsabilité, et à laquelle j'ai participé activement.

3.2 Modèle pour l'évaluation des contraintes dans les composites

Un modèle théorique a été développé sur la base du modèle de l'inclusion équivalente d'Eshelby pour déterminer les contraintes internes d'origine thermique et mécanique du composite. Les détails de ce modèle sont donnés ailleurs [3.8-3.10, 3.13, 3.25] ; ici, on rappelle brièvement que la déformation de la matrice est donnée par l'équation suivante :

$$\langle \mathbf{e} \rangle_M = f[\mathbf{S} - \mathbf{I}][(\mathbf{C}^M - \mathbf{C}^I)[\mathbf{S} - f(\mathbf{S} - \mathbf{I})] - \mathbf{C}^M]^{-1} \times (\mathbf{C}^I \mathbf{e}^{T*} - (\mathbf{C}^M - \mathbf{C}^I) \mathbf{e}_A) \quad (3.1)$$

où f est la fraction volumique des fibres; \mathbf{S} est le tenseur d'Eshelby (en relation avec la géométrie des fibres et les constantes élastiques de la matrice et des fibres); \mathbf{I} est le tenseur unité ; \mathbf{C}^M et \mathbf{C}^I sont les matrices de complaisances de la matrice et des fibres respectivement; \mathbf{e}^{T*} est la déformation de transformation définie ci-dessous, et \mathbf{e}_A la déformation élastique de la matrice induite par une contrainte macroscopique externe σ_A ($\sigma_A = \mathbf{C}^M \varepsilon_A$).

Dans le cas de traitements thermiques, la déformation de transformation est due à la différence des coefficients d'expansion thermique de la matrice (α_M) et des fibres (α_I). Pour une variation de température ΔT , \mathbf{e}^{T*} est donnée par l'expression suivante :

$$\varepsilon^{T*} = (\alpha_I - \alpha_M) \cdot \Delta T \quad (3.2)$$

La contrainte moyenne dans la matrice est alors calculée à partir de l'équation de Hooke : $\langle \mathbf{s} \rangle_M = \mathbf{C}^M \langle \mathbf{e} \rangle_M$, et la contrainte moyenne des fibres est facilement dérivée par la loi des mélanges :

$$(1-f)\langle \sigma \rangle_M + f \langle \sigma \rangle_I = 0 \quad (3.3)$$

La déformation (eq. 3.1), et par conséquent la contrainte, de la matrice peuvent être interprétées comme la somme de deux contributions : l'une directement liée à la contribution thermique et l'autre à la redistribution du chargement ; cette dernière peut s'exprimer par :

$\langle \sigma \rangle^E = \underline{\underline{B}} \sigma^A$ où $\underline{\underline{B}}$ est un tenseur qui dépend de la forme du renfort, de la fraction volumique et des constantes élastiques des deux phases. Ce tenseur exprime l'inégale répartition des déformations et des contraintes entre les phases après un chargement appliqué au matériau [3.18].

3.3 Evolution des contraintes internes dans un composite Al/SiCw en fonction de la température

Le matériau étudié est un alliage d'aluminium (Al 7075) renforcé avec 27% en volume de fibres (whiskers) en carbure de Silicium (SiCw). Ce composite a été préparé par « squeeze casting » puis extrudé; l'échantillon utilisé est une éprouvette de traction de 6mm de diamètre et 40mm de long. Les fibres sont alignées perpendiculairement à l'axe longitudinal de l'échantillon.

Un four spécial a été construit et installé sur un montage de traction pour permettre d'étudier in-situ par diffraction des neutrons l'évolution des contraintes internes en fonction de la température et sous charge appliquée.

A partir des déformations mesurées par diffraction neutronique, les contraintes résiduelles ont été calculées à l'aide de la loi de Hooke, en utilisant les constantes d'élasticité appropriées et en supposant les fibres isotropes dans la direction transversale. Les résultats sont donnés sur la figure 3.1, où nous avons tracé l'évolution, en fonction de la température, des contraintes longitudinales et transversales pour la matrice (fig.3.1a) et pour les fibres (fig.3.1b), en comparaison avec l'évolution théorique, basée sur le modèle d'Eshelby (présenté dans le paragraphe 3.2). Dans le calcul, on a considéré différentes valeurs d'élanement des fibres ($\alpha=l/d=10, 5, 1.5$), ce qui correspond aux différentes courbes de la figure 3.1.

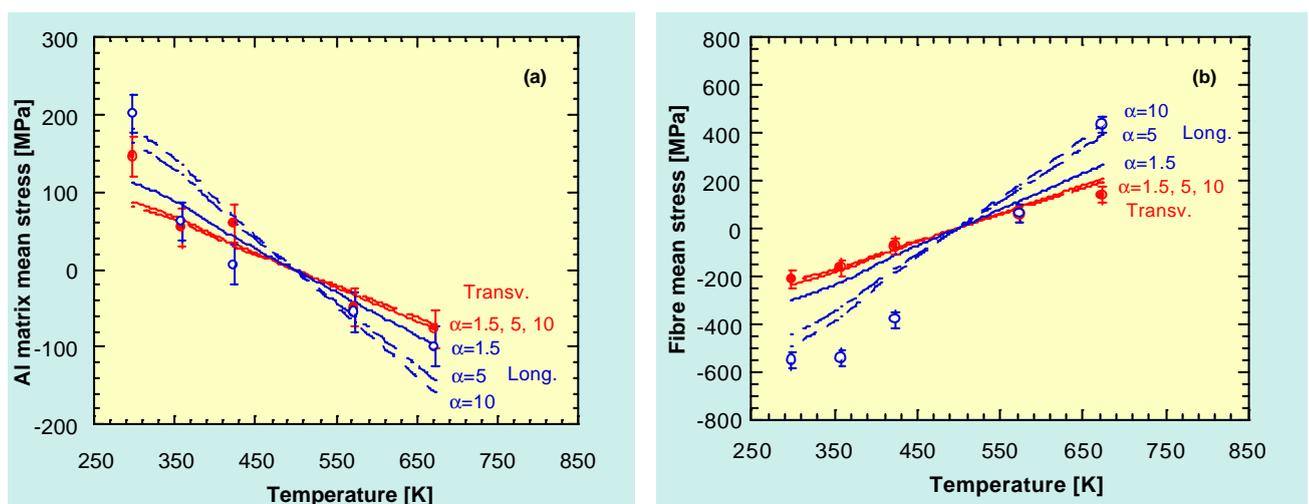


Figure 3.1 : Evolution, en fonction de la température, des contraintes principales longitudinales (●) et transversales (●) dans la matrice (a) et dans les fibres SiCw (b). Les différentes courbes représentent les résultats des calculs par le modèle d'Eshelby pour différents élanements $\alpha=l/d$.

Comme on peut l'observer, il y a un très bon accord entre les résultats théoriques et expérimentaux. A température ambiante, les contraintes résiduelles sont de traction dans la matrice et décroissent quand la température augmente. Au dessus de la "température équivalente" (500K environ, qui caractérise l'état d'équilibre du composite), les contraintes dans la matrice deviennent de compression, s'amplifiant avec la température. D'autre part, les contraintes dans les fibres sont de compression à température ambiante et deviennent de traction au dessus de la température équivalente.

La deuxième étape de cette étude a été effectuée dans le but de suivre in-situ par diffraction des neutrons l'évolution des contraintes internes lorsqu'une charge mécanique est appliquée simultanément aux variations de température. Dans ce cas, une contrainte externe et constante de 30MPa a été appliquée au composite dans la direction longitudinale de l'éprouvette (perpendiculaire à l'axe longitudinal des fibres).

L'évolution de la largeur à mi-hauteur (FWHM) des pics de diffraction de la matrice d'Al en fonction de la température, suggère un phénomène d'écoulement plastique, et donc une relaxation des contraintes probablement due à une densité élevée de dislocations, induites par la charge transversale aux fibres [3.15]. Pour caractériser les effets de la relaxation des contraintes à haute température (548K) sous une charge appliquée de 30MPa, la réflexion (220) de la matrice d'Al a été remesurée toutes les 100 minutes. L'évolution de la distance interréticulaire est reportée sur la figure 3.2 en fonction du temps. En ajustant les données expérimentales avec une équation qui décrit la dépendance en fonction du temps [3.12-3.13], on trouve un temps de relaxation de 500 minutes pour la matrice Al 7075. Pour les fibres SiCw, on trouve un temps de relaxation de 20 minutes.

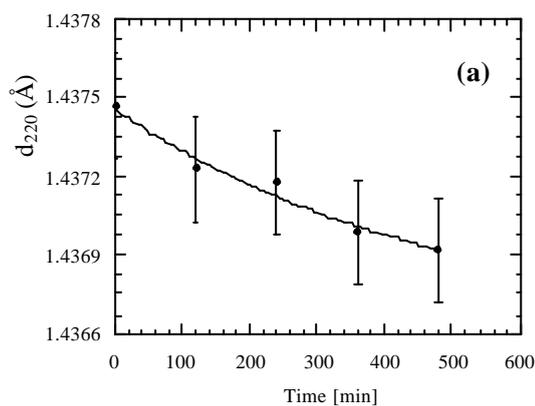


Figure 3.2 : Relaxation du paramètre réticulaire d_{220} de la matrice à 548K et avec une charge appliquée de 30MPa.

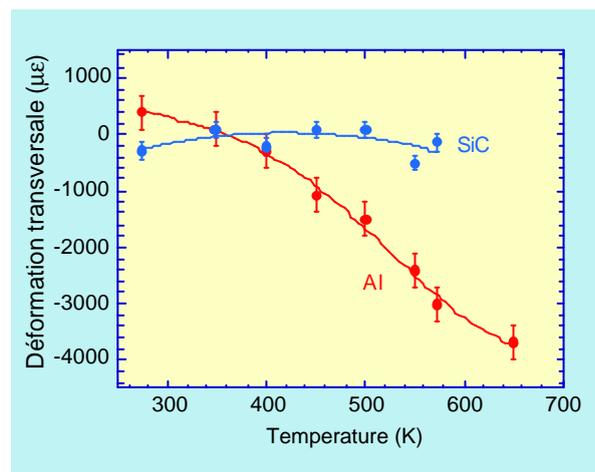


Figure 3.3 : Evolution, en fonction de la température, des déformations principales transversales (mesurées après relaxation) dans la matrice (●) et dans les fibres SiCw (●).

Les valeurs expérimentales des déformations après relaxation sont reportées sur la figure 3.3 : elles mettent en évidence que l'application d'une charge externe réduit la « température équivalente » à 350K, ce qui implique un état de contraintes nulles à une température inférieure à celle observée dans le composite sans application de la charge. Dans ce cas, les valeurs expérimentales ne sont pas directement comparables avec les valeurs prédites par le modèle d'Eshelby, qui ne tient pas compte des phénomènes de relaxation.

3.4 Evolution des contraintes dans un composite Al/SiCp soumis à déformation plastique

Les mesures de déformations par diffraction neutronique dans un composite, en fonction de la température, ont permis de mettre en évidence l'existence d'une température d'équilibre où le signe des contraintes de chaque phase s'inverse et où on a un état d'équilibre. Lors du refroidissement, des contraintes résiduelles réapparaissent dans les deux phases en raison des différences entre les coefficients de dilatation thermique et les propriétés élastiques des deux phases. L'étape suivante de cette étude sur les matériaux composites à matrice métallique a consisté à suivre l'évolution des contraintes, et en particulier des contraintes d'origine thermique, lorsqu'une déformation plastique est appliquée.

Le matériau étudié est un alliage d'aluminium 2124 renforcé à 17% en volume de particules approximativement sphériques de SiC de 3 μm de diamètre. L'échantillon est une barre de $100 \times 14 \times 14 \text{mm}^3$ (figure 3.4).

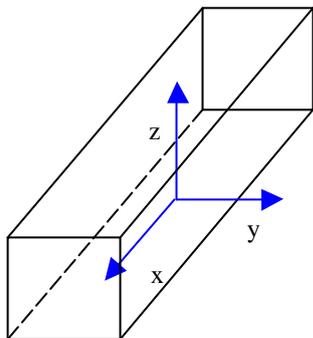


Figure 3.4 : Définition des axes de mesures (x, y, z). L'origine est au centre de la surface inférieure. Pour l'échantillon de flexion, 4 points de chargement ont été appliqués pour donner une contrainte de tension σ_x à $z=14\text{mm}$ et une contrainte de compression σ_x à $z=0\text{mm}$.

En particulier, nous avons étudié deux barres ayant suivi le même chemin thermique : 505°C pendant deux heures suivi d'une trempe à l'eau et d'un traitement de relaxation des contraintes (180°C pour 6h suivi d'un refroidissement à l'air). L'une des barres a ensuite subi une déformation plastique par flexion 4-points, jusqu'à un taux maximum de déformation surfacique en compression de 1.1% pendant le chargement et une déformation plastique résiduelle en compression de 0.5% après déchargement.

3.4.1 Contraintes dans chaque phase

Les déformations ont été mesurées séparément dans chaque constituant du composite en se basant sur les raies Al(111) et SiC(111), correspondant à un angle de diffraction proche de 90°

(avec une longueur d'onde de 3.45Å). Les mesures ont été réalisées dans les trois directions principales de l'échantillon, suivant l'épaisseur (axe z) de la barre. La détermination de la distance interréticulaire de référence, nécessaire pour la mesure des déformations, a été réalisée sur de la poudre de l'alliage d'Al ainsi que sur de la poudre de SiC.

La barre qui n'a pas subi une déformation plastique appliquée (figure 3.5) montre néanmoins une déformation interne résiduelle associée à la trempe, qui varie de manière parabolique en fonction de l'épaisseur z. La matrice d'aluminium (figure 3.5a) est toujours en état de tension, alors que le renfort SiC_p (figure 3.5b) est en état de compression. Ceci est dû à la différence des coefficients de dilatation thermique : Al $\approx 26 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et SiC_p $\approx 4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, ce qui engendre un développement des contraintes thermiques dans le composite après fabrication, au refroidissement ou au moment des traitements thermiques.

Ce résultat montre, comme il a déjà été observé dans des travaux antérieurs [3.10], que les traitements thermiques de relaxation des contraintes n'induisent pas un état d'équilibre (contraintes nulles).

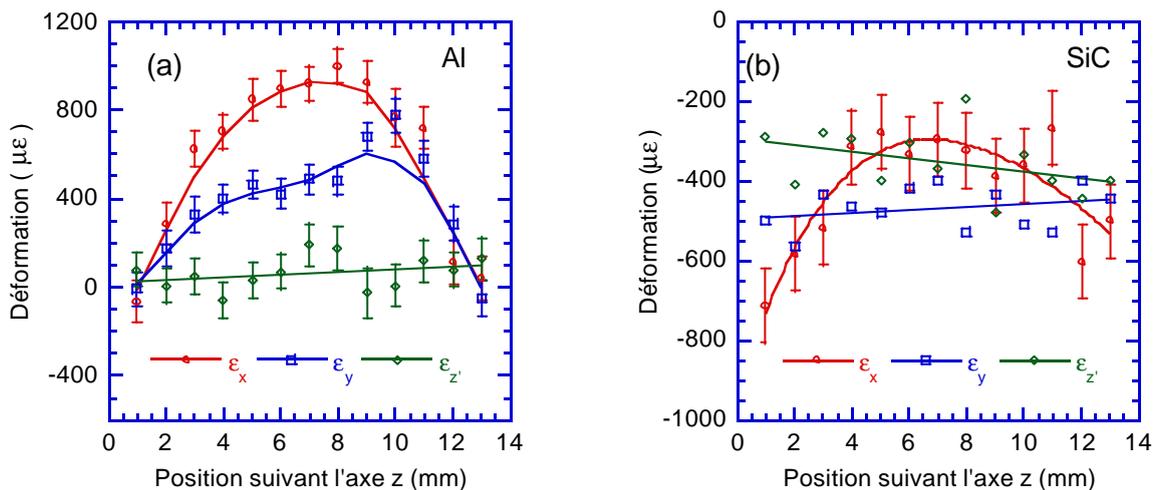


Figure 3.5 : Distribution de la déformation interne résiduelle dans la matrice d'aluminium et dans les renforts de SiC, en fonction de l'épaisseur de la barre qui n'a pas subi de déformation plastique appliquée. Pour plus de clarté dans la figure du SiC, seules les barres d'erreurs sur ϵ_{xx} sont représentées.

Après déformation plastique par flexion (figure 3.6), la déformation ϵ_{xx} suit exactement la variation attendue pour une barre plastiquement déformée : la surface de la barre qui a été chargée en tension ($z=14$ mm) est désormais en compression.

Les contraintes de chacune des deux phases ont été déterminées à l'aide de la loi de Hooke généralisée, avec les constantes élastiques appropriées de l'alliage d'Al et du carbure de silicium. En particulier, pour l'alliage d'Al : $E=72 \text{ GPa}$ et $\nu=0,33$ et pour le SiC : $E=450 \text{ GPa}$ et $\nu=0,14$.

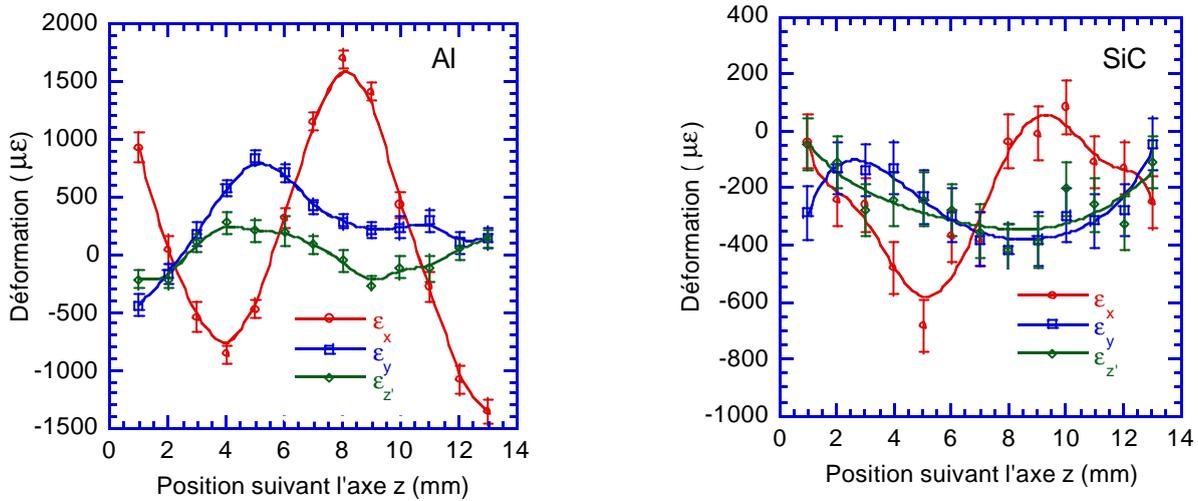


Figure 3.6 : Distribution de la déformation interne résiduelle dans la matrice d'aluminium et dans les renforts de SiC, en fonction de l'épaisseur de la barre qui a subi une déformation plastique appliquée par flexion 4 points.

3.4.2 Macrocontraintes

L'évolution des contraintes macroscopiques du composite, calculées à partir des contraintes de chaque phase selon la loi des mélanges, est représentée sur les figures 3.7 (avant déformation plastique) et 3.8 (après déformation plastique).

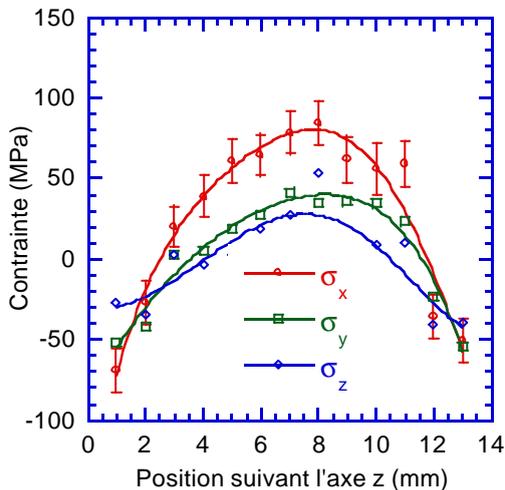


Figure 3.7 : Variation du champ de contrainte le long de l'axe z du composite Al-SiC_p, avant déformation plastique par flexion 4 points.

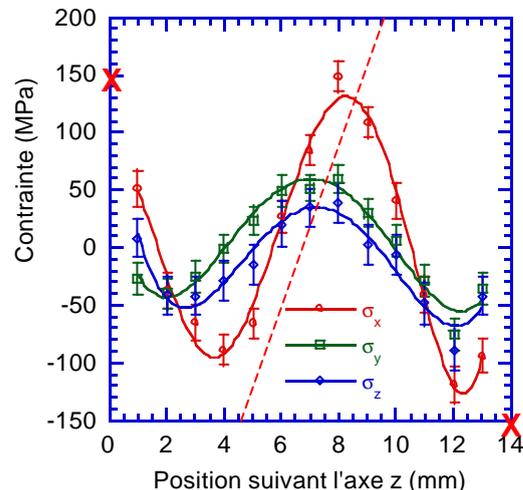


Figure 3.8 : Variation du champ de contrainte le long de l'axe z du composite Al-SiC_p, après déformation plastique par flexion 4 points. X : valeurs de contrainte en surface déduites des mesures par jauge ; - - - : contraintes résiduelles élastiques calculées en l'absence de contraintes thermiques).

En ce qui concerne la barre non déformée (figure 3.7), le champ des contraintes est parabolique : un état de compression en surface (≈ -120 MPa, extrapolé) et en tension (≈ 80 MPa) au centre de la pièce s'explique par les différents traitements thermiques subis par le matériau.

Les contraintes macroscopiques dans la barre composite fléchie (figure 3.8) suivent les lois de la résistance des matériaux, mais elles sont très influencées par les contraintes thermiques présentes initialement dans le matériau. Pour interpréter ces résultats, nous pouvons considérer, en première approche, la flexion d'une barre initialement supposée sans contrainte d'un matériau monphasé ayant les mêmes propriétés que le composite.

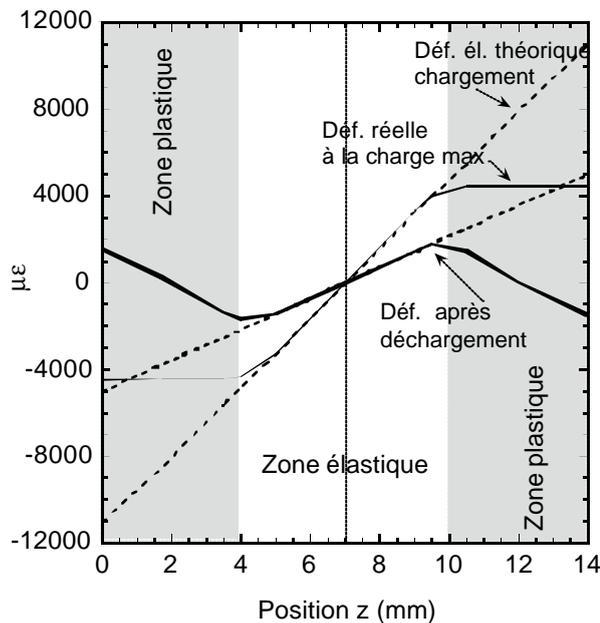


Figure 3.9 : Evolution schématique de la déformation totale (lignes pointillées) et de la déformation élastique (lignes continues), dans la direction x, induites par flexion 4 points. Les lignes en gras indiquent les déformations après déchargement alors que les lignes fines indiquent les déformations après chargement.

Ceci est représenté schématiquement sur la figure 3.9. La barre a été fléchie jusqu'à une valeur qui correspondrait à une déformation de surface (à $z=0$) de $-11000 \mu\epsilon$, et donc à une contrainte hypothétique d'environ 1100 MPa, pour un composite ayant un module de Young de 100 GPa. On est bien au-dessus de la limite élastique et, en supposant qu'elle est d'environ 450 MPa, la déformation maximale en surface correspondante serait alors de $-4500 \mu\epsilon$. Pendant le déchargement, le comportement est totalement élastique : la déformation élastique changerait alors

d'environ $6000 \mu\epsilon$ (la déformation résiduelle donnée par la jauge en surface est de $-5000 \mu\epsilon$ après déchargement) et atteindrait une valeur en surface d'environ $+1500 \mu\epsilon$, ce qui correspondrait à une contrainte d'environ 150 MPa. Les valeurs de contraintes de surface ainsi obtenues sont représentées par les croix sur la figure 3.8 et sont en assez bon accord avec l'extrapolation des données expérimentales des contraintes macroscopiques σ_x à la surface.

La région centrale de la barre a subi une déformation élastique, et donc la déformation totale tend à évoluer de la même manière que la déformation après chargement seul, comme représenté sur la figure 3.8 : les données expérimentales suivent la pente « théorique » (ligne pointillée) mais elles sont « décalées », ce qui indique que la fibre neutre n'est pas au centre de

la barre. Ceci s'explique par la présence initiale de contraintes thermiques dues au refroidissement brutal. En effet, dans la région centrale de la barre, le champ de contraintes macroscopiques thermiques est en tension (80 MPa) (figure 3.7), ce qui nous laisse supposer que lorsqu'il se superpose aux contraintes de flexion après déchargement, il aura pour effet de déplacer le zero-déformation d'environ $(80 \times 7 / 5000)$ soit 1,1 mm, ce qui est très proche du décalage observé. De plus, la présence des contraintes résiduelles de compression en surface, implique que la surface en compression atteint la limite élastique avant la surface en tension. Cet effet change le centre de la flexion, réduisant la déformation totale introduite par la flexion sur la surface en tension.

3.4.3 Contraintes microscopiques.

Pour la détermination des contraintes microscopiques, il est nécessaire d'évaluer les contributions de différentes origines à la contrainte présente dans le composite. Le procédé de fabrication implique clairement que des contraintes d'origine thermique sont présentes dans le matériau. Par ailleurs, des contraintes d'origine élastique sont également présentes du fait de la différence des constantes élastiques des deux composants. Enfin, la flexion 4 points appliquée à la seconde barre a engendré des contraintes d'origine plastique : celles ci sont principalement dues à la différence de comportement des deux phases face à une déformation plastique. La méthode permettant d'évaluer chacune de ces contributions est basée sur le modèle d'Eshelby présenté précédemment.

Dans nos travaux, on suppose que les déformations principales moyennes mesurées dans chaque phase i , $(\bar{\epsilon})$, et donc les contraintes principales $(\bar{\sigma})$, comprennent trois types de contributions : (a) la contrainte macroscopique σ^{macro} du composite calculée à partir des contraintes de chacune des deux phases, (b) l'incompatibilité élastique $\langle \sigma \rangle^E$ qui exprime l'étendue du transfert de chargement des macrocontraintes de la matrice vers le renfort, et (c) la contribution de l'incompatibilité de la forme des phases (comprenant une contrainte d'origine plastique $\langle \sigma \rangle^{\text{Pl}}$, due à la flexion 4-points, et une contrainte d'origine thermique $\langle \sigma \rangle^{\text{Th}}$, qui dépend des coefficients thermiques de dilatation et des constantes élastiques des deux phases). Nous avons alors :

$$\bar{\sigma} = \sigma^{\text{macro}} + \langle \sigma \rangle^E + \langle \sigma \rangle^{\text{Pl}} + \langle \sigma \rangle^{\text{Th}} \quad (3.4)$$

L'équilibre des contraintes ainsi que la loi des mélanges permettent d'écrire :

$$(1-f)\langle \sigma \rangle_M^{\text{Th}} + f\langle \sigma \rangle_I^{\text{Th}} = 0 \quad (3.5)$$

Des équations similaires sont établies pour les incompatibilités élastique et plastique.

La macrocontrainte peut être calculée comme dans le § 3.4.2 à partir des contraintes moyennes de chacune des phases selon la loi des mélanges.

Dans notre cas, la contribution de l'incompatibilité élastique, $\langle \sigma \rangle^E$, a été calculée en supposant que les particules de SiC 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 rapport longueur/largeur voisin de 1 d'autre part.

La somme des contributions thermique et plastique peut alors être évaluée par soustraction de s^{macro} et $\langle s \rangle^E$ à la contrainte $\bar{\sigma}$ de chacune des phases. La contrainte ainsi déterminée pour chaque phase, appelée *contrainte microscopique*, par opposition à la contrainte macroscopique appliquée, est d'origine thermique si l'échantillon n'a subi aucune déformation plastique (cas de l'échantillon avant flexion), ou d'origine thermique et plastique pour l'échantillon ayant subi une flexion 4 points.

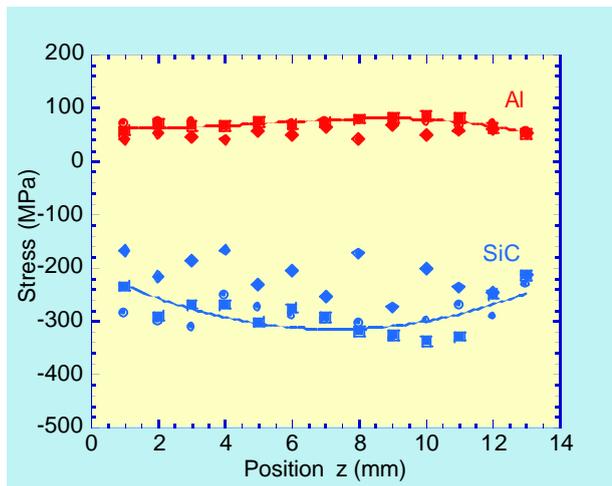


Figure 3.10 : Contrainte d'origine thermique de la matrice d'aluminium et du renfort SiC pour l'échantillon non déformé (● : σ_{xx} , ■ : σ_{yy} , ◆ : σ_{zz}).

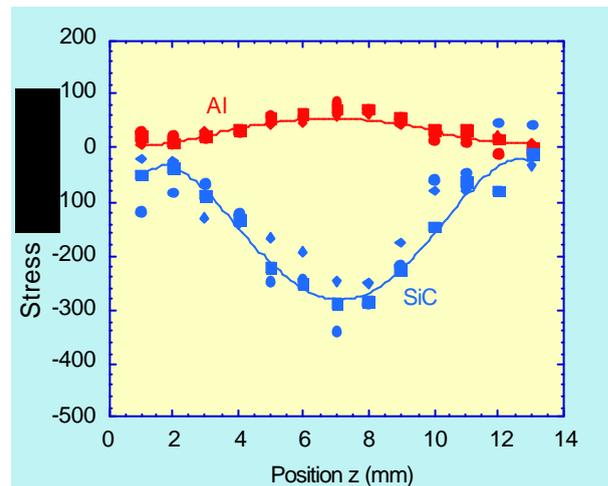


Figure 3.11 : Contrainte d'origine thermique et plastique de la matrice d'aluminium et du renfort SiC pour l'échantillon ayant subi une déformation plastique (● : σ_{xx} , ■ : σ_{yy} , ◆ : σ_{zz}).

Les figures 3.10 et 3.11 montrent une réelle différence de comportement du champ de contrainte microscopique avant et après flexion.

Avant flexion (figure 3.10), les contraintes microscopiques thermiques sont constantes sur toute la largeur de la barre et sont équivalentes dans les trois directions, c'est-à-dire approximativement hydrostatiques : dans la matrice d'Aluminium elles sont en tension d'environ 60 MPa et dans les particules de SiC en compression d'environ -280 MPa. Ces valeurs sont cohérentes avec les contraintes calculées avec le modèle d'Eshelby avec un saut de température de 300°C. Ces contraintes thermiques ne peuvent pas être éliminées par un traitement thermique, puisqu'elles sont introduites lorsque l'on refroidit un composite.

La situation est radicalement différente pour la barre déformée (figure 3.11). Dans le centre de la barre, où la déformation a été élastique, les contraintes thermiques semblent inchangées : environ 60 MPa pour l'Aluminium et environ -280 MPa pour le SiC. Par contre, dans les régions proches de la surface, la plasticité a eu un effet de relaxation des contraintes. Il est intéressant et surprenant de remarquer que l'état des contraintes reste encore essentiellement hydrostatique. En effet, dans une traction simple suivant l'axe x , on s'attendrait à une compression résiduelle dans la matrice dans cette direction x et à une légère traction dans les directions transversales y et z . Une compression uniaxiale dans la direction x aura l'effet contraire. Ceci suggère que les mécanismes de relaxation dans les composites sont assez complexes, et apparaissent de manière égale des deux cotés de la barre, l'un étant en traction et l'autre en compression, et ceci dans les trois directions principales. Il est évident qu'une déformation élasto-plastique réduit l'effet des traitements thermiques du matériau. Cela peut avoir des conséquences dans les applications des CMM où la durée de vie en service est limitée par la présence de contraintes résiduelles en tension dans la matrice.

Il est cependant intéressant de noter que la relaxation des contraintes thermiques n'est pas symétrique par rapport au centre de la barre. En effet, dans la direction longitudinale, la relaxation décroît jusqu'à zéro du côté de la barre qui a subi de la traction alors que du côté compression, la relaxation n'atteint pas tout à fait zéro. Afin de valider ce comportement, nous avons réalisé des échantillons de traction et compression, ayant subi différents taux de déformation : ceci permet d'observer directement l'incompatibilité thermique et plastique, les contraintes macroscopiques étant nulles.

3.4.4 Vérification de la relaxation.

Dans le but d'observer directement l'incompatibilité thermique et plastique, et son évolution en fonction de la déformation, nous avons étudié plusieurs échantillons déformés en traction ou en compression, à différent taux (0%, 0.3%, 0.7%, 1.5% et 2%). Ceci traduit le comportement d'une barre soumise à de la flexion 4-points.

Les contraintes déterminées par diffraction de neutrons nous donnent dans ce cas les contributions plastique et thermique, car la contrainte macroscopique est nulle.

Les résultats présentés (figures 3.12 et 3.13) montrent les contraintes déterminées pour chaque phase, dans la direction d'application de la charge des éprouvettes de traction et de compression.

Dans le cas de la traction (figure 3.12), l'aluminium initialement en tension, va se retrouver légèrement en compression après déformation plastique, tandis que les particules de SiC, initialement en compression, vont être en tension après déformation plastique. Cette évolution

est intuitivement compréhensible en considérant les différentes propriétés élastiques des deux phases.

En ce qui concerne l'essai de compression (figure 3.13), on retrouve, pour les deux phases, la même évolution de la déformation : l'aluminium, initialement en tension, et les particules de SiC, initialement en compression, évoluent vers un état d'équilibre. Ce comportement est en opposition aux prévisions théoriques pour lesquelles l'aluminium est en traction après déformation plastique et les particules de SiC sont davantage en compression. Cependant, si une relaxation (d'origine thermique par exemple) intervient, ce comportement va obligatoirement être modifié. En particulier, si la relaxation domine la déformation plastique et l'effet initialement observé est totalement opposé.

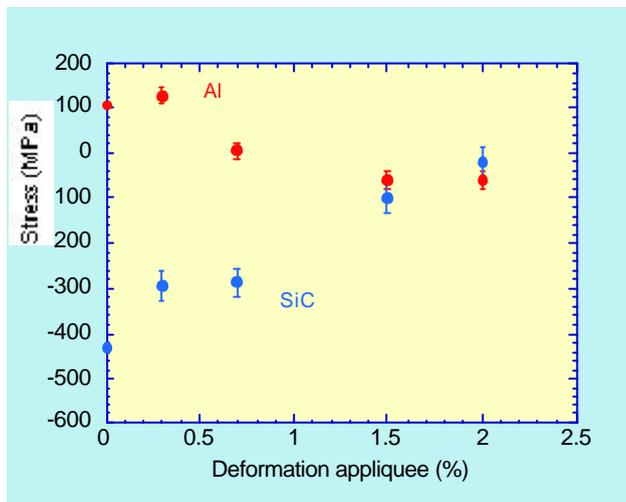


Figure 3.12 : Evolution des contraintes en fonction de la déformation appliquée dans la direction longitudinale (cas de la traction) pour chacune des deux phases.

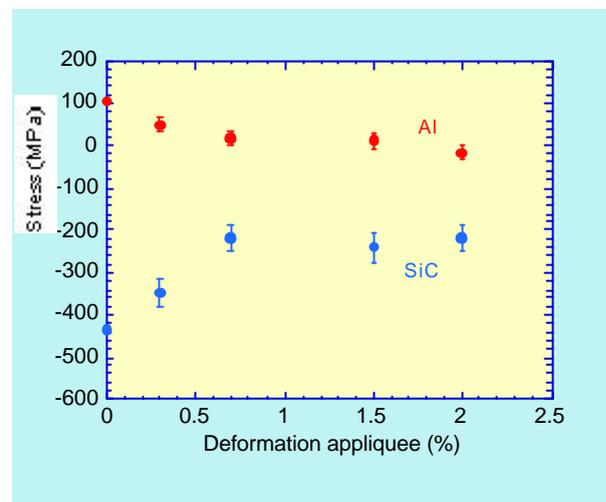


Figure 3.13 : Evolution des contraintes en fonction de la déformation appliquée dans la direction longitudinale (cas de la compression) pour chacune des deux phases

Dans les directions transverses, pour les essais de traction et de compression, on retrouve l'évolution des déformations observées dans les directions de la charge.

Les résultats ainsi observés confirment qu'il y a une évolution des contraintes thermiques vers un état d'équilibre après déformation plastique, et d'autre part que le traitement des données pour aboutir aux contraintes du second ordre repose sur des hypothèses plausibles. En effet, aucune hypothèse n'a été formulée pour l'évaluation des contraintes dans les échantillons de traction/compression : on a mesuré des déformations puis on a calculé des contraintes par la loi de Hooke généralisée. Ces résultats, ainsi que ceux obtenus à l'aide du modèle d'Eshelby, sont en bon accord.

3.5 Conclusion

L'étude que nous avons menée a porté sur l'étude du comportement élasto-plastique des matériaux composites à matrice métallique (CMM).

D'une part, nous avons abordé l'aspect des évolutions des contraintes, en fonction de la température et de la charge appliquée, à l'aide de mesures in situ par diffraction des neutrons. Les résultats ont montré à température ambiante un état de traction dans la matrice d'Al, qui diminue quand on élève la température ; au-dessus de la température d'équilibre ($\approx 500\text{K}$), les contraintes deviennent négatives. Les fibres de SiC sont en compression en-dessous en traction au-dessus de la température d'équilibre. Les résultats expérimentaux sont en accord avec le modèle d'inclusion équivalente d'Eshelby. Lorsqu'on applique une contrainte constante, d'importants phénomènes de relaxation (écoulement plastique et diffusion) ont été observés, dépassant le domaine d'application du modèle.

D'autre part, nous avons étudié le comportement micromécanique à température ambiante de ces composites sur deux barres traitées thermiquement, dont une a été soumise à un essai élasto-plastique de flexion 4-points. Après flexion, les contraintes obéissent aux lois de la résistance des matériaux, mais elles sont très influencées par les contraintes thermiques présentes initialement dans le matériau. En faisant l'hypothèse que les contraintes dans chaque phase sont la superposition de contributions de différentes origines (thermique du fait des traitements, élastique et plastique du fait de la flexion), nous avons déterminé les contraintes microscopiques. Avant flexion, elles sont constantes et hydrostatiques sur toute la largeur de la barre : en tension pour la matrice, en compression pour les particules. Après flexion, au centre de la barre, où la déformation a été élastique, les contraintes restent inchangées. Par contre, à la surface des échantillons, on observe une relaxation des contraintes thermiques jusqu'à zéro. L'évaluation des contraintes par diffraction des neutrons sur des échantillons de traction et compression uniaxiale a confirmé ce résultat.

Plusieurs systèmes composites, avec des histoires thermiques et mécaniques différentes, ont été étudiés par diffraction neutronique par différents auteurs. En particulier, la redistribution des contraintes internes après déformation élasto-plastique par flexion a été étudiée dans le cas de matériaux monophasés [3.20] et composites [3.5, 3.17-3.19]. Les différents résultats expérimentaux sont cohérents et en accord avec la théorie de la résistance des matériaux. La partie originale de nos travaux dans ce domaine porte sur la séparation des différentes contributions microscopiques (thermique, élastique et plastique) à la contrainte macroscopique de chaque phase du composite. En particulier, nous avons montré que seule une déformation plastique fait évoluer les contraintes d'origine thermique vers un état d'équilibre (contraintes nulles).

Jusqu'à présent, l'évolution des contraintes internes pendant des variations de température et sous charge n'a pas été (ou très peu) abordé. Nos expériences de mesures de déformations en fonction de la température ont permis, d'une part de valider le modèle de l'inclusion équivalente, et d'autre part de mettre en évidence, lorsqu'une charge externe est appliquée à haute température, d'importants phénomènes de relaxation (diffusion et écoulement plastique) qui ne sont pas pris en compte dans le modèle.

Références

- [3.1] Y. Flom, R.J. Arsenault, *Mat. Sci. and Eng.*, 75 (1985) 151-167
- [3.2] R.J. Arsenault and M. Taya, *Acta Metall.*, 35, (3), 651 (1987).
- [3.3] H.M. Ledbetter and M.W. Austin, *Mat. Sci. and Eng.*, 89 (1987) 53-61
- [3.4] A.J. Allen, M. Bourke, M.T. Hutchings, A.D. Krawitz, C.G. Windsor, Neutron Diffraction Measurement of Internal Stress in Bulk Materials: Metal Matrix Composite, in *Residual Stresses in Science and Technology*, eds. E. Macherauch, V. Hauk, DGM Informationsgesellschaft Verlag, Oberursel, vol.1 (1987), 151-157
- [3.5] T. Christman and S. Suresh, *Acta metall.*, 36, 1691 (1988).
- [3.6] S.H. Hong, O.D. Sherby, A.P. Divecha, S.D. Karmakar and B.A. MacDonald, *J. Comp. Mater.*, 22, (1988), 102
- [3.7] G.S. Daehn and G. Gonzalez-Doncel, *Metall. Trans.*, 20A, (1988), 2355
- [3.8] P.J. Withers, *Phil. Mag. A*, 1989, 59, N° 4, 759-781
- [3.9] P.J. Withers, W.M. Stobbs, O.B. Andersen, *Acta Metall.*, 37, (11), 1989, 3061
- [3.10] G.L. Povirk, A. Needleman and S.R. Nutt, *Mat. Sci. and Eng.*, A125, (1990) 129-140
- [3.11] A.J. Allen, M.A.M Bourke, S. Dawes, M.T. Hutchings, P.J. Withers, *Acta Metall. Mater.*, 40, N°9, (1992), 2361-2373
- [3.12] P.J. Withers, D. Juul Jensen, H. Lilholt, W.M. Stobbs, *Proc. ICCM VI vol.2*, (1987), p. 255
- [3.13] M. Ceretti, *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
- [3.14] M. Ceretti, M. Kocsis, A. Lodini, *Science and Engineering of Composite Materials*, 3, N° 3, 1994, p.167-176
- [3.15] A.J. Wilkinson and D.J. Dingley, *Acta Metall. Mater.*, 40 (12), (1992), 3357
- [3.16] W.M. Stobbs, *Phil. Mag.*, 27, 319 (1977).
- [3.17] T. Mori, M. Okabe and T. Mura, *Acta Metall.*, 28, (1980), 319
- [3.18] M. E. Fitzpatrick, *A Study of the Effect of a Quench Residual Stress Field on Fatigue in an Al/SiCp Metal Matrix Composite*, Ph.D. Thesis, University of Cambridge, 1995
- [3.19] M. Ceretti, C. Braham, J.L. Lebrun, J.P. Bonnafé, M. Perrin, A. Lodini, *Experimental Techniques*, 20/3 (may-june 1996) 14-18
- [3.20] L. Pintchiovus, V.Jung, E. Macherauch, R. Schafer, O. Vohringer, Determination of Residual Stress Distributions in the Interior of Technical Parts by Means of Neutron Diffraction, in *Residual Stress and Stress Relaxation*, Lake Placid, New York, 13-17-July 1981, E. Kula, V. Weiss Eds, Plenum Press, 1982, pp. 467-482
- [3.21] M. Ceretti, M. Kocsis, A. Lodini, in *Neutron Scattering in Materials Science*, Proc. of the Materials Research Society Vol. 376, 1995, 423-428

- [3.22] M. Ceretti et C. Braham, Evaluation des contraintes résiduelles dans les matériaux composites à matrice métallique par diffraction des rayons X et des neutrons, in *Analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X et des neutrons*, Chapitre 9.2, Eds A. Lodini, M. Perrin, DIST CEA/Saclay 96038, ISBN 2 7272 0182 6 (1996) ;
- [3.23] R. Levy-Tubiana, *Etude des composites à matrice métallique par la technique de la diffraction de neutrons : analyse du comportement élastoplastique et évolution des contraintes résiduelles*, Thèse de doctorat, Université de Paris Sud, 1999
- [3.24] R. Levy-Tubiana, A. Baczmanski, M. Ceretti, M. Fitzpatrick, A. Lodini, K. Wierzbanski, *Materials Science Forum*, vols 347-349 (2000), 510-515
- [3.25] M.E. Fitzpatrick, P.J. Withers, A. Baczmanski, M.T. Hutchings, R. Levy, M. Ceretti, A. Lodini, *Acta Materialia* 50 (2002) 1031-1040

Chapitre 4

Evaluation des microdéformations

4.1 Introduction

Aujourd'hui, la technique de diffraction neutronique est bien maîtrisée pour la détermination des *contraintes résiduelles macroscopiques* responsables dans le matériau d'une déformation homogène sur plusieurs grains, qui entraîne un déplacement du pic de diffraction. Cependant, son utilisation pour la détermination des *déformations microscopiques*, directement liées à la densité et à la répartition des défauts à l'intérieur du réseau cristallin, reste encore au stade préliminaire, contrairement à la diffraction des rayons X, plus largement utilisée. Pourtant, la profondeur élevée de pénétration des neutrons dans la matière leur donne un avantage potentiel unique pour étudier localement les déformations microscopiques dans un matériau massif. Dans ce but, nous avons mis au point une méthodologie expérimentale et théorique pour l'analyse de la forme des pics de diffraction de neutrons. Du point de vue instrumental, il a fallu déterminer les conditions expérimentales optimales afin d'obtenir une résolution instrumentale suffisante pour l'analyse de l'élargissement des profils de ces pics. Une méthode d'analyse sur un seul profil et une méthodologie de déconvolution indirecte du profil instrumental de l'appareil ont été développées sur la base de la méthode de Keijer décrite précédemment (cf. chapitre 2).

La validation de cette méthodologie sur des échantillons déjà étudiés par diffraction des rayons X, ainsi que son application à l'étude de l'écrouissage dans des éprouvettes CT en acier 316L après essais de fatigue, font l'objet de ce chapitre. Dans ce dernier cas, les résultats obtenus par diffraction des neutrons ont été complétés par une caractérisation par diffraction du rayonnement synchrotron. Ce travail faisait partie de la thèse de Karina Hirschi dont j'ai assuré la co-responsabilité, et à laquelle j'ai participé activement.

4.2 Environnement instrumental

Afin de pouvoir observer et analyser l'élargissement d'une raie, une bonne résolution instrumentale est nécessaire. Celle-ci, donnée par la largeur à mi-hauteur d'un pic de diffraction (FWHM) d'un diffractomètre « neutrons », est définie par les divergences angulaires des collimateurs, par la mosaïcité du monochromateur et surtout par l'angle de diffraction du monochromateur ($2\theta_m$). Les formules de Caglioti et al. [4.1] rappellent que la meilleure résolution est obtenue lorsque $2\theta_m$ est égal à l'angle de diffraction de l'échantillon ($2\theta_e$), si l'on travaille sur un canal thermique, et lorsque $\tan \theta_m = 1/2 \tan \theta_e$ si l'on travaille sur un guide de neutrons. Le diffractomètre DIANE du LLB, qui est installé sur un guide de neutrons froids, est équipé d'un monochromateur en graphite pyrolytique (PG) qui permet une certaine liberté, du fait de sa réflectivité élevée pour la réflexion de base (PG002) ainsi que pour l'harmonique du deuxième ordre (PG004). En particulier, la réflexion (004) donne des valeurs $2\theta_m$ très avantageuses dans la gamme de longueurs d'onde les plus souvent utilisées pour les mesures de contraintes effectuées sur DIANE. Par exemple, pour la longueur d'onde de neutrons de 2.86 Å, la plus souvent utilisée, nous avons un angle de diffusion $2\theta_m = 117^\circ$. Le gain de résolution réalisé par l'utilisation du PG004 (comparé à celle de PG002) est illustré sur la figure 4.1, en fonction de la divergence du faisceau diffracté.

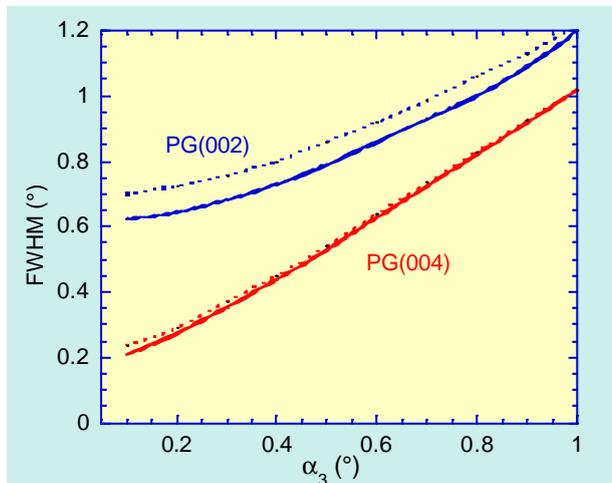


Figure 4.1: Résolution (FWHM) d'un diffractomètre deux axes en fonction de la divergence α_3 du faisceau diffracté dans le cas typique de mesures des contraintes (sur DIANE) : $\lambda=2.86\text{\AA}$, $2\theta_e=90^\circ$, divergence du guide de neutrons $\alpha_1=0.3^\circ$, divergence du faisceau incident $\alpha_2=0.17^\circ$ (lignes continues) et $\alpha_2=0.35^\circ$ (lignes pointillées). Les deux ensembles de lignes correspondent à l'utilisation du monochromateur de graphite pyrolytique en premier ou deuxième ordre.

Ainsi, avec une série de fentes optimisées placées sur le faisceau incident, mais surtout sur le faisceau diffracté, nous pouvons obtenir une bonne résolution en $2\theta_e$ d'environ 0.2° , ce qui correspond à un $\Delta d/d$ d'environ 2×10^{-3} . Cette résolution est légèrement meilleure que celle du diffractomètre trois axes, installé dans le réacteur LWR-15 à l'Institut Nucléaire de Rez Prague [4.2], qui est actuellement le seul diffractomètre utilisé pour l'étude des effets de la plasticité par analyse de l'élargissement des raies de diffraction.

4.3 Validation de la méthode : comparaison avec les rayons X

Pour valider expérimentalement la méthode d'analyse de profil sur un seul pic décrite précédemment (§ 2.3.4), deux matériaux ont été choisis, un acier austénitique AISI 316L et un alliage d'aluminium, déformés plastiquement de diverses façons. Les résultats ont été comparés avec ceux obtenus par d'autres moyens de caractérisation comme la diffraction des rayons X ou la microscopie électronique.

Pour séparer et évaluer numériquement les effets de taille et de déformation des profils expérimentaux, nous avons utilisé la méthode proposée par Keijer (§ 2.3.4), la déconvolution du profil instrumental étant effectuée numériquement.

Pour la première série d'expériences, nous avons utilisé des éprouvettes de traction cylindriques en AISI 316L (0.03%C, 2%Mn, 1%Si, 12%Ni, 17%Cr, 2%Mo) recuites à 1150°C et déformées plastiquement jusqu'à 30%. L'acquisition de la réflexion {111} a été réalisée en utilisant un volume sonde de 2*2*10 mm³ situé au centre de l'éprouvette. Dans nos conditions expérimentales, nous n'observons aucun déplacement de pic.

Le profil instrumental est déterminé à l'aide d'une poudre de silicium contenant des particules sphériques de 60 µm de diamètre. Les profils obtenus pour l'échantillon non déformé et pour l'échantillon déformé à 20% sont présentés sur la figure 4.2.

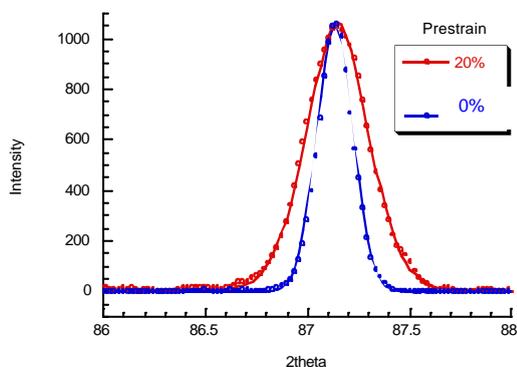


Figure 4.2 : Profils mesurés sur un échantillon étalon non déformé et sur un échantillon déformé à 20%.

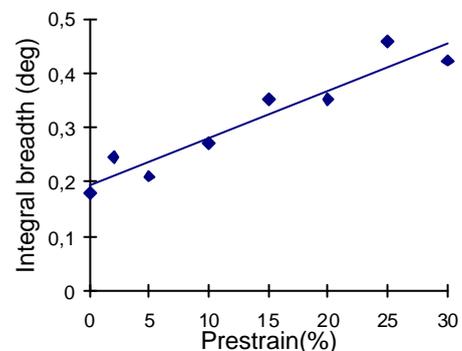


Figure 4.3 : Variation de la largeur intégrale de la raie {111} en fonction du taux de déformation plastique macroscopique.

La largeur intégrale qui caractérise l'écroissage croît en fonction du taux de déformation plastique macroscopique (figure 4.3). Elle passe de 0,18° pour l'échantillon non déformé à 0,42° pour celui déformé à 30%.

En ce qui concerne la forme des pics, nous remarquons que la contribution de la composante de Cauchy est pratiquement nulle pour l'échantillon non déformé (ce profil est en effet très proche du profil instrumental) et qu'elle augmente ensuite avec la déformation macroscopique. Les résultats obtenus après séparation des effets dus à la taille des domaines D et à la

présence de microdéformations sont présentés sur la figure 4.4. L'on observe une fragmentation des domaines cohérents de diffraction par la diminution de leur taille moyenne D : d'environ 1000\AA jusqu'à 380\AA pour la dernière éprouvette. En même temps, la valeur de la déformation microscopique quadratique moyenne croît jusqu'à une valeur de $2,5 \times 10^{-3}$. La densité de dislocations calculée à partir de ces microdéformations (eq. 2.23) est présentée sur la figure 4.5.

Ces résultats correspondent qualitativement à ceux obtenus par microscopie électronique en transmission. Les observations de MET révèlent que l'échantillon recuit, non déformé, présente une très faible densité de dislocations, alors qu'elle augmente considérablement pour un échantillon étiré à 5% (voir figure 4.6).

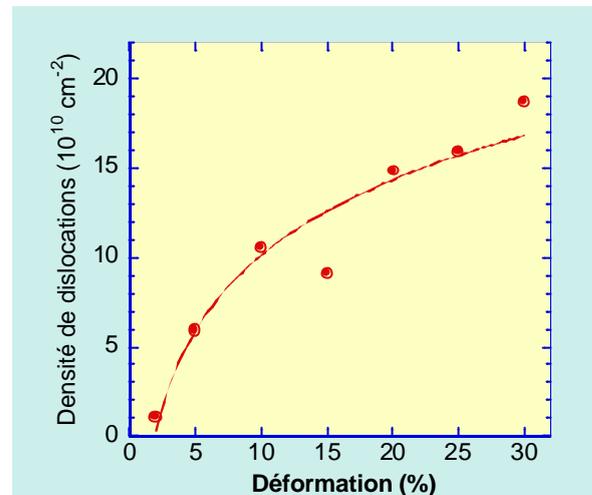
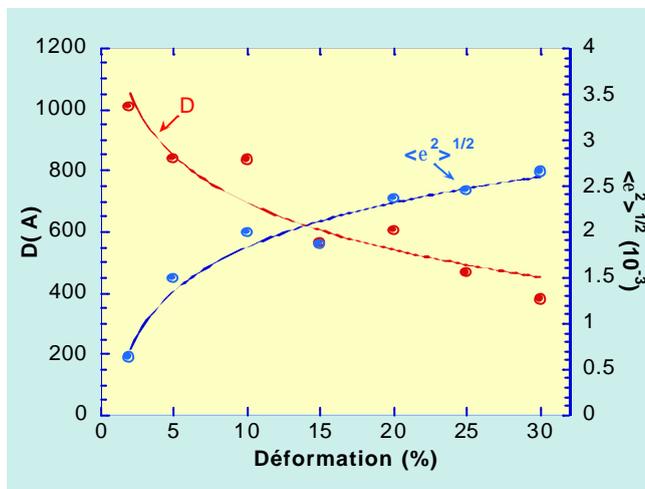


Figure 4.4 : Taille des domaines cohérents D et microdéformation quadratique moyenne $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ en fonction du taux de déformation macroscopique.

Figure 4.5 : Densité de dislocations en fonction du taux de déformation macroscopique.

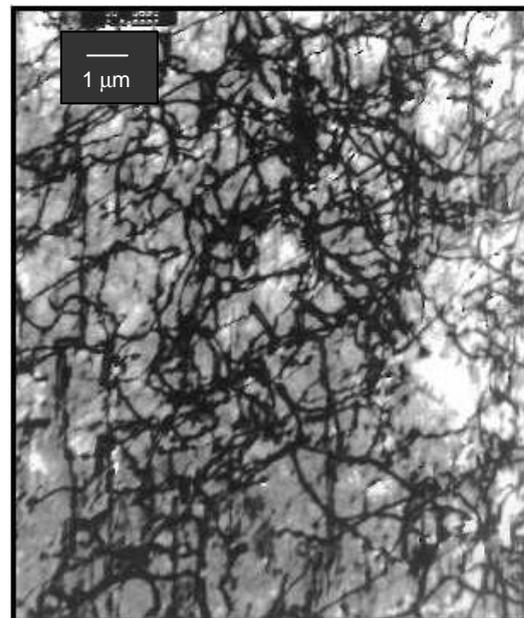
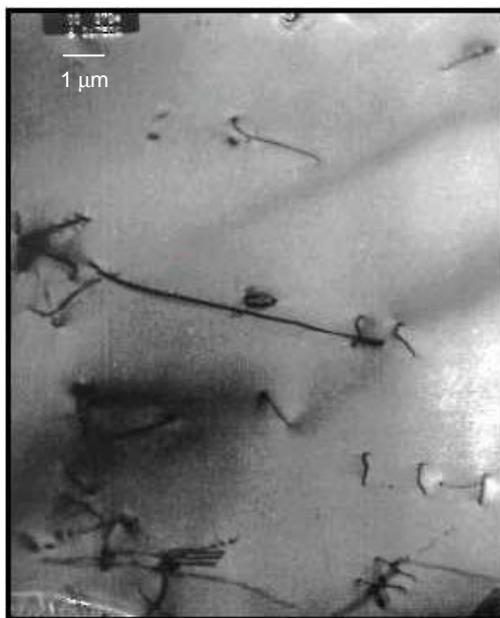


Figure 4.6 : Observations au MET pour a) échantillon recuit et b) 5% de déformation.

La deuxième série de mesures de validation a été effectuée sur des échantillons laminés à froid en alliage d'aluminium (Al-5%Mg) pour les réflexions {111} et {220}. Le taux de déformation plastique équivalent varie ici de 0,1 à 5. Nous avons comparé nos résultats avec ceux obtenus en diffraction des rayons X sur les mêmes échantillons par N. Ji, qui a utilisé le modèle de Warren-Averbach en travaillant sur deux ordres de réflexions {111} et {222}.

Les évolutions de la taille des domaines cohérents de diffraction D et de la microdéformation moyenne $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$, obtenues à partir de l'analyse des pics de diffraction neutronique, sont représentées respectivement sur les figures 4.7 et 4.8.

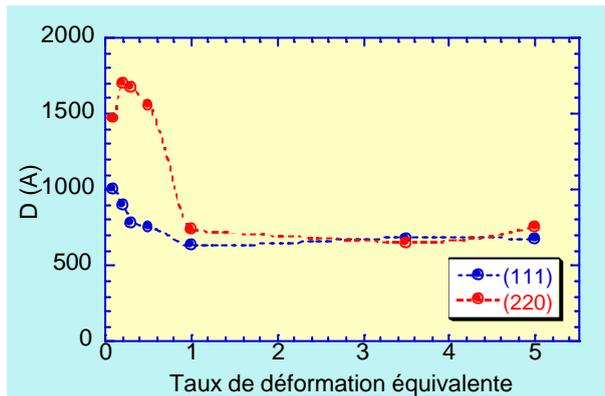


Figure 4.7 : Evolution de la taille des domaines cohérents en fonction du taux de déformation macroscopique équivalente.

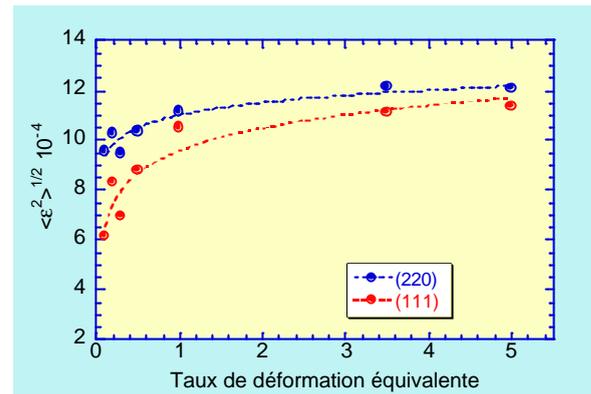


Figure 4.8 : Evolution de la microdéformation quadratique moyenne en fonction du taux de déformation macroscopique équivalente.

Comme dans l'étude de N. Ji par diffraction X [4.3], nous distinguons deux stades d'écroutissage. Le premier stade correspond à la formation progressive d'une structure de dislocations cellulaires. Nous observons d'abord une augmentation de la valeur de $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ pour des taux de déformation inférieurs à 1, puis une stabilisation de cette valeur (figure 4.8). La diminution de D (figure 4.7), dans ce cas, signifie une augmentation du nombre de dislocations dans le volume irradié, dislocations qui divisent le matériau en domaines

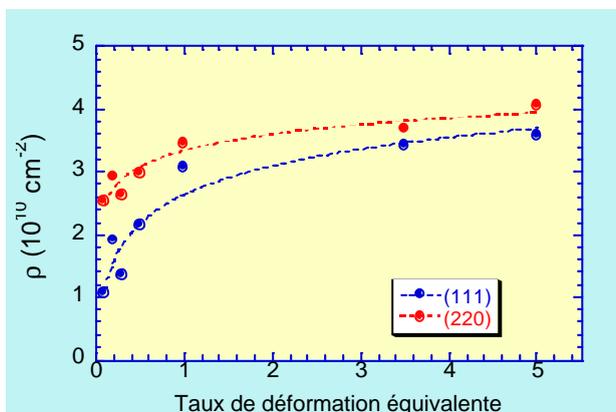


Figure 4.9 : Evolution de la densité des dislocations (10^{10} cm^{-2}) en fonction du taux de déformation macroscopique équivalente dans un alliage Al-5%Mg, calculée à partir des microdéformations estimées par diffraction neutronique.

cohérents de taille plus petite. Avec la diminution du libre parcours moyen entre les dislocations, la distorsion due aux champs élastiques associés à ces dislocations croît. Le deuxième stade, pour des taux de déformation supérieurs à 1, correspond au phénomène de réarrangement des dislocations permettant de minimiser les déformations élastiques du réseau et de limiter l'accroissement effectif de l'énergie du matériau avec la déformation appliquée. Ce réarrangement

se traduit également par une stabilisation progressive de la taille moyenne des domaines cohérents D.

La relation de Williamson-Smallman (§2.3.5, équation 2.18) nous permet d'estimer la densité de dislocations (figure 4.9), directement liée aux microdéformations dans le matériau.

Par comparaison, les valeurs de la densité de dislocations calculées à partir des données d'analyse des profils de raies de diffraction X [4.3] sont données dans le tableau 4.1. Nous pouvons remarquer qu'elle varie entre 2×10^{10} et environ $3 \times 10^{10} \text{cm}^{-2}$, en fonction de la longueur des colonnes sur laquelle est faite la moyenne pour le calcul du facteur de distorsion [4.3]. De plus, la densité de dislocations déduite de la diffraction X évolue très peu en fonction du taux de déformation équivalente, contrairement aux mêmes observations de Ji sur la présence de deux stades d'écroutissage. Les valeurs obtenues par diffraction neutronique sont supérieures à déformations macroscopiques équivalentes élevées (≥ 1) à celles reportées en

Déformation	Rayons X		Neutrons	
	$\ell = 50\text{Å}$	$\ell = 100\text{Å}$	{111}	{220}
0,1	2,92	2,06	1,05	2,53
0,2	2,95	2,06	1,91	2,90
0,3	2,98	2,10	1,35	2,62
0,5	3,03	2,14	2,14	2,98
1	3,05	2,15	3,07	3,45
3,5	3,05	2,18	3,43	3,69
5	2,95	2,08	3,57	4,07

Tableau 4.1: Densité de dislocations (10^{10}cm^{-2}), estimée par diffraction des rayons X et des neutrons sur un alliage d'aluminium à différents taux de déformation. ℓ est la longueur des colonnes sur laquelle est faite la moyenne de la distorsion [4.3].

[4.3] ; ceci est probablement dû à une surestimation de la microdéformation quadratique moyenne par l'analyse sur un seul pic de diffraction. Néanmoins, nous retrouvons une augmentation progressive du nombre des dislocations pour des taux de déformations inférieurs à 1, puis une lente stabilisation lorsque les cellules de dislocations sont complètement structurées.

Pour conclure, nous avons démontré sur deux exemples que la diffraction des neutrons peut être utilisée pour suivre l'évolution de la microstructure des matériaux écrouis et permet d'obtenir des paramètres microstructuraux, tels que la taille des domaines cohérents de diffraction et la microdéformation quadratique moyenne de ces domaines, et permet d'estimer la densité de dislocation du matériau.

Pour ce type d'expérience, il est important d'avoir une bonne résolution instrumentale. Après avoir optimisé les conditions expérimentales du diffractomètre « contraintes » G5.2 du LLB, on obtient une bonne résolution instrumentale et l'analyse de l'élargissement de raie peut s'effectuer avec succès. Les résultats que nous avons obtenus sur deux séries d'échantillons, en acier 316L et en alliage d'aluminium, sont en accord raisonnable avec ceux obtenus par différentes techniques, telles que la diffraction des rayons X et des observations au MET.

On se propose maintenant de mettre en application cette méthodologie pour l'étude de matériaux d'intérêt technologique et de réaliser des mesures d'une façon non destructive à l'intérieur même de l'échantillon.

4.4 Caractérisation des contraintes résiduelles et de l'écroûissage dans les zones proches de la pointe de fissure de fatigue dans un acier 316L.

L'acier austénitique 316L est employé à haute température dans l'industrie nucléaire, plus précisément dans les tuyauteries constitutives des échangeurs intermédiaires des réacteurs à neutrons rapides (RNR) ou dans les visseries internes des REP. Il est particulièrement important de déterminer son niveau de contraintes résiduelles qui influent sur la durée de vie de la pièce, ainsi que le rôle de la déformation plastique dans la relaxation et la redistribution des contraintes résiduelles après des essais de fatigue.

L'objectif de ce travail était de caractériser, par diffraction des neutrons et des rayons X (rayonnement synchrotron), l'état des contraintes résiduelles macroscopiques et l'état

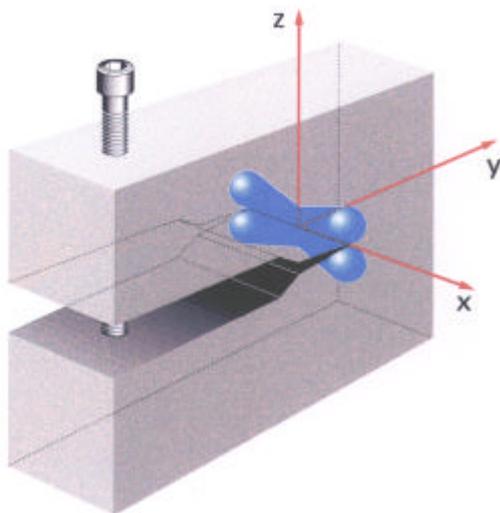


Figure 4.10 : Géométrie de l'éprouvette Compact Tension et directions principales de mesure des contraintes. Trois éprouvettes CT ont été analysées : deux en fatigue avec différents rapports de charge R: R=0.5, nombre de cycles 19530, charge finale 5456 N, $\Delta K=30.48 \text{ MPa mm}^{1/2}$, charge de maintien 285 N (CT_2) et R=0.1, nombre de cycles 25750, charge finale 2143 N, $\Delta K=30.48 \text{ MPa mm}^{1/2}$, charge de maintien 285 N (CT_1). La troisième éprouvette a été soumise à une traction monotone jusqu'à une ouverture de la fissure de 5mm au niveau des capteurs, qui correspondait à une charge appliquée de 9920 N.

microstructural associé (taille des domaines cohérents de diffraction D et microdéformations quadratiques moyennes $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$), après essais de fatigue, pour mettre en évidence l'influence des paramètres de chargement (rapport de charge).

Pour cette étude, nous avons analysé deux éprouvettes Compact Tension (CT) ayant subi un chargement en fatigue avec différents rapports de charge R, de façon à pouvoir modifier la taille de la zone plastique monotone (R=0.1 et R=0.5, pour les éprouvettes CT_1 et CT_2 respectivement). Une autre éprouvette (CT_3) a été déformée en traction monotone jusqu'à une ouverture de la fissure de 5mm au niveau des capteurs.

4.4.1 Contraintes internes élastiques

Les contraintes macroscopiques principales σ_{xx} , σ_{yy} et σ_{zz} ont été évaluées par diffraction des neutrons à partir de la mesure des déplacements du pic de diffraction, au centre des échantillons ($x=z=0$) et à différentes distances y du fond de fissure (figure 4.10). Toutes les expériences de diffraction neutronique ont été effectuées sur le diffractomètre «contraintes» du LLB.

Dans les trois cas étudiés, nous avons constaté un état triaxial des contraintes très marqué. En particulier, les contraintes dans l'éprouvette CT_1 sont assez faibles (figure 4.11a). Le maximum de contraintes en tension se situe à 3,5 mm du fond de la fissure, où $\sigma_{xx} = 200$ MPa, $\sigma_{yy} = 500$ MPa et $\sigma_{zz} = 600$ MPa. Puis les contraintes s'annulent et passent en compression à une distance d'environ 7mm de la pointe de la fissure.

Pour l'éprouvette CT_2, avec un rapport de charge R plus grand, on observe la même évolution, mais les contraintes sont plus importantes (figure 4.11b). Les trois contraintes principales atteignent leurs valeurs maximales à 1.5 mm de la fissure: $\sigma_{xx} = 550$ MPa, $\sigma_{yy} = 700$ MPa et $\sigma_{zz} = 850$ MPa. Au bord de l'éprouvette ($x=z=0$, $y=14$ mm), on observe des contraintes de compression pour σ_{zz} , alors que σ_{xx} et σ_{yy} sont pratiquement nulles.

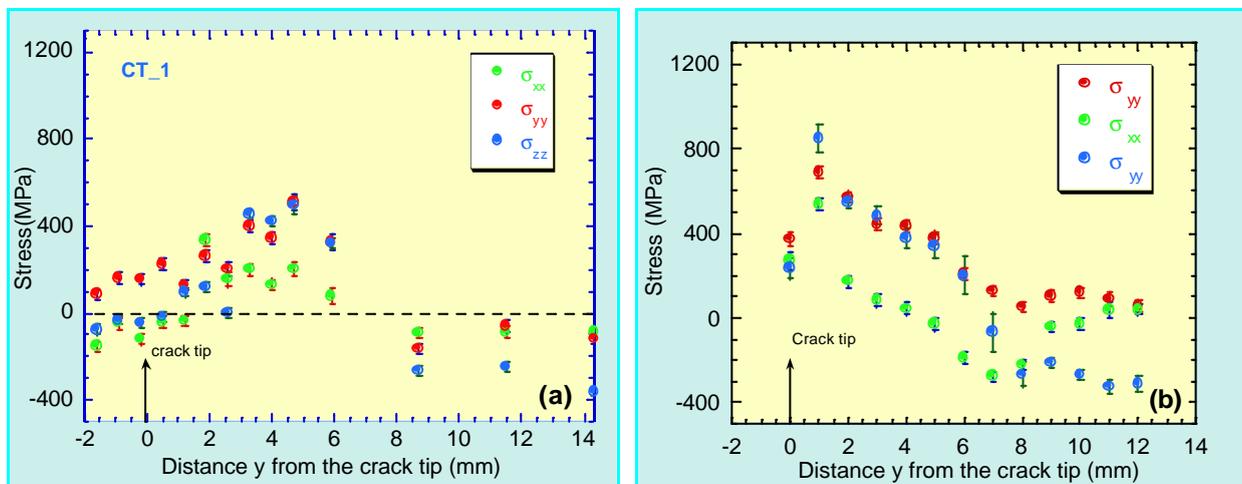


Figure 4.11 : Evolution des contraintes résiduelles en fonction de la distance de la pointe de fissure, pour les échantillons CT_1 (a) et CT_2 (b).

L'évolution des contraintes le long de la fissure pour l'éprouvette CT_3, sollicitée en traction monotone, est présentée sur la figure 4.12 : le maximum est atteint à 2 mm de la fissure avec des valeurs de $\sigma_{xx} = 300$ MPa, $\sigma_{yy} = 500$ MPa et $\sigma_{zz} = 800$ MPa. A une distance $y \approx 8$ mm de la pointe de la fissure, les composantes σ_{xx} et σ_{yy} s'annulent alors que la composante σ_{zz} passe en compression. Les résultats expérimentaux obtenus pour l'éprouvette CT_3 ont été ensuite comparés avec ceux calculés par la méthode des éléments finis (figure 4.12). Le logiciel

d'éléments finis utilisé était le code Castem 2000, développé au DEMA (CEA) et utilisé pour l'analyse de structures dans le domaine nucléaire comme dans le secteur mécanique. Les calculs ont été effectués en trois dimensions, en utilisant une loi de comportement elasto-plastique, établie à partir d'un essai de traction.

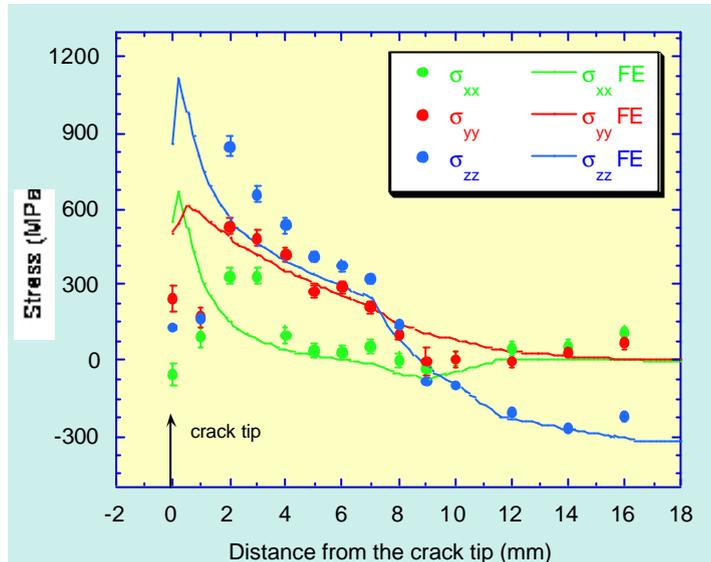


Figure 4.12 : Evolution des contraintes résiduelles en fonction de la distance de la pointe de fissure, pour l'échantillon CT_3. Comparaison entre les contraintes mesurées par diffraction des neutrons et calculées par la méthode des Eléments Finis.

de 0.187 mm à la pointe de la fissure et de 1.275 mm au bord de l'éprouvette, alors que le volume analysé en diffraction des neutrons est de $1 \times 1 \times 1 \text{ mm}^3$. De plus, il y a des effets de relaxation des contraintes après les essais mécaniques et de propagation de la fissure, qui ne sont pas pris en compte dans le calcul.

4.4.2 Déformations microscopiques locales

Dans la deuxième partie de cette étude, nous avons caractérisé, par diffraction de neutrons et de rayons X (synchrotron), l'état microstructural et l'érouissage dans les zones proches de la pointe de la fissure de fatigue. En effet, la présence d'une zone plastifiée au fond d'une fissure modifie la répartition des contraintes à cet endroit, et donc l'évaluation de la taille de cette zone est importante, afin d'obtenir la propagation du défaut en service.

4.4.2.1 Diffraction des neutrons

L'analyse des microdéformations par diffraction des neutrons a été effectuée à partir d'une seule raie de diffraction (la (111)) en utilisant l'approche de Keijser. Dans ce cas, l'élargissement d'une raie de diffraction est la convolution d'une fonction gaussienne et d'une

Nous observons une bonne corrélation entre les contraintes calculées et celles obtenues par diffraction des neutrons. Néanmoins, deux différences sont observées au niveau des premiers mm de la fissure : les valeurs des contraintes calculées sont légèrement plus grandes que celles mesurées et la position du maximum n'est pas la même. Cela peut être dû au fait que nous n'avons pas la même résolution spatiale pour le calcul et les mesures. Il est important de noter que la taille des éléments finis est

lorentzienne, qui dépendent respectivement de la microdéformation et de la taille des domaines cohérents de diffraction (§2.3.4). La déconvolution de la fonction instrumentale a été effectuée par une méthode indirecte (§2.3.1). Pour l'échantillon disposant d'un faible rapport de charge (CT_1), l'élargissement de la raie de diffraction n'a pas pu être observé, ce qui est probablement dû à une petite taille de la zone plastifiée par rapport à la taille de la sonde utilisée pour la mesure. Par contre, pour les deux autres échantillons, on distingue clairement une zone plastifiée par une largeur de raie (L) plus importante que la largeur (L_0) de la zone de référence non plastifiée.

Pour l'échantillon CT_2, on remarque que la raie (111) s'élargit dans la région s'étendant jusqu'à $y \leq 2$ mm de la pointe de la fissure, avec le rapport $L/L_0=1.3$ (figure 4.13a).

L'élargissement de la raie (111), pour l'échantillon CT_3, devient encore plus important et se concentre dans la zone s'étendant jusqu'à 5 mm de la fissure, avec L/L_0 compris entre 1.5 et 1.25, suivant l'orientation de l'échantillon. A partir de la distance de 6 mm de la fissure, la largeur L est très proche de la valeur de référence L_0 (figure 4.13b)

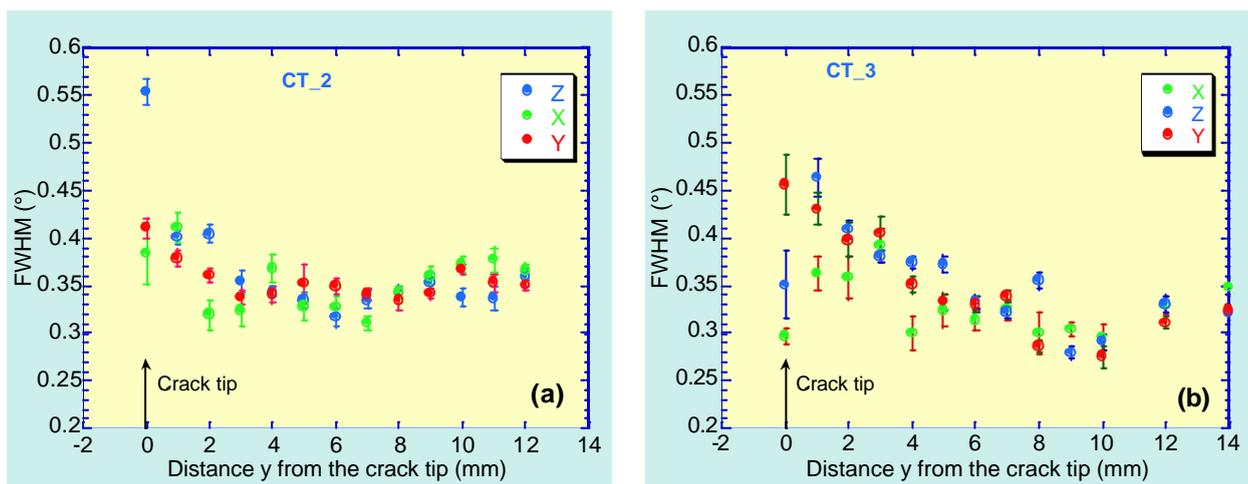


Figure 4.13 : Variation de la largeur (non corrigée) des pics de diffraction en fonction de la distance y de la pointe de la fissure dans les éprouvettes CT_2 (a) et CT_3 (b).

En principe, pour estimer le taux de déformation plastique dans la zone localement endommagée dans les éprouvettes CT, il est nécessaire d'effectuer une analyse des profils de raies de diffraction sur ces éprouvettes. Pour cela, une très bonne statistique de comptage est requise, ce qui malheureusement demande un temps d'acquisition trop long, car l'on effectue des mesures dans un petit volume sonde au centre de l'échantillon. Nous avons donc été amené à remplacer l'analyse de profil par une méthode de calibration préalable sur des éprouvettes de traction [4.4], déformées plastiquement à différents taux (de 0% à 40%). Nous avons pu déterminer une relation semi-logarithmique entre la largeur intégrale δH des pics de diffraction des éprouvettes étirées et leur taux de déformation plastique macroscopique (figure 4.14) :

$$\frac{\delta H}{\delta H_0} = a + b \log(\epsilon_p) \quad (4.1)$$

avec $a=1.02$, $b=0.016$, la largeur instrumentale $\delta H_0=0.0328$ et $\delta H_{rupture}=0.57$. Cette relation calibrée sera utilisée pour estimer la déformation plastique équivalente dans les éprouvettes CT, dans l'hypothèse que les modes de déformation plastique (homogène) dans les éprouvettes de traction et (locale) dans les éprouvettes CT soient les mêmes.

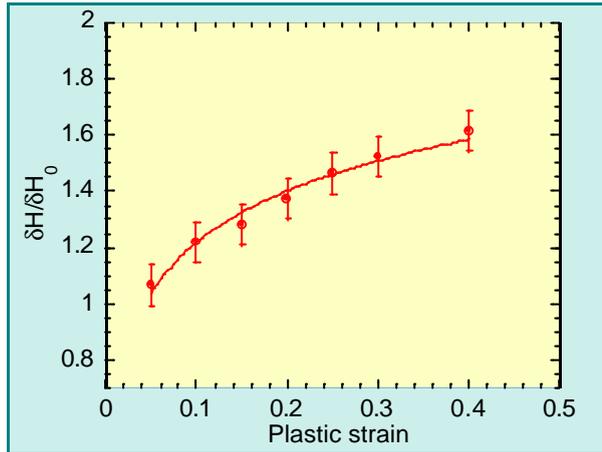


Figure 4.14 : Evolution de la largeur à mi-hauteur δH du pic de diffraction (111), normalisée par la largeur instrumentale δH_0 , en fonction du taux de déformation plastique macroscopique des différentes éprouvettes de traction utilisées pour la calibration.

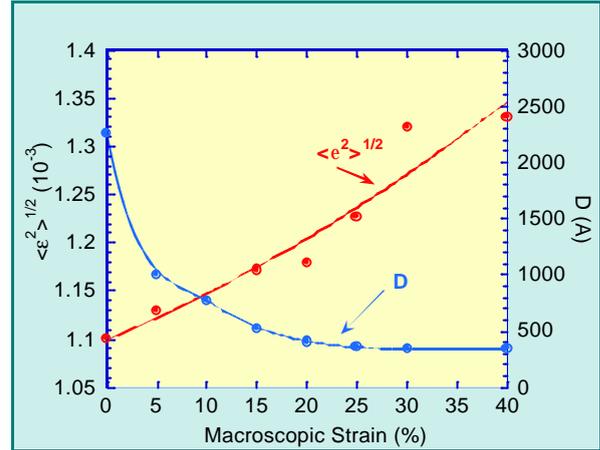


Figure 4.15 : Evolution des paramètres microstructuraux (D et $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$) en fonction du taux de déformation plastique macroscopique des différentes éprouvettes de traction utilisées pour la calibration. Ces paramètres sont obtenus à partir de l'analyse d'un seul pic de diffraction (111).

L'estimation des paramètres microstructuraux (D et $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$) dans les éprouvettes de traction est obtenue à partir de l'analyse des profils des pics, suivant la méthode décrite dans le chapitre 2. Les résultats de la séparation des effets de taille et de distorsion des domaines cohérents de diffraction sont présentés sur la figure 4.15, dans laquelle on observe une augmentation de la distorsion jusqu'à 1.35×10^{-3} , simultanément avec une diminution de la taille des domaines jusqu'à 370 \AA pour un échantillon déformé à 40%.

Pour l'éprouvette Compact Tension CT_3, nous avons estimé, à l'aide de la relation 4.1, que la déformation plastique maximale est à 1 mm de la pointe de la fissure et qu'elle est égale à 25% quand le vecteur de diffusion est parallèle à la direction de propagation de la fissure (y); quand le vecteur de diffusion est perpendiculaire à la direction de propagation de la fissure (x), la déformation plastique maximale se situe à environ 3 mm de la pointe de la fissure, où elle est égale à 12% (figure 4.16). Au bord de l'échantillon, on observe une légère déformation plastique de 8% environ. La figure 4.17 reporte l'évolution des paramètres microstructuraux dans la zone plastique de l'échantillon, déterminés à partir de la calibration préalable sur les éprouvettes de

traction : on observe une diminution de la distorsion de 1.25×10^{-3} à la pointe de la fissure jusqu'à environ 1×10^{-3} à 5mm de la fissure. Parallèlement, la taille des domaines cohérents de diffraction augmente de 350Å à 2300Å.

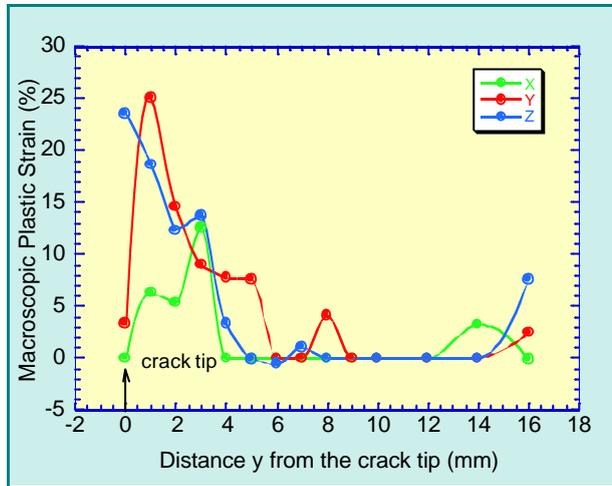


Figure 4.16 : Variation du taux de déformation plastique dans l'éprouvette CT_3 en fonction de la distance y de la pointe de fissure, déterminée à partir d'une calibration préalable sur les éprouvettes de traction

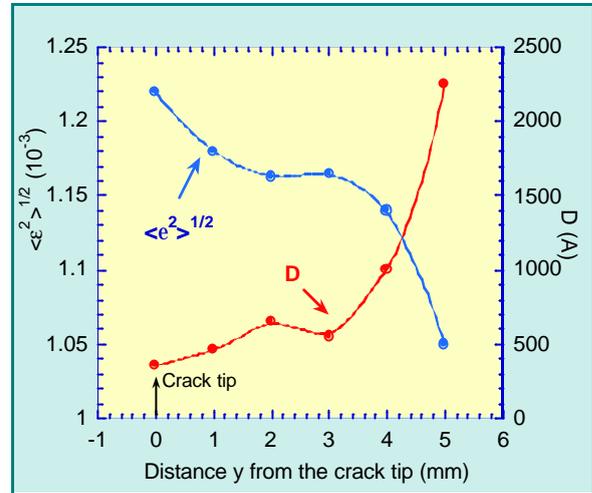


Figure 4.17 : Evolution des paramètres microstructuraux (D et $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$) dans l'éprouvette CT_3 en fonction de la distance y de la pointe de fissure, déterminée à partir d'une calibration préalable sur les éprouvettes de traction

4.4.2.2 Mesures au synchrotron

Les résultats obtenus par l'analyse d'un seul profil de diffraction des neutrons ont été complétés par une analyse complète du type Warren-Averbach, en travaillant sur plusieurs ordres de réflexions et plusieurs pics de diffraction des rayons X. Les mesures ont été effectuées sur les éprouvettes de traction et sur l'éprouvette Compact Tension CT_3, avec un rayonnement synchrotron (L.U.R.E., Orsay) sur le quatre cercles WDIF4C, installé sur la ligne de lumière DW22. L'analyse a été effectuée sur les couples de raies de diffraction (111)/(222), (200)/(400) et (220)/(440) avec une longueur d'onde de $1,07 \text{ \AA}$. Des fentes de Soller (divergence $0,08^\circ$) et une résolution latérale de 1mm ont été utilisées. Les mesures ont été réalisées à la surface des échantillons après polissage électrochimique. La correction de l'effet instrumental a été effectuée à l'aide des profils obtenus pour la poudre CeO_2 .

Le traitement des données expérimentales a été effectué à l'aide d'un modèle théorique développé sur la base du modèle de Warren-Averbach, où le terme de distorsion interne aux domaines cohérents est modifié, et de nouveaux termes, relatifs aux hétérogénéités des déformations élastiques (HDE) internes au volume diffractant, sont introduits. Nous avons utilisé un logiciel développé à l'ENSAM basé sur le modèle de J.M. Sprael (§2.3.6).

Les résultats obtenus sur les échantillons de traction avec différents taux de déformation plastique macroscopique (tournés pendant l'expérience pour éviter l'influence de la taille des grains), pour le couple de raies (220)/(440), sont présentés sur les figures 4.18a et 4.18b. La microstructure du matériau est caractérisée par la taille moyenne de domaines cohérents $\langle L \rangle$, par la distorsion quadratique moyenne liée aux contraintes internes entre cristallites $\langle \epsilon_0^2 \rangle$ (2^{ème} ordre) et par le facteur de distorsion quadratique moyenne à l'intérieur des cristallites $\langle \epsilon_1^2 \rangle$ (3^{ème} ordre).

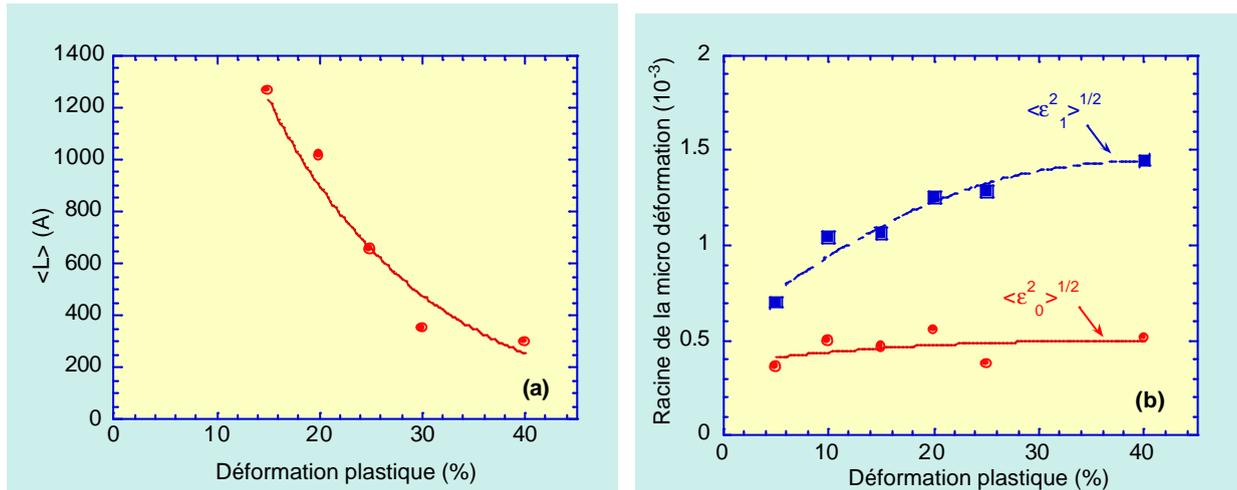


Figure 4.18 : Valeurs des paramètres $\langle L \rangle$, $\langle \epsilon_0^2 \rangle$ et $\langle \epsilon_1^2 \rangle$ mesurées sur les éprouvettes de traction à partir des raies de diffraction {200} et {400} pour différents taux de déformation plastique macroscopique.

Les valeurs de la longueur moyenne des colonnes diffractantes $\langle L \rangle$, le terme de distorsion

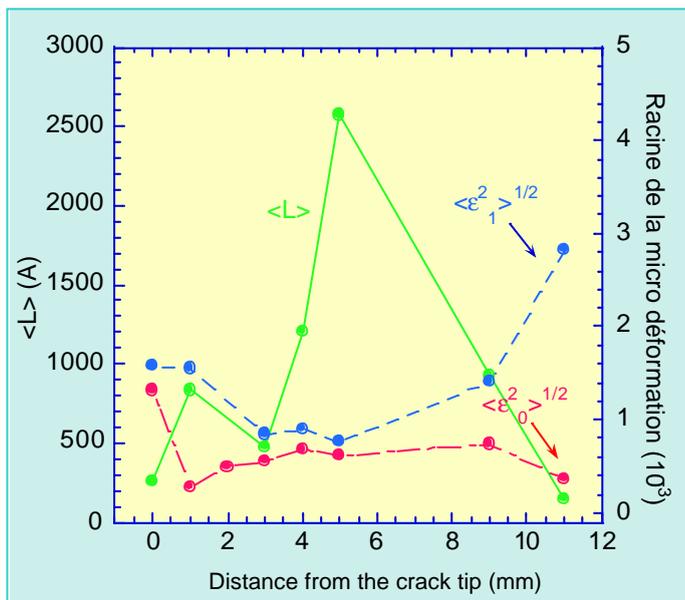


Figure 4.19 : Evolution de la taille des domaines cohérents de diffraction $\langle L \rangle$, des déformations $\langle \epsilon_0^2 \rangle$ (2^{ème} ordre) et $\langle \epsilon_1^2 \rangle$ (3^{ème} ordre) en fonction de la distance de la fissure pour l'éprouvette CT_3. Ces paramètres microstructuraux ont été déduits à partir de l'analyse d'un couple de raies (200) et (400).

$\langle \epsilon_1^2 \rangle$ et le coefficient de HDE $\langle \epsilon_0^2 \rangle$ pour l'éprouvette CT_3, déduites du couple de raies (200)/(400), sont représentés sur la figure 4.19. Nous pouvons remarquer que les effets de taille et de distorsion sont dominant sur toute la zone explorée. A la pointe de la fissure la taille des domaines est de 255Å, ce qui correspond à une déformation plastique de 30% ; elle atteint une valeur maximale d'environ 2500 Å à 5mm de la pointe de la fissure ; puis elle décroît à environ 150 Å au bord de l'éprouvette (à 11mm de la pointe de la fissure) où les valeurs de

distorsion augmentent considérablement, et où on constate une forte déformation plastique. Les résultats obtenus sont assez dispersés et dépendent sensiblement des plans de diffraction (hkl) choisis. Ceci est probablement lié à la taille des grains et à la faible divergence du faisceau de rayons X, ce qui fait qu'il n'y a pas suffisamment de cristallites dans le volume diffractant.

4.4.3 Conclusion

La diffraction neutronique a été utilisée pour une étude complète de l'état triaxial des contraintes et de l'érouissage dans les zones proches de la pointe de fissure de fatigue. Pour la première fois, la zone plastifiée proche de la pointe de fissure a été analysée par diffraction des neutrons, à partir d'une analyse de l'élargissement du pic de diffraction [4.8].

Il nous a été impossible de comparer quantitativement les résultats déduits de l'analyse des spectres des neutrons et des rayons X, car d'une part les effets des hétérogénéités des déformations élastiques n'ont pas été pris en compte par l'analyse aux neutrons et d'autre part les zones d'analyse ne sont pas les mêmes. Cependant, on a montré que la diffraction neutronique peut être utilisée comme technique non destructive, complémentaire à la diffraction des rayons X, pour une caractérisation complète de l'état mécanique des matériaux.

Références

- [4.1] G. Caglioti, A. Paoletti, F.P. Ricci, Nucl. Instr., 3, 223, 1958
- [4.2] M. Vrana, P. Lukas, P. Mikula, J. Kulda, Nucl. Instr. and Meth. A, 338, 124, 1994
- [4.3] N. Ji, *Application de l'analyse des profils de raies de diffraction X pour caractériser l'état microstructural et mécanique des matériaux métalliques*, Thèse de doctorat, ENSAM Paris, 1989
- [4.4] A. Li, *Application de la diffraction des rayons X à l'étude de la surface de rupture par fatigue sur un alliage d'aluminium*, Thèse de doctorat, ENSAM Paris, 1993
- [4.5] M. Ceretti, C.A. Hipplesley, M.T. Hutchings, A. Lodini, C.G. Windsor, Physica B, 234-236 (1997) 969-971
- [4.6] K. Hirschi, M. Ceretti, C. Braham, P. Lukas, A. Lodini, Texture and Microstructure, vol. 33 (1999), 219
- [4.7] M. Ceretti, K. Hirschi, B. Marini, J.-M. Sprauel, J.-P. Lauriat, E. Elkaim, Applied Physics A 74 (2002) [Suppl] S1722
- [4.8] K. Hirschi, *Analyse des contraintes résiduelles et des paramètres microstructuraux par diffraction de neutrons dans un acier inoxydable austénitique*, Thèse de doctorat, Université de Reims Champagne Ardenne, 1999
- [4.9] Th.H. de Keijser, J.I. Langford, E.J. Mittmeijer and A.B.P. Vogels, J. Appl. Cryst., 15, 1982, 308-314 ,

Chapitre 5

Autres travaux

5.1 Étude des déformations élastiques résiduelles dans les quartzites naturels

L'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des neutrons a concerné jusqu'à présent essentiellement les matériaux métalliques. Nous avons étendu cette technique aux matériaux géologiques, dont l'histoire thermo-mécanique se traduit par des déformations et contraintes résiduelles. Très peu d'études des déformations dans des roches naturelles ont été effectuées par diffraction neutronique [5.1-5.4]. Nos travaux montrent que la détermination d'un tenseur complet des déformations élastiques résiduelles dans les quartzites est réalisable par diffraction neutronique, qui paraît actuellement une technique bien adaptée pour ce genre d'étude en raison de la pénétration du rayonnement, permettant l'accès à des régions non relâchées de l'échantillon, et du volume significatif de grains inspectés. En particulier, nous avons étudié les quartzites déformés naturellement, qui sont depuis longtemps reconnus comme indicateurs sensibles de la déformation dans les roches métamorphiques, du fait de la variété de leurs microstructures et des orientations cristallographiques préférentielles. La détermination du tenseur complet de déformation par diffraction neutronique a permis de simuler les textures de déformation.

Les quartzites sont des roches (riches en SiO_2) de la partie supérieure de l'écorce terrestre ; ils ont par conséquent enregistré (généralement à chaud) une gamme variée de chemins de déformation. Jusqu'à présent, la déformation macroscopique a été interprétée sur la base d'observations microstructurales et de la texture, ce qui est dû à la difficulté de mettre en œuvre des mesures directes des déformations résiduelles. Depuis quelques années, dans le cadre d'une collaboration interdisciplinaire entre métallurgistes et géologues (le Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide de l'Université Paris XI, le Département des Science de la Terre de l'Université de Cergy-Pontoise, et le LLB), les principaux types de microstructures naturelles relevées dans les quartzites ont été corrélés avec les textures "complètes" correspondantes. La texture des échantillons a été mesurée par diffraction neutronique au laboratoire Léon Brillouin,

compte tenu des avantages que présente cette technique pour des matériaux géologiques hétérogènes, à taille de grain variable.

Malgré la diversité des microstructures sélectionnées (forme, taille et distribution spatiale des grains), ces quartzites présentent souvent certaines caractéristiques communes de leur fonction de distribution des orientations cristallographiques (FDOC). En particulier, deux composantes principales de textures ont été clairement identifiées dans tous les échantillons : $\{11\bar{2}0\}\langle 10\bar{1}0\rangle$ et $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}0\rangle$, respectivement dites de déformation et de recristallisation.

Ayant ainsi identifié une composante de déformation, nous avons souhaité, dans une seconde étape, aborder la simulation de la texture de déformation. Pour ce faire, il était nécessaire de connaître au moins les systèmes de glissement actifs ainsi que le tenseur des déformations à imposer. C'est pour explorer ce second point, que nous avons envisagé la mesure par diffraction des neutrons des déformations élastiques résiduelles.

5.1.1 Mesure des déformations élastiques par diffraction des neutrons

Dans cette étude, quatre échantillons ont été sélectionnés, dont la texture a été déjà étudiée et qui correspondent à des quartzites dont la microstructure et la texture sont représentatives d'une déformation macroscopique évidente :

- L'échantillon 131 présente la texture de déformation la plus nette. Sa microstructure traduit une grande déformation plastique rotationnelle (cisaillement simple) dépassant 150 % d'élongation selon la direction de linéation¹. La recristallisation paraît absente et la taille de grains fluctue entre 1 et 10 μm .
- L'échantillon 14 présente une composante de déformation assez faible. Sa microstructure, très hétérogène (avec bandes de recristallisation dynamique), est indicative d'un cisaillement important.
- L'échantillon 90A ne présente que des grains inégalement allongés, sans indication de recristallisation dynamique. Sa composante de texture de déformation n'est pas très élevée.
- Enfin, l'échantillon 59 a été retenu à titre de contre-exemple, puisqu'il s'agit d'un quartzite montrant une microstructure fortement recristallisée et une composante de texture associée caractéristique.

Les mesures de diffraction de neutrons ont été effectuées sur DIANE, au LLB. Avec une longueur d'onde incidente de 4.7Å, l'angle de diffraction de la raie la plus intense du $\alpha\text{-SiO}_2$ est d'environ 90°. Pour la détermination du tenseur complet des déformations avec une bonne

¹ En géologie, on dénomme « plan de foliation » et « direction de linéation » les plans et les directions de cisaillement macroscopique, déduits de la morphologie des grains et de différents marqueurs de la déformation.

précision, les mesures ont été effectuées à plusieurs angles ψ et ϕ . A titre d'exemple, la figure 5.1 montre l'évolution de la déformation mesurée (ϵ) en fonction de $\sin^2\psi$, pour chacun des échantillons à $\phi = 60^\circ$.

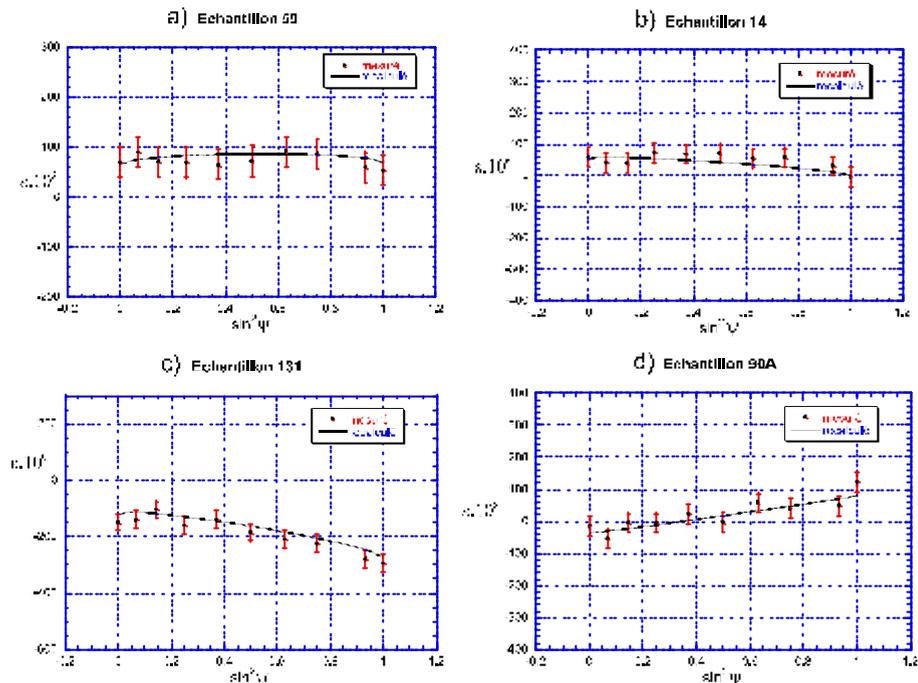


Figure 5.1 : Courbes ϵ en fonction de $\sin^2 \psi$ (à $\phi=60^\circ$) pour les échantillons de quartzites naturels.

Il est intéressant de noter que la texture cristallographique n'induit apparemment pas de forme sinusoïdale des courbes et donc que l'influence du paramètre texture n'est pas capitale dans l'analyse des déformations. En effet, cette forme en « serpent » n'apparaît que dans le cas de l'échantillon 59, mais elle est contenue dans les barres d'erreurs. Ce résultat est assez surprenant pour l'échantillon 131 qui présente une forte texture. Toutefois, il est important de remarquer que les déformations mesurées sont toujours très faibles et de ce fait, on peut raisonnablement supposer que la forme en « serpent » est masquée par la faiblesse des valeurs et contenue à l'intérieur des barres d'erreurs. En première approche, on considèrera donc le matériau comme isotrope.

Les composantes du tenseur des déformations ont été calculées à partir des mesures effectuées dans toutes les directions ϕ, ψ . Les résultats sont reportés dans le tableau 5.1. Il apparaît ainsi que les échantillons présentant une microstructure fortement recristallisée dynamiquement (59 et 14) ont une valeur faible de toutes leurs composantes, que l'on considèrera par conséquent comme nulles. Par contre, si les échantillons 131 et 90A montrent des valeurs absolues encore faibles en comparaison de celles observées en métallurgie, elles sont toutefois significatives. L'échantillon 90A présente un tenseur de déformation similaire à celui d'un laminage, qui s'accorde assez bien avec la déformation macroscopique. L'échantillon

131, qui possède une forte texture issue d'une grande déformation rotationnelle d'après les observations microstructurales, révèle un tenseur assez surprenant puisque la déformation élastique résiduelle est irrotationnelle. L'interprétation de cet état peut reposer pour partie sur la présence de secondes phases (qq. % d'oxydes, mica et épidote) dont on connaît le rôle (incompatibilités thermiques et changement de volume pouvant supplanter les incompatibilités liées à l'écoulement plastique) lors de l'acquisition des déformations élastiques résiduelles dans les matériaux polyphasés.

Echantillon	Tenseur de déformation x 10 ⁶
131	$\begin{bmatrix} 120 \pm 28 & -18 \pm 30 & -41 \pm 23 \\ -18 \pm 30 & 61 \pm 30 & 43 \pm 9 \\ -41 \pm 23 & 43 \pm 9 & 52 \pm 16 \end{bmatrix}$
14	$\begin{bmatrix} -23 \pm 28 & 11 \pm 25 & -1 \pm 23 \\ 11 \pm 25 & -49 \pm 28 & 18 \pm 22 \\ -1 \pm 23 & 18 \pm 22 & 54 \pm 15 \end{bmatrix}$
90A	$\begin{bmatrix} -100 \pm 27 & 51 \pm 24 & -23 \pm 21 \\ 51 \pm 24 & 83 \pm 27 & 8 \pm 21 \\ -23 \pm 21 & 8 \pm 21 & -36 \pm 15 \end{bmatrix}$

Tableau 5.1 : Description du tenseur de déformation mesuré par diffraction neutronique pour les échantillons 131, 14 et 90A. ε_{11} est parallèle à l'axe de linéation, ε_{22} est perpendiculaire à l'axe de linéation et ε_{33} est perpendiculaire au plan de foliation.

Une simulation numérique du développement de la texture de déformation, basée sur une modélisation viscoplastique auto-consistante (méthode VPSC appliquée aux polycristaux anisotropes [5.5]) a été effectuée. Le calcul a été réalisé dans le cas d'un matériau monophasé avec une texture initiale isotrope, dont on connaît les systèmes de glissement et les cisssions critiques correspondantes. Par contre, on ne connaît pas a priori la forme du tenseur de déformation. Toutes les composantes de déformation élastique résiduelle mesurées par diffraction des neutrons sont faibles ($\leq 10^{-4}$) et nous avons supposé qu'elles sont un « héritage » de la déformation plastique totale subie par le matériau pendant son histoire. De plus, si ces déformations élastiques accommodent les incompatibilités plastiques entre la matrice (quartz) et une deuxième phase (fragile), un changement de signe dans la déformation peut être introduit. En appliquant ces déformations plastiques (prises égales et de signe opposé aux déformations élastiques résiduelles mesurées) aux cristallites de quartz dans le modèle VPSC, on obtient des figures de pôle simulées (correspondant aux textures de déformation) en bon accord avec les figures de pôle mesurées par diffraction de neutrons. A titre d'exemple, la figure de pôle {0001} simulée est comparée à la figure de pôle expérimentale, pour l'échantillon 90A, caractérisée par la composante de texture $\{\bar{1}2\bar{1}0\}\langle\bar{1}010\rangle$ (figure 5.2). Ceci prouve

l'intérêt d'utiliser des données expérimentales issues de la diffraction neutronique dans la simulation de la texture de déformation.

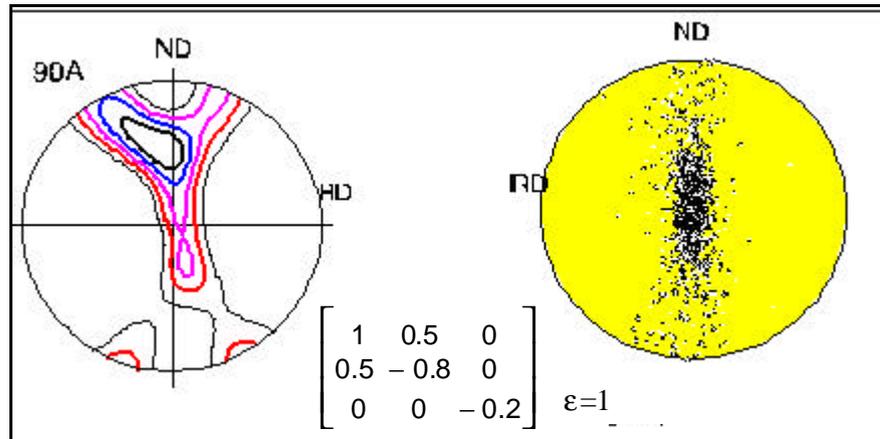


Figure 5.2 : Simulation VPSC de la texture de déformation d'un quartzite avec un tenseur complet de déformation mesuré par diffraction neutronique. Comparaison des figures de pole {0001} expérimentale et simulée de l'échantillon 90A (RD = direction de linéation, ND=normale au plan de foliation). Le tenseur de déformation utilisé dans la simulation est indiqué en insert.

5.1.2 Conclusion

L'analyse des résultats permet de discriminer les quartzites considérés comme largement recristallisés qui ne présentent pas de déformation résiduelle et les quartzites possédant une texture de déformation qui montrent des déformations faibles en valeur absolue, mais significatives par rapport aux barres d'erreurs.

Les tenseurs complets déduits des expériences de diffraction neutronique permettent dans au moins un des cas significatifs de donner une image réaliste de l'état de la déformation naturelle macroscopique. Ces tenseurs sont ensuite injectés dans une simulation de type VPSC. On obtient ainsi des figures de pole simulées en bon accord avec les figures de pole mesurées par diffraction des neutrons. Usuellement, la modélisation de la texture des roches est faite en supposant des modèles a priori de la déformation. Dans le présent travail, c'est la première fois qu'un tenseur de déformation déterminé expérimentalement est utilisé, et permet de reproduire les textures expérimentales, sans paramètre ajustable.

Ce travail doit être poursuivi par l'étude de quartzites naturelles déformées (par laminage ou cisaillement) et/ou recuites en laboratoire, dans le but de confirmer la similitude de la forme du tenseur de déformation élastique résiduel avec le mode de déformation plastique restitué à partir des macro- et micro-structures observées in situ.

5.2 Etudes à caractère industriel

La diffraction neutronique pour l'analyse des contraintes internes est une technique relativement récente et une procédure standard à suivre pour obtenir des résultats fiables et reproductibles n'était pas encore établie. Pour cette raison, un programme international, sous les auspices de VAMAS TWA 20 (Versailles Project on Advanced Materials and Standards, Technical Working Area 20), a été initié pour développer une procédure précise et fiable pour une évaluation non-destructive des contraintes résiduelles par diffraction des neutrons. Le LLB, avec dix-huit autres laboratoires, a participé à ce programme et les principales conclusions sont reportées dans le prochain paragraphe.

Une partie de l'activité «contrainte » du LLB est plus directement liée aux problèmes d'intérêt industriel ; en particulier, nous avons effectué plusieurs études à la demande de partenaires industriels, dans le cadre de contrats. A titre d'exemple, nous nous référons à deux travaux effectués ces dernières années : l'un en collaboration avec Snecma Moteur, pour étudier la répartition des contraintes résiduelles dans les prototypes des anneaux aubagés monoblocs en composite Ti/SiC, et l'autre en collaboration avec le Paul Scherrer Institute (Suisse) pour établir une corrélation microstructure - déformations dans les roues de train à grande vitesse ICE.

5.2.1 Standardisation de la technique de diffraction neutronique pour l'analyse des contraintes

Dans le but de fiabiliser la technique vis à vis de la communauté industrielle, la plupart des sources neutroniques impliquées dans les études de contraintes résiduelles se sont engagées dans un programme international **VAMAS**, TW20, qui vise à standardiser cette technique en fixant les protocoles de mesure par diffraction des neutrons, applicables aux composants industriels.

Une campagne de mesures sur des échantillons standards a été effectuée auprès de chaque source neutronique². Ceci a permis de vérifier la reproductibilité des résultats expérimentaux entre les différents laboratoires, d'établir le domaine d'applicabilité de la technique de la diffraction neutronique et de comparer les performances des différents équipements, et a abouti, en 2001, à une norme standard pour l'analyse des contraintes par diffraction neutronique (ISO / TTA).

Les échantillons retenus pour l'étude représentaient quatre problématiques d'importance pratique. Par souci de brièveté, nous nous limiterons ici à présenter les résultats de deux d'entre elles : un fretage en alliage d'aluminium et un superalliage base nickel grenailé.

Le premier échantillon mesuré était le fretage : il a une symétrie axiale et les contraintes résiduelles introduites sont assez faibles et peuvent être calculées analytiquement. Tous les

² ILL et LLB (France), ISIS (Angleterre), Risoe (Danemark), HMI (Berlin), Studsvick (Suède), JRC (Petten, Pays Bas), LANL, ORNL, NIST (USA), Chalk River (Canada).

participants ont suivi un protocole de mesure qui fixait le nombre et la position des points de mesure, la taille du volume sonde, les directions principales ainsi que les plans (hkl) à étudier.

Les résultats obtenus par les participants sont tous cohérents entre eux et en très bon accord avec les valeurs prédites par la théorie, ce qui implique que les mesures sont fiables et reproductives. La moyenne des contraintes tangentielles (de tous les jeux de données) mesurées dans le frettage, ainsi que la solution analytique et les valeurs obtenues au LLB, sont reportées dans la figure 5.3.

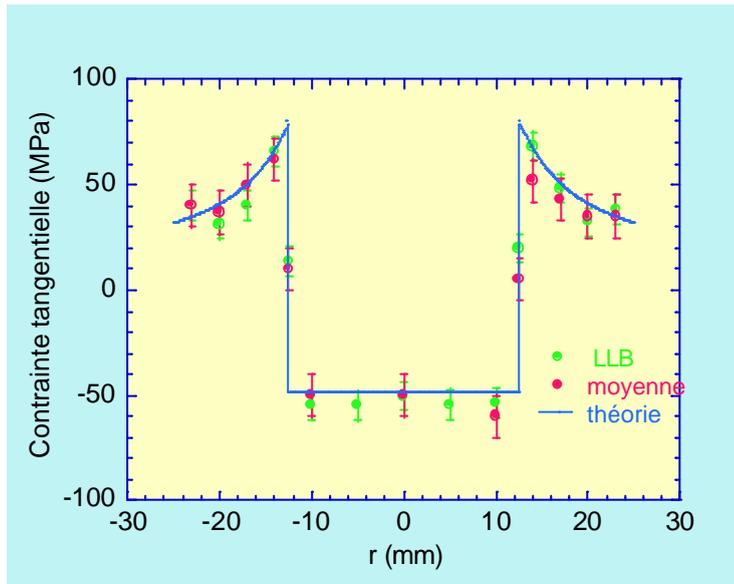


Figure 5.3 : Evolution des contraintes tangentielles le long du rayon de l'échantillon. Comparaison entre les résultats obtenus au LLB (points verts), les valeurs théoriques (ligne continue) et les valeurs obtenues en moyennant les résultats expérimentaux de tous les laboratoires (points rouges).

A partir de cette étude, il a été démontré que, lorsque la procédure expérimentale est correctement suivie, la déformation peut être mesurée avec une erreur absolue de 10^{-4} , qui correspond à une résolution en contraintes entre 7 et 20 MPa dans la plupart des matériaux (en fonction du module de Young). Les études sur le frettage ont établi ainsi les procédures de base qui doivent être suivies pour la détermination des contraintes résiduelles par diffraction des neutrons, et les conclusions constituent la base de la norme ISO / TTA.

La campagne de mesure sur l'échantillon grenailé (en superalliage base nickel) a été effectuée dans le but de vérifier la capacité des neutrons à détecter de forts gradients de contraintes près de la surface. En fait, le grenailage de précontrainte introduit des contraintes très élevées de compression à la surface, qui s'estompent sur 0.1-0.5 mm, en fonction des paramètres de grenailage. Dans cette étude plusieurs aspects doivent être considérés pour avoir des résultats fiables. Tout d'abord les aberrations dans la position des pics quand la sonde n'est pas complètement immergée dans l'échantillon : le choix d'une méthodologie de correction est donc fondamental. Le positionnement de l'échantillon, l'alignement des fentes, du détecteur et de l'échantillon, doivent être effectués avec une précision de 0.01 mm. A titre d'exemple, l'on reporte ici les résultats sans correction (figure 5.4), obtenus sur DIANE avec des fentes de 0.3mm, et une longueur d'onde incidente de 2.86\AA ($2\theta_m \approx 117^\circ$). On remarque ainsi que les neutrons peuvent détecter de forts gradients de contrainte résiduelle, à partir d'environ 0.08mm

de la surface. Par comparaison, l'on reporte aussi l'évolution des contraintes obtenues à partir des valeurs corrigées par l'effet de surface [5.8-5.9] : dans ce cas, il y a un très bon accord avec

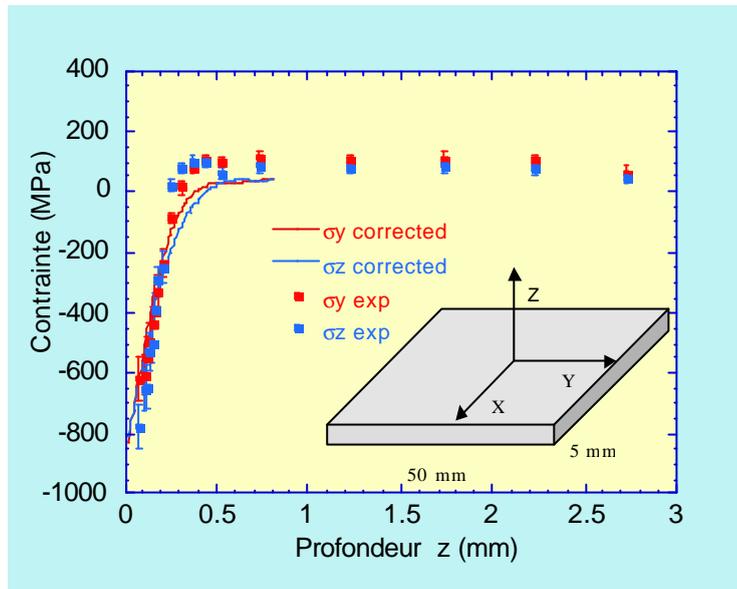


Figure 5.4 : Evolution des contraintes, en fonction de la profondeur, dans un échantillon grenailé. Les lignes continues représentent les contraintes obtenues à partir des déformations corrigées par l'effet de surface, alors que les points représentent les valeurs non corrigées. L'insert illustre la géométrie de l'échantillon ainsi que le repère.

les résultats obtenus sans correction de l'effet de surface. On peut ainsi conclure que, lorsque toutes les précautions sont prises (fentes très fines et proches de l'échantillon, alignement et positionnement précis, bonne résolution instrumentale), les résultats expérimentaux, sans correction, reproduisent la situation réelle jusqu'à 100 μm de la surface.

5.2.2 Répartition des contraintes résiduelles dans les prototypes des anneaux aubagés monoblocs en composite Ti/SiC

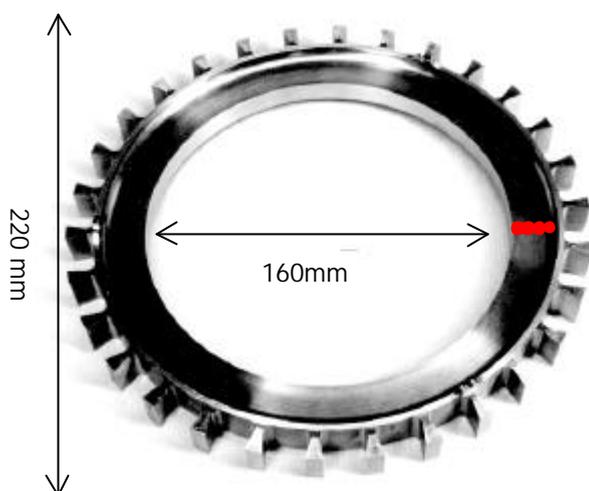


Figure 5.5 : Maquette d'anneau aubagé monobloc (ANAM) renforcé par un composite base titane et points de mesure (en rouge) par diffraction des neutrons. Les points rouges représentent la zone étudiée par diffraction des neutrons.

SNECMA Moteur s'est intéressée à la détermination des contraintes dans les anneaux aubagés monobloc en alliage de titane (figure 5.5), destinés à remplacer les disques de compresseurs. Ces anneaux sont renforcés par une partie en composite métallique. Les fibres SiC sont disposées circonférentiellement de façon à reprendre les contraintes dues aux efforts centrifuges. De ce point de vue, les CMM à base titane ouvrent de larges perspectives : ils allient à la fois haute résistance spécifique, stabilité dimensionnelle et rigidité. Ils permettent d'atteindre un gain de masse de 55% et éventuellement d'augmenter la température

d'utilisation des moteurs en modifiant la matrice. Le rendement de l'avion au travers du rapport poussée sur masse se trouvera ainsi amélioré.

Une première expérience effectuée sur une maquette d'un anneau, brute de fabrication, a mis en évidence la présence de contraintes résiduelles de traction dans le titane et de compression dans les fibres de carbure de silicium (figure 5.6), en raison essentiellement des différents coefficients de dilatation thermique des deux phases (cf. chapitre 3). Dans ce cas, la contrainte macroscopique du composite est quasiment nulle dans tout le composite. Après essai de fatigue, les expériences de diffraction neutronique ont montré une relaxation des contraintes des deux phases dans la direction tangentielle, alors que dans les deux autres directions elles n'ont pas évolué. La contrainte macroscopique du composite reste faible et montre une évolution d'un état de compression à un état de traction le long du rayon de l'anneau (figure 5.6d). Ces résultats seront ensuite intégrés dans les calculs aux éléments finis.

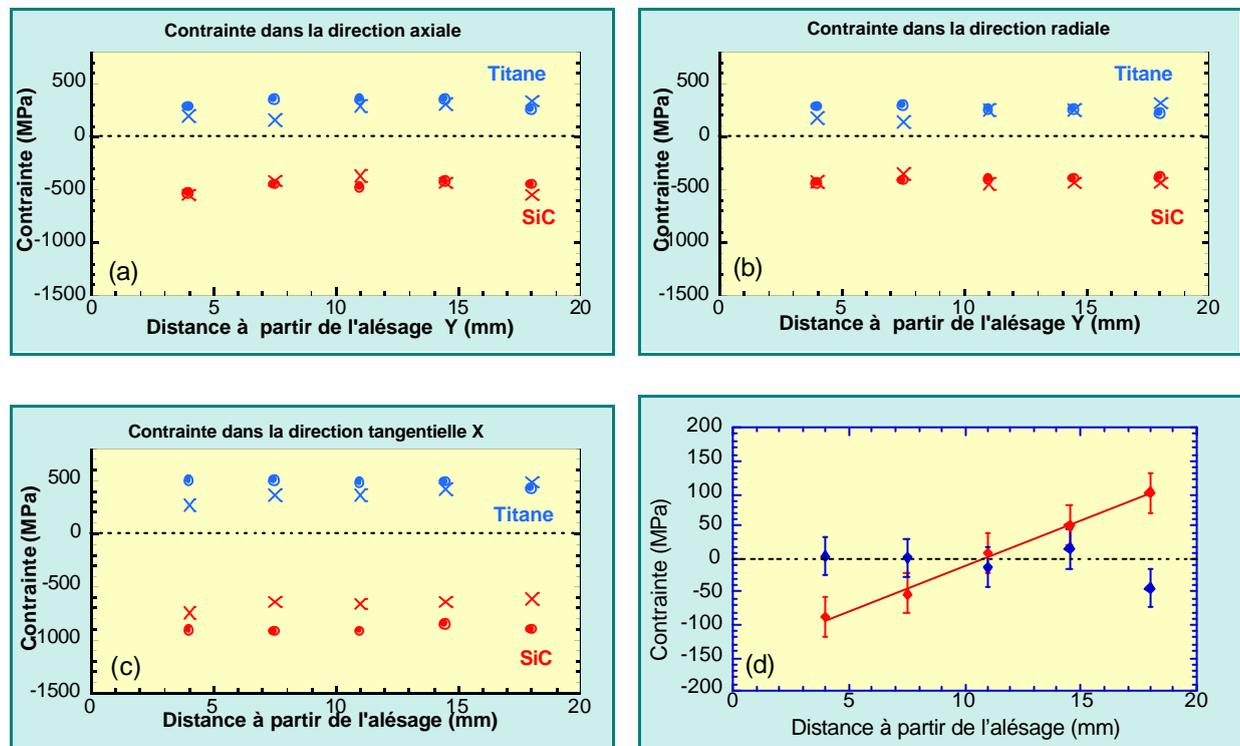


Figure 5.6 : Evolution des contraintes résiduelles dans les trois directions principales (a, b, c) dans chaque phase du composite (alliage de Ti en bleu et SiC en rouge) dans l'ANAM brut de fabrication (en points pleins) et après un essai de fatigue (indiqué avec des croix). (d) : évolution des contraintes macroscopiques du composite dans la direction tangentielle dans l'ANAM brut de fabrication (en bleu) et après essai de fatigue (en rouge).

En effet, dans ces nouveaux matériaux composites Ti/SiC, les calculs aux éléments finis n'arrivent pas à expliquer les propriétés en fatigue après traitement thermique (3h à 765°C), qui sont plus faibles qu'attendues, car l'état de contraintes résiduelles est modifié par ce traitement.

Ce travail devrait être poursuivi dans le cadre d'un programme élargi, comprenant des mesures sur des éprouvettes ayant subi divers traitements thermiques, essais de traction et de fatigue, pour quantifier et comprendre le phénomène de relaxation des contraintes évoqué ci-dessus, et l'étude des pièces industrielles tels que l'ANAM à l'échelle 1.

5.2.3 Mesure du champ radial de déformations dans un secteur de roue de train ICE

En collaboration avec le Paul Scherrer Institute (Suisse), des mesures de déformations par diffraction neutronique ont permis de corréler la microstructure et le mode de fracture dans des secteurs de roues de train à grande vitesse allemand ICE.

Les récents accidents ferroviaires, essentiellement dus à l'endommagement des matériaux des roues, montrent que la compréhension des mécanismes d'endommagement est fondamentale. Un facteur limitant la vie d'une roue est l'accumulation de déformation plastique et la formation de micro-fissures. Les contraintes résiduelles sont engendrées par les modifications structurales, en particulier le durcissement local à froid (« local cold work hardening »), qui dépend du procédé de fabrication, et elles sont redistribuées par l'interaction cyclique entre la roue et le rail.

Un secteur (35°) d'une roue de train ICE avec suspension en caoutchouc, qui a été utilisée pour environ 1.400.000 Km (proche de la fin de vie), a été analysé par diffraction neutronique. Ce type de roue est utilisé sur les trains allemands à grande vitesse ICE. Dans ce cas, la roue étudiée est comparable, en terme d'usage, à la roue accidentée du désastre ferroviaire d'Enschede (1998).

Avec une résolution spatiale d'environ $2 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$, nous avons mis en évidence la distribution des déformations internes (figure 5.7), accumulées pendant le service. Ces résultats montrent un état de compression (couleur bleue de la figure) dans la partie inférieure de la section, alors qu'un état de traction (couleur rouge de la figure) a été mesuré dans la partie supérieure de la pièce, qui est en contact avec le rail. Cette distribution des déformations, qui est opposée à celle que l'on attend à partir de la théorie de la pression de Hertz, peut être expliquée par une inversion de signe des déformations induite par la déformation plastique dans la région de contact roue-rail. Nous retrouvons cette distribution à partir d'un examen métallographique sur la surface de rupture d'une roue accidentée (figure 5.8). La fissure démarre à la surface opposée à la surface de contact roue-rail, elle contourne la zone en compression, et au voisinage de la surface de contact, où il y a tension, on observe la fracture.

Cette corrélation entre les déformations et les mécanismes de rupture d'une roue accidentée a mis en évidence l'importance de la redistribution des contraintes internes pendant le service d'une roue de train. Dans ce contexte un projet à long terme a démarré au PSI, dans le but

d'étudier l'évolution des contraintes internes dans une roue de train pendant son fonctionnement.

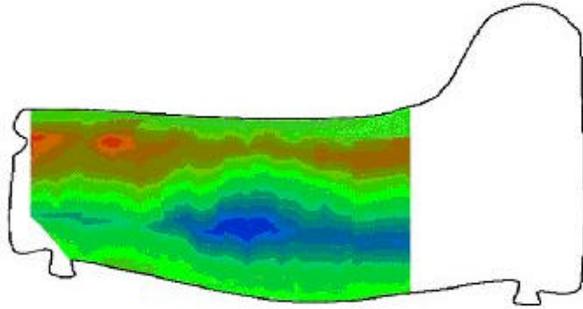


Figure 5.7 : Cartographie des déformations mesurées par diffraction des neutrons dans la section d'une roue de train à grande vitesse. Un état de compression (couleur bleue de la figure) est situé dans la partie inférieure de la section, alors qu'un état de traction (couleur rouge de la figure) est situé dans la partie supérieure de la pièce, qui est en contact avec le rail.



Figure 5.8 : Surface de rupture d'une roue accidentée

Références

- [5.1] J.C. Guézou, T. Baudin, M. Ceretti, M.H. Mathon, J.M. Sprauel, R. Penelle, C.R. Acad. Sci. Paris, Sciences de la Terre et des planètes, (1999), 328
- [5.2] J.C. Guézou, M. Ceretti, T. Baudin, M.H. Mathon, R. Penelle, Journal of Neutron Research, vol 9, (2001) 357
- [5.3] L. Pintschovius, M. Prem, A. Frischbutter, J. of. Struct. Geology, 22 (2000), 1581
- [5.4] A. Frischbutter, D. Neov, Ch. Scheffzkn, M. Vrana, K. Walther, J. of. Struct. Geology, 22 (2000), 1581;
- [5.5] R.A Lebensohn et C.N. Tomé, Acta Metall. Mater. 41 (1993) 2611
- [5.6] G.A. Webster (ed.): *Neutron Diffraction Measurement of Residual Stress in a Shrink-fit Ring and Plug* (VAMAS Report N° 38, January 2000) (ISSN 1016-2186)
- [5.7] Polycrystalline materials – determination of residual stresses by neutron diffraction (Technology Trends Assessment) (ISO/TTA, 3 September 2001);
- [5.8] J.M. Sprauel, communication privée
- [5.9] E. Pluyette, *Contribution de la diffraction neutronique à l'évaluation des contraintes résiduelles au voisinage d'interfaces*, Thèse de doctorat, Université de Reims Champagne Ardenne, 1997
- [5.10] M. Grosse, U. Stuhr, M. Ceretti, L. Koszegi, D. Bösel, Journal of Neutron Research, vol 9, (2001) 489-493
- [5.11] M.Grosse , M.Ceretti, P.Ottlinger, Applied Physics A, 74 [Suppl] (2002), S1400

Chapitre 6

Construction au LLB d'un nouveau diffractomètre pour la détermination des contraintes.

6.1 Introduction

Les expériences de diffraction neutronique pour l'analyse des contraintes sont, en général, conduites sur des diffractomètres deux axes conventionnels qui doivent satisfaire à plusieurs caractéristiques :

- Pour avoir une bonne définition du volume sondé ainsi que de la position de l'échantillon, le faisceau de neutrons est collimaté jusqu'à 1 mm^2 (ou moins) ; un haut flux de neutrons est donc favorable ;
- Les échantillons à étudier peuvent être des pièces industrielles lourdes (qq. dizaines ou centaines de Kg) et avec des géométries compliquées : pour cela un support rigide ainsi que de la place autour du diffractomètre sont nécessaires ;
- Une translation avec une longue course (qq. dizaines de cm) dans les trois directions orthogonales X-Y-Z et une rotation ω autour de la verticale Z sont nécessaires pour obtenir une cartographie tridimensionnelle des déformations ;
- Il est très important que l'échantillon soit positionné correctement dans le faisceau neutronique et centré par rapport au diffractomètre. L'alignement n'est pas trivial et nécessite un équipement spécifique pour le centrage (théodolite, laser..) ;
- Les déformations que l'on mesure par diffraction sont en générale petites, de l'ordre de 10^{-3} - 10^{-4} ; en conséquence, la résolution instrumentale (en 2θ) doit être suffisamment élevée pour permettre leur évaluation.

La caractérisation des contraintes internes par diffraction de neutrons est une technique qui est apparue au début des années 1980 aux Etats Unis, en Allemagne et en Angleterre. Dans les premières étapes, les mesures de contraintes ont été effectuées à l'aide de diffractomètres « poudres » standards qui n'étaient pas toujours optimaux pour ce type de mesure. Au fil des années, le champ d'investigation n'a pas cessé de s'élargir et l'optimisation des appareillages a

été continue. En particulier, l'utilisation de la diffraction des neutrons pour l'analyse des contraintes dans des composants industriels a augmenté considérablement. Dans ce contexte, les diffractomètres pour l'analyse des contraintes connaissent une évolution et un développement importants. Plusieurs instruments sont en rénovation et des nouveaux sont en construction, auprès des sources à spallation ainsi qu'auprès des réacteurs.

Un nouveau spectromètre (SMARTS) dédié à l'analyse des contraintes des pièces industrielles (jusqu'à 1500 Kg), en température (jusqu'à 1800°C) et sous charge (250 KN en traction uniaxiale et 100 KN en fatigue), a été construit au Manuel Lujan Centre à Los Alamos National Laboratory, (USA) [6.1]. Cet appareil, ouvert aux expérimentateurs en 2002, dispose d'une résolution spatiale standard : 1 mm dans la direction perpendiculaire au faisceau.

Un appareil similaire (ENGIN-X) est en construction au Rutherford Appleton Laboratory, ISIS, en Angleterre. Il combine une bonne résolution instrumentale ($\Delta\lambda/\lambda \approx 0.7\%$) et spatiale (0.2 mm dans la direction perpendiculaire au faisceau) avec une intensité élevée, étant situé sur un guide à super-miroirs [6.2]. Par ses caractéristiques techniques, ENGIN-X anticipe les diffractomètre « contraintes » de troisième génération (chapitre 7, paragraphe 7.3). Il sera mis en service courant 2003.

Un nouveau diffractomètre «contrainte-texture» STRESS-SPEC pour le nouveau réacteur FRM-II de Munich vient d'être assemblé et testé au HMI, Berlin [6.3].

Un nouveau diffractomètre, SALSA, pour l'analyse des contraintes est en construction à l'Institut Laue Langevin de Grenoble [6.4]. Ici l'originalité est le bloc « support échantillon ». Il s'agit d'une plate-forme Steward (hexapode), qui permet des mouvements assez compliqués de gros échantillon (jusqu'à 500kg). L'utilisation d'un double monochromateur focalisant permettra d'obtenir en plus une haute résolution instrumentale.

Dans les dernières années, au Laboratoire Léon Brillouin, en collaboration avec l'INFM (Istituto Nazionale per Fisica della Materia, Italie), nous avons conçu et construit un nouveau diffractomètre entièrement dédié à l'analyse des contraintes, DIANE [6.5-6.7]. Il a été dessiné pour répondre aux exigences de : bonne résolution spatiale (de l'ordre du mm^3) ; un positionnement précis de l'échantillon dans les trois directions orthogonales x, y, z et un espace suffisant pour la manipulation et l'analyse de pièces volumineuses et complexes. En plus de tous ces aspects, il est caractérisé par une très bonne résolution instrumentale, grâce à un large angle de «take-off » du monochromateur, et par un gain en temps d'acquisition des données, avec un Position Sensitive Detector ou, alternativement, d'un détecteur vertical.

6.2 DIANE : le Diffractomètre Italo-Français pour l'Analyse Neutronique des Efforts au Laboratoire Léon Brillouin

DIANE est situé sur le guide de neutrons froids G5 du réacteur Orphée de Saclay (CEA), dont le flux est maximum à environ 2.6\AA ($\phi = 1.5 \times 10^8 \text{ n}/(\text{cm}^2 \cdot \text{s})$). L'emplacement sur un guide de neutrons froids, plutôt que sur un faisceau de neutrons thermiques, présente des avantages (une bonne collimation du guide ($0.1^\circ/\text{\AA}$) et un bruit de fond très faible) qui, associés au choix du monochromateur et du système de collimation, le rendent compétitif. Néanmoins, ce choix présente l'inconvénient de ne donner accès qu'à un nombre limité de raies de diffraction.

DIANE est un diffractomètre deux axes constitué d'une ligne monochromateur, d'une ligne échantillon et d'une ligne de détection.

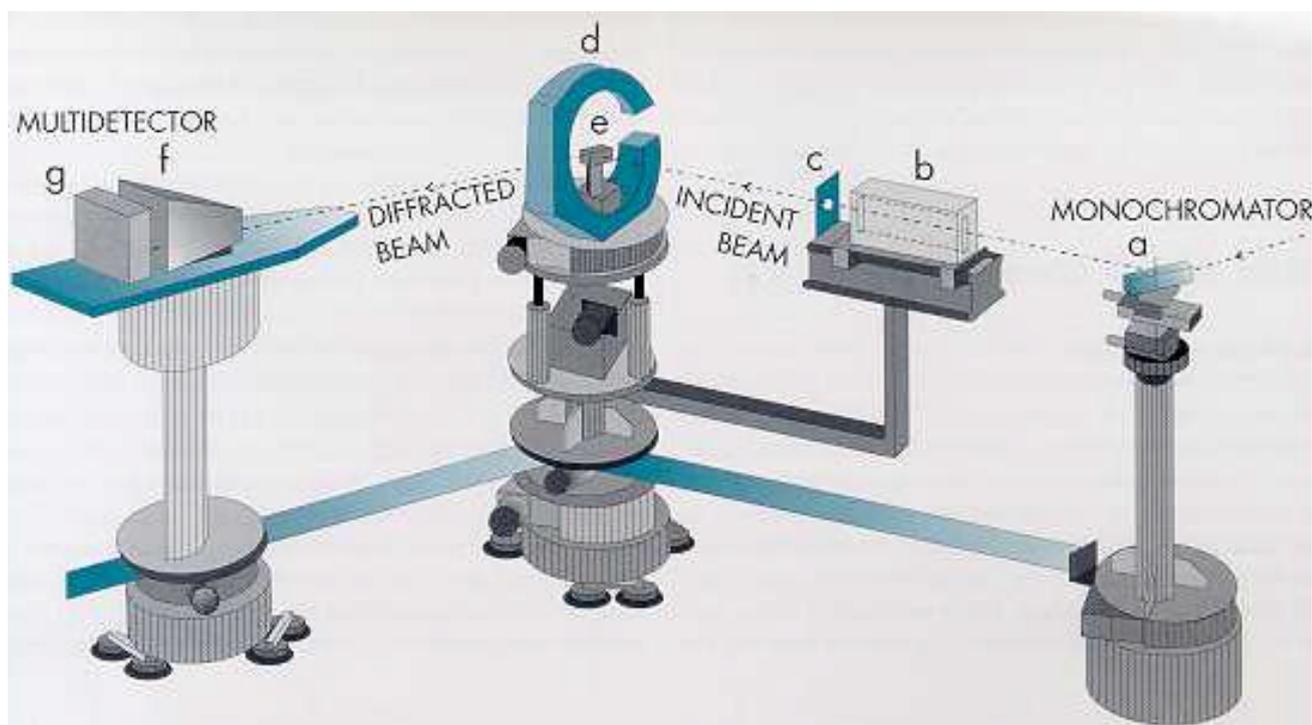


Figure 6.1 : Schéma du nouveau diffractomètre DIANE dédié à l'analyse des contraintes au LLB : (a) monochromateur, (b) collimateur, (c) diaphragme en Cd, (d) berceau d'Euler (peut être remplacé par une table x-y-z), (e) échantillon, (f) collimateur, (g) PSD.

6.2.1 Ligne monochromateur

Pour obtenir une bonne résolution instrumentale $\Delta d/d$ sur un diffractomètre contraintes installé sur un guide de neutrons, il est impératif de choisir un monochromateur qui donne un angle de diffraction $2\theta_m$ très élevé [6.8]. Cependant, le choix du monochromateur ne se fait pas seulement sur le critère du $2\theta_m$; d'autres facteurs jouent un rôle important, tels que sa réflectivité, sa mosaïcité et son absorption. Pour le diffractomètre DIANE, ces critères ont imposé le choix du graphite pyrolitique (PG) qui permet une certaine liberté, du fait de sa réflectivité élevée pour la réflexion de base (PG002) et pour l'harmonique du deuxième ordre

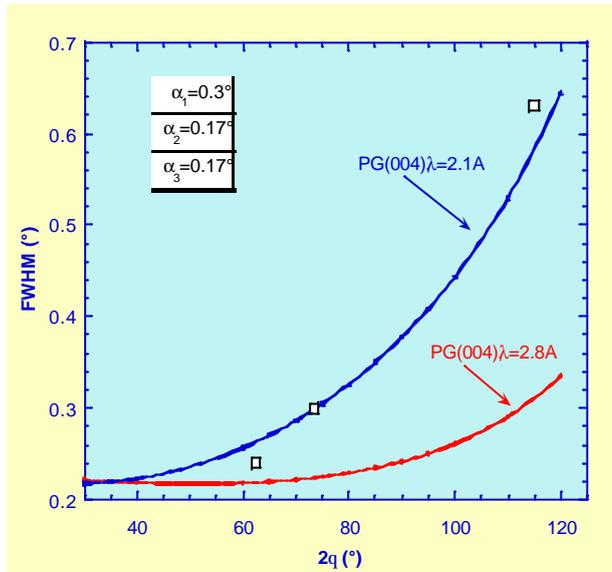


Figure 6.2. Résolution instrumentale de DIANE mesurée avec une poudre standard de Ge, avec une longueur d'onde de 2.8Å et de 2.1 Å, en utilisant la réflexion (004) du monochromateur en graphite.

(PG004), permettant de disposer d'une gamme continue de longueurs d'onde entre 2.3Å et 5Å. La résolution instrumentale que l'on peut ainsi obtenir est illustrée sur la figure 6.2.

Avec une série de fentes optimisées placée sur le faisceau incident mais surtout sur le faisceau diffracté, nous pouvons obtenir une résolution en 2θ de 0.2° , ce qui correspond à un $\Delta d/d$ d'environ 2×10^{-3} ; ceci fait de DIANE un des instruments les plus performants (chapitre 4, paragraphe 4.1).

6.2.2 Ligne échantillon

Une nouvelle ligne porte-échantillon, supportant des échantillons de taille industrielle jusqu'à un poids de 500 Kg, a été construite et montée. Cette ligne échantillon est équipée d'une table de translation XY (± 15 cm), d'un élévateur Z (± 15 cm) et d'une rotation ω . La précision dans le positionnement que l'on peut atteindre est d'environ 10 microns.

Un berceau d'Euler est également disponible, permettant la détermination du tenseur complet des contraintes.

6.2.2.1 Machine de traction

Une nouvelle machine d'essais mécanique a été aussi étudiée et réalisée. Elle permet de mesurer *in-situ*, sur le diffractomètre, l'évolution des contraintes internes sous une charge appliquée. Ce dispositif permet de la traction monotone, de la compression et de la fatigue mécanique avec une fréquence de 6 Hz. Elle est asservie par un système pneumatique avec une capacité de 25 KN. Elle a été étudiée pour mesurer les déformations avec un angle de diffraction de l'échantillon d'environ 90° , et elle permet de déterminer l'évolution des contraintes internes dans les directions parallèle et perpendiculaire à la charge appliquée. Plusieurs types de mors sont aussi disponibles pour pouvoir étudier une large gamme de géométrie des éprouvettes (cylindriques ou plates)



Figure 6.3 : La nouvelle base porte-échantillon

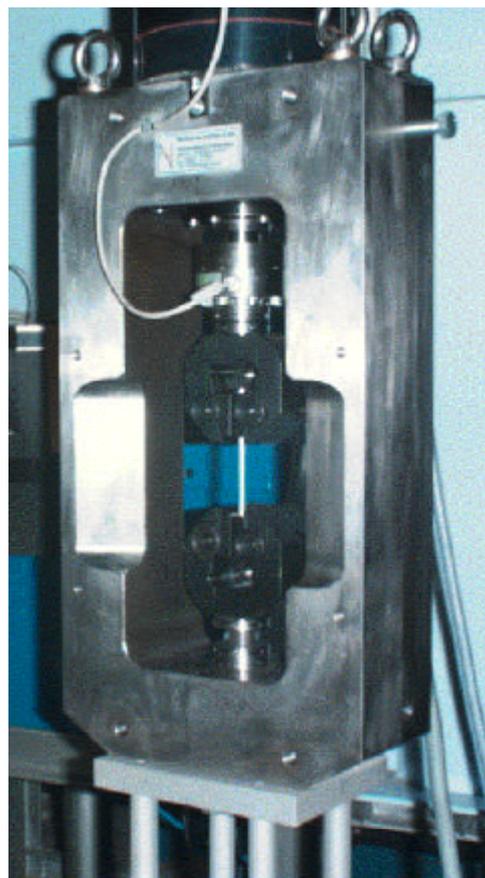


Figure 6.4 : La nouvelle machine de traction pour mesures de contraintes internes sous charge.

6.2.2.2 Collimation

Situés avant et après l'échantillon, les collimateurs ont le rôle de définir le volume à analyser dans l'échantillon. Ils sont en général en cadmium, matériau absorbant fortement les neutrons thermiques. Nous avons réalisé un nouveau système de collimation, avec sur le faisceau incident et diffracté un collimateur télescopique permettant une définition très précise du volume sonde. Il est revêtu de lithium, matériau absorbant les neutrons, mais sans rayonnement gamma parasite produit par capture neutronique, contrairement au cas du Cd. En fonction du type d'expérience que l'on souhaite réaliser, différentes collimations sont possibles sur les faisceaux incident et diffracté, variables entre 0.3mm et 5mm.

6.2.3 Ligne détection

Nous avons installé, en 1997, deux systèmes de détection sur DIANE : un détecteur simple à grande divergence verticale et, alternativement, un détecteur bidimensionnel (PSD).

Le détecteur vertical est un compteur à ^3He de 45 cm de hauteur, qui permet d'utiliser une divergence verticale de $\pm 15^\circ$ [6.10]. Dans ce cas, une grande partie du cône de Debye-

Scherrer est accepté par le détecteur, comportant un gain en temps de mesure par rapport aux détecteurs simples conventionnels.

Le détecteur bidimensionnel, fabriqué à l'EMBL de Grenoble, est un multicompteur XY utilisant ^3He (à 7 Bars) comme gaz de détection et des lignes de retard pour réaliser la localisation. La technologie des lignes de retard permettant des branchements très versatiles, il est branché et utilisé comme un détecteur linéaire, tous les comptages d'une même ligne arrivant à la même adresse. La surface utile de détection est de $90 \times 90 \text{mm}^2$ et codée sur 200 points. Avant son installation en 1997, plusieurs tests ont été effectués pour vérifier ses caractéristiques:

- l'efficacité de comptage est de 75% ;
- il présente une bonne homogénéité et une bonne stabilité de comptage sur toute la fenêtre utile de détection.
- la résolution spatiale est d'environ 1 mm par canal.

Positionné à une distance variable entre 900 et 1500 mm de l'échantillon, il permet une ouverture angulaire entre 3.5° et 6° en 2θ avec une résolution électronique de 0.02° , permettant d'enregistrer simultanément l'ensemble du profil d'une raie de diffraction. Des mesures comparatives ont été effectuées sur le même échantillon, dans les mêmes conditions expérimentales. Les résultats ont montré que pour avoir la même statistique de comptage sur la même plage angulaire de 4° en 2θ , le détecteur EMBL comporte un gain en temps de mesure d'un facteur de l'ordre de 2 par rapport au détecteur vertical.

6.3 Conclusion

Ces dernières années, on a assisté à une augmentation considérable du nombre et des performances de diffractomètres entièrement dédiés à l'analyse des contraintes par diffraction de neutrons, en raison, essentiellement, d'une demande industrielle croissante.

Le diffractomètre « contrainte », DIANE, du LLB s'inscrit dans ce contexte international et il allie des caractéristiques permettant des mesures sur des composants industriels (études de grosses pièces avec une bonne précision dans le positionnement) avec une bonne résolution instrumentale (dans certaines configurations expérimentales), qui a permis, par exemple, l'étude des effets de la plasticité par analyse d'élargissement des raies de diffraction (chapitre 4). De plus, plusieurs améliorations instrumentales sont en cours ou prévues à court terme :

- ✓ L'installation d'une table de translation xyz sur le berceau d'Euler (courses x et y de 150 mm, course z de 20mm) . Ceci nous permettra d'aborder de nouvelles thématiques de recherche, en particulier la détermination des contraintes dans des matériaux à gros grains (voire monocristallins), qui ont connu une évolution rapide car ils offrent des propriétés mécaniques très intéressantes pour les applications technologiques, et la

possibilité d'établir des cartographies des contraintes couplées avec la fonction de distribution des orientations (texture).

- ✓ L'installation d'une machine de traction pour mesures «in-situ » sur berceau d'Euler (traction/compression : 25 KN). L'évolution des contraintes sous chargements extérieurs est un paramètre fondamental pour mieux appréhender le comportement local de ces matériaux. Ceci nécessite de s'équiper d'une machine de traction compacte et très performante qui puisse être montée dans le berceau d'Euler pour mesurer «in-situ », sur le diffractomètre, l'évolution des contraintes. L'utilité d'une machine de traction/compression très compacte et adaptable sur un berceau d'Euler est double : d'une part pour l'étude de l'évolution des contraintes internes sous chargement, et d'autre part pour l'étude de l'influence d'une charge externe sur l'évolution de la texture.
- ✓ S'équiper d'un détecteur bidimensionnel avec une surface utile de 200x200 mm², contre 100x100 mm² actuels, ce qui comporte un gain supplémentaire en temps de mesure.

Références

- [6.1] M.A.M. Bourke, D.C. Dunan, E. Ustundag, Appl. Phys. A [Suppl.], (2002), S1707-S1709
- [6.2] L. Edwards, M.E. Fitzpatrick, M.R. Daymond, M.W. Johnson, G.A. Webster, N.P. O'Dowd, P.J. Webster, P.J. Withers, Proc. ICRS-6, Oxford, 10-12 Juillet 2000, 1116
- [6.3] H.M. Mayer, A. Pyzalla, W. Reimers, Mat. Sci. Forum, Vols 347-349 (2000), 29-33
- [6.4] T. Pirling, Proc. ILL Millenium Symposium, Grenoble 6-7 avril 2001, 254
- [6.5] M. Ceretti, R. Coppola, A. Lodini, M. Perrin, F. Rustichelli, Physica B 213&214 (1995) 803-805
- [6.6] M. Ceretti, The new strain dedicated neutron diffractometer at the Laboratoire Léon Brillouin, in MAT-TEC 97, A. Lodini (ed.) IITT-International, 1997, pp. 47-53
- [6.7] M. Ceretti, Physica B 276-278 (2000), 932-933
- [6.8] F.M.A. Margaça, Optimised Geometry for a Stress Measurement Two-Axis Diffractometer at à Reactor, in *Measurements of Residual and Applied Stress using Neutron Diffraction*, M.T. Hutchings and A. Krawitz eds., NATO ASI Series, 1992, vol. 216, 301-310
- [6.9] M. Kocsis, M. Ceretti, B. Farago, Rev. Sci. Instr. 66 (1), Jan. 1995, 32-37
- [6.10] L. Pintschovius, Optimisation d'un diffractomètre pour la caractérisation des contraintes, in *Analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X et des neutrons*, Chapitre 5.2, Eds A. Lodini, M. Perrin, DIST CEA/Saclay 96038, ISBN 2 7272 0182 6 (1996) , p. 129
- [6.11] M. Vrana, P. Lukas, P. Mikula, J. Kulda, Nucl. Instr. and Meth. A, 338, 1994, 124

Chapitre 7

Avenir de la technique de diffraction neutronique pour l'analyse des contraintes internes dans les matériaux

7.1 Introduction

Nos travaux ont montré que la diffraction des neutrons est une technique unique pour une analyse complète de l'état mécanique et microstructural dans des pièces massives et industrielles.

Ce chapitre est une prospective sur la technique de diffraction neutronique pour l'analyse des contraintes internes dans les matériaux. Nous discuterons son avenir, en relation avec les projets internationaux de sources neutroniques à haut flux de troisième génération (le projet ESS en Europe, le projet SNS aux Etats Unis et le projet JNS au Japon, ces deux derniers étant en construction), et en comparaison avec la technique de diffraction du rayonnement synchrotron, qui est en train de se développer dans ce domaine.

Les diffractomètres neutrons « contraintes » de 3^{ème} génération, les avantages et les désavantages de la technique du temps de vol par rapport à la technique monochromatique pour l'analyse des contraintes, les résolutions spatiales et les temps de mesure souhaités et espérés à terme, ainsi que les nouvelles thématiques scientifiques en science des matériaux et pour les applications industrielles, accessibles grâce au haut flux disponible avec les nouvelles sources (environ deux ordres de grandeur supérieur à celui des sources actuelles les plus puissantes), seront discutés.

La comparaison neutrons/synchrotron, leurs rôles respectifs dans le futur ainsi que le problème de comment faciliter l'accès régulier des industriels aux grandes installations de caractérisation des matériaux concluront ce chapitre.

7.2 La source neutronique européenne de 3^{ème} génération et son impact sur la technique d'analyse des contraintes par diffraction de neutrons

Les sources de neutrons et de rayonnement synchrotron ont en commun d'offrir tout un éventail de sondes expérimentales complémentaires pour l'étude et la compréhension de la matière.

Le rayonnement synchrotron a bénéficié indéniablement de l'existence, au sein de la communauté scientifique, d'une « culture » des rayons X, dont l'étude est intégrée au cursus universitaire, et de l'usage relativement répandu d'équipements de laboratoire. Avec l'ouverture de l'European Synchrotron Research Facility (ESRF), puis les études relatives au projet national SOLEIL, on a assisté à une progression fulgurante des performances des sources de rayonnement synchrotron qui a ouvert des possibilités inenvisageables il y a seulement une dizaine d'années.

En ce qui concerne la neutronique, l'évolution des sources continues a été moins spectaculaire : depuis les premiers réacteurs de recherche en 1950, la puissance des sources neutroniques a augmenté seulement d'un facteur 4 et ceci avec le réacteur à haut flux de l'Institut Laue Langevin (ILL) à Grenoble, qui est le réacteur de recherche le plus puissant. Les gains en statistique de comptage et en résolution sont essentiellement venus des progrès en optique neutronique (guides de neutrons, monochromateurs focalisants), en détection (multidéTECTEURS à localisation), et en instrumentation (neutrons polarisés, écho de spin, ...). Par contre, le développement des accélérateurs linéaires a progressé énormément depuis le début des années 80 grâce à la technologie des aimants supraconducteurs. Actuellement, les sources neutroniques à spallation, basées sur des accélérateurs de protons, sont compétitives avec les réacteurs (le flux au pic de la meilleure source à spallation, ISIS au Rutherford Laboratory en Angleterre, est comparable au flux moyen de l'ILL).

Compte tenu de l'expérience américaine (projet ANS de réacteur de 100 MW abandonné), on peut estimer qu'un projet de réacteur à flux continu capable de produire des faisceaux de neutrons beaucoup plus intenses que ceux de l'ILL se heurterait à des difficultés techniques rédhibitoires et nécessiterait des budgets trop élevés. Ceci a conduit à s'orienter vers la technique de la spallation pour la source neutronique de troisième génération. C'est le projet européen de source de neutrons pulsée de nouvelle génération « European Spallation Source » (ESS), dont un premier projet technique et les perspectives scientifiques ont été publiés en 1997.

7.2.1 Une stratégie pour la neutronique internationale

En 1998, l'OECD-Megascience Forum a évalué les développements des sources neutroniques, en reconnaissant le rôle crucial que les neutrons jouent et joueront dans la recherche fondamentale et appliquée. Malgré quelques évolutions récentes, comme le démarrage de la

source suisse SINQ en 1998 et la construction du nouveau réacteur FRM-II de Munich maintenant prêt à démarrer, on prévoit un déclin inévitable du nombre des sources neutroniques dans le monde et surtout en Europe, compte tenu de la fermeture inévitable des réacteurs anciens (>40 ans) et des difficultés d'acceptabilité de nouveaux réacteurs par le public.

Dans ce contexte, l'OECD identifie une stratégie globale pour la neutronique internationale : il est recommandé de maintenir et rénover les sources neutroniques nationales, d'améliorer davantage et accroître la participation internationale à l'ILL et à ISIS. Mais au-dessus de tout, une nouvelle source neutronique de troisième génération est nécessaire dans les trois principales régions économiques : les Amériques, les régions de l'Asie-Pacifique et l'Europe. Aussi bien les Etats Unis que le Japon ont adopté ces recommandations et ont démarré en 2000 la construction de leurs sources nationales de troisième génération (SNS à Oak Ridge et JNS à Tokai), qui devraient être opérationnelles en 2006-2007.

En ce qui concerne la source de nouvelle génération européenne ESS, le nouveau projet technique ainsi que le « Scientific Case » sont prêts depuis mai 2002 et en attente de décision politique.

7.2.2 Le projet ESS

ESS sera une source de 5 MW, constituée d'un LINAC de 1.3 GeV avec un courant au pic d'environ 100 mA. Il dessert deux stations cible, les deux avec une puissance de 5 MW :

- Une station à impulsions courtes (1 μ s) et une fréquence de répétition de 50 Hz ;
- Une station à impulsions longues (2 ms) et une fréquence de répétition de 16.67 Hz

Les impulsions courtes sont générées dans deux anneaux compresseurs, alors que la station à impulsions courtes est alimentée directement du LINAC.

La source ESS aura un flux moyen équivalent à celui de l'ILL ($\approx 10^{16}$ n/cm² sec), peut être supérieur d'un facteur 2 ou 3 dans le cas de la source à impulsions longues, mais un flux au pic supérieur d'un facteur 100. Le faisceau d'ESS étant pulsé, on pourra souvent utiliser tout le spectre en longueurs d'onde, car la sélection des neutrons se fait par temps de vol. Ce sera le cas des expériences de diffraction sur poudre, et en particulier des mesures de contraintes résiduelles, pour lesquelles on peut prévoir un gain d'un facteur entre 100 à 1000. Un avantage des sources pulsées est la résolution en longueurs d'onde qui est donnée par la résolution temporelle, excellente sur la source à impulsions courtes (c'est pour cette raison que certains instruments sont montés auprès des réacteurs avec des faisceaux artificiellement pulsés). Les instruments vraiment adaptés au temps de vol auront un gain d'environ 1000, grâce également à l'utilisation d'angles solides de détection plus grands.

7.2.3 Pourquoi une source neutronique à haut flux de troisième génération pour les études de contraintes résiduelles ?

Grâce à leur pouvoir de pénétration dans la plupart des matériaux, les neutrons sont la « sonde » idéale non-destructive du monde « réel ». Le haut flux neutronique sans précédents que l'on peut obtenir avec ESS comporte un facteur de gain d'environ 100 sur un spectromètre dédié à l'analyse des contraintes. Ceci ouvre de nouvelles perspectives en science des matériaux et pour les applications industrielles, qui sont résumées dans la possibilité de **mesurer des composants réels, en temps réel et dans un environnement réel**. Ainsi, des expériences très difficilement réalisables avec les sources actuelles pourront devenir systématiques :

- ✓ Etablir aisément des cartes 3-D des contraintes et des textures sur des composants industriels de taille réelle, tels que les palettes de turbine ou les roues des trains ;
- ✓ Effectuer des expériences *in-situ*, en temps réel, avec une résolution meilleure que la seconde : pour suivre, par exemple, le vieillissement et la fatigue des alliages sous conditions cycliques ;
- ✓ Etudier l'évolution des contraintes dans des composants industriels en conditions de service (par exemple dans les machines rotatives), ou pendant le procédé de fabrication (par exemple le soudage, l'extrusion) ;
- ✓ Etudier interfaces et gradients de surface avec une résolution spatiale micrométrique ($\approx 20\mu\text{m}$).

Ceci a un intérêt industriel immédiat. D'autre part, pour la conception et l'évaluation des performances des structures industrielles, les modèles aux éléments finis sont actuellement la méthode principale. Cependant, comme nous l'avons vu à plusieurs reprises dans ce mémoire (§5.2.2), ces modèles ne peuvent pas être fiables sans validation expérimentale ; la diffraction neutronique est la seule technique pouvant donner des informations volumiques avec une résolution spatiale qui est particulièrement bien adaptée à leur échelle spatiale.

Ces dernières années, plusieurs thématiques scientifiques ont émergé autour de l'analyse des contraintes par diffraction neutronique et pourront bénéficier énormément du haut flux offert par la nouvelle source. Pour en citer quelques-unes :

1. La compréhension des mécanismes fondamentaux de déformation, comme les contraintes intergrains ou l'évaluation des microdéformations liées au comportement en fatigue et à la propagation des fissures dans un matériau ;
2. La caractérisation des interfaces et des zones proches des surfaces ;
3. La caractérisation des nouveaux matériaux : les superalliages à base Ni souvent à gros grain ou monocristallins, les matériaux composites ou polyphasés en général.

Le développement de ces aspects nécessite un flux élevé, qui implique, d'autre part, une haute résolution à la fois spatiale, nécessaire pour la caractérisation d'interfaces ou de surfaces, et instrumentale, pour la caractérisation des microcontraintes ou des matériaux polyphasés.

7.2.4 Comparaison des techniques monochromatique et de temps de vol pour l'analyse des contraintes

Avec un faisceau de neutrons à longueur d'onde constante, comme c'est le cas sur un diffractomètre « contrainte » dans un réacteur classique, les déformations sont mesurées par le déplacement de la position angulaire 2θ de la réflexion (hkl) en considération (eq. 2.1a). En général, l'analyse est basée sur une seule raie ; la longueur d'onde incidente est choisie de façon à avoir une raie intense ou une famille de plans (hkl) dont le comportement élastique est proche de celui du matériau massif, à un angle de diffraction 2θ d'environ 90° . Dans le cas de matériaux polyphasés, on choisit une longueur d'onde pour laquelle les angles de diffraction des différentes phases soient proches de 90° . Les profils des raies sont bien définis et normalement ajustés avec une fonction gaussienne ; ceci représente un avantage pour l'analyse des données.

Avec un spectromètre temps de vol sur une source pulsée, les déformations réticulaires sont mesurées par la variation du temps de vol des neutrons entre le modérateur et le détecteur (eq. 2.1b). Dans ce cas, les détecteurs sont fixes à $\pm 90^\circ$ et l'on enregistre un spectre de diffraction complet. Ainsi l'analyse des déformations porte sur toutes les réflexions du volume sondé. Ceci a un avantage si l'on veut étudier l'anisotropie élastique cristalline (tous les plans cristallographiques ne réagissent pas de la même façon à une sollicitation extérieure) ou les déformations inter-granulaires. De plus, le fait de travailler à géométrie fixe à $\pm 90^\circ$ permet de mesurer en même temps deux composantes perpendiculaires des déformations et rend plus facile l'installation d'environnements complexes pour des études in-situ.

Par contre, les profils des raies de diffraction, très dissymétriques, reflètent le caractère pulsé des neutrons et l'analyse des données devient plus compliquée. De ce fait, l'analyse de la forme des raies pour l'étude des microdéformations est encore marginale et mérite de progresser, car il y a l'avantage intrinsèque d'accéder à plusieurs harmoniques. Si l'on veut considérer la contribution de toutes les raies de diffraction à la déformation, un affinement Rietveld est nécessaire, ce qui n'est pas toujours trivial dans le cas de matériaux très déformés ou très texturés.

7.2.5 Le spectromètre « contrainte » de troisième génération

Dans ce paragraphe, je présente les conclusions du groupe « Materials Science and Engineering » auquel j'ai participé, qui a défini le Scientific Case d'ESS lors de workshops internationaux à Engelberg (Suisse) en 2000 [7.4] et à Dourdan (France) en 2001 [7.5].

La source neutronique de troisième génération (SNS ou ESS) est pulsée ; la technique du temps de vol pour l'analyse des contraintes offre plusieurs avantages (§7.3) qui vont être exploités au maximum dans le spectromètre « contrainte » de troisième génération.

En fonction des desiderata scientifiques formulés par les spécialistes dans le domaine de la détermination des contraintes par diffraction neutronique (lors de workshop des comités consultatifs de ESS), le spectromètre optimal de la source européenne à spallation nécessite une intensité élevée mais aussi une très haute résolution (paragraphe précédent). En effet, les expériences de diffraction pour l'analyse des contraintes peuvent être divisées en deux catégories : premièrement des mesures de variation de la distance inter-planaire en fonction de la position dans un composant réel, pour obtenir des cartographies des contraintes résiduelles dues aux procédés de fabrication, à l'assemblage ou au service. Deuxièmement, les études des effets des charges appliquées, de la température ou d'autres variables environnementales sur la déformation des matériaux pour comprendre les mécanismes fondamentaux de déformation. Pour le premier type d'expérience, le facteur le plus important est l'intensité et donc ils sont mieux situés sur la cible à 50 Hz. Par contre, dans le deuxième type d'expérience, il est nécessaire d'enregistrer le plus de réflexions possibles, ce qui nécessite une plus vaste fenêtre de longueur d'onde et ils seront mieux situés sur une cible à 25 Hz ou 16.67 Hz. Dans un premier temps, un compromis est choisi et le spectromètre « contraintes » sera situé sur la cible à 50 Hz avec un modérateur thermique à haute résolution (découplé), à environ 50 m sur un guide à supermiroirs, avec une résolution et une fréquence variables. La gamme des longueurs d'onde sera comprise entre 0.5Å et 7Å avec $0.2\% < \Delta\lambda/\lambda < 0.7\%$, suivant les configurations . Cependant, les modérateurs pour le moment envisagés (H_2 ou H_2O) ne répondent pas complètement aux besoins d'un diffractomètre contraintes et donc la possibilité d'obtenir une résolution meilleure avec un modérateur en méthane ou hybride est à l'étude.

Par la source, un appareil de ce type offrira un gain de flux d'un facteur 30 par rapport aux spectromètres à temps de vol actuels (SMARTS au LANL et ENGIN-X à ISIS). De plus, avec une disposition optimale des détecteurs ($70^\circ < 2\theta < 110^\circ$, $140^\circ < 2\theta < 175^\circ$ et $\pm 45^\circ$ dans le plan vertical), on augmentera facilement le taux de comptage d'un facteur 3 pour certains types d'expériences. Egalement, il est prévu un détecteur 2D en transmission, pour la détermination des déformations par la technique du « Bragg edge », qui aussi s'est révélée très prometteuse pour la détermination du paramètre de référence d_0 [7.8].

Le gain total que l'on peut espérer est donc d'un facteur environ 100 par rapport aux appareils actuels. Si un modérateur à plus haute résolution est utilisé, le gain total pourra être incrémenté d'un facteur 30. Ceci permettra des études irréalisables avec les diffractomètres actuels :

- Obtention de cartographies 3-D des contraintes avec une résolution spatiale moyenne de 0.5 mm^3 et un temps de mesure de l'ordre de la minute (actuellement il faut compter une semaine avec une résolution spatiale de plusieurs mm^3 pour avoir une cartographie représentative de l'état de contraintes dans une pièce massive) ;
- Haute résolution spatiale (0.1 mm^3), nécessaire pour les études des interfaces et des gradients auprès des surfaces;
- Etudes cinématiques avec une résolution temporelle de la fraction de seconde.

Un espace de plusieurs mètres carrés est prévu pour la manipulation et l'installation de gros échantillons.

Pour mémoire, on rappelle que le projet du spectromètre dédié à l'étude des contraintes auprès de la source américaine de troisième génération (SNS), VULCAN, est un appareil modulable et flexible dont les principales caractéristiques reflètent les spécifications de l'appareil « contrainte » pensé pour ESS. L'originalité sera la possibilité d'effectuer simultanément à la détermination des contraintes, d'autres caractérisations microstructurales et en particulier la diffusion aux petits angles ($0.01 \text{ \AA}^{-1} \leq Q \leq 0.18 \text{ \AA}^{-1}$). Un four ($1500\text{-}2000^\circ\text{C}$) et une machine de traction (traction uniaxiale à 2 GPa, torsion, fatigue à 0.001-200 Hz) seront parties intégrantes de l'appareil. Par rapport aux spectromètres à temps de vol actuels, il offrira un gain d'un facteur 30.

7.3 Comparaison Rayonnement Synchrotron/Neutrons pour l'analyse des contraintes internes

Ces dernières années, la technique de la diffraction du rayonnement synchrotron à haute énergie (de l'ordre de 80 keV, ou même plus dans le cas d'un faisceau blanc) est devenue très attractive pour l'analyse des contraintes internes. En effet, par rapport aux rayons X conventionnels, le rayonnement synchrotron peut pénétrer plus en profondeur dans les matériaux et apporter ainsi des informations complémentaires à celles obtenues par diffraction des neutrons. Pour comparaison, le tableau 7.1 donne les valeurs de l'épaisseur (en mm) de quelques matériaux, correspondant à 50% d'absorption du faisceau neutronique, de rayons X conventionnels et du rayonnement synchrotron à haute énergie (80keV).

	NEUTRONS ? $\lambda=1.29 \text{ \AA}$ ($E \approx 50 \text{ meV}$)	RAYONS X $\lambda=1.54 \text{ \AA}$ CuK α ? ? ($E \approx 8 \text{ keV}$)	SYNCHROTRON $\lambda=0.15 \text{ \AA}$, ($E \approx 80 \text{ keV}$)
ELEMENT			
Al	70.5	0.5×10^{-1}	15
Fe	6.2	0.29×10^{-2}	1.8
Ni	3.7	0.17×10^{-2}	1.4
W	6.6	0.21×10^{-2}	1

Tableau 7.1 : Epaisseur (en mm) de quelques matériaux, correspondant à 50% d'absorption du faisceau neutronique, de rayons X conventionnels et du rayonnement synchrotron.

Le rayonnement synchrotron peut donc pénétrer en profondeur, jusqu'à environ 20 mm dans les matériaux légers, tel que l'aluminium, et de quelques mm dans les matériaux plus lourds, tels que le fer et le nickel. Il apporte ainsi des informations complémentaires à celles que l'on peut obtenir avec les rayons X conventionnels et les neutrons.

De plus, le flux du rayonnement synchrotron est d'environ 6 ordres de grandeur supérieur au flux neutronique des sources actuelles (sur l'échantillon), ce qui permet des mesures très rapides (de l'ordre de la seconde) et aussi une résolution spatiale micrométrique dans une direction (la résolution spatiale actuelle en diffraction de neutrons est millimétrique). Ceci est très avantageux dans certaines études, telles que la caractérisation d'interfaces, mais peut poser de sérieux problèmes quand le matériau a des gros grains. Les qualités optiques du rayonnement synchrotron, en particulier la faible divergence du faisceau dans le plan vertical et l'excellente définition de la longueur d'onde, rendent la résolution instrumentale élevée, permettant ainsi l'étude des paramètres microstructuraux et des microcontraintes par l'analyse de l'élargissement des pics de diffraction.

Le principe de la technique est similaire à celui de la diffraction des neutrons : on mesure des déformations réticulaires à partir des déplacements des positions angulaires des pics de Bragg. Différentes méthodes ont été développées pour l'analyse des déformations par diffraction du rayonnement synchrotron. Les plus utilisées sont essentiellement au nombre de trois [7.10] :

1. En transmission avec un faisceau monochromatique à haute énergie ($E \approx 80 \text{ keV}$). Dans ce cas, les angles de diffraction sont très faibles, de l'ordre de 2° . Ceci implique une très haute résolution latérale mais pas dans la direction du faisceau : le faisceau incident est collimaté jusqu'à $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$, mais pas le faisceau diffracté.
2. En réflexion avec un faisceau monochromatique à énergie modérée ($E \approx 25 \text{ keV}$). Cette méthode est héritée des rayons X classiques ; le volume analysé est déterminé par les collimations sur les faisceaux incident et diffracté. Dans ce cas, les angles de diffraction sont de l'ordre de 10° , ce qui implique que le volume sonde a une forme de losange, allongé dans la direction du faisceau. Dans cette direction la résolution spatiale est millimétrique,

comparable à celle des neutrons. De ce fait, le volume analysé à l'intérieur de la pièce n'est pas toujours le même quand on tourne l'échantillon.

3. En dispersion d'énergie, avec un faisceau polychromatique ($E \approx 40-300$ keV). La méthode est similaire à la précédente, mais dans certains cas l'on peut atteindre des profondeurs plus importantes.

En conclusion, la technique de diffraction du rayonnement synchrotron a de fortes potentialités de développement dans le domaine de l'analyse des contraintes [7.11], car elle offre de très hautes résolutions spatiales associées à une pénétration de qq. millimètres et des temps de comptage de l'ordre de la seconde (par pic de diffraction). Cependant, pour le moment, elle reste une analyse 2D en déformation, car il reste très difficile de pouvoir mesurer dans la troisième direction, nécessaire pour le calcul de contraintes, et elle présente des problèmes dans le cas d'un matériau à gros grain. En général, les échantillons analysés ont des géométries simples, et des études sur des pièces industrielles réelles ne sont pas, pour le moment, envisageables. D'autre part, la diffraction des neutrons a une résolution spatiale millimétrique, des temps de comptage assez longs mais, grâce à la pénétration élevée des neutrons dans la plupart des matériaux, reste la seule technique pour une analyse des contraintes non-destructive et tridimensionnelle dans des pièces industrielles ou de grande taille. Dans le tableau suivant sont résumées et comparées les principales caractéristiques des rayonnements neutronique et synchrotron pour l'analyse des contraintes.

	NEUTRONS	SYNCHROTRON
Pénétration		
? Aciers	10-20 mm	Qq. mm
? Alliages Al	40-60 mm	10-20 mm
Résolution Spatiale	Millimétrique (1mm ³)	Micrométrique dans une direction, millimétrique dans l'autre
Cartographie des déformations	3D	2D
Tenseur complet des contraintes	OUI, aisément	NON ou très difficilement
Problèmes de taille de grains	NON	OUI
Etude de composants réels industriels	OUI	NON
Temps de comptage (acquisition d'un pic)	½ h – 1h	Qq. secondes-minutes

Tableau 7.2 : Principales caractéristiques des rayonnements neutronique et synchrotron pour l'analyse des contraintes.

Avec les sources neutroniques de troisième génération, le flux neutronique augmentera d'environ deux ordres de grandeur par rapport aux sources actuelles. Cela implique que la diffraction des neutrons pour l'analyse des contraintes pourra atteindre une résolution spatiale de 0.1 mm (au moins dans la direction perpendiculaire au faisceau) avec des temps de comptage de l'ordre de la minute. Avec les progrès dans l'optique des rayons X et dans les méthodes pour l'analyse des contraintes par diffraction du rayonnement synchrotron, les problèmes rencontrés aujourd'hui pour la détermination des contraintes seront, au moins en partie, résolus. L'écart entre les deux techniques sera alors diminué, mais elles garderont toujours leur complémentarité en relation à leur spécificité.

7.4 Accès des industriels aux mesures des contraintes par diffraction sur les grands instruments

Ces dernières années, les activités industrielles liées à l'analyse des contraintes par diffraction neutronique ont augmenté considérablement. A titre d'exemple, au LLB les expériences faisant l'objet de contrats directs avec les industriels pour la détermination des contraintes, représentent environ 20% du temps de DIANE.

Cependant, la diffraction neutronique reste encore un outil dans les mains de spécialistes et, malgré les efforts pour ouvrir cette technique au monde industriel (§5.2), l'accès direct des industriels à la neutronique reste encore limité. Deux principaux facteurs jouent un rôle important : le délai nécessaire pour avoir des résultats, qui n'est souvent pas compatible avec les exigences industrielles, et le manque d'une « culture » des neutrons comme essai non destructif pour l'analyse des contraintes.

Généralement, pour avoir des résultats il faut passer par trois étapes :

1. Soumettre une proposition d'expérience, qui doit être jugée par un comité de sélection ;
2. Effectuer l'expérience ;
3. Dépouiller et analyser les données expérimentales.

Pendant longtemps, les propositions industrielles étaient jugées suivant des critères purement scientifiques et étaient rarement considérées comme scientifiquement intéressantes. Récemment, des progrès dans cette direction ont été effectués : les spécialistes adéquats ont été intégrés dans les comités de sélection et, dans la plupart des installations, les propositions industrielles sont jugées pour leur intérêt technologique ou appliqué.

La réalisation des expériences et le dépouillement des données sont encore une prérogative des quelques spécialistes dans le domaine. Il est donc impératif de disposer de programmes informatiques de facile utilisation pour les expérimentateurs néophytes, et des progrès dans ce sens peuvent être encore effectués.

Un autre aspect important qu'il faut souligner est le gaspillage de temps autour d'un échantillon (il s'agit souvent de pièces volumineuses avec des géométries complexes) pour trouver les directions et les points de mesure les plus accessibles et significatifs. Dans ce cas, la technologie CAD/CAM¹ incorporée au programme de pilotage pourra aider à définir à l'avance une stratégie de mesure. Des programmes pour simuler les conditions expérimentales ainsi que les diffractogrammes correspondants sont en cours de développement (le code McSTAS développé à Risø et le programme VITESS développé à Berlin pour la simulation des futurs appareils pour ESS). En incorporant dans ces types de programmes la technologie CAD/CAM traditionnelle, ainsi que toutes les informations concernant le matériau (microstructure, longueurs de diffusion), on pourra définir une expérience virtuelle. Le gain en temps de faisceau qui en dérivera sera considérable (et ceci sera d'autant plus intéressant avec une source de troisième génération), et rendra la technique « industriellement » plus attractive.

La création d'une infrastructure de support est aussi souhaitable auprès des installations équipées pour l'analyse des contraintes par diffraction neutronique. Celle-ci doit comprendre un laboratoire associé pour l'étude préliminaire des pièces (microstructure, essais mécaniques, rayons X) et, éventuellement, la réalisation virtuelle de l'expérience de diffraction neutronique. Ceci couplé à l'introduction au sein de la communauté industrielle d'une « culture » des neutrons, dont l'étude devrait être intégrée au cursus universitaire parmi les différentes techniques non destructives pour l'analyse des contraintes, pourra aider à rendre les neutrons plus accessibles aux industriels.

Références

- [7.1] *ESS, A Next Generation Neutron Source for Europe*, vol. I The European Spallation Source, ISBN 090 237 6 500, 090 237 6 551 (1997)
- [7.2] *ESS, A Next Generation Neutron Source for Europe*, vol. II The ESS Scientific Case, ISBN 090 237 6 500, 090 237 6 608 (1997)
- [7.3] M. Ceretti, S. Janssen, D. McMorrow, P. Radaelli, U. Steigenberger, *Physica B* 276-278 (2000), 45-51
- [7.4] ESS-SAC/ENSA Workshop on Scientific Trends in Condensed Matter Research and Opportunities at ESS, Engelberg/Suisse, 3-5 May 2001, Progress Report
- [7.5] *New Science and Technology for the 21st Century*, the ESS Project vol II, ISBN 3 89336 302 5 (2002)
- [7.6] Rapport « *TRESSES : Table Ronde ESS : « Evaluation Strategique »* », Saint-Rémy-lès-Chevreuse, 15-17 janvier 2001
- [7.7] *Instruments and User Support*, the ESS Project, vol. IV, ISBN 3 89336 304 1 (2002)
- [7.8] <http://www.sns.gov>
- [7.9] J.R. Santisteban, L. Edwards, M.E. Fitzpatrick, A. Steuwer, P.J. Withers, *Appl. Phys. A* 74[Suppl.], S1433-S1436 (2002)

¹ CAD: Computer Assisted Design; CAM: Computer Assisted Manufacture

- [7.10] P.J Withers, in Proc. MAT-TEC 97, *Analysis of residual stresses from materials to bio-materials*, , A. Lodini (ed.) IITT-International, 1997, 19
- [7.11] W. Reimers, M. Broda, G. Bruschi, D. Dantz, K.-D. Liss, A. Pyzalla, T. Schmackers, T. Tschentscher, *Jour. of Non-Destructive Evaluation*, 17 (1998), 129-140

Chapitre 8

Perspectives de recherche

Les travaux présentés dans ce mémoire concernent l'application de la diffraction des neutrons pour l'analyse des contraintes internes et de la microstructure dans des matériaux d'intérêt technologique et industriel. Un grand effort a été déployé, sur les plans instrumental et méthodologique, pour rendre la technique fiable, attractive et compétitive.

Ce dernier chapitre est consacré à mes perspectives de recherche ; en particulier, je présenterai ici :

- ✓ Un programme de recherche, en continuation des thèmes que j'ai abordé ces dernières années, mais aussi comme développement de nouvelles thématiques ;
- ✓ Un programme de développement instrumental associé à ce programme de recherche.

Etant responsable du diffractomètre «contrainte » au LLB, une partie de mes activités sera directement liée à l'accueil des utilisateurs et des laboratoires extérieurs ainsi qu'aux programmes de travail pour favoriser l'accès des industriels à la neutronique.

Comme nous l'avons vu dans ce mémoire, ces dernières années j'ai abordé trois principaux thèmes de recherche :

- ✓ L'étude micromécanique des matériaux composites à matrice métallique,
- ✓ L'évaluation des microdéformations (ou des contraintes de 3^{ème} ordre) par diffraction des neutrons, basée sur l'analyse de l'élargissement des pics de diffraction,
- ✓ L'application de la diffraction neutronique pour l'analyse des contraintes dans les matériaux géologiques.

Les résultats obtenus ont ouvert plusieurs problématiques qui sous-tendent mes projets scientifiques pour le futur.

- a. Les travaux sur les matériaux CMM ont montré l'existence de phénomènes de relaxation des contraintes très compliqués et pas complètement expliqués. Leur compréhension nécessite une analyse plus locale, à l'interface matrice/fibre. Dans ce contexte, des mesures au synchrotron permettront de caractériser les phénomènes de plasticité observés dans la matrice. De plus, ce type de matériau étant de plus en plus utilisé pour des applications technologiques, l'évaluation des contraintes résiduelles induites par les procédés mécaniques ou thermiques devient très importante. En particulier, un aspect à étudier dans ces composites est l'effet des procédés, tels que le grenailage de précontrainte ou la relaxation des contraintes par vibration, sur les propriétés mécaniques du matériau.
- b. La diffraction neutronique a été utilisée pour une étude complète de l'état triaxial des contraintes et de l'écrouissage dans les zones proches de la pointe de fissure de fatigue, dans un acier 316L. Pour la première fois, la zone plastifiée proche de la pointe d'une fissure a été analysée à partir d'une analyse de l'élargissement du pic de diffraction, par diffraction des neutrons. La méthode utilisée, basée sur l'analyse d'un seul pic de diffraction (Keijser), donne des valeurs approximatives des paramètres microstructuraux. Une analyse plus fine nécessite des expériences avec des longueurs d'ondes des neutrons plus courtes (neutrons thermiques) ou sur une source à spallation, permettant de travailler sur plusieurs ordres d'une réflexion.
- c. Dans le cadre d'une collaboration entre le Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide de l'Université Paris XI, le Département des Sciences de la Terre de l'Université de Cergy-Pontoise, et le LLB, la détermination du tenseur complet des déformations élastiques résiduelles dans les quartzites naturels par diffraction des neutrons nous a permis de reproduire, à partir d'un modèle de simulation numérique auto-cohérent visco-plastique, la composante principale de la texture des échantillons examinés. La prochaine étape de ce travail sera, premièrement, de développer une méthode pour une meilleure appréhension des déformations résiduelles liées à l'histoire thermomécanique. En ce qui concerne la diffraction des neutrons, l'objectif sera de trouver l'échelle de l'homogénéité, en augmentant la taille des échantillons et le volume de la sonde neutronique. L'étude sera ensuite étendue au domaine pétrolier, où la pétrophysique des roches porte sur la compaction/cimentation des grains des roches réservoirs (pétrole ou gaz) et sur la micro/macro fissuration naturelle de ceux-ci. Ce dernier aspect est étroitement lié à la relaxation des contraintes résiduelles. L'objectif sera de comprendre l'origine et la magnitude des déformations résiduelles dans ces matériaux. En effet, différentes hypothèses sont avancées quant à l'origine de ces déformations¹ : elle peuvent être dues à la cimentation des grains, et correspondraient à l'histoire de la roche et pas seulement à l'effet des contraintes liées aux déplacements des

¹ M. Friedman, Residual elastic strains in rocks, Tectonophysics, 15, (1972), 297-330

plaques tectoniques. Des mesures de déformations élastiques résiduelles par diffraction neutronique sur des grès prélevés sur des carottages de forages pétroliers, ainsi que des mesures de texture et de susceptibilité magnétique, porteront une contribution novatrice dans ce domaine.

- d. Outre les perspectives de travail dans la continuation de mes travaux récents dégagées par les trois thèmes ci-dessus, je me propose d'aborder de nouveaux sujets de recherche, en collaboration avec de nouvelles équipes extérieures. En particulier, en collaboration avec le Laboratoire de Mécanique des Solides de l'Ecole Polytechnique et le Laboratoire des Propriétés Mécaniques et Thermodynamiques des Matériaux de l'Université Paris XIII, nous avons développé un programme de travail sur l'analyse de la distribution inter- et intra-granulaire des déformations élastiques dans les polycristaux. L'estimation de cette hétérogénéité semble être le point clé pour une meilleure compréhension du comportement micromécanique des matériaux. Pour une analyse plus précise, il est nécessaire d'appliquer des modèles de changement d'échelle, i.e. passage du grain au polycristal. Dans ce cadre, le LPMTM a développé des méthodes en champs moyens (schéma auto-cohérent) qui permettent d'obtenir, par construction, des calculs statistiquement représentatifs. *Cependant, pour une validation des résultats de calcul, une confrontation avec des mesures de contraintes résiduelles dans différentes composantes de textures et en cours de chargement est nécessaire.*

Dans un premier temps, l'étude portera sur les matériaux présentant un comportement élastique local anisotrope, tels que les aciers Dual-Phase ; dans ce cas, tout chargement mécanique crée un état de déformation hétérogène, fluctuant d'une phase à l'autre. Des mesures in-situ de diffraction de neutrons, sous charge, dans le domaine élastique, permettront de mesurer les déformations moyennes par orientation cristalline (mesure des déplacements des raies de diffraction pour plusieurs orientations de l'échantillon) ainsi que leurs variances (via une analyse des élargissements des raies dans l'espace de Fourier). Parallèlement, ces fluctuations inter- et intra-phase seront calculées par un modèle auto-cohérent. Dans un deuxième temps, cette étude sera étendue aux matériaux à gros grains (de l'ordre du mm), voir monocristallins. En effet, ces matériaux offrent des propriétés mécaniques très intéressantes pour les applications technologiques. La détermination du champ local (au niveau du grain) des déformations et des contraintes, et de leur évolution au cours d'essais mécaniques, est fondamentale pour mieux appréhender leur comportement mécanique et arriver à la formulation d'une loi de comportement globale à partir de modèles d'homogénéisation. L'étude des contraintes dans ce type d'alliages par diffraction de

neutrons nécessite la mise en œuvre d'une méthode d'analyse particulière, qui prend en compte l'anisotropie des différents cristallites².

- e. Sur le plan instrumental, le diffractomètre « contrainte » du LLB (DIANE) est un des premiers diffractomètres conçu et réalisé pour répondre pleinement aux besoins de cette technique. Le développement des nouvelles thématiques évoquées ci-dessus implique des améliorations instrumentales, prévues à court terme :
- ✓ L'installation d'une table de translation xyz sur le berceau d'Euler (course x et y de 150 mm, course z de 20 mm) . Ceci nous permettra aussi d'établir des cartographies des contraintes couplées avec la fonction de distribution des orientations (texture).
 - ✓ L'installation d'une machine de traction pour mesures «in-situ » sur berceau d'Euler (traction/compression : 25 KN. L'évolution des contraintes sous chargements extérieurs est un paramètre fondamental pour mieux appréhender le comportement local de ces matériaux. Ceci nécessite de s'équiper d'une machine de traction compacte et très performante qui puisse être montée dans le berceau d'Euler pour mesurer «in-situ », sur le diffractomètre, l'évolution des contraintes. L'utilité d'une machine de traction/compression très compacte et adaptable sur un berceau d'Euler est double : d'une part pour l'étude l'évolution des contraintes internes sous chargement, et d'autre part pour l'étude de l'influence d'une charge externe sur l'évolution de la texture.
 - ✓ L'installation d'un nouveau détecteur bidimensionnel avec une surface utile de 200x200 mm², contre 100x100 mm² actuels, ce qui permettra un gain supplémentaire en temps de mesure.

Parallèlement à cette activité de recherche personnelle, une partie de mon travail sera étroitement liée aux programmes du Laboratoire Léon Brillouin pour promouvoir l'accès à la diffraction neutronique de la communauté industrielle, qui, malgré les efforts de ces dernières années (§5.2 et §7.4), reste encore limité. Dans ce but, nous participons à des réseaux européens, en particulier, au NeT (Network on Neutron Techniques Standardization for Structural Integrity), qui implique des sociétés industrielles, des organismes de recherche et des universités. Ces deux objectifs principaux sont : (1) développer, standardiser et harmoniser les méthodes non destructives basées sur les techniques neutroniques, avec une application à l'intégrité des structures mécaniques ; (2) développer des procédures, acceptées par les industriels et par les utilisateurs académiques, pour une évaluation fiable des contraintes résiduelles et de la microstructure, ainsi que pour leur incorporation dans les programmes numériques d'évaluation de l'intégrité structurale. En particulier, l'activité « contraintes » du LLB sera impliquée dans le groupe de travail TG1 (Task Group 1), pour une analyse des contraintes

² W. Reimers, Investigation of large grained samples-Principles, in *Measurements of Residual and Applied Stress*

résiduelles dans une soudure en acier. Cette étude comporte une partie expérimentale, de détermination des contraintes par diffraction des neutrons et des rayons X, et une partie de calculs aux éléments finis en 3D.

En ce qui concerne les industriels français, nous développerons un programme de travail avec Snecma Moteur (dans le cadre d'une thèse) portant sur la compréhension (mesure puis modélisation) des contraintes résiduelles dans les CMM à base titane utilisés dans les disques de compresseurs. Avec DASSAULT Aviation nous avons en cours un programme de travail pour l'étude des contraintes résiduelles dans un longeron de mirage 2000.

Comme déjà mentionné ci-dessus, les études que j'envisage à court terme pour une meilleure compréhension du comportement micromécanique des matériaux, demandent une analyse à haute résolution instrumentale, pour l'évaluation des microdéformations, et spatiale pour l'étude des phénomènes locaux ou d'interface. Dans ce but, des mesures au synchrotron sont envisagées. Dans ce contexte, la proximité de la nouvelle source de rayonnement synchrotron, SOLEIL, qui sera implantée sur le plateau de Saclay, offre un outil complémentaire à l'ESRF. Si la gamme d'énergie de SOLEIL n'est pas suffisante pour l'étude d'échantillon épais, elle est suffisante dans le cas d'éléments légers comme l'aluminium. En particulier, j'envisage poursuivre l'étude des phénomènes de plasticité observés dans les composites Al/SiC ; à partir de l'analyse des élargissements des pics de diffraction, l'on pourra déduire les paramètres microstructuraux. De plus, des mesures au synchrotron avec une haute résolution spatiale micrométrique, permettront d'étudier les interfaces matrice-fibres. Enfin, la gamme d'énergie de SOLEIL permettra l'évaluation des contraintes aux interfaces et dans revêtements minces.

Deuxième partie
Dossier administratif

CURRICULUM VITAE

Nom, Prénom : CERETTI Monica
 Date de naissance : 30 mars 1963
 Lieu de naissance : Verbania (Italie)
 Nationalité : Italienne
 Situation de Famille : Mariée, deux enfants
 Adresse professionnelle: CEA-Saclay, Laboratoire Léon Brillouin
 91191 Gif-sur-Yvette
 Téléphone: 01.69.08.58.98 (bureau)
 01.69.08.54.48 (réacteur)
 Fax: 01.69.08.82.61
 E-mail: ceretti@bali.saclay.cea.fr
 Langues parlées et lues: Italien (langue maternelle), Français, Anglais, notions d'Allemand

GRADES ET TITRES UNIVERSITAIRES:

1982 **Diplôme de Baccalauréat** du Lycée Scientifique "Evariste Galois" de Verbania (Italie), (note: 18/20)

1989 **Diplôme de docteur ("laurea") en Ingénierie Nucléaire**, spécialité Physique des Matériaux, du "Politecnico de Milan" (Italie), obtenu avec la note de 100/100.

Sujet de thèse de "laurea": "**Bilans énergétiques et mesures de calorimétrie dans des métaux soumis à déformation**". Ce travail, d'une durée de deux ans, a été effectué au Laboratoire Matériaux du CeSNEF (Centre d'Etudes Nucléaires Enrico Fermi) du Politecnico de Milan, sous la direction de G. Caglioti (Professeur de Physique de l'Etat Solide). Sujets abordés: effet thermoélasto-plastique, thermodynamique de la déformation plastique, développement d'une nouvelle méthode numérique pour résoudre l'équation de Fourier d'un métal soumis à déformation

1990 Certificat d'aptitude professionnelle à exercer la profession d'Ingénieur, obtenu au Politecnico de Milan (note : 99/100)

1993 **Thèse européenne de doctorat en Sciences des Matériaux: "Analyse des contraintes résiduelles par diffraction de neutrons. Application**

aux matériaux composites à matrice métallique et aux revêtements déposés par torche plasma". Mention: très honorable avec félicitations du jury (Université de Reims). Le travail de thèse a été effectué au Laboratoire Léon Brillouin (CEA Saclay) ; directeur de thèse Prof. Lodini (Université de Reims). Sujets abordés: diffraction des rayons X et des neutrons, contraintes résiduelles et textures, modèles micromécaniques, matériaux composites à matrice métallique, revêtements plasma.

Stages effectués

- 1990** Cours de perfectionnement de six mois en **Ingénierie de l'état Vitreux**, suivi à la Faculté d'Ingénierie de l'Université de Padoue (Italie).
- 1990** **Ecole d'été de deux semaines suivie à l'école Internationale de Physique Enrico Fermi (Lerici - Italie) sur « Industrial and Technological Application of Neutrons ».** **Cours sur les différentes méthodes de diffusion des neutrons en science des matériaux.**
- 1994** Cours d'une semaine de **microscopie électronique en transmission**, formation permanente du CNRS (Meudon)
- 1994** Cours d'une semaine de **microscopie électronique à balayage**, formation permanente du CNRS (Meudon)
- 1995** Cours d'une semaine sur **« Corrélation entre la texture cristalline et la microstructure des matériaux »**. Formation permanente du CNRS (Laboratoire de Métallurgie Structurale, Université de Paris Sud)
- 1996** Ecole de printemps **« Diffusion des neutrons et sciences des matériaux »**, 21-27 Avril 1997, Pinsot
- 2001** Ecole de la Société Française de Neutronique **« Neutrons et Matériaux »**, Tregastel, 12-16 mai 2001

Activité professionnelle

- 1989 – 1990** Chercheur à l'Institut de Physique (Université d'Ancone, Italie). Expériences de caractérisation des matériaux par diffraction ou diffusion des neutrons et des rayons X. Enseignement de physique générale (formation d'ingénieurs et médecine).
- 1990 – 1993** Chercheur INFM. (Institut National de Physique de la Matière, Gênes - Italie) détachée au Laboratoire Léon Brillouin du CEA de Saclay. Correspondante pour la communauté neutronique italienne au LLB (expériences de diffraction élastique, contraintes et textures, réflectivité et diffusion aux petits angles).
- 1994 -1996** Collaborateur Temporaire Etranger (bourse individuelle de la Communauté Européenne) au Laboratoire Léon Brillouin du CEA de Saclay. Coresponsable italienne pour la construction d'un nouveau diffractomètre dédié aux mesures des déformations par diffraction des neutrons.
- 1996 – 4/1997** Chercheur Associé (CNRS) au Laboratoire Léon Brillouin; responsable du diffractomètre dédié à l'analyse des contraintes internes.
- 4/1997 – 3/1998** Collaborateur Temporaire Etranger au Laboratoire Léon Brillouin (CEA Saclay).
- Depuis Avril 1998** Ingénieur CEA (classement actuel E4) au Laboratoire Léon Brillouin (CEA Saclay). Responsable de l'activité « contrainte » du LLB et du diffractomètre DIANE, dédié à l'analyse des contraintes internes. Responsable des activités industrielles liées aux mesures des contraintes dans les pièces technologiques.

Activités d'enseignement

- 1989-90 Université d'Ancona (Italie) :
- TD de Physique Générale, centrés surtout sur la mécanique, l'électrostatique et la mécanique des fluides (26 heures) pour les étudiants de Médecine
- 1991-92 Université d'Ancona (Italie) :**
- TD de Physique Générale (Italie) (15 heures) pour les étudiants de Médecine.
 - Cours d'optique, centré sur l'application des lasers dans la médecine dans le cadre des cours de perfectionnement destinés aux ophtalmologues (16 heures)
- 1991-92 CNAM de Reims :**
- TD de Métallurgie (environ 24 heures). Ces TD ont porté sur la mécanique de la rupture, la physico-chimie de l'élaboration, la cristallographie, les diagrammes d'équilibre.
- 1996 Ecole de Diffraction et de Diffusion Neutronique (Palau, Italie) :**
- Cours sur les "applications de la diffraction de neutrons dans l'analyse des contraintes résiduelles" (2h de cours et 6h de TD)
- 1997 et 2001 Formation permanente du CNRS « Corrélation entre la texture cristalline et la microstructure des matériaux », Université de Paris Sud**
- Cours sur la « Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des neutrons » (1h cours et 3h TP)
- 2000 « Formation Annuelle à la Neutronique » au Laboratoire Léon Brillouin**
- Cours théoriques, TD et TP aux FAN du LLB, thème Matériaux (environ 30h, 6h par jour). Cours sur les "applications des neutrons dans la recherche sur les matériaux": Propriétés des neutrons, interaction neutron/matière, analyse des contraintes par diffraction des neutrons, comparaison neutrons/rayons-X. Public concerné : chercheurs issus de l'industrie et des laboratoires de recherche, désireux d'acquérir une solide formation en mesures des contraintes par diffraction des neutrons.

2003 European Conference on Neutron Scattering 2003, Introductory Course, « Strain and Stress Analysis by Neutron Diffraction », Saclay, 1-2 septembre 2003

- Cours d'introduction à l'analyse des contraintes par diffraction des neutrons (1h)

Depuis 1992 Travaux Pratiques de HERCULES (Higher European Course for Users of Large Experimental Systems) : « Residual Strain Measurements by Neutron Diffraction » (8 heures), effectués au réacteur ORPHEE, LLB, Saclay.

Dans le cadre de mon activité de responsable de l'activité « contrainte » du LLB, je suis naturellement amenée à encadrer les expérimentateurs extérieurs qui viennent réaliser leurs expériences de diffraction neutronique.

Participation à des Jurys de Thèse :

- Anne Piant-Garot, Université de Reims, Décembre 1996
- Eric Pluyette, Université de Reims, Juillet 1997
- Florence Turquier, Université de Reims, Novembre 1998
- Karina Hirschi, Université de Reims , Octobre 1999
- Ronite Levy-Tubiana, Université Paris Sud, Novembre 1999

Encadrement de chercheurs

Encadrement de chercheurs (Thèses) :

- A. Piant-Garrot (1996) :**
 Université de Reims Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des neutrons. Application au Grenailage de Précontrainte.
- E. Girardin (1997) :**
 Université de Reims Caractérisation microstructurale et analyse des contraintes mécaniques dans les dépôts par torche plasma d'hydroxyapatite pour prothèse de hanche
- K. Hirschi (1999) :**
 Université de Reims Analyse des contraintes résiduelles et des paramètres microstructuraux par diffraction de neutrons dans un acier inoxydable austénitique.
- R. Levy-Tubiana (1999)**
 1.1.1.1. Université de Paris XI Etude des composites à matrice métallique par la technique de la diffraction des neutrons : analyse du comportement élastoplastique et évaluation des contraintes résiduelles.

Encadrement partiel des thèses au titre de collaborations extérieures :

- V. Gros (1996) :**
 Ecole Centrale de Paris Etude de l'amorçage et de la propagation des fissures de fatigue dans les essieux-axes ferroviaires
- V. Bogard (1996) :**
 Université de Reims Simulation numérique du comportement thermomécanique d'outillages de mise en forme. Validation expérimentale par la détermination des contraintes résiduelles
- F. Turquier (1998) :**
 Université de Reims Analyse des contraintes résiduelles dans un acier pour outillage revêtu d'une zircone déposée par torche plasma et soumis à des chocs répétés ; influence des caractéristiques du dépôt sur sa durée de vie.

M. Kouzeli (1998) Etude d'assemblages brasés céramique/fonte GS
Ecole Centrale de Paris

A. Carrado' (2001) : Contribution à l'étude par diffraction X et de neutrons
Université de Reims & ENSAM d'interfaces ceramique-métal
Aix en Provence

Encadrement des stagiaires :

C. Bellot, D. Silagy (1993) : Détermination des contraintes résiduelles dans un
Stage PFE ENSAM Paris composite à matrice métallique par diffraction X et des
neutrons

D. Le Coq (1995) Détermination des constantes radiocristallographiques
Stage PFE ENSAM Paris dans un composite carbone/carbone

N. Ghannem (1996) Contraintes résiduelles et soudage par faisceau
Stage PFE ENSAM Paris d'électrons

S. Mouret (1996) Détermination des contraintes résiduelles par diffraction
Stage PFE ENSAM Paris neutronique

P.Y. Tigreat (1998) : Détermination des contraintes résiduelles par diffraction
Scientifique du contingent au LLB des neutrons dans des disques de freins ; calcul aux
éléments finis.

J. Rivat (1999) : Influence des contraintes résiduelles sur la tenue à la
Scientifique du contingent au LLB fatigue des soudures en T (alliage Al) utilisées en
aéronautique (fuselage d'avion AIRBUS)

F. Drin et R. Mennussier (2001) Evaluation des contraintes résiduelles sur des disques
Stage PFE ENSAM Paris freins d'automobile

Encadrement des Thèses de « Laurea » à titre de collaborations extérieures:

D. Brugnami (1995) : Analisi non distruttiva mediante diffrazione neutronica di tensioni residue in componenti saldati in acciaio ferritico
Faculté d'Ingénierie, Università d' Ancona (Italie)

G. Annibali (2000) : Studio dello stato tensionale residuo indotto da trattamenti termochimici superficiali su componenti sinterizzati tramite tecniche di diffrazione neutronica
Faculté d'Ingénierie, Università d' Ancona (Italie)

Encadrement de Chercheurs confirmés

B. Paci, co-responsable italienne du diffractomètre « contrainte » du LLB (1998, 1 an)

L. Koszegi, collaborateur temporaire étranger sur le diffractomètre « contrainte » du LLB (1999, 1 an)

M. Marcantoni, co-responsable italien du diffractomètre « contrainte » du LLB (2000-2001, 1 an)

Autres activités et responsabilités

- Responsable de l'organisation des Tables Rondes « Systèmes Désordonnés et Matériaux » du Laboratoire Léon Brillouin (1999-2002, deux sessions par an). Participation active aux comités de sélection, qui décident de l'attribution du temps de faisceau de neutrons pour les propositions d'expérience au LLB : choix des rapporteurs (membres du comité, extérieurs au LLB) et avis technique pour chacune des propositions d'expérience.
- En 1999 nommée par l'ENSA (European Neutron Scattering Association) responsable d'un groupe européen de travail « Matériaux et application industrielles » dont l'objectif était de faire ressortir dans notre domaine de compétence les nouveaux thèmes scientifiques pour le futur et l'instrumentation nécessaire à leur réalisation (dans l'optique de la nouvelle source à spallation de neutrons ESS). Les résultats de nos travaux ont été présentés à la European Conference on Neutron Scattering (ECNS 1999) à Budapest.
- Membre du groupe international de travail (SAC, Science Advisory Committee) pour la définition des thèmes de recherche et des appareils pour la future source neutronique européenne à haut flux ESS (European Spallation Source).
- Membre du comité d'organisation de la conférence Internationale MAT-TEC 1997 « Analysis of Residual Stresses from Materials to Bio-materials », Reims 5-7 Novembre 1997
- Membre du comité d'organisation de la conférence internationale MECA-SENS 2000 « The First Conference on Stress Evaluation with Neutrons and Synchrotron radiation », Reims 13-14 décembre 2000
- Membre du comité scientifique de la prochaine conférence internationale MECA-SENS 2003 « Conference on Stress Evaluation with Neutrons and Synchrotron radiation », Manchester (UK) 8-9 septembre 2003
- Membre des comités (européen et international) d'experts pour la standardisation de la technique de la diffraction des neutrons pour l'analyse des contraintes résiduelles.
- Depuis Avril 2003, membre du comité de sélection du Collège 7 « Materials Science » de l'institut Laue Langevin de Grenoble, pour l'attribution du temps de faisceau de neutrons.

Collaborations

Collaborations de Recherche

- Istituto di Scienze Fisiche, Università d'Ancona, Italie
- Dipartimento di Ingegneria Meccanica, Università d'Ancona, Italie
- Dipartimento di Ingegneria Nucleare, Politecnico di Milano, Italie
- Research Institute for Solid State Physics of the Hungarian Academy of Sciences, Budapest, Hongrie
- Université de Reims, Champagne Ardenne
- Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide, Université Paris XI, Orsay
- Laboratoire MécaSurf, ENSAM, Aix en Provence
- Service de Recherche Metallurgie Appliquée, CEA Saclay
- Laboratoire de Mécanique des Solides, Ecole Polytechnique
- Laboratoire de Mécanique des Sols, Structures et Matériaux, Ecole Centrale Paris,
- Nuclear Physics Institute, Rez near Prague, Rep. Tchèque
- Department of Materials Engineering, The Open University, Milton Keynes, Angleterre
- Technical University of Kosice, Department of Materials Science, Kosice, Slovaquie
- Dipartimento di Energetica, Università di Firenze, Italie
- Département des Sciences de la Terre, Université de Cergy Pontoise
- LPTM-CNRS, Université de Paris XIII

Collaborations industrielles :

- Peugeot
- SNCF
- AEROSPATIALE
- SNECMA
- MAN Technologie, Allemagne
- Paul Scherrer Institute
- DASSAULT Aviation

Publications dans des revues internationales à comité de lecture

- 1 « **Structural Organization of Guanosine Derivatives in Dilute Solutions: Small Angle Neutron Scattering Analysis** », F. Carsughi, M. Ceretti, A. Garbesi, P. Mariani, G. P. Spada, Eur. Biophys. J. 21, 155-161 (1992)
- 2 « **Etude par diffraction des neutrons de la répartition des contraintes autour de l'interface métal-adhésif** », J. Li, M. Perrin, M. Ceretti, F. Dunstetter, A. Lodini, Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie, feb. 1992, 115-120
- 3 « **Residual Strain Map of a TIG Welded Component in AISI 304 Steel, obtained by Neutron Diffraction** », G. Albertini, M. Ceretti, S. Ghia, A. Lodini, P. Mariani, M. Perrin, F. Rustichelli, Metallurgical Science and Technology , 11 N.1, 18 (1993).
- 4 « **Neutron Diffraction Evaluation of Residual Stress in First Wall Components** », G. Albertini, M. Ceretti, R. Coppola, A. Lodini, P. Mariani, M. Perrin, F. Rustichelli, G. Vieider, R.R. Jackman, Fusion Technology (1993) 147
- 5 « **Small Angle Neutron Scattering (SANS) Study of He-Bubbles in fatigued Manet Steel** », G. Albertini, F. Carsughi, M. Ceretti, R. Coppola, F. Fiori, A. Möslang, F. Rustichelli, J. de Physique IV, vol. 3, 1993, p. 283-286
- 6 « **Analysis of internal stress relaxation in an Al/SiC composite by neutron diffraction** », M. Ceretti, M. Kocsis, A. Lodini, Science and Engineering of Composite Materials, vol. 3, N 3, 1994, p.167-176
- 7 « **Neutron Diffraction Study of Internal Stresses in Brazed CFC/Mo Divertor Structure for NET/ITER** », M. Ceretti, R. Coppola, E. Di Pietro, A. Lodini, M. Perrin, A. Piant, F. Rustichelli, J. Nucl. Mat, 212-215 (1994) 1617-1620
- 8 « **A new type of radial collimator for strain measurements by neutron diffraction** », M. Kocsis, M. Ceretti, B. Farago, Rev. Sci. Instr. 66 (1), Jan. 1995, 32-37
- 9 « **Residual Stress Measurement in a Plasma semi-Transferred Arc Coating by Neutron and X ray Diffraction** », M. Ceretti, H. Michaud, M. Perrin, A. Lodini, Experimental Techniques, vol.19, No 3, (1995) 17-21
- 10 « **Study of the Residual Stress in Cold-Rolled 7075 Al-SiC Whisker-reinforced Composites by X-Ray and Neutron Diffraction** », J. Li, J. Lu, M. Perrin, M. Ceretti, A. Lodini, Journal of Composites Technology & Research, vol. 17, No 3, July 1995, 194-198
- 11 « **Neutron diffraction study of residual strains across electron beam welds in AISI 316L stainless steel** », C. Braham, M. Ceretti, R. Coppola, A. Lodini, F. Rustichelli, S. Tosto, Fusion Technology 1994, 415-418
- 12 « **Residual Stress Analysis by Neutron and X-ray Diffraction applied to the study of two phases materials: Metal Matrix Composites** », M. Ceretti, C. Braham, J.L. Lebrun, J.P. Bonnafe, M. Perrin, A. Lodini, Experimental Techniques, 20/3 (1996) 14-18
- 13 « **Small-angle neutron scattering study of C-Cr elementary aggregates in a martensitic steel for fusion reactor technology** », G. Albertini, M. Ceretti, F. Fiori, P. Gondi, R. Montanari, Physica B 213&214 (1995) 812-814
- 14 « **High-resolution neutron diffractometer for internal stress measurements** », M. Ceretti, R. Coppola, A. Lodini, M. Perrin, F. Rustichelli, Physica B 213&214 (1995) 803-805
- 15 « **Small Angle Neutron Scattering Study of C-Cr Elementary Aggregates in a Martensitic Steel for Fusion Reactor Technology** », G. Albertini, F. Carsughi, M. Ceretti, R. Coppola, F. Fiori, A. Moslang, F. Rustichelli, Appl. Radiat. Isot. 46, (1995), 729-730
- 16 « **Neutron Diffraction Measurement of the Triaxial Stress Field in a Fatigued Test Specimen** », M. Ceretti, C.A. Hipsley, M.T. Hutchings, A. Lodini , C.G. Windsor, Physica B, 234-236 (1997) 969-971
- 17 « **Neutron diffraction study of internal stresses in brazed divertor structures for ITER** », G. Albertini, M. Ceretti, R. Coppola, E. Di Pietro, A. Lodini, Jour. of Nucl. Mat. 233-237 (1996) 954-958

- 18 « **Texture and Mechanical anisotropy of 6062 Al alloy Samples Subjected to extrusion and Rolling** », L. Viviani, G. Caglioti, G. Albertini, M. Ceretti, F. Fiori, F. Rustichelli, Materials Science Forum, vols 217-222 (1996), 653-658;
- 19 « **Anisotropie des microcontraintes mesurées par diffraction** », A. Baczmanski, K. Wierbanowski, J. Tarasiuk, M. Ceretti, A. Lodini, La Revue de Métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériaux, Décembre 1997, 1568-1474
- 20 « **Microstructure evolution, under tempering at 700°C, in a martensitic steel for fusion reactors** », M. Ceretti, R. Coppola, F. Fiori, M. Magnani, Physica B, , 234-236 (1997) 999-1002
- 21 « **Structural Analysis of Membranes from Photosynthetic Bacteria by SANS** », P. Mariani, R. Casadio, F. Carsughi, M. Ceretti, F. Rustichelli, Europhys. Lett., **37** (6), pp. 433-438 (1997).
- 22 « **Neutron Diffraction Measurements of Residual Stresses in a Thermoelastically Coupled AA6082 Alloy System** », G. Albertini, G. Caglioti, M. Ceretti, F. Fiori, F. Oggioni, F. Rustichelli, L. Viviani, Radiat. Phys. Chem Vol. 51 No 4-6, pp. 525-526 (1998)
- 23 « **Study of Phase Stresses In Al/SiC Metal Matrix Composites**», R. Levy-Tubiana, A. Baczmanski, M. Ceretti, M. Fitzpatrick, A. Lodini, K. Wierzbanski, Materials Science Forum vols 347-349 (2000), 510-515
- 24 « **Etudes des déformations élastiques résiduelles dans les quartzites**», J.C. Guézou, T. Baudin, M. Ceretti, M.H. Mathon, J.M. Sprauel, R. Penelle, C.R. Acad. Sci. Paris, Sciences de la Terre et des planètes, 328 (1999)
- 25 « **Microstrain Analysis in Plastically Deformed Austenitic Steel** » K. Hirschi, M. Ceretti, C. Braham, P. Lukas, A. Lodini, Texture and Microstructure, vol. 33, 219 (1999)
- 26 « **Residual Stresses in an AA6082 Shrink-Fit Thermoplastic Junction** », G. Albertini, G. Caglioti, M. Ceretti, F. Fiori, R. Monzani, L. Viviani, Materials Science Forum vols 347-349 (2000), 674-677
- 27 « **Neutron Diffraction as a Tool for Microstrain Characterization of Polycrystalline Ni based Superalloy after Thermal Fatigue** », P. Lukas, J. Zrník, M. Ceretti, D. Neov, P. Strunz, M. Vrana, P. Mikula, J. Keuerleber, Material Science Forum Vols 321-324, 1046 (2000)
- 28 « **Neutron Diffraction Study of Stress Field Distribution in Automotive Gears** », M. Ceretti, R. Magli, D. Vangi, Material Science Forum Vols 321-324, 732 (2000)
- 29 « **Recent developments in strain measurements at the LLB** », M. Ceretti, Physica B 276-278 (2000), 932-933
- 30 « **ECNS '99 - Young Scientists Forum** », M. Ceretti, S. Janssen, D. McMorrow, P. Radaelli, U. Steigenberger, Physica B 276-278 (2000), 45-51
- 31 « **Residual Stress Measurements in a tool steel coated with plasma-sprayed zirconia and submitted to thermal fatigue in liquid aluminium** » F. Turquier, M. Ceretti, P. Hairy, I. Titeux, A. Lodini, Physica B 276-278 (2000), 872-873
- 32 « **Experimental investigation of strain induced by thermal fatigue in a tool steel coated with plasma-sprayed stabilised zirconia using neutron and synchrotron radiation scattering** », F. Turquier, M. Ceretti, A. Fitch, A. Lodini, F. Rustichelli, Journal of Neutron Research, vol 9, (2001) 405
- 33 « **Recovery stresses in a shape memory alloys studied by in situ neutron diffraction** », P. Sittner, P. Lukas, V. Novak, D. Neov, M. Ceretti, Journal of Neutron Research, vol 9, (2001) 143
- 34 « **Distribution of the radial strain component over the cross section of a railway wheel hoop** », M. Grosse, U. Sthur, M. Ceretti, L. Koszegi, D. Bösel, Journal of Neutron Research, vol 9, (2001) 489-493
- 35 « **Elastic strain study in quartzites using neutron diffraction** », J.C. Guézou, M. Ceretti, T. Baudin, M.H. Mathon, R. Penelle, Journal of Neutron Research, vol 9, (2001) 357
- 36 « **Residual Stresses in AA6062 Shrink-Fit Systems: Finite Element Calculations and Neutron Diffraction Measurements** » G. Albertini, M. Ceretti, G. Caglioti, F. Fiori, R. Monzani, L. Viviani, Journal of Neutron Research vol. 9, 459- (2001)

- 37 « **Residual stresses and hardening near crack tip regions of austenitic steel** », M. Ceretti, K. Hirschi, B. Marini, J.-M. Sprauel, J.-P. Lauriat, E. Elkaim, Applied Physics A 74 [Suppl] S1722 (2002)
- 38 « **Distribution of radial strain in a disc braked railway wheel measured by neutron diffraction** », M. Grosse, M. Ceretti, P. Ottlinger, Applied Physics A, 74 [Suppl] S1400 (2002)
- 39 « **In-situ neutron diffraction studies of R-Phase Transformation in NiTi Memory alloy** », P. Lukas, P. Sittner, D. Lugovoy, D. Neov, M. Ceretti, Applied Physics A, 74 [Suppl] S1121 (2002)
- 40 « **Changes in the misfit stresses in an Al/SiCp metal matrix composite under plastic strain** » M.E. Fitzpatrick, P.J. Withers, A. Baczmanski, M.T. Hutchings, R. Levy, M. Ceretti, A. Lodini, Acta Materialia 50 (2002) 1031-1040
- 41 « **Residual Stress Measurements Using Neutron Diffraction in Magnesium Alloy Laser Welded Joints** », L. Barrallier, A. Fabre, J.-E. Masse, M. Ceretti, Materials Science Forum, Vols 404-407 (2002)

Conférences internationales avec actes

- 1 « **Strain Determination in Technological Components by using the Neutron Diffraction Technique** », G. Albertini, M. Ceretti, R. Coppola, S. Ghia, A. Lodini, M. Perrin, F. Rustichelli, proceeding of the international conference "Monitoring and Predictive Maintenance of Plants and Structures", Florence 17-20 may 1992 (communication orale)
- 2 « **Residual Stress Measurements in Some Technological Materials by Neutron Diffraction** », M. Ceretti, M. Perrin, A. Lodini, Studsvik Neutron Scattering Days (Sveden), 18-19 may 1993
- 3 « **Stress Investigation on Grain Boundaries** », L. Koszegi, M. Kocsis, M. Ceretti, Proc. of the 4th Int. Conference on Residual Stress, Baltimore 8-10 June 1994, p. 410-413
- 4 « **Residual Stress Measurement in a Plasma semi-Transferred Arc Coating by Neutron and X ray Diffraction** », M. Ceretti, H. Michaud, M. Perrin, A. Lodini, Proc. of the 4th Int. Conference on Residual Stress, Baltimore 8-10 June 1994, p. 1055-1061
- 5 « **Residual Stress Analysis by Neutron and X-ray Diffraction applied to the study of two phases materials: Metal Matrix Composites** », M. Ceretti, C. Braham, J.L. Lebrun, J.P. Bonnafé, M. Perrin, A. Lodini, Proc. of the 4th Int. Conference on Residual Stress, Baltimore 8-10 June 1994, p. 32-39
- 6 « **Elevated temperature neutron measurements of thermal residual stresses in a SiC fibre reinforced Al alloy** », M. Ceretti, M. Kocsis, A. Lodini, in Neutron Scattering in Materials Science, Proc. of the Materials Research Society Vol. 376, 1995, 423-428 (communication orale)
- 7 « **Investigation on the distribution of residual stresses in ceramic coatings by neutron diffraction** », M. Ceretti, T. Holden, A. Lodini, Proc. of the 4th European Conference on Advanced Materials and Processes - Euromat'95, Padua/Venice 25-28 September 1995, Symp. A, p. 43-48, (communication orale)
- 8 « **Characterisation of 2.25 Cr 1 Mo welded ferritic steel plate by using diffractometric and ultrasonic techniques** », G. Albertini, M. Ceretti, F. Rustichelli, A. Castelnovo, L.E. Depero, F.M. Cernuschi, S. Ghia, S. Giamboni, M. Gori, Proc. of the 4th European Conference on Advanced Materials and Processes - Euromat'95, Padua/Venice 25-28 September 1995, Symp.F, p.1-10
- 9 « **Residual Stress Measurements Using Neutron Diffraction in Magnesium Alloy Laser Welded Joints** », L. Barrallier, A. Fabre, J.-E. Masse, M. Ceretti, Material Science Forum Vols 404-407 (2002)
- 10 « **Residual stresses in a Ferritic Steel Welded Pipe: an experimental comparison between reactor and Pulsed Neutron sources** », G. Albertini, D. Brugnami, G. Bruno, M. Ceretti, L. Edwards, F. Rustichelli, SPIE Proc. vol.2867 (1997), 123-128
- 11 « **Residual stresses in notches resulting from impacts** », V. Gros, M. Ceretti, B. Al Taweel, C. Prioul, A. Lodini, Proc. ECRS4, Cluny June 4-6 June 1996, 567-576, (communication orale)

- 12 « **The New Strain Dedicated Diffractometer at the LLB** », M. Ceretti, Proc. MAT-TEC 97, A. Lodini (ed.) IITT-International, 1997 , pag. 47, (communication orale)
- 13 « **Determination of Residual Stress Distribution of Silicon Carbide Nitride – Nodular Cast Iron in the Interior Brazed Joints by Means of Neutron Diffraction** », M. Kouzeli, M. Ceretti, V. Michaud, C. Prioul, D. Pantelis, A. Lodini, MAT-TEC 97, A. Lodini (ed.) IITT-International, 1997, pag. 313, (communication orale)
- 14 « **Neutron Diffraction Measurement of Strains in AISI316 Welded Steel Structures**», M.E. Fitzpatrick, L. Edwards, D.Q. Wang, J.S. Wright, M. Ceretti, A. Lodini, Proc. MAT-TEC 97, A. Lodini (ed.) IITT-International, 1997, pag. 327
- 15 « **Microstrain investigation by neutron diffraction line broadening analysis**», M. Ceretti, K. Hirschi, A. Lodini, C. Braham, Proc. Surface Modification Technologies XI, 1031-1037 (1997)
- 16 « **Neutron Diffraction residual Stress Evaluation around a Bimetal Welded Join** », E. Pluyette, J.M. Sprauel, M. Ceretti, M. Perrin , A. Lodini, Proc of the Fifth International Conference on Residual Stresses Linköping, - Sweden, 16-18 June 1997,pag. 604, (communication orale)
- 17 « **X ray and Neutron Diffraction Study of Residual stresses in Electron Beam Welded F82H Modified Martensitic Steel for Fusion Reactor** », C. Braham, M. Ceretti, R. Coppola, A. Lodini, Proc.of the Fifth International Conference on Residual Stresses, Linköping - Sweden, 16-18 June 1997, pag. 169, (communication orale)
- 18 « **Study of Second order Stress for Single and Two Phase Polycrystalline materials** », A. Baczmanski, K. Wierzbanski, J. Tarasiuk, M. Ceretti, A. Lodini, R. Levy, Proc. of the Fifth International Conference on Residual Stresses Linköping - Sweden, 16-18 June 1997; pag. 208, (communication orale)
- 19 « **Determination of Residual Stresses in Metal Matrix Composites** », R. Levy-Tubiana, M. Ceretti, A. Baczmanski, M. E. Fitzpatrick, A. Lodini, ICCE/6, Orlando, USA, June 1999, pp.477, (communication orale)

Conférences internationales sans actes

- 1 « **Application of Neutron Powder Diffraction to Materials Science Studies** », F. Bourée and M. Ceretti (*invited lecture*) Proc. of the International Workshop on Neutron Scattering Application, Prague, October 4-6, 1995
- 2 « **Residual Stress measurements in TiAl6V4 welded tanks by means of Neutron Diffraction** », G. Albertini, G. Bruno, M. Ceretti, B.D. Dunn, F. Fiori, W. Reimers, F. Rustichelli, First European Neutron Scattering Conference, Interlaken (Switzerland) 8-11 October 1996 (poster)
- 3 « **Microstrain Analysis in Plastically Deformed Austenitic Steel** », K. Hirschi, M. Ceretti, C. Braham, P. Lukas, A. Lodini, International Conference on Neutron Texture and Stress Analysis, Dubna (Russie), 23-26 Juin 1997 (communication orale)
- 4 « **Welding Residual Stresses in some Alloy Systems** », G.Bruno, F. Fiori, G. Albertini, M. Ceretti, B.D. Dunn, W. Reimers, F. Rustichelli, International Conference on Neutron Texture and Stress Analysis, Dubna (Russie), 23-26 Juin 1997 (poster)
- 5 « **Residual Stress and Texture Studies at the Laboratoire Léon Brillouin** », M. Ceretti, A. Lodini, M.-H. Mathon, C.H. de Novion, International Conference on Neutron Texture and Stress Analysis, Dubna (Russie), 23-26 Juin 1997, (communication orale)
- 6 « **Residual Stress and Microstrain Investigation in Fatigue Tested Specimen** », K. Hirschi, M. Ceretti, B. Marini, J.-M. Sprauel, J.-P. Lauriat , IUCr 1999 Glasgow 4-14 Août 1999, (Communication Orale)

Conférences nationales avec actes

- 1 « **Determinazione di sforzi residui ed indotti in alcuni materiali di interesse tecnologico mediante la diffrazione dei neutroni** » M. Ceretti, M. Perrin, J.L. Lebrun, A. Lodini, Proc. of the

- 21th AIAS (Italian Association for Stress Analysis) Conference, pp. 353-360, Genova 23-26 september 1992 (communication orale)
- 2 « **Complémentarité des approches X et neutrons pour la détermination des contraintes résiduelles dans un composite à matrice métallique** », C.Braham, J.L. Lebrun, J.P. Bonnafe, M. Ceretti, M. Perrin, A. Lodini, Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie, N° 9, September 1993, p. 1107 (communication orale)
 - 3 « **Caractérisation du comportement à la fatigue thermique de rechargement plasma à l'aide de la diffraction X et neutronique** », A. Lodini, M. Ceretti, M. Perrin, H. Michaud, Ph. Revel, 9eme Colloque International " Progrès dans la méthode d'investigation des métaux et des nouveaux matériaux : mesures des contraintes résiduelles", St. Etienne (F) 17-18 November 1993; Bulletin du Cercle d'étude des métaux, tome XVI, N° 7, 1993 pp. 14.1-12 (communication orale)
 - 4 « **Détermination des Contraintes dans des Matériaux Composites par Diffraction des Neutrons** », R. Levy-Tubiana, M. Ceretti, T. Holden, A. Lodini, , Réunion Annuelle du Groupe Français d'Analyse des contraintes, Dijon,1998, pp.77-80 (communication orale)
 - 5 « **Distribution inter- et intra-granulaire des déformations élastiques dans un acier chargé élastiquement : analyse par diffraction et homogénéisation** », O. Castelneau, N. Letouze, R. Brenner, J. Crepin, D. Caldemaison, M. Ceretti, Réunion Annuelle du Groupe Français d'Analyse des Contraintes, Metz, Avril 2003, (communication orale)

Conférences nationales sans actes

- 1 « **Residual Strain Measurements in Metal Matrix Composites** », G. Albertini, F. Carsughi, M. Ceretti, F. Rustichelli, Italian Association for Non-destructive Tools Conference (Milano 28 - 31 october 1990, 6° AIPnD National Conference), (communication orale)
- 2 « **Méthode de mesure des contraintes par diffraction des neutrons dans un assemblage métallique collé** », J. Li, M. Ceretti, M. Perrin, A. Lodini, Journées de la Diffraction Neutronique, 12-14 may 1992, La Colle-sur-Loup (F) (poster)
- 3 « **Optimisation de la mise en oeuvre de rechargement par plasma d'arc semi-transféré sollicité en fatigue thermique** », H. Michaud, G. Beranger , Ph. Ravel, M. Ceretti, M. Perrin, A. Lodini, "Matériaux: Science et Industrie", Paris 11-12 June 1992 (poster)
- 4 « **Determinazione di sforzi residui ed indotti in alcuni materiali di interesse tecnologico mediante la diffrazione dei neutroni** », M. Ceretti, M. Perrin, J.L. Lebrun, A. Lodini, 21th AIAS (Italian Association for Stress Analysis) Conference, 353-360, Genova 23-26 september 1992; (communication orale)
- 5 « **Residual Stress Measurements in Metal Matrix Composites by Neutron Diffraction** », M. Ceretti, C. Braham, M. Perrin, A. Lodini, Journées de la Diffusion Neutronique, 17-19 mai 1993, La Grande Motte (F), (poster) ;
- 6 « **Détermination des contraintes de 2ème ordre dans les matériaux texturés par diffraction des neutrons** », A. Baczmanski, K. Wierzbowski, J. Tarasiuk, M. Ceretti, A. Lodini, Journées de la Diffusion Neutronique, Ambleteuse, 22-24 mai 1996 (poster) ;
- 7 « **Residual stresses evaluation near Interface by means of neutron diffraction: modelling a neutron diffractometer** », E. Pluyette, J.M. Sprauel, M. Ceretti, P. Todeschini, A. Lodini, M. Perrin, Journées de la Diffusion Neutronique, Ambleteuse, 22-24 mai 1996
- 8 « **Mesure par diffraction des neutrons des microcontraintes dans les composites Al-SiC'** », M. Fitzpatrick, A. Baczmanski, M. Ceretti, A. Lodini, présenté aux Journées de la Diffusion Neutronique, Ambleteuse, 22-24 mai 1996, (poster) ;
- 9 « **Caractérisation des contraintes résiduelles et de l'écrouissage dans les zones proches de la pointe de fissure de fatigue dans un acier 316L** », M. Ceretti, K. Hirschi, B. Marini, J-M Sprauel, présenté aux Journées de la diffusion neutronique, Colleville sur Mer, 24-26 mai 2000, (poster)

Mémoires, rapports et contributions à livres

- 1 « **Misure calorimetriche e bilanci energetici in metalli sottoposti a deformazione** », M. Ceretti, Tesi di Laura in Ingegneria Nucleare, Politecnico di Milano, 1989.
- 2 « **Evaluation des contraintes résiduelles par diffraction des neutrons. Application aux matériaux composites et aux revêtements déposés par torche plasma** », M. Ceretti, Thèse de doctorat, Université de Reims Champagne Ardenne, 1993
- 3 « **Etude du comportement des revêtements de rouleaux de coulée continue en fatigue thermique** », Contract MRT (Ministère de la Recherche et Technologie) N° 90A562, M. Ceretti, M. Perrin, A. Lodini.
- 4 « **Neutron Measurement of Residual Strain in Some Technological Materials and Components** », G. Albertini, M. Ceretti, R. Coppola, A. Lodini, M. Perrin, F. Rustichelli, in "Measurement of Residual and Applied Stress Using Neutron Diffraction" - NATO ASI Series, 525-534, Oxford 1992
- 5 « **Caractérisation des macrocontraintes mécaniques dans les matériaux cristallins** », M. Ceretti, A. Lodini, in *Analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X et des neutrons*, Chapitre 3.1, Eds A. Lodini, M. Perrin, DIST CEA/Saclay 96038, ISBN 2 7272 0182 6 (1996) ; 32-43,
- 6 « **Diffractomètre pour la caractérisation des contraintes** », M. Ceretti, A. Lodini, in *Analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X et des neutrons*, Chapitre 5.1, Eds A. Lodini, M. Perrin, DIST CEA/Saclay 96038, ISBN 2 7272 0182 6 (1996) ; 115-128 ;
- 7 « **Evaluation des contraintes résiduelles dans les matériaux composites à matrice métallique par diffraction des rayons X et des neutrons** », M. Ceretti and C. Braham, in *Analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X et des neutrons*, Chapitre 9.2, Eds A. Lodini, M. Perrin, DIST CEA/Saclay 96038, ISBN 2 7272 0182 6 (1996) ; 221-323 ;
- 8 « **Materials Science and Engineering at the ESS** », M. Ceretti, R. Cowley, MR. Daymond, TL Lorentzen, A. Magerl, F.M. Mulder, P.J. Withers H. Zabel, ESS Progress Report, 2001, pag. 45-55
- 9 « **Materials Science and Engineering** », M. Ceretti, R. Cowley, MR. Daymond, T.L. Lorentzen, A. Magerl, F.M. Mulder, P.J. Withers, H. Zabel, in *New Science and Technology for the 21st Century*, the ESS Project vol II, 2002, pag. 4.17-4.29
- 10 « **Traffic and Transport** », M. Ceretti, C. Fermon, A. Magerl, M. Preuss, P.J. Withers, in *New Science and Technology for the 21st Century*, the ESS Project vol II, 2002, pag. 6.55-6.64

Séminaires invités

- 1 « **Misure di Sforzi Residui a Saclay: progetto di un nuovo diffrattometro dedicato** » Convegno Annuale degli Utilizzatori della Spettroscopia Neutronica, Rome, 19-20 April 1993.
- 2 « **Stato d'avanzamento del progetto franco-italiano per la costruzione di un diffrattometro per sforzi residui all'LLB** », VI Convegno Annuale di Spettroscopia Neutronica, Roma 25-26 Mai 1995
- 3 « **Stress Analysis by Neutron Diffraction. Application to some technologically important materials** », ESRF - Grenoble 19 June 1995
- 4 « **Texture et Contraintes** », Journées Texture et Anisotropie, Laboratoire Léon Brillouin, 12-13 Décembre 1996
- 5 « **Residual Stress Measurements in Some Technological Materials by Neutron Diffraction** », 11/4/1997 Rez near Prague
- 6 « **Recherche appliquée en métallurgie : les contraintes résiduelles** », Conseil Scientifique du LLB, CEA Saclay, 7 novembre 2001
- 7 « **Analyse des contraintes par diffraction des neutrons au LLB : bilan et perspectives** », Journées du LLB, St Rémy les Chevreuse, 7-9 Juillet 2002