

50376  
1991  
112

67137

50376  
1991  
112

**" Il n'y a pas de simple, il y a simplification ...  
Le simple est toujours le simplifié."**

**G. BACHELARD**



**A ma Soeur,  
A mes Parents et  
Grands Parents...**

## - REMERCIEMENTS -

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Mécanique des Matériaux de l'I.U.T. "A" de l'Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois, composante du Laboratoire de Mécanique de Lille (L.M.L.), dirigé par Monsieur le Professeur G.MESMACQUE qui me fait l'honneur de présider la commission d'examen.

Monsieur J.LESAGE, maître de conférences, m'a accueilli au sein de l'équipe "Traitements superficiels" qu'il anime, en me proposant le sujet de ce travail dont il a assuré le suivi. Pour la confiance et l'amitié qu'il m'a toujours témoignées, pour m'avoir fait bénéficier de ses compétences et en particulier de sa générosité, je voudrais lui dire simplement merci.

Monsieur le Professeur G.MAEDER, Chef de département à la Direction de la Recherche de la Régie Nationale des Usines Renault, me fait l'honneur de juger ce travail et d'en être rapporteur, qu'il me soit donc permis de lui exprimer ici ma plus profonde gratitude.

Je tiens à remercier Monsieur le Professeur L.CASTEX, Directeur de l'Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers du centre régional d'Aix en Provence, qui me fait l'honneur de juger ce travail.

Je remercie également Monsieur C.LEROUX, Directeur Général de la société Nouvelle Partiot Sofrater, dont l'appui a permis la réalisation de ce travail, qu'il trouve ici l'expression de ma reconnaissance pour sa participation à ce jury d'examen.

Monsieur le Professeur D.WEICHERT, de l'Ecole Universitaire des Ingénieurs de Lille, me fait l'honneur de participer au jury, qu'il en soit vivement remercié.

Je tiens également à remercier Monsieur J.BARRALIS, maître de conférences au centre régional de l'ENSAM d'Aix en Provence, pour sa collaboration scientifique ayant donné lieu à publication.

Je tiens à exprimer mes plus sincères remerciements à Monsieur le Professeur G.DEGALLAIX pour sa collaboration scientifique et son amitié.

Je remercie l'ensemble du Laboratoire de Métallurgie Physique de l'Université des Sciences et Techniques de Lille dirigé par Monsieur le Professeur J.FOCT pour m'avoir accueilli tout au début de ce travail.

J'adresse mes plus vifs remerciements à Monsieur A.IOST, maître de conférences au centre régional de l'ENSAM de Lille, pour tout simplement son amitié mais aussi ses conseils, son appui moral et scientifique et l'intérêt qu'il a toujours manifesté pour mes travaux.

Mademoiselle E.DUFRESNE, du Laboratoire de Métallurgie du centre régional de l'ENSAM de Lille, m'a apportée ses compétences dans la partie expérimentale de ce mémoire, qu'elle trouve ici l'expression de ma profonde sympathie.

Je remercie tout particulièrement Monsieur le Directeur F.LOUAGE, du centre régional de l'ENSAM de Lille, pour avoir compris la surcharge de travail occasionnée par ce mémoire et pour m'avoir permis de préparer cette thèse parallèlement à mon enseignement.

Je remercie également l'ensemble des membres de l'atelier de l'I.U.T. pour la qualité du travail qu'ils ont toujours donné et leur dévouement.

Enfin, que tous les membres du Laboratoire que j'ai cotoyés, et grâce auxquels ce travail a pu être effectué dans une ambiance agréable, trouvent ici l'expression de ma sympathie.

# **- SOMMAIRE -**

## **INTRODUCTION**

### **Chapitre I**

#### **"Traitement thermochimique de surface : La cémentation"**

I.	Introduction.	3
II.	Processus d'apport de carbone à la surface des pièces.	4
III.	Influence de certains paramètres sur la structure.	13
IV.	Microstructure.	15
V.	Propriétés mécaniques.	19
VI.	Conclusions.	23
VII.	Bibliographie.	24

### **Chapitre II**

#### **"Modèle simplifié de prévision des contraintes résiduelles dans les couches traitées superficiellement : Application à la carbonitruration et à la cémentation."**

I.	Introduction.	30
II.	Estimation des variations relatives de volume locales.	31
III.	Modèle de calcul des contraintes résiduelles.	35
IV.	Comparaison prévision-expérience.	41
V.	Conclusions.	49
VI.	Bibliographie.	50

## **Chapitre III**

**"Rôle de la microstructure et des contraintes résiduelles  
sur la résistance à l'amorçage  
de fissures de fatigue d'aciers durcis superficiellement."**

I.	Introduction.	54
II.	Durcissement superficiel - résistance à la fatigue.	55
III.	Modes opératoires - résultats expérimentaux.	59
IV.	Etude microstructurale.	63
V.	Etude de la transformation de l'austénite par Microscopie Electronique à Balayage.	66
VI.	Analyse morphologique de la rupture.	68
VII.	Conclusions.	74
VIII.	Bibliographie.	75

## **Chapitre IV**

**"Evolution de la microstructure, à l'aide de la largeur de corde à mi-hauteur, au  
cours d'essai de fatigue en flexion 3 points ondulée sur l'acier 20NCD2 cémenté."**

I.	Introduction.	79
II.	Analyse microstructurale.	80
III.	Propriétés mécaniques.	90
IV.	Evolution des caractéristiques mécaniques et microstructurales au cours d'essais de fatigue des aciers cémentés.	94
V.	Largeur de corde à mi-hauteur.	101
VI.	Analyse morphologique de la rupture par flexion 3 points.	107
VII.	Conclusions.	118
VIII.	Bibliographie.	119

## **CONCLUSION**

## **ANNEXE**

**"Méthode de détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X."**

## - INTRODUCTION -

*Les exigences du cahier des charges, relatif au fonctionnement et à la durée de vie d'un ensemble mécanique, sont devenues telles que la connaissance précise des paramètres microstructuraux et mécaniques des matériaux utilisés est indispensable. Dans la majorité des cas, pour les pièces de frottement, on utilise des matériaux durcis superficiellement afin d'augmenter la résistance à l'usure. Parmi les traitements de durcissement superficiels rencontrés, figurent le plus souvent les traitements thermo-chimiques tels que cémentation, nitruration ou carbonitruration.*

*Notre étude concerne essentiellement la cémentation et la carbonitruration des aciers pour lesquelles nous cherchons à préciser les paramètres microstructuraux et mécaniques qui interviennent au cours d'une sollicitation de fatigue. Pour ces deux traitements, le durcissement est provoqué par la diffusion, du carbone - ou simultanément du carbone et de l'azote - effectuée dans le domaine austénitique et suivie d'une trempe. L'état microstructural et les contraintes résiduelles générées par le traitement conditionnent les propriétés mécaniques. Ces deux paramètres, étroitement liés, jouent un rôle prépondérant sur la résistance mécanique des pièces soumises à des sollicitations de fatigue.*

*Si les contraintes résiduelles peuvent être mesurées par diverses méthodes aujourd'hui éprouvées ou déterminées à l'aide de codes de calculs dont la mise au point est relativement récente, leur évolution n'est pas facilement maîtrisée lors de l'utilisation en service car de nombreux paramètres interfèrent. Par exemple, suivant la microstructure initiale et les contraintes appliquées, des transformations de phases, des phénomènes de précipitations ou de relaxation peuvent entraîner une modification de l'amplitude et de la répartition des contraintes résiduelles.*

*Optimiser les conditions de traitement en vue d'obtenir un état microstructural et mécanique favorable à une augmentation de la résistance à la fatigue est l'objectif de nombre de chercheurs. Notre travail traite de la genèse, de la mesure des contraintes résiduelles, des microdéformations en relation avec la microstructure et des propriétés mécaniques résultantes. Dans cet optique, ce mémoire s'articule de la manière suivante :*

- Le premier chapitre est consacré à une étude de la bibliographie relative au traitement thermo-chimique de cémentation suivi de trempe. Nous analysons plus particulièrement les paramètres conditionnant l'obtention des propriétés microstructurales et mécaniques en relation avec les constituants apparus au cours du traitement.

- Pour calculer les contraintes résiduelles à l'aide des codes existants, il est nécessaire de connaître les données physiques et métallurgiques des phases et constituants apparaissant au cours de la trempe. Malheureusement, certains de ces paramètres ne sont pas toujours disponibles. Dans un deuxième chapitre nous présentons un modèle simplifié de prévision des contraintes résiduelles pour des aciers cémentés ou carbonitrurés. Il est supposé, pour le calcul, que les déformations enregistrées proviennent d'interactions purement élastiques entre éléments de volume voisins. Ces déformations sont aussi calculées à partir des variations relatives de volume locales pour lesquelles l'état obtenu après le traitement thermo-chimique suivi de la trempe est comparé à l'état qui serait obtenu après refroidissement très lent considéré comme état de référence. Les contraintes mesurées sont très correctement estimées par le modèle présenté.

- Dans le troisième chapitre, nous analysons le rôle de la microstructure et des contraintes résiduelles sur la résistance à l'amorçage de fissures de fatigue. En comparant les différents modèles de comportement proposés dans la littérature, nous discutons de l'effet de l'austénite retenue sur les caractéristiques de fatigue. Les principaux aspects des faciès de rupture obtenus sont discutés en relation avec les contraintes résiduelles.

- Les traitements superficiels sont mis en oeuvre industriellement dans le but d'améliorer la résistance à l'usure et/ou à la fatigue des matériaux. Parmi eux, le traitement de cémentation est largement employé. Outre le durcissement provoqué par l'apport d'éléments tels que carbone suivi ou non de trempe par traitement thermique localisé, on observe généralement l'établissement, dans la zone durcie, d'un champ de contraintes résiduelles de compression bénéfiques pour la tenue en fatigue des pièces. L'effet du durcissement et des contraintes résiduelles sur la durée de vie des pièces a été et est encore largement étudié par de nombreux chercheurs. Plusieurs d'entre eux ont proposé des modèles de prévision de la durée de vie prenant en compte ces paramètres ainsi que leur évolution pendant la sollicitation. On peut remarquer cependant que, pour ces modèles, ce sont toujours les contraintes résiduelles macroscopiques (premier ordre) qui sont prises en compte parce qu'il est actuellement

très difficile, voire impossible, de mesurer les contraintes résiduelles du second et du troisième ordre (échelle du grain ou de la maille cristalline). Or, c'est à l'échelle du grain et de la maille cristalline qu'interviennent les modifications qui se traduisent par un endommagement conduisant à la ruine du matériau. Nous avons étudié les modifications survenant au cours de fatigue sur des aciers cimentés. Rapportée au nombre de cycles de sollicitation, la largeur de corde à mi-hauteur (LCMH), du pic de diffraction de la martensite, présente des évolutions que l'on peut relier à la création, nucléation, réorganisation des dislocations et à leur interaction avec les éléments en insertion ou les précipités. Ces résultats sont très prometteurs et ouvrent une voie pour la compréhension du mode d'endommagement par fatigue des pièces. Dans le quatrième chapitre, nous cherchons à préciser les mécanismes qui interviennent au cours d'essais de fatigue par flexion trois points. Le but de ce travail étant de préciser les relations entre les divers paramètres et d'établir les lois de comportement.

- En annexe, nous présentons la méthode de détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X. L'influence des paramètres physiques et technologiques sur les mesures est analysée. Cette recherche bibliographique s'accompagne également d'une étude des microdéformations et du dosage semi-quantitatif des phases étroitement liée à la technique de mesure des contraintes.

Ce travail, mené au sein du Laboratoire de Mécanique des Matériaux de l'IUT A de Lille sous la direction du Professeur G. Mesmacque a conduit à divers travaux: deux publications [1,2], trois communications [3,4,5] dont deux avec proceedings.

- [1] DEGALLAIX (G.), CHICOT (D.), BARRALIS (J.), LESAGE (J.)  
*"Modèle simplifié de prévision des contraintes résiduelles dans les couches traitées superficiellement". Mém. Et. Sci. Rev. Mét., Février 1990, p113.*
- [2] LESAGE (J.), CHICOT (D.), AL KARAISHI (M.)  
*Role of microstructure on residual stresses on fatigue crack initiation of carbonitrided steels. Steel Research, 60, (1989), N°8, p370.*
- [3] CHICOT (D.), LESAGE (J.), AL KARAISHI (M.), MESMACQUE (G.)  
*Rôle d'un traitement de carbonituration sur la résistance à la fatigue de l'acier 27 MC 5. MAT-TEC 90, 15-16 Octobre 1990, Grenoble, p89.*
- [4] CHICOT (D.), LESAGE (J.), MESMACQUE (G.)  
*Rôle de la microstructure et des contraintes résiduelles sur la durée de vie en fatigue d'aciers durcis superficiellement. Journées Matériaux ENSAM Angers, 13-14 décembre 1990, p68.*
- [5] LESAGE (J.), CHICOT (D.), AL KARAISHI (M.)  
*Microstructural study of initiation of fatigue crack and fracture in carbonitrided steels. High Nitrogen Steels (HNS 88), Lille, 1988.*



## **CHAPITRE I**

### **Traitement thermochimique de surface : Cémentation**

- SOMMAIRE -

<b>I. Introduction.</b>	<b>3</b>
<b>II. Processus d'apport de carbone à la surface des pièces.</b>	<b>4</b>
II.1 Influence des paramètres liés à l'atmosphère de cémentation et rôle des éléments d'alliage sur la teneur superficielle en carbone.	4
II.11 Réactions chimiques mises en jeu pendant la cémentation.	4
II.12 Phénomènes secondaires accompagnant la cémentation.	7
II.13 Influence des éléments d'alliage.	8
II.2 Diffusion du carbone.	10
<b>III. Influence de certains paramètres sur la structure.</b>	<b>13</b>
III.1 Epaisseur.	13
III.2 Oxydation superficielle.	13
III.3 Enrichissement en carbone.	13
III.4 Carbures.	15
<b>IV. Microstructure.</b>	<b>15</b>
IV.1 Austénite résiduelle.	15
IV.2 Bainite.	17
IV.21 Bainite supérieure.	17
IV.22 Bainite inférieure.	18
IV.23 Cinétique de formation.	18
<b>V. Propriétés mécaniques.</b>	<b>19</b>
V.1 Dureté.	19
V.2 Origine des contraintes résiduelles.	20
V.3 Contraintes résiduelles propres à chaque phase.	21
V.4 Influence de l'austénite résiduelle sur les propriétés mécaniques.	22
V.5 Effet d'un revenu.	23
<b>VI. Conclusions.</b>	<b>23</b>
<b>VII. Bibliographie.</b>	<b>24</b>

## I. Introduction.

Les zones superficielles des pièces soumises à des sollicitations mécaniques ont un rôle important car leurs propriétés conditionnent la tenue au frottement, à l'usure et à la fatigue. On cherche donc à réaliser par le traitement de cémentation des couches superficielles de dureté élevée reposant sur un coeur résistant :

- la couche superficielle est majoritairement martensitique grâce à l'apport de carbone en solution solide d'insertion,
- un coeur de dureté plus faible où peuvent coexister bainite, ferrite et perlite.

Outre cette macrostructure générale, on peut rencontrer dans la couche enrichie en carbone de la perlite et de la bainite dont la présence est à relier à un phénomène d'oxydation interne ou encore de la cémentite ou tout autre carbure allié avec des éléments d'addition du métal de base. On peut aussi rencontrer de l'austénite non transformée (austénite retenue) après la trempe dont la présence est due à l'apport de carbone surabondant qui diminue la température de début de transformation martensitique. Ces différents constituants peuvent modifier de façon notable les propriétés des pièces cémentées et leur proportion jouer un rôle prépondérant sur le comportement global de la pièce.

De nombreux auteurs ont étudié les relations entre microstructure et propriétés mécaniques et en particulier l'influence de l'austénite résiduelle sur le comportement en fatigue. Certains auteurs [1] trouvent un effet favorable à l'austénite résiduelle pour des teneurs inférieures à 30 % par accommodation de la structure, d'autres [2,3,4] observent un effet néfaste imputable à la diminution des caractéristiques mécaniques de la couche.

Les controverses sur le rôle favorable ou néfaste joué par l'austénite proviennent de la non prise en compte de certains paramètres. Par exemple, pour un taux d'austénite donné obtenu par des méthodes différentes (traitement au froid, abaissement de  $M_s$ ,...), les comportements sont très différents. Par exemple, Beumelburg [2] explique cette différence par la répartition inégale des contraintes propres à chaque phase.

La structure a donc un rôle important en cémentation et les paramètres conditionnant son obtention sont à choisir précisément. Nous décrivons par la suite les différentes étapes de la cémentation ainsi que son influence sur les caractéristiques microstructurales et mécaniques.

## II. Processus d'apport de carbone à la surface des pièces.

II.1 Influence des paramètres liés à l'atmosphère de cémentation et rôle des éléments d'alliage sur la teneur superficielle en carbone.

### II.11 Réactions chimiques mises en jeu pendant la cémentation.

Le tableau I dû à Mouflard [5] résume les principales réactions et indique les valeurs des constantes de réaction  $K_i$  pour diverses températures ( $a_c = 1$ ).

	Réactions	Relations	$K_i$		
			700°C	800°C	900°C
1	$2\text{CO} \rightleftharpoons \text{CO}_2 + \text{C}$	$P_{\text{CO}}^2 / P_{\text{CO}_2} = K_1$	1.01	10	37.6
2	$\text{CH}_4 \rightleftharpoons 2\text{H}_2 + \text{C}$	$P_{\text{CH}_4} / P_{\text{H}_2}^2 = K_2$	0.138	0.05	0.021
3	$\text{CO} + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{CO}_2 + \text{H}_2$	$(P_{\text{CO}} \cdot P_{\text{H}_2\text{O}}) / (P_{\text{CO}_2} \cdot P_{\text{H}_2}) = K_3$	1.54	1.05	0.764

Tableau I: Réactions et constantes de réaction en fonction de la température [5].

Selon Mouflard [5], dans la pratique industrielle, il faut cependant tenir compte des hétérogénéités de température qui existent dans le four car le gaz, en circulation rapide, se stabilise à une température moyenne légèrement différente de celle des pièces. Si on résout le système des relations 1 et 2 en imposant pour valeur de température, la température des pièces, on obtient généralement deux valeurs pour l'activité du carbone:  $a_{c1}$  déduite de 1 et  $a_{c2}$  déduite de 2

$$\text{avec } K_1 = P_{\text{CO}}^2 / (P_{\text{CO}_2} \times a_{c1}) \quad \text{et} \quad K_2 = P_{\text{CH}_4} / (P_{\text{H}_2}^2 \times a_{c2})$$

Pour les atmosphères à composants multiples ( $\text{CO}; \text{CO}_2; \text{CH}_4; \text{H}_2; \text{H}_2\text{O}; \text{N}_2$ ), Collin et col, cités par Parrish [3], montrent que l'on peut rendre compte du processus de cémentation par la considération des trois réactions de cémentation suivantes:



A l'interface métal-gaz, le flux de carbone  $J(\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{s}^{-1})$ , produit par ces réactions à la surface du métal, doit être égal au flux qui traverse la surface suivant la relation:

$$-\rho D \cdot dC/dx = \rho R (a_g - a_s) = \rho R \gamma (C_g - C_s) = J$$

où  $\rho$  : densité de l'acier en  $\text{g}/\text{cm}^3$ ,

$\gamma$  : coefficient d'activité,

$D$  : coefficient de diffusion du carbone à la surface,

$R$  : coefficient de vitesse de réaction,

$C_s$  : teneur en carbone à la surface correspondant à une activité superficielle  $a_s$ ,

$C_g$  : teneur en carbone à l'équilibre de l'acier correspondant à l'activité du carbone dans le gaz  $a_g$ .

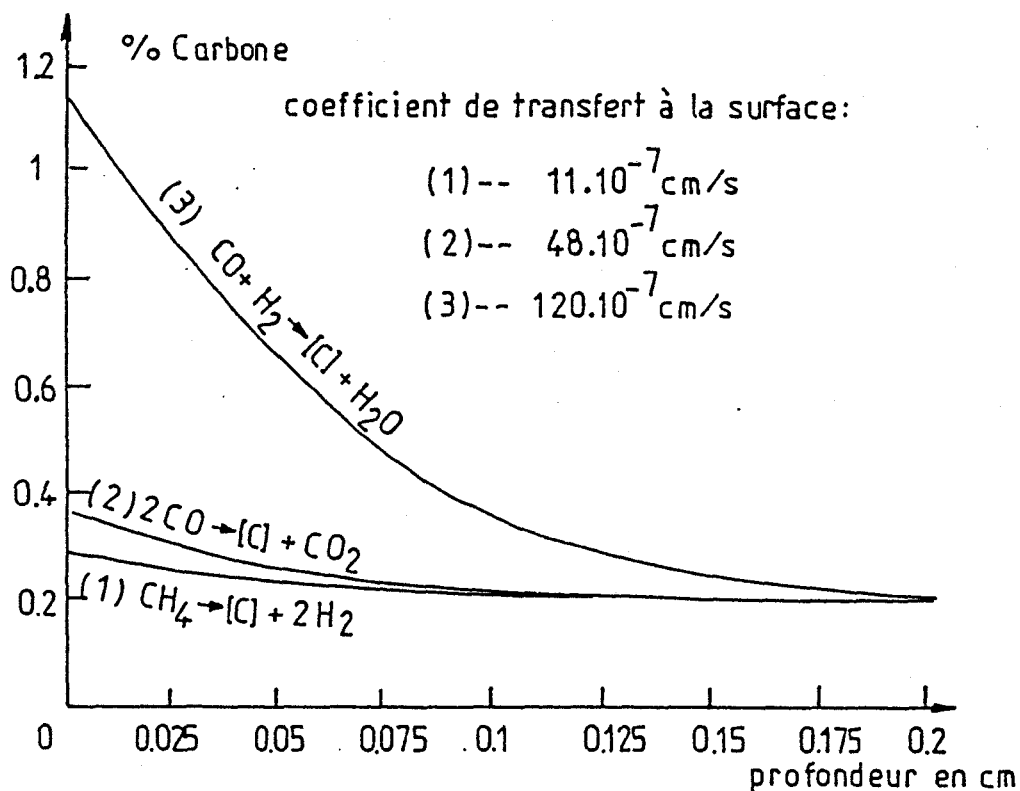
$C_g - C_s$  représente la différence de potentiel de la réaction.

Appliquée aux réactions précédentes, la relation donne pour le flux de carbone:

$$J = \rho [R_1(a_{g1} - a_s)/a_s + R_2(a_{g2} - a_s)/a_s + R_3(a_{g3} - a_s)/a_s]$$

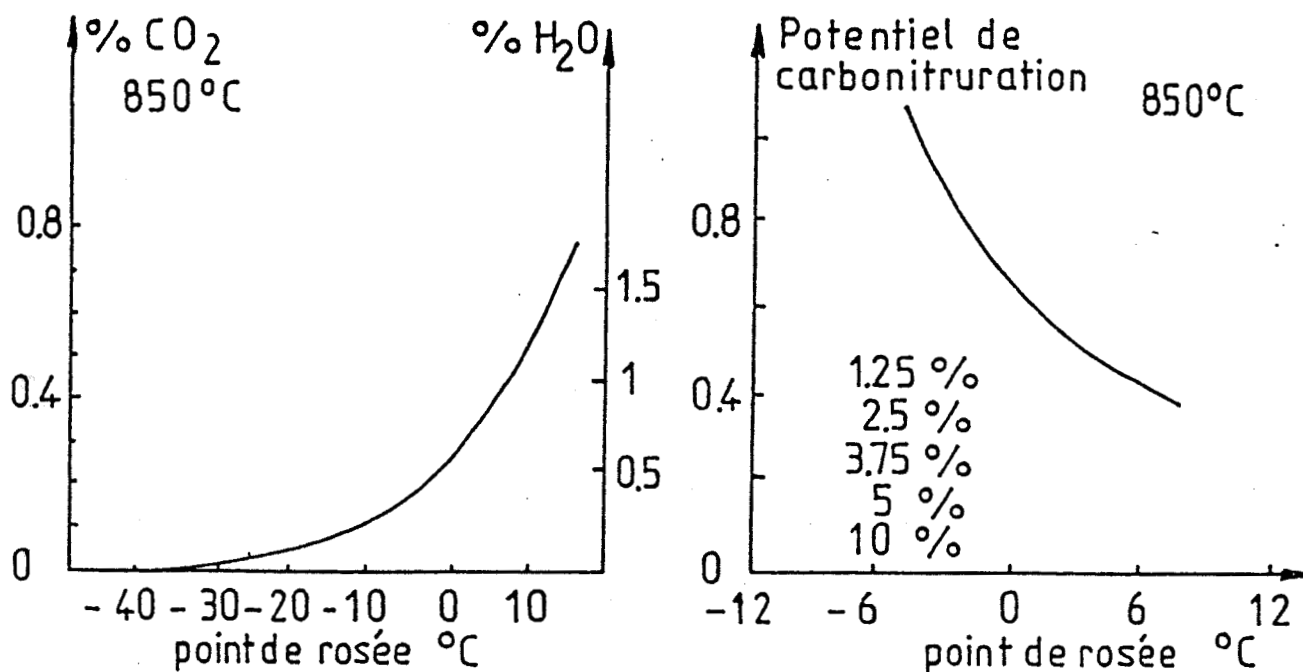
où  $R_1, R_2, R_3$  dépendent de la température suivant une loi d'Arrhénius.

L'importance relative des trois réactions de cémentation au regard de leur coefficient de vitesse de réaction est mise en évidence sur la figure 1.



**Figure 1:** Importance relative des réactions de cémentation suivant les coefficients de transfert (d'après [6]).

La teneur en  $\text{CO}_2$  est la variable souvent utilisée pour la régulation des fours de cémentation, il est aussi possible d'utiliser le point de rosée de l'atmosphère de traitement. En effet Mouflard [5] indique que le rapport  $\text{CO}_2/\text{H}_2\text{O}$  est constant pour une température donnée et montre la relation point de rosée - teneur en  $\text{CO}_2$  à la température de  $850^\circ\text{C}$  (figure 2a), Chatterjee [7] montre de même la relation entre point de rosée de l'atmosphère et teneur en carbone d'un feuillard (figure 2b) assimilée à un potentiel de carbonituration.



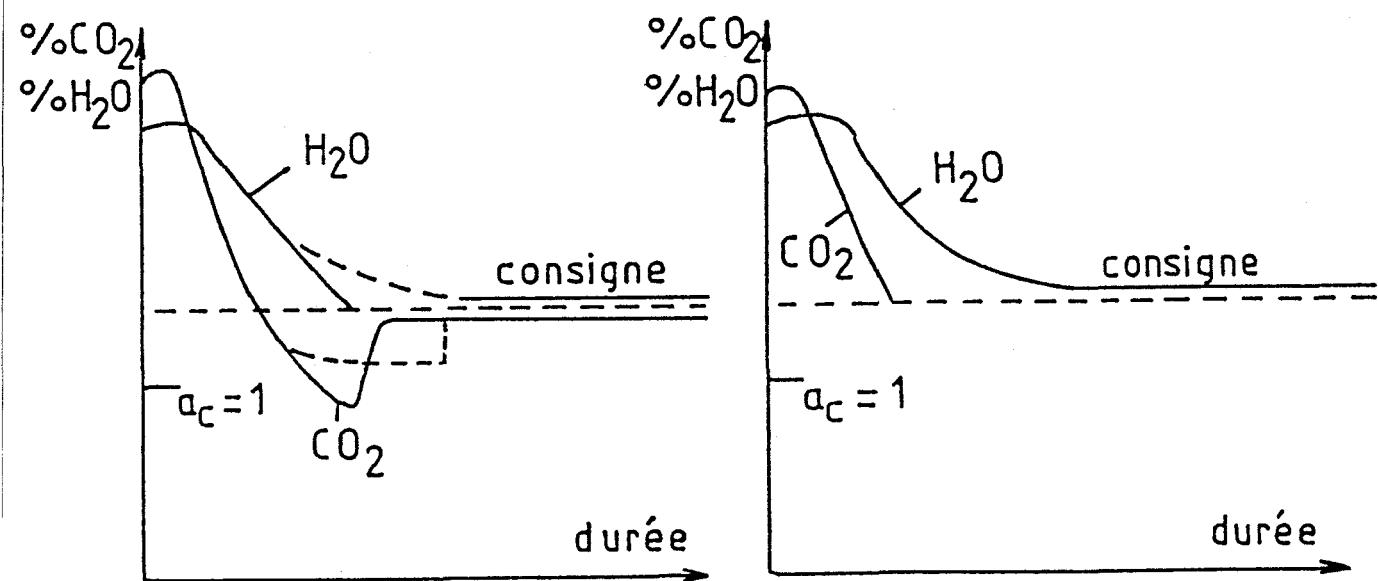
a)

b)

**Figure 2:** a - Relation point de rosée - teneur en  $\text{CO}_2$  à  $T = 850^\circ\text{C}$  [5]

b - Relation point de rosée - teneur en carbone d'un feuillard [7].

De plus le point de rosée ne varie pas aussi vite dans le four que la teneur en  $\text{CO}_2$  (figure 3), la régulation par point de rosée peut ainsi s'accommoder d'un régulateur plus simple [8].



a)

b)

**Figure 3:** Variation de  $CO_2$  et de  $H_2O$  dans un four de cémentation fortement chargé (d'après [8]) a - régulation par point de rosée, b - régulation par  $CO_2$ .

### II.12 Phénomènes secondaires accompagnant la cémentation.

En plus des réactions chimiques précédentes, la cémentation dans un four industriel est due, selon Prunel [9], à la réaction :



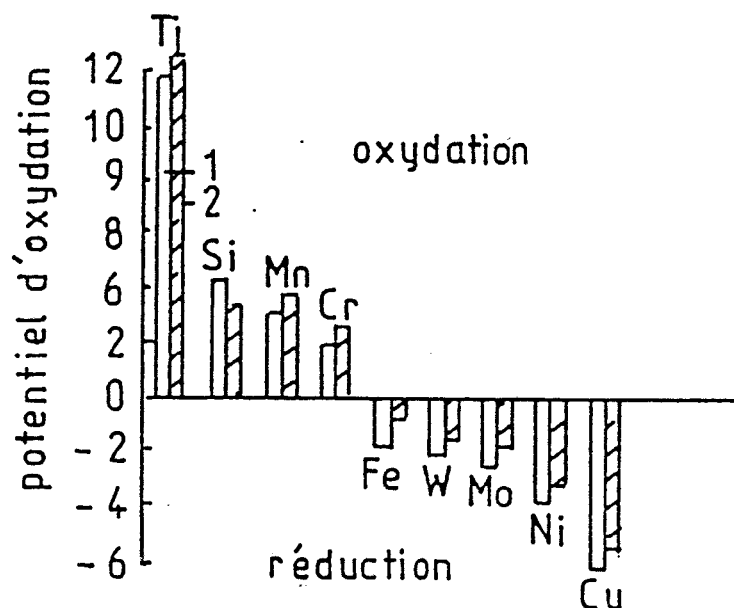
qui fait apparaître dans les sites d'absorption de l'extrême surface des atomes de carbone et d'oxygène, l'oxygène pouvant repasser en phase gazeuse suivant les réactions:



ou



Cette dernière étant 16 fois plus rapide que la précédente [10], l'oxygène peut ainsi pénétrer à l'intérieur des pièces en provoquant la précipitation de composés définis avec des éléments d'alliage à forte affinité pour l'oxygène comme le manganèse et le chrome par exemple. La figure 4 représente les potentiels d'oxydation de divers éléments dans une atmosphère endothermique à 930°C.



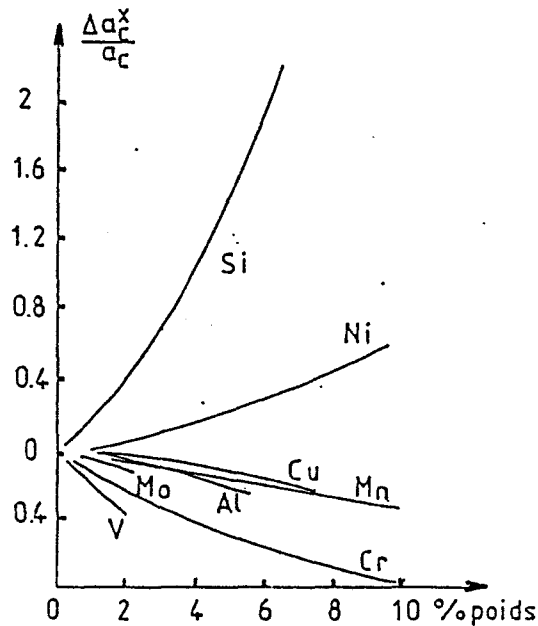
**Figure 4:** *Potentiel d'oxydation de divers éléments pendant un maintien à 930°C dans une atmosphère endothermique (d'après Koslovski cité en réf par [11]).*

### II.13 Influence des éléments d'alliage.

Les éléments d'alliage sont présents dans les aciers de cémentation pour améliorer leur aptitude à subir la transformation martensitique (trempabilité). Plus l'acier est trempant et moins il est nécessaire de refroidir énergiquement une pièce pour obtenir la transformation martensitique. Tous les éléments d'alliage, à l'exception du cobalt, augmentent la trempabilité mais dans des proportions variables, ainsi le chrome, le manganèse et le molybdène qui interviennent dans les aciers de cémentation apportent une forte augmentation de trempabilité [12].

La présence d'éléments d'alliage dans l'acier modifie l'activité du carbone dans l'austénite (figure 5).





**Figure 5:** *Modification de l'activité du carbone dans l'austénite en fonction de la teneur en éléments d'addition (d'après [13]).*

Les éléments tels que le chrome ou le manganèse sont surcarburants tandis que le silicium et le nickel sont souscarburants, Gunnarson [14] a établi la relation suivante pour estimer la teneur superficielle en carbone d'aciers cémentés en fonction de leur composition centésimale:

$$\log(C_e/C) = 0.055Si - 0.013Mn - 0.04Cr + 0.014Ni - 0.013Mo$$

où  $C_e$  est la teneur en carbone du métal non allié,

et  $C$  la teneur en carbone du métal cémenté.

Wada cité par Parrish [6] développe une relation similaire:

$$\log(C/C_e) = - [ e^{Si_c} \cdot Si + e^{Mn_c} \cdot Mn + \dots ] - [ e^{c_c} + r^{Si_c} \cdot Si + r^{Mo_c} \cdot Mo ] [ C_e - C ]$$

où les coefficients  $e^{c_c}$  et  $r^{c_c}$  sont représentatifs des influences respectives des différents éléments (tableau II).

éléments d'alliage	$e^i_c$	$r^i_c$
C	180/T	-
Si	0.0864	7.5/T
Ni	0.0029 + 19.2/T	-
Co	12.2/T	-
Mn	- 22.4/T	-
Cr	0.051 - 126/T	-
Mo	0.0155 - 60.3/T	7.1/T
V	- 0.073	-

**Tableau II : Valeurs des coefficients de Wada pour divers éléments d'alliage [6].**

Un point important est aussi que les éléments tels que le chrome, le manganèse et surtout le molybdène déplacent la limite de solubilité du carbone dans l'austénite vers la gauche (ligne Ac<sub>m</sub> du diagramme fer-cémentite). Nous verrons plus loin que lorsque la teneur totale en atomes interstitiels est forte, il peut y avoir dépassement de cette limite et précipitation de carbures.

## II.2 Diffusion du carbone.

La diffusion du carbone à la surface résulte de la recherche d'un équilibre entre la concentration de carbone provenant du milieu carburant et la concentration initiale en carbone de l'acier [14].

De manière générale, la cémentation conduit à un gradient de carbone à travers la couche de l'acier via un processus de diffusion obéissant aux lois de la diffusion proposées par Fick [15] à partir d'une analogie avec le transfert de chaleur par conduction. La relation:

$$J = - D (dC/dx)$$

où J : flux par unité de surface,  
D : coefficient de diffusion,  
(dC/dx) : gradient de concentration.

est appelée première loi de Fick, l'application de cette loi aux faces opposées d'un cube élémentaire et en considérant le flux à travers le cube, conduit à l'expression suivante, connue sous le nom de seconde loi de Fick:

$$dC/dt = D \cdot (d^2C/dx^2)$$

où t est le temps.

Si l'on fait l'hypothèse que le coefficient de diffusion est constant, la solution de l'équation précédente est d'après Crank [16]:

$$(C - C_0)/(C_g - C_0) = \text{erfc}(x/2(Dt)^{1/2}) - \exp[hx + h^2 \cdot Dt] \cdot \text{erfc}(x/2(Dt)^{1/2} + h(Dt)^{1/2})$$

où  $C_0$  : concentration en carbone du métal de base,

$C_g$  : potentiel carbone de l'atmosphère,

$C$  : concentration en carbone à la distance x de la surface,

t : temps en seconde,

h :  $\alpha/D$  ( $\text{cm}^{-1}$ ) avec  $\alpha$  coefficient de transfert en surface,

$\text{erfc}(z) = 1 - \text{erf}(z)$ , avec  $\text{erf}(z)$  la fonction erreur de Gauss =  $\frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z e^{-z^2} dz$

(On en trouvera une démonstration dans l'annexe de l'article de Kaczala, Peugeot et Meynet [17]).

Si l'on considère que le transfert gaz-métal à travers la surface est très rapide, la teneur en carbone à la surface peut être assimilée au potentiel carbone de l'atmosphère et l'équation précédente se réduire à:

$$(C - C_0)/(C_g - C_0) = \text{erfc}(x/2(Dt)^{1/2})$$

C'est dans cette équation que la plupart des relations empiriques trouvent leur origine. On peut constater que pour une concentration initiale nulle, le seul paramètre impliqué est le rapport sans dimension  $x/2(Dt)^{1/2}$ , il s'en suit les "règles" suivantes:

- La distance à la surface pour laquelle on obtient une concentration donnée, est proportionnelle à la racine carrée de la durée de traitement,

- La durée nécessaire pour obtenir une concentration fixée à une profondeur donnée est proportionnelle au carré de la distance et inversement proportionnelle au coefficient de diffusion.

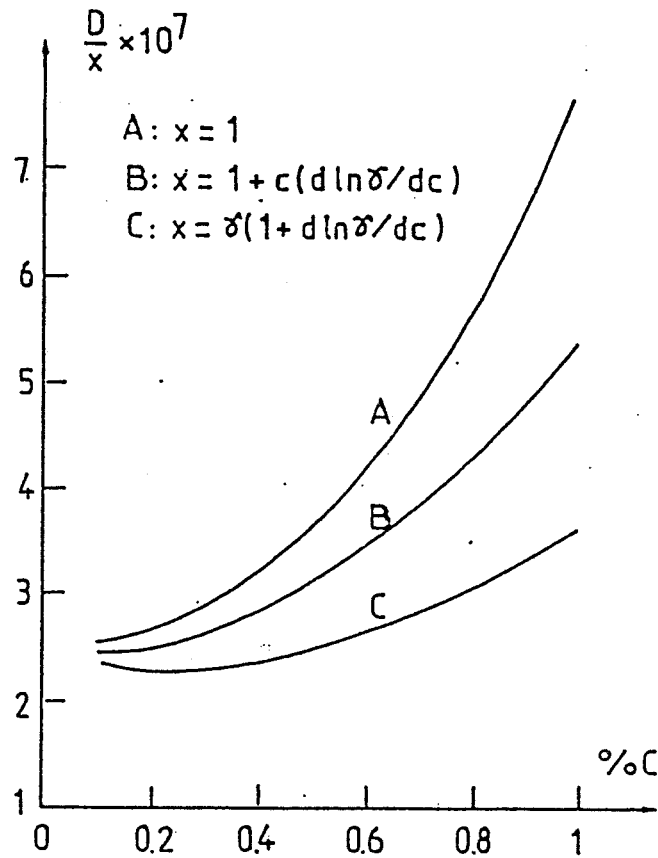
En réalité le coefficient de diffusion n'est pas constant, il varie avec la concentration et les solutions de l'équation de diffusion donnée plus haut ne sauraient être utilisées en pratique que comme méthode d'approximation.

Smith [18] et Wells [19] ont montré tous deux que la diffusivité du carbone dans l'austénite croît rapidement avec la concentration en carbone. Smith indique de plus qu'une partie de cet accroissement peut être attribuée à la dépendance du coefficient d'activité ( $\gamma$ ) du carbone dans l'austénite avec la concentration suivant la relation:

$$D = D_i (1 + C \frac{d \ln \gamma}{dC})$$

où  $C$  est la concentration en % massique et  $\gamma = a_c/qC$  où  $q$  est un paramètre représentant l'effet des éléments d'alliage.

La figure 6 montre que l'introduction de ce terme conduit à une diffusivité pratiquement indépendante de la concentration atomique.



**Figure 6:** Relation entre la diffusivité et la concentration en carbone à 1000°C, influence de la variation d'activité (d'après [18]).

En poussant plus loin l'analyse, Asimov [20] obtient:

$$D = A \exp[-\Delta G/RT + K] \cdot (1 + d \ln \gamma / d \ln C)$$

où  $K$  est un paramètre correspondant à l'augmentation du paramètre cristallin de l'austénite en fonction de la teneur en carbone et de la température,  $A$  est une constante et  $G$ , l'énergie d'activation de la diffusion.

En utilisant cette approche Collin et col. (cités par [11]) obtiennent une relation décrivant la variation du coefficient de diffusion du carbone dans l'austénite en fonction de la teneur en carbone et de la température:

$$D = 1.43 \exp[-19900/T] \cdot \exp[2.42 \cdot 10^{-3} \cdot C \cdot \exp(6790/T)] / (1 - 0.232C)$$

### III. Critères d'obtention de la structure.

#### III.1 Epaisseur.

La profondeur de cémentation est définie, par convention, par la profondeur à laquelle on obtient une dureté donnée de 550HV (NF A04-209). Cette profondeur dépend essentiellement de la teneur en carbone et du degré de transformation en martensite, ces paramètres étant liés par les lois décrites par Brisson [21] relatives à la dureté après trempe.

#### III.2 Oxydation superficielle.

Ce phénomène est dû à la réaction de l'atmosphère avec certains éléments d'alliage tels que chrome ou manganèse à forte affinité pour l'oxygène. Ces éléments oxydés ne peuvent plus jouer leur rôle sur la trempabilité superficielle [22], il s'en suit une formation de microstructures perlitiques ou bainitiques en surface.

Cette oxydation, localisée sur quelques dizaines de microns, modifie la tenue en fatigue car elle affecte sensiblement la distribution des contraintes résiduelles de surface prépondérantes pour la tenue en fatigue [23] comme nous le verrons par la suite. L'oxydation superficielle peut être évitée de différentes manières :

- par grenailage [2],
- par traitement thermochimique sous pression réduite [24],
- en modifiant la composition chimique de l'acier par réduction de la teneur en éléments oxydables [23],
- ou en éliminant la zone oxydée par rectification [22].

#### III.3 Enrichissement en carbone.

Le gradient de concentration, obtenu par la cémentation, entre coeur et couche est d'autant plus accentué que le métal de base est pauvre en carbone. Généralement, les aciers pour cémentation ont une teneur en carbone inférieure à 0.25 % [5].

L'élévation de la concentration se traduit par la diminution des températures de transformation à l'équilibre, par l'abaissement des températures de début et fin de transformation martensitique ( $M_s$  et  $M_d$ ) et le décalage des courbes TTT vers la droite [5]. Le but recherché en cémentation est l'obtention d'une couche martensitique, obtenue après durcissement par trempe suivie de revenu, contenant au plus 25 % d'austénite retenue [25]. La relation entre le taux d'austénite retenue et la teneur en carbone est montrée figure 7.

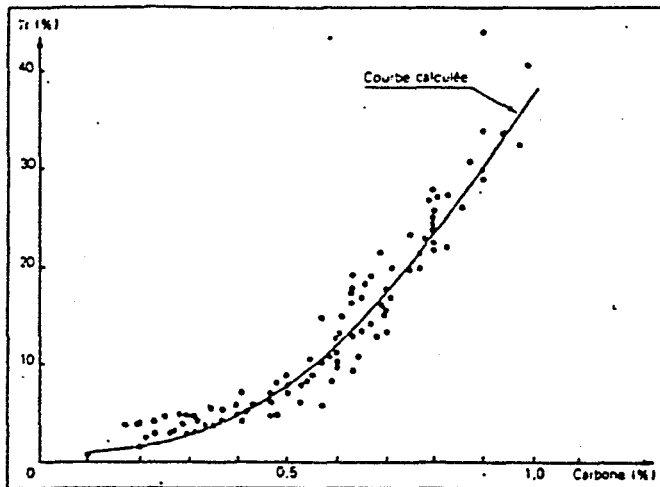


Figure 7: Taux d'austénite résiduelle en fonction du pourcentage de carbone [14].

La dureté de la martensite croît avec la concentration en carbone en solution d'insertion comme on peut le constater sur la figure 8.

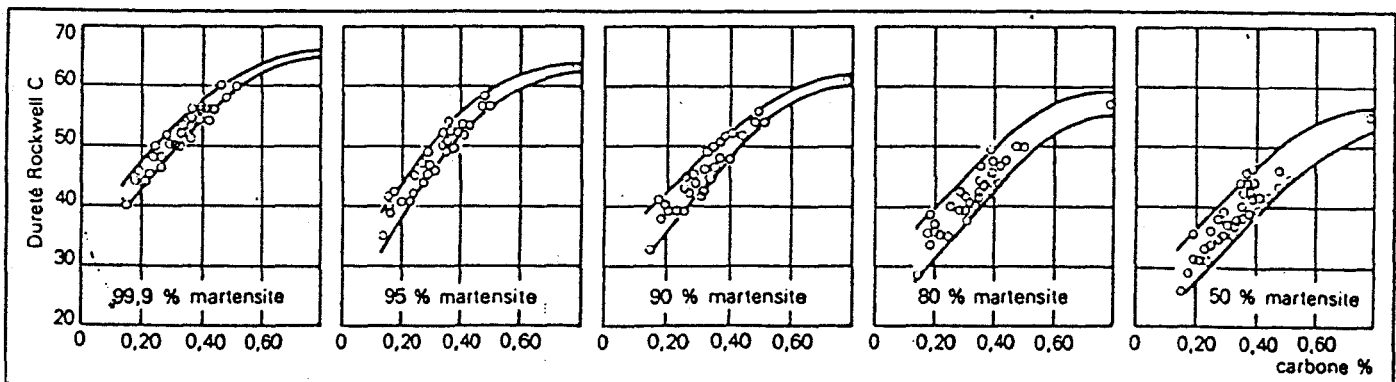


Figure 8: Dureté de la martensite en fonction de la teneur en carbone [14].

Une quantité notable de carbures peut cependant être présente pour les teneurs en carbone élevées. Du point de vue mécanique on cherche à éviter la présence de carbures, il est néanmoins toléré la présence de quelques nodules de cémentite.

### III.4 Carbures.

Les carbures apparaissent dans la couche cémentée lorsque la ligne ACm du diagramme d'équilibre est franchie. Les paramètres essentiels sont donc la composition du métal de base ainsi que la teneur en carbone mais aussi le temps de maintien à la température avant trempe. Une expression de Ac<sub>m</sub> permet d'évaluer le risque d'apparition des carbures [26,27,28] :

$$AC_m = 4798,6/P_n [(1-19,6 C)/(1 + u) C]$$

avec AC<sub>m</sub> : température de début de précipitation des carbures

C : teneur en carbone

$$U = (0,15 + 0,033 Si) Si - 0,0365 Mn - (0,13 - 0,0055 Cr) Cr \\ + (0,03 + 0,00365 Ni) Ni - (0,025 + 0,01 Mo) Mo \\ - (0,03 + 0,02 Al) Al - (0,016 + 0,014 Cu) Cu \\ - (0,22 - 0,01 V) V.$$

Cette relation permet de s'affranchir d'autres paramètres tels que la vitesse de refroidissement ou encore la température du milieu de trempe.

## IV. Microstructure.

Outre les constituants indésirables (carbures, oxydes, ...) décrits plus haut, la couche cémentée-trempée peut présenter les constituants martensite, austénite résiduelle (ou retenue), bainite dont les propriétés sont les suivantes :

### IV.1 Austénite résiduelle.

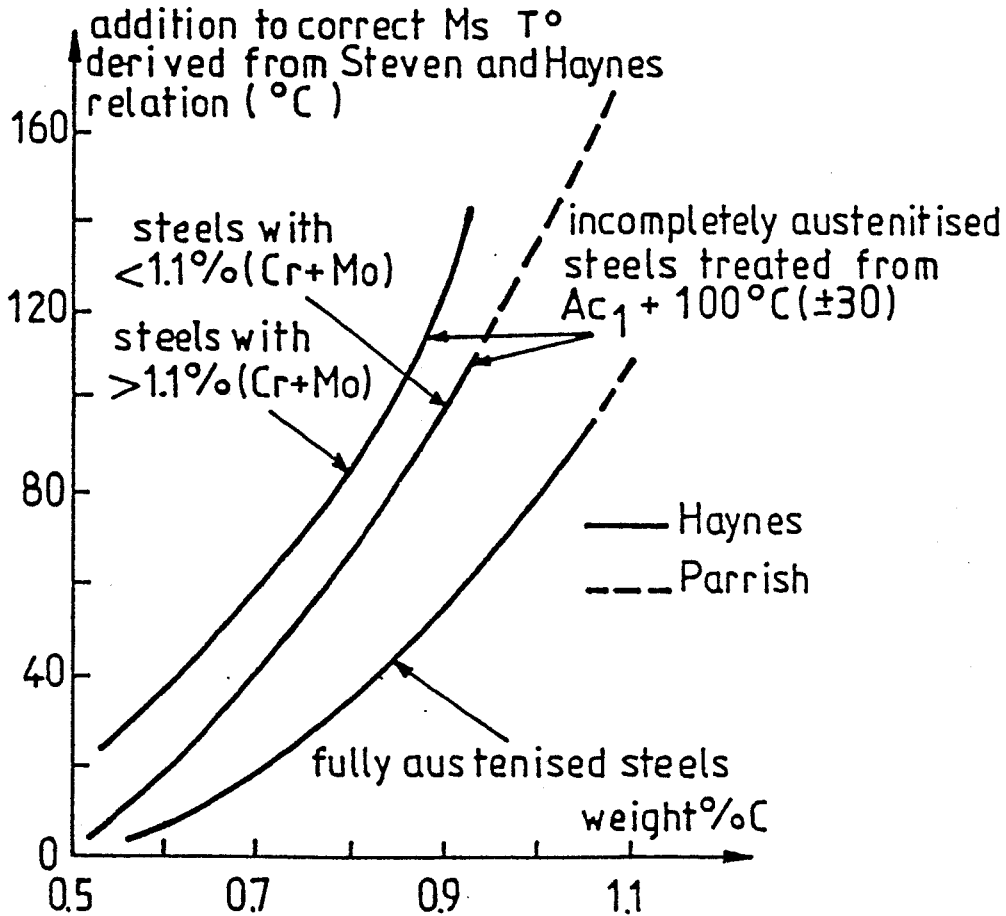
La présence d'austénite résiduelle provient du fait que la couche est trop chargée en éléments qui abaissent la température de transformation martensitique (Cr, Ni, Mn, N) ou d'une stabilisation de l'austénite au cours du cycle de trempe [5]. Ceci a été mis en évidence par Koistinen et Marburger [29] qui, en présence uniquement de martensite et d'austénite, prévoient la fraction volumique d'austénite résiduelle par la relation :

$$F_{VA} = \exp [-1,1 \cdot 10^{-2} (M_s - T_q)]$$

où M<sub>s</sub> est la température de début de transformation martensitique et T<sub>q</sub> la température du milieu de trempe. M<sub>s</sub> peut être calculée, par exemple, par la relation de Steven et Haynes [30], complétée par Haynes [31] puis par Parrish [32] :

$$M_s = 561 - 474C - 33M_s - 17Cr - 17Ni - 21Mo + CP$$

où CP est la correction de Parrish à effectuer lorsque la teneur en carbone dépasse 0,5% (figure 9).



**Figure 9 :** facteur de correction de Parrish en fonction de la teneur en carbone.

Dans le cas de teneurs en carbone comprises entre 0,6 et 0,8 %, la température de trempe a peu d'influence sur la teneur en austénite résiduelle dans le domaine de température allant de 840 à 900°C. Pour des teneurs en carbone plus élevées (1 %), Convert [22] note une différence d'environ 8 % entre 840 et 900°C. Ceci est le reflet d'une modification de composition chimique de l'austénite avant trempe par précipitation de carbures.

La relation de Koïstinen et Marburger est prévue pour des trempes rapides d'aciers. Pour des refroidissements plus lents, Meyzaud et Sauzay [33] ont établi une relation déduite de celle de Koïstinen et Marburger en introduisant la durée de



refroidissement entre 700 et 300 °C (partie généralement linéaire de la courbe de refroidissement).

$$\gamma = (1 - x) [\exp - 1,1 \cdot 10^{-2} (M's - 20) (1-\mu)]$$

avec  $\mu = 0,41 [1 - \exp(-0,03 \Delta t \frac{700}{300})]$

Où  $x$  représente si il y a lieu la fraction d'un constituant formé avant la martensite et  $M's$  la température à laquelle commence la transformation martensitique de l'austénite restante.

Nous venons de voir le processus de formation de l'austénite ainsi qu'une méthode de prévision de la fraction volumique d'austénite à partir des données du traitement. Pour le dosage expérimental du taux d'austénite, trois techniques sont proposées dans la bibliographie [34] :

1. *dosage micrographique* : Halraken [35] cité par [34] fait l'hypothèse que la fraction d'austénite interceptée par une droite passant au hasard à travers un agrégat, fournit une estimation du pourcentage en volume.

2. *dosage radiocristallographique* : c'est une méthode semi-quantitative qui part du principe que l'intensité de diffraction d'une phase dans un mélange est proportionnelle à la fraction volumique de cette même phase, le coefficient de proportionnalité dépendant de la nature du cristal analysé.

3. *analyse dilatométrique* : Duval [36] cité par [34] suppose que le coefficient de dilatation du métal obéit à une loi des mélanges en fonction des coefficients de dilatation de chaque phase et de leurs quantités respectives.

## IV.2 Bainite.

### IV.21 Bainite supérieure.

Du point de vue micrographique, la bainite supérieure a un aspect ramifié "granulaire" aux contours mal définis. La microscopie électronique montre qu'elle est en fait constituée d'un agrégat de ferrite et de carbures enrobant des plages d'austénite stabilisée [37]. La nucléation de la ferrite se fait essentiellement aux joints de grains austénitiques et donne lieu à des lattes légèrement désorientées les unes par rapport aux autres. On observe une sursaturation de la ferrite d'autant plus accentuée que l'austénite initiale est riche en carbone ainsi qu'une rétention d'austénite localisée généralement entre les lattes de ferrite [38]. Dans ces zones austénitiques chargées en carbone, il y a

précipitation de carbures qui prennent naissance le long des grains entre deux lattes voisines de ferrite.

Avec l'accroissement de la teneur en carbone ou la diminution de la température de transformation, la largeur des lattes ferritiques décroît et par conséquent la quantité de carbures précipités. Pour certaines compositions et vitesses de refroidissement, le carbone de l'austénite enrichie ne précipite pas entièrement mais reste en solution dans l'austénite résiduelle ou dans la martensite [39]. La bainite supérieure contient une grande densité de dislocations. Les carbures mis en évidence dans ce constituant sont toujours de type cémentite. Aucun travail ne porte sur l'aspect cristallographique de la bainite supérieure contenant des carbures alliés.

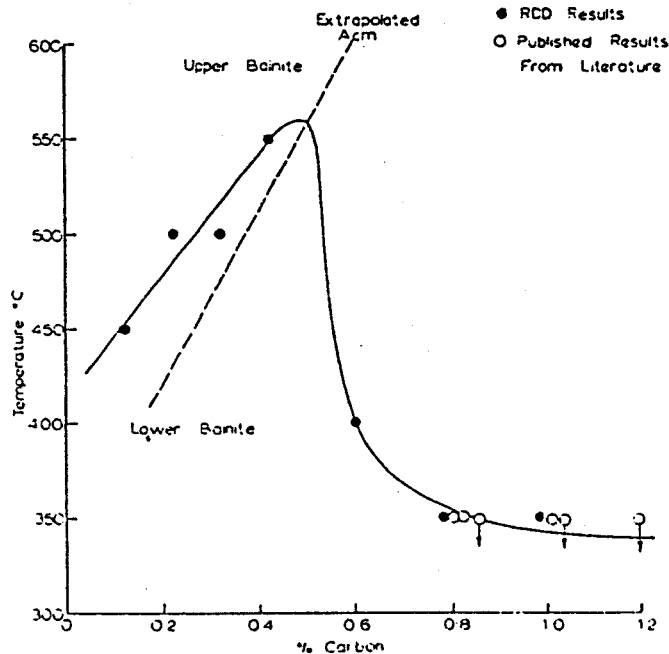
#### IV.22 *Bainite inférieure.*

La bainite inférieure se présente sous forme d'aiguilles très fines à l'intérieur desquelles les carbures sont alignés à environ 60° sur la direction de croissance des aiguilles de ferrite [37]. Dans ce cas, la nucléation se produit aux joints de grains austénitiques mais peut se faire, de façon moins fréquente, à l'intérieur des grains. La ferrite paraît se former par cisaillement et il a été montré que la première latte de bainite inférieure à se former est sursaturée en carbone avec un taux supérieur à celui de la bainite supérieure [38], la croissance s'accompagnant alors d'une précipitation de carbures [40]. La morphologie des carbures est totalement différente de celle de la bainite supérieure dans la mesure où ils se forment à l'intérieur des lattes de ferrite. De plus, il n'existe pas de preuves que la finesse de la ferrite soit responsable de la morphologie de ces carbures. Il est probable, en effet, que la précipitation à l'intérieur d'une même phase se produise pendant la croissance des lattes et induise la formation d'une quantité considérable de dislocations dans la ferrite [41].

#### IV.23 *Cinétique de formation.*

Les différentes études sur la cinétique de formation de la bainite reposent sur la mesure de résistivité ou sur des techniques de microscopie à haute température. Il est généralement admis que pour des teneurs en carbone supérieures à 0.5 %, il existe une discontinuité dans la réaction à la température de 350 °C. Au dessus de 350 °C, c'est la bainite supérieure qui se forme alors qu'en dessous c'est la bainite inférieure. Radcliffe [42] a montré que les énergies d'activation pour la formation de la bainite supérieure et inférieure sont à corrélérer à la diffusion du carbone respectivement dans l'austénite et la ferrite.

Pour des aciers à faibles teneurs en carbone, le passage de bainite supérieure à inférieure se produit à une température supérieure à 350 °C, cette température fluctuant avec la teneur en carbone. Cette variation est montrée figure 10 (d'après [39]) sur laquelle a été portée une extrapolation de la ligne Acm. Lorsqu'il y a franchissement de la ligne Acm, la température de transformation décroît rapidement puis se stabilise.

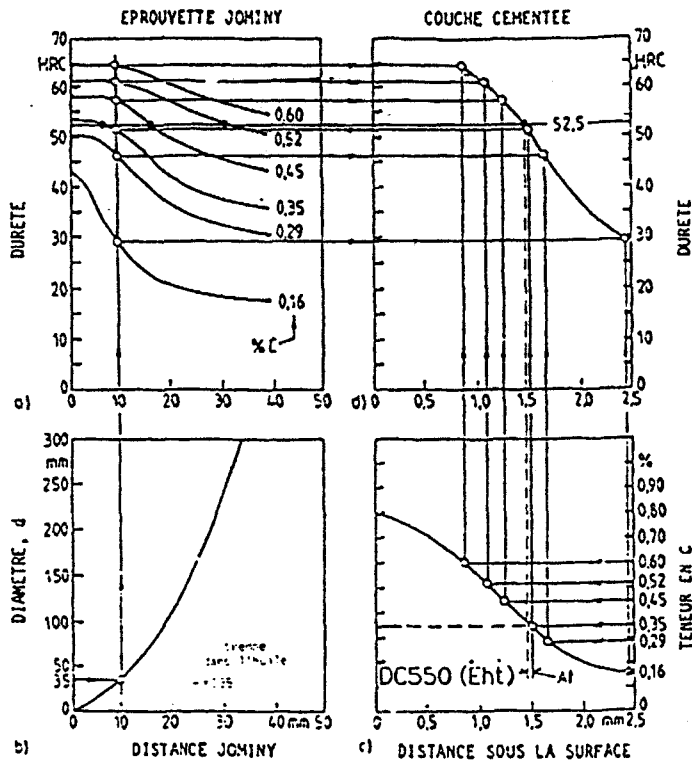


**Figure 10 :** Effet de la teneur en carbone sur la transformation de bainite supérieure en bainite inférieure [39].

## V. Propriétés mécaniques.

### V.1 Dureté.

L'augmentation locale de dureté est le but essentiel de la cémentation, elle résulte d'un enrichissement en carbone d'une part et de la formation de martensite d'autre part, ces deux paramètres étant étroitement liés [29]. Wyss [43] a construit un abaque permettant de prévoir le profil de dureté dans une couche cémentée (Figure 11).

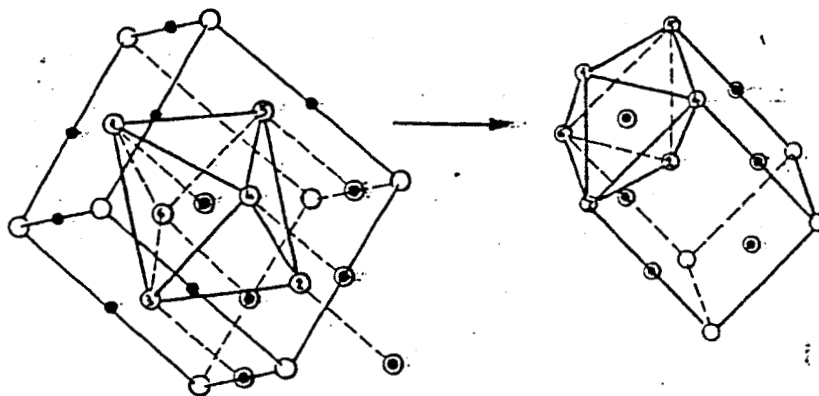
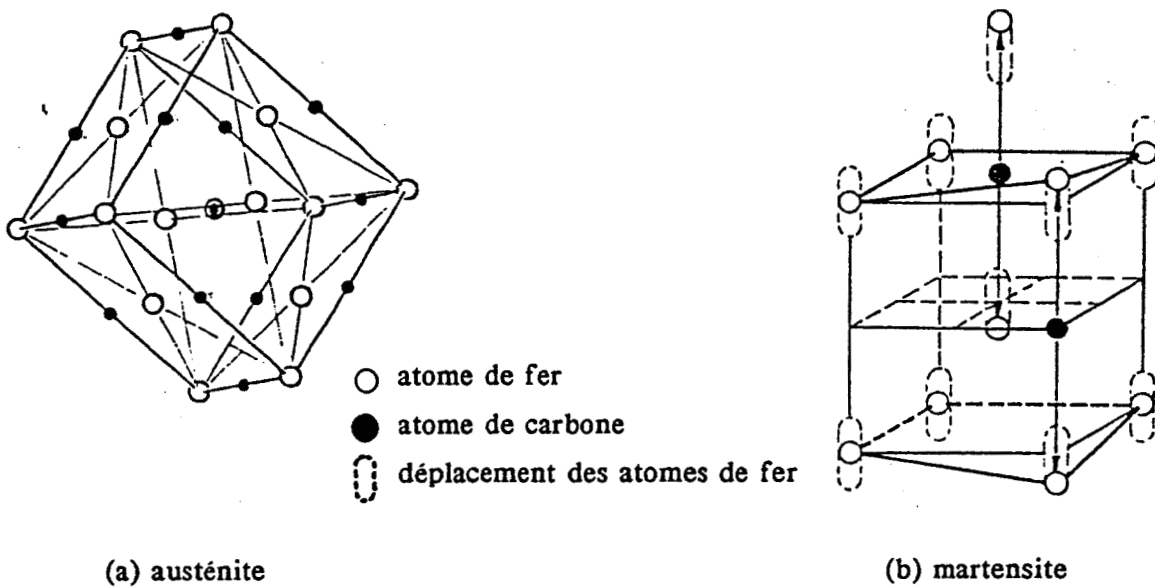


**Figure 11 :** Détermination du profil de dureté dans la couche cimentée (d) à partir du profil de dureté dans une éprouvette Jominy (a) et du profil de carbone dans la couche cimentée (c) pour le cas d'une trempe à l'huile d'un cylindre de 35 mm de diamètre (d) avec une sévérité de trempe  $H = 0.35$  (d'après [44]).

## V.2 Origine des contraintes résiduelles.

L'origine des contraintes résiduelles peut provenir d'un changement de structure lors du traitement thermique lié à la transformation austénite-martensite.

La transformation austénite-martensite introduit des contraintes car le réseau de la martensite est un réseau cubique centré (celui de la ferrite) qui est distordu par l'insertion d'atomes de carbone (tétraogonal centré car la distorsion se fait dans une seule direction [44]). Cette transformation est illustrée par la figure 12 qui donne la correspondance des interstices pouvant être occupés par le carbone dans la maille de l'austénite (CFC) et dans la maille de martensite.

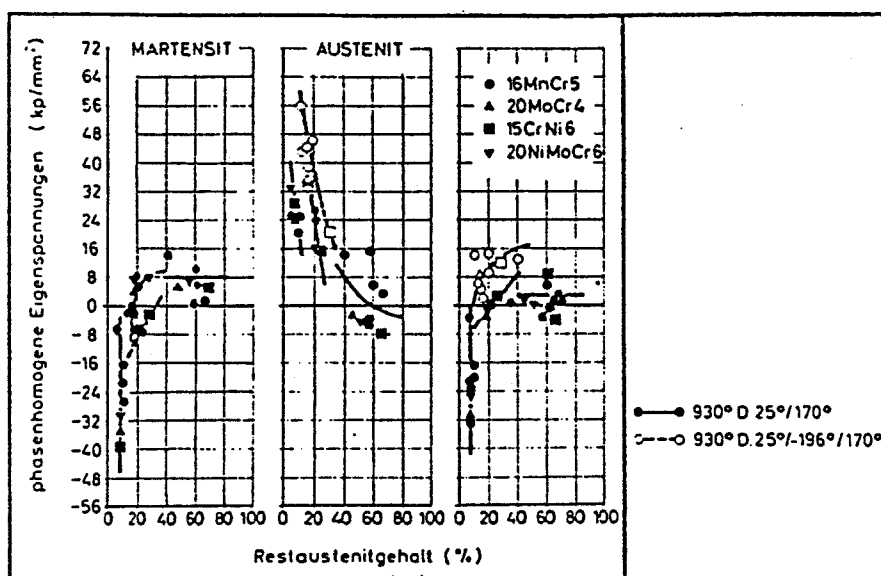


- interstice dans un système cubique faces centrées
- interstice commun aux systèmes cubique faces centrées et cubique centré

**Figure 12 : Transformation austénite-martensite (d'après [44]).**

### V.3 Contraintes résiduelles propres à chaque phase.

Les contraintes résiduelles propres à la martensite et l'austénite mesurées par Beumelburg [2] pour des teneurs en austénite résiduelle variant de 5 à 50 % montrent que pour la martensite ces contraintes propres varient d'un état de compression vers zéro alors que celles de l'austénite varient de traction vers zéro (Figure 13) lorsque la teneur en austénite croît.



**Figure 13 :** *Influence de l'austénite résiduelle et de la teneur en carbone superficielle sur les contraintes propres de la martensite et de l'austénite et sur les macrocontraintes (d'après [2]).*

#### V.4 Influence de l'austénite résiduelle sur les propriétés mécaniques.

Pour Wyszowski [1], la présence dans une couche de l'austénite résiduelle à une teneur pouvant atteindre 50 % n'exerce pas d'influence nuisible sur les propriétés mécaniques (résistance, plasticité, endurance, résistance à la fissuration superficielle). La modification des propriétés accompagnant la diminution de la fraction volumique d'austénite résiduelle dépend du type d'acier et du traitement thermique. De plus Lesage [45] montre que l'effet de l'austénite résiduelle sur la durée de vie des pièces soumises à la fatigue dépend du niveau de contraintes appliquées. L'influence néfaste d'un traitement par le froid sur les propriétés mécaniques s'explique par un accroissement considérable du nombre de microfissures et par un changement de répartition des contraintes internes du premier ordre. Ceci peut être relié à une diminution du taux d'austénite résiduelle par transformation martensitique. Pour Beumelburg [2], la présence d'austénite résiduelle favorise la formation et la croissance de macrocraques à partir de microcraques superficielles en nombre élevé par l'application de contraintes extérieures favorisant la transformation de l'austénite résiduelle sur le front de propagation des craques. Les microcraques apparaissent aux joints des plaquettes de martensite et d'austénite, et des plaquettes de martensite entre elles mais jamais dans l'austénite résiduelle [2].

### **V.5 Effet d'un revenu.**

Dans le cas des traitements thermo-chimiques de surface, le revenu modifie peu la limite de fatigue, on constate cependant un effet légèrement favorable pour la cémentation. Ce fait est à rapprocher à l'effet d'un revenu sur la tenacité des aciers cémentés [46].

## **VI. Conclusions.**

Les traitements thermo-chimiques superficiels tels que la cémentation ont pour but l'obtention d'une dureté élevée en surface jointe à une tenacité et à une ductilité importantes à coeur. Ceci confère à la pièce cémentée une bonne résistance à l'usure ainsi qu'une augmentation de la limite d'endurance. Les phénomènes essentiels résident dans la modification d'une couche superficielle de la pièce traitée liée à l'apport d'éléments durcissants (carbone) et à la présence de la structure martensitique.

Ce chapitre est une synthèse de ces différents phénomènes ainsi qu'une présentation des propriétés microstructurales et mécaniques que nous développerons dans le chapitre III. Les prochains chapitres traiteront de l'évolution de ces propriétés lorsque la pièce est soumise à des efforts de fatigue par flexion trois points.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] WYSZKOWSKI, PREIGNITZ (H.), GOZDZIK (E.), RATLIEWCS(A.)  
*Influence de l'austénite résiduelle sur quelques propriétés de l'acier cémenté.*  
*Rev. Mét., Vol.68, n°6, (juin 1971), p411.*
- [2] BEUMELBURG (W.)  
*Comportement d'éprouvettes cémentées présentant divers états superficiels, des teneurs en carbone variables en surface lors d'essais de flexion rotative, flexion statique et résilience, Traitement Thermique, n°98, (1975), p39.*
- [3] PARRISH (G.).  
*The influence of microstructure on the properties of case carburised components.*  
*Heat Treatment of Metals, (1976), p4.*
- [4] RAZIM.  
*Influence de l'austénite résiduelle sur la résistance mécanique d'éprouvettes cémentées soumises à des efforts alternés.* *Rev. Mét., (février 1969).*
- [5] MOUFLARD (M.)  
*Utilisation des atmosphères contrôlées.* *Traitement Thermique, n°14, (1965), p23.*
- [6] PARRISH (G.), HARPER (G.S.)  
*Production gas carburizing.* *Oxford, Pergamon Press, (1985).*
- [7] CHATTERJEE (R.), FISHER (A.), SCHAABER (O.)  
*Quelques considérations sur la carbonituration en atmosphère gazeuse.*  
*Traitement Thermique, n°82, (1974), p41.*
- [8] SALONEN (L.), SULONEN (M.)  
*H.T.M. Octobre 1970, 25, n°3, p461. Traduction dans Traitement Thermique n°73, (1973), p41.*
- [9] PRUNEL (G.)  
*Oxydation interne lors de la cémentation d'engrenages.*  
*Traitement Thermique, n°197, (1985), p31.*
- [10] BENCHETRIT (J.P.)  
*La cémentation accélérée.* *Traitement Thermique, n°166, (1982), p39.*
- [11] CHATTERJEE (R.), FISHER (A.)  
*Internal oxydation during carburizing and heat treating.*  
*Met. Trans. A, Vol9, (1978), p1553.*
- [12] GUY (A.G.), HREN (J.J.)  
*Elements of physical Metallurgy 3° Ed. (1974), Addison Wesley series in Metallurgy and Materials, M. COHEN ed., p484.*
- [13] GUNNARSON (S.)  
*H.T.M., (1967), 22, n°4, p293.*



- [14] GHIGLIONE (D.)  
*Modèles mathématiques de cémentation, Traitement Thermique, n°195, (1985), p31.*
- [15] FICK (A.)  
*Ann. Phys. Lpz, (1855), vol 170, p59.*
- [16] CRANK (J.)  
*The Mathematics of Diffusion. Oxford University Press, (1970).*
- [17] KACZALA (P.), PEUGEOT (P.Y.), MEYNET (G.)  
*Etude thermogravimétrique du comportement à la cémentation gazeuse d'aciers CD4, NC6, MC5. Rev. de Mét., (1970), p931.*
- [18] SMITH (R.P.)  
*Acta. Met., (1953), vol 1, p578.*
- [19] WELLS (C.), BATZ (W.), MEHL (R.F.)  
*Trans A.I.M.E., vol 188, (1950), p553.*
- [20] ASIMOV (R.M.)  
*Trans A.I.M.E., vol 230, (1964), p611.*
- [21] BRISSON(J.), BLONDEAU(R.), MAYNIER(P.), DOLLET(J.)  
*Contribution à la connaissance de la dureté des différentes structures des aciers au carbone et moyennement alliés. Mém. Sci. Rev. Mét., Février 1975, p115.*
- [22] CONVERT(F.), TOURNIER(C.)  
*Maîtrise de la microstructure en cémentation par la prévision du profil carbone en vue d'obtenir les propriétés d'emploi désirées. Traitement Thermique, n° 165, (1982), p27.*
- [23] LEVEQUE (R.)  
*Définition d'un traitement thermique en vue de l'amélioration de la tenue en fatigue. Traitement Thermique, n°221, (1988), p27.*
- [24] POURPRIX (Y.), NAUDOT (J.)  
*Cémentation sous pression réduite, Traitement Thermique, n°197, (1985), p51.*
- [25] TOURNIER(C.), FAURE (L.),CHANTEL (M.), PLUMEL (M.), RENAUD (M.)  
*Spécifications pour la réception des engrenages cémentés ou carbonitrurés. Traitement Thermique, n°212, (1987), p29.*
- [26] COLLIN(R.), GUNNARSON(S.), THULIN(D.)  
*Ein mathematisches Model zur Berechnung von Aufkohlungs-profilen bei der Gasaufkohlung, Härtereit Techn. Mitt., 25, (1970), p1.*
- [27] ELLIS  
*Some thermodynamic properties of carbon in austenite JISI Inst., 201, (1963), p582.*
- [28] NEUMANN(F.), PERSON(B.)  
*Beitrag zur Metallurgie der Gasaufkohlung, Härtereit Techn. Mitt.,23, (1968), p4.*

- [29] KOISTINEN (D.P.), MARBURGER (R.E.)**  
*A general equation prescribing the extent of the austenite martensite transformation in pure iron, carbon alloys and plain carbon steels.*  
*Acta. Met.* 7 (1959), p59.
- [30] STEVEN (W.), HAYNES (A.G.)**  
*J. Iron Steel Inst.* Vol. 183, (1956), p349.
- [31] HAYNES (A.G.)**  
*Interrelation of isothermal and continuous cooling heat treatments of low alloy steel and their practical significance. The Iron and Steel Institute.*  
*Heat Treatment of Metals, Special Report n°95*, (1966), p13.
- [32] PARRISH (G.)**  
*The influence of microstructure on the properties of case-carburized components. A.S.M.; Metals Park; Ohio.* (1980).
- [33] MEYZAUD(Y.), SAUZAY(C.)**  
*Prévision des pourcentages d'austénite résiduelle à l'aide des courbes de transformation en refroidissement continu des aciers.*  
*Mém. Sci. Rev. Mét., LXIX n°11*, (1972).
- [34] NESSIUS (A.)**  
*Austénite résiduelle. Traitement Thermique, n°44*, (1969), p23.
- [35] HABRAKEN (L.), ECONOMOPOULOS (M.)**  
*Les microstructures bainitiques dans les aciers et les alliages de métaux non ferreux. Collection des publications de l'Université de Liège - Faculté des Sciences Appliquées, n°8*, (1968).
- [36] DUVAL (P.), MURRY (G.)**  
*L'évaluation de la teneur en austénite résiduelle par analyse dilatométrique.*  
*Mém. Sci. Rev. Mét., LXV n°6*, (1968), p461.
- [37] CONSTANT (A.), HENRY (G.)**  
*Les principes de base du traitement thermique des aciers.*  
*PYC Edition, Paris*, (1986).
- [38] WHEATLEY (J.M.), BAKER (R.G.)**  
*Brit. Weld. J.*, (1963), vol10, n°1, p23.
- [39] HONEYCOMBE (R.W.K.), PICKERING (F.B.)**  
*Ferrite and bainite alloy in steels*  
*Met. Trans., Vol3, (may 1972), p1099.*
- [40] SRINIVASAN (G.R.), WAYMAN (C.M.)**  
*Acta. Met.*, 1968, (Vol 16), p609.
- [41] SHACKLETON (D.N.), KELLY (P.M.)**  
*Iron Steel Inst. Spec. Rep., n°93*, (1965), p146.
- [42] RADCLIFFE (S.V.), ROLLASON (E.C.)**  
*J. Iron Steel Inst.*, (1959), vol 191, p56.

- [43] WYSS (U.), WEISSOHN (K.H.)  
*Austénite résiduelle, Traitement Thermique, n°44,(1969), p23.*
- [44] BRUSSON (J.P.)  
*Contraintes résiduelles dans les pièces cémentées soumises à la fatigue.  
Traitement Thermique, n°85, (1974), p55.*
- [45] LESAGE (J.), IOST (A.)  
*Influence de l'austénite résiduelle sur la durée de vie en fatigue d'aciers carbonitrurés, C.R. Acad. Sci. Paris, t. 305, Série II, (1987), p77.*
- [46] DELARCHE (C.)  
*Influence des conditions de trempe et de revenu à basse température sur les propriétés mécaniques des couches cémentées et carbonitrurées.  
Traitement Thermique, n°197, (1985), p43.*

## **CHAPITRE II**

**Modèle simplifié de prévision  
des contraintes résiduelles  
dans les couches traitées superficiellement :  
Application à la carbonitruration et à la cémentation**

- SOMMAIRE -

<b>I. Introduction.</b>	<b>30</b>
<b>II. Estimation des variations relatives de volumes locales.</b>	<b>31</b>
II.1 Estimation des volumes spécifiques.	32
II.2 Estimation des fractions volumiques.	33
<b>III. Modèle de calcul des contraintes résiduelles.</b>	<b>35</b>
III.1 Cas d'un disque plein.	36
III.11 schématisation du disque.	36
III.12 répartition des contraintes dans une tranche.	36
III.13 équilibre du disque complet.	37
III.14 relation avec les variations de volume.	37
III.2 Cas d'un cylindre.	38
III.21 schématisation et hypothèses.	38
III.22 déformations.	38
III.23 détermination des contraintes.	39
III.24 approximation.	41
<b>IV. Comparaison prévision - expérience.</b>	<b>41</b>
IV.1 Premier exemple : cas d'un cylindre cimenté.	41
IV.11 données.	41
IV.12 contraintes.	42
IV.13 approximation.	45
IV.2 deuxième exemple : cas de disques carbonitrurés.	45
IV.21 données.	45
IV.22 contraintes.	47
<b>V. Conclusions.</b>	<b>49</b>
<b>VI. Bibliographie.</b>	<b>50</b>

## I. Introduction.

Les microdéformations et les contraintes résiduelles qui accompagnent le processus de trempe peuvent se traduire par des tapures. Il est donc important pour le concepteur de maîtriser les paramètres de trempe. On conçoit aisément l'importance et l'intérêt des développements de codes de calcul prenant en compte l'ensemble du processus d'apparition des contraintes résiduelles.

Pour les traitements suivis de trempe mettant en jeu des gradients de concentration en atomes interstitiels dans la section des pièces, l'apparition des contraintes résiduelles est essentiellement le résultat de déformations hétérogènes provenant des différences de changement de volume consécutives aux changements de phases lors de la trempe [1,2]. Pour les aciers cémentés ou carbonitrurés, les contraintes résiduelles générées dans la couche sont principalement des contraintes de compression dont l'effet bénéfique sur la résistance à la fatigue a été démontré par de nombreux auteurs [3,4,5,6].

Déterminer les traitements qui permettront d'optimiser l'intensité et la répartition des contraintes à travers la couche, et développer des techniques de calcul de prévision des contraintes susceptibles d'apparaître au cours de la trempe, sont des objectifs que nombre d'équipes françaises et étrangères s'efforcent d'atteindre. En particulier, les codes de calcul développés récemment, par exemple par le CETIM [7] ou par [8], prennent en compte les paramètres tant mécaniques que thermiques et métallurgiques. Ces codes de calcul complexes restent d'un usage limité parcequ'ils nécessitent la connaissance d'un grand nombre de données tant métallurgiques que physiques ou chimiques. Nous allons montrer par une méthode simplifiée, appliquée à deux traitements mettant en jeu un gradient de concentration en atomes interstitiels, qu'il est possible d'évaluer l'état de contraintes.

L'intérêt de cette étude est de montrer qu'il est possible, par une approche originale, de s'affranchir de la connaissance de certaines caractéristiques métallurgiques ou thermiques nécessaires à l'utilisation des codes de calcul des contraintes résiduelles, qui nécessitent la prise en compte de la plasticité de transformation, de la variation du coefficient de dilatation de chacune des phases avec la température... L'hypothèse retenue est de considérer ici que les déformations plastiques induites au cours de la trempe sont négligeables. Après le traitement, la pièce reste dans un état de déformation élastique provenant des variations relatives de volume associées aux transformations de phases en fonction des concentrations locales en atomes interstitiels. L'état obtenu après le traitement de surface suivi de la trempe est comparé à l'état qui serait obtenu après refroidissement très lent. Ce choix

constitue l'originalité de ce modèle par rapport aux travaux de Buehler et Rose, de Murry ainsi que ceux du CETIM qui font référence à l'état austénitisé.

Dans la première partie de cette étude, nous décrivons le mode de calcul des variations locales de volume lors des transformations de phases. Nous montrons, dans une deuxième partie, comment peuvent être estimées les contraintes résiduelles qui en résultent pour deux géométries simples en tenant compte de l'impossibilité pour les éléments de volume de la couche de se déformer totalement librement :

-un *DISQUE* découpé en tranches successives pour lesquelles on peut considérer un état de contraintes planes. La contrainte est constante dans chaque élément et le coeur équilibre l'ensemble.

-un *CYLINDRE* suffisamment long pour être considéré dans un état de déformation plane. La déformation ne dépendant alors que du rayon.

Dans une troisième partie, nous appliquons le modèle de calcul à deux traitements thermochimiques, cémentation et carbonituration. Les contraintes mesurées sont très correctement estimées par le modèle présenté ce qui justifie les hypothèses. Il en résulte que ce sont bien les variations relatives de volume dues aux changements de phases dans la couche qui gouvernent de façon prépondérante l'apparition des contraintes résiduelles du moins pour le cas particulier des aciers traités par cémentation et carbonituration.

## II. Estimation des variations de volume locales.

La variation relative de volume locale d'un élément de matière pris isolément est calculée par comparaison entre le volume élémentaire obtenu après le traitement de surface suivi de la trempe ( $V_T$ ) et un volume élémentaire de référence ( $V_0$ ). Cet état de référence est choisi comme l'état d'équilibre qui serait obtenu après le même traitement suivi d'un refroidissement très lent. Elle s'écrit donc :

$$\Delta V / V = (V_T - V_0) / V_0 \quad (1)$$

Les volumes  $V_T$  et  $V_0$  sont évalués pour chaque élément de matière à partir des concentrations en atomes interstitiels (carbone et/ou azote) des phases en présence.

Après refroidissement très lent, l'acier est constitué de ferrite (F) et de carbures ( $Fe_3C$ ) avec éventuellement présence de nitrures (par exemple  $Fe_4N$ ) dans le cas où le traitement se fait avec apport d'azote. On peut donc écrire :

$$V_0 = V(F + \text{carbures et/ou nitrures}) \quad (2)$$

Après trempe et suivant la vitesse de refroidissement, l'acier peut présenter deux constitutions différentes :

- martensite (M) + austénite résiduelle (A),
- martensite (M) + austénite résiduelle (A) + bainite (B).

De plus, si la limite de solubilité LS en carbone et/ou azote est dépassée pendant l'étape d'enrichissement, on observe la formation de carbures et/ou de nitrures, notés (C,N) dans la suite et dont il faut tenir compte. En admettant que le volume  $V_T$  peut s'exprimer par une relation linéaire additive ("loi des mélanges"), sa forme la plus complète s'écrit :

$$V_T = F_M \cdot V_M + F_A \cdot V_A + F_B \cdot V_B + F_{C,N} \cdot V_{C,N} \quad (3)$$

où les  $F_i$  représentent les fractions volumiques et les  $V_i$  les volumes spécifiques des différentes phases.

### II.1 Estimation des volumes spécifiques.

Le tableau I donne les valeurs des volumes spécifiques de la ferrite en présence de carbures et/ou nitrures, de la martensite  $V_M$  et de l'austénite  $V_A$ , en présence de carbone ou d'azote.

Dans le cas où carbone et azote sont présents simultanément, une estimation des volumes spécifiques est également donnée en négligeant une possible interaction entre les atomes interstitiels. Les estimations des volumes spécifiques rapportés à un atome de fer sont effectuées à partir des données de Jack [9] et Convert [2]. C et N représentent ici les concentrations pondérales en carbone et azote respectivement.

Phase ou constituant		Ferrite avec C et/ou N	Austénite	Martensite
Paramètre de maille (Å)	f(C)		a = 3.572 + 0.033 C	a = 2.8664 - 0.013 C c = 2.8664 + 0.116 C
	f(N)		a = 3.572 + 0.0312 N	a = 2.8664 - 0.0072 N c = 2.8664 + 0.097 N
Volume atomique (Å <sup>3</sup> )	f(C)	11.786 + 0.163 C	11.394 + 0.3155 C	11.775 + 0.37 C
	f(N)	11.786 + 0.319 N	11.394 + 0.2985 N	11.775 + 0.34 N
Volume atomique (Å <sup>3</sup> )	f(CetN)	11.786 + 0.163 * ( C + 1.92 N )	11.394 + 0.3155 * ( C + 0.946 N )	11.775 + 0.37 * ( C + 0.919 N )

**Tableau I :** *Volumes spécifiques calculés d'après [9] et [2] rapportés à un atome de fer.*



Le volume spécifique de la bainite  $V_B$  dépend du degré de sursaturation en carbone de la ferrite et correspond à une valeur comprise entre celui de la martensite et celui de la ferrite en présence de carbures et/ou nitrures. On peut écrire en première approximation :

$$V_B = (V_M + V_O) / 2 \quad (4)$$

Le calcul du volume  $V_{C,N}$  doit être adapté au cas particulier étudié, c'est à dire aux carbures ou nitrures effectivement présents. On trouve des valeurs dans la bibliographie [9], par exemple :

$$V(Fe_3C) = 12.873 \text{ \AA}^3, V(Fe_4N) = 13.668 \text{ \AA}^3 \quad (5)$$

## II.2 Estimation des fractions volumiques.

Les fractions volumiques peuvent être calculées par résolution du système d'équations suivant :

$$a) F_M + F_A + F_B + F_{C,N} = 1 \quad (6)$$

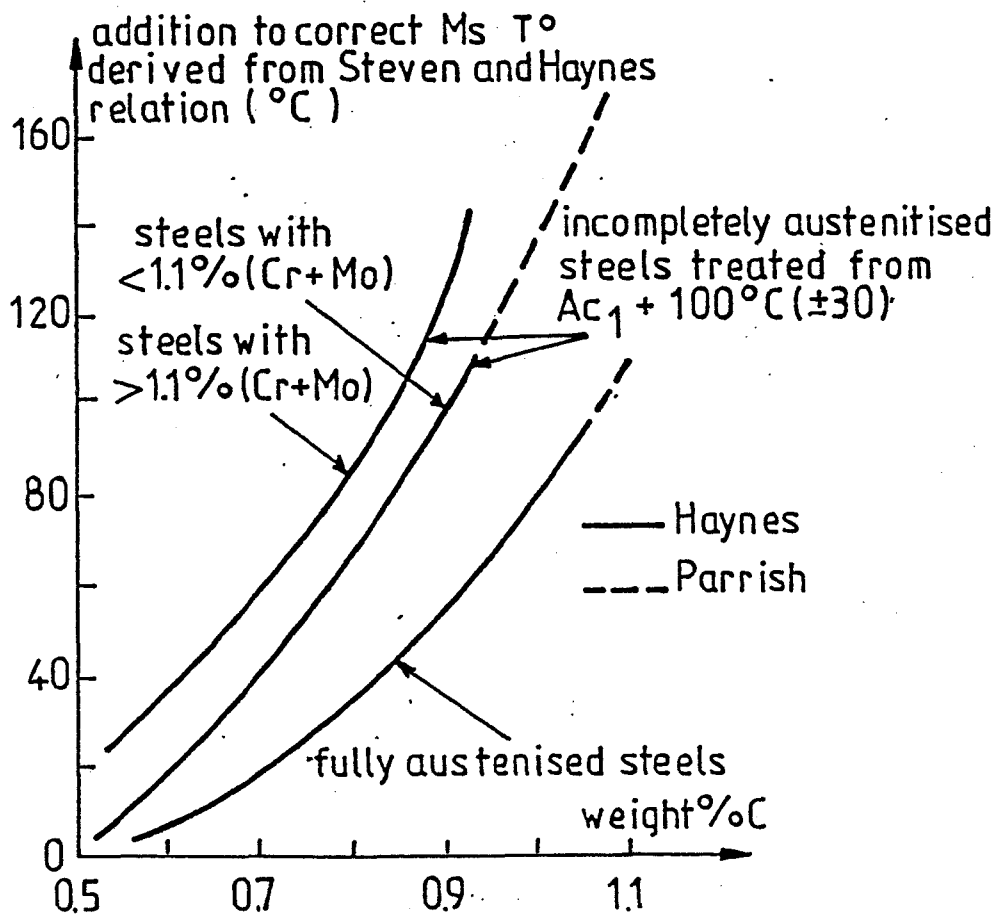
b) En présence uniquement d'austénite et de martensite (soit  $F_A + F_M = 1$ ), la relation de Koistinen et Marburger [10] donne  $F_A$ :

$$F_A = \exp \{-1.1 \cdot 10^{-2} (M_s - T_Q)\} \quad (7)$$

où  $M_s$  est la température de début de transformation martensitique et  $T_Q$  la température du milieu de trempe.  $M_s$  est calculée par la relation de Steven et Haynes [11], complétée par Haynes [12] puis Parrish [13] :

$$M_s = 561 - 474C - 33Mn - 17Cr - 17Ni - 21Mo + CP \quad (8)$$

où CP est la correction de Parrish à effectuer lorsque la teneur en carbone dépasse 0.5% (Figure 1).



**Figure 1 :** *Facteur de correction de Parrish modifié en fonction de la teneur en carbone.*

La relation (8) est utilisable pour la cémentation. Dans le cas de la carbonitruration, Lesage [14] a proposé une relation qui prend en compte la présence d'azote.

En présence d'autres constituants, (B) et (C,N), qui restent en proportion faible, on peut admettre que le rapport des fractions volumiques d'austénite et de martensite, données par la relation de Koistinen et Marburger, reste sensiblement identique.

c) Il n'apparaît de carbures ou de nitrures que si la limite de solubilité LS en carbone et azote est dépassée. A titre d'exemple, dans le cas de la carbonitruration, seule la précipitation de carbures a été observée [14] et peut s'exprimer, si  $(C + N) > LS$ , par :

$$F_{C,N} = [(C+N) - LS] / [6.67 - LS] \quad (9)$$

On peut avoir une valeur approchée de LS par la ligne Ac<sub>m</sub> du diagramme fer-cémentite, cette valeur devant être modifiée en présence d'éléments d'alliages tels que Cr, Mn ... [15].

d) Pour la détermination de F<sub>B</sub>, une des voies possibles est fondée sur les mesures de microdureté, en admettant que la valeur de la dureté globale mesurée expérimentalement HV<sub>exp</sub> suit une loi linéaire additive :

$$HV_{exp} = F_M \cdot HV_M + F_A \cdot HV_A + F_B \cdot HV_B + F_{C,N} \cdot HV_{C,N} \quad (10)$$

les microduretés HVi des différentes phases étant estimées comme suit :

\* La dureté de la martensite HV<sub>M</sub> dépend essentiellement, pour les aciers faiblement alliés, de la teneur en carbone [16]. Lesage a étendu cette relation dans le cas de présence simultanée de carbone et d'azote [14].

\* La dureté de l'austénite HV<sub>A</sub> varie peu avec la composition. Voisine de 200HV<sub>v</sub> pour les aciers non alliés, elle est estimée à 250HV<sub>v</sub> pour les aciers de carbonituration.

\* La dureté de la bainite HV<sub>B</sub> dépend des éléments d'alliage et de la vitesse de refroidissement V<sub>R</sub> ainsi que du degré de sursaturation de la ferrite. Brisson et al [17] proposent la relation suivante :

$$HV_B = A + B \cdot \log V_R \quad (11)$$

$$A = -323 + 185C + 330Si + 153Mn + 65Ni + 144Cr + 191Mo$$

$$B = 89 + 53C - 55Si - 22Mn - 20Ni - 20Cr - 33Mo$$

\* On trouve dans la bibliographie les valeurs des duretés des différents carbures et nitrures susceptibles d'être rencontrés. Par exemple, elle est de 800 H<sub>v</sub> pour la cémentite.

### III. Modèles de calcul des contraintes résiduelles.

Deux modèles de calcul de contraintes se rapportant à deux géométries simples sont développés :

- \* cas d'un disque plein,
- \* cas d'un cylindre.

Pour l'étude de l'équilibre de chacune de ces géométries, un découpage en éléments simples est d'abord effectué. La variation relative de volume de ces éléments est calculée comme indiqué précédemment. Les interactions entre éléments voisins se traitent alors simplement comme un problème de dilatation différentielle responsable de l'apparition des contraintes résiduelles.

### III.1 Cas d'un disque.

#### III.11 Schématisation du disque.

Le disque de hauteur  $H$ , qui n'est soumis à aucune contrainte avant le traitement de surface, est modélisé par 2 fois  $n$  tranches cylindriques d'épaisseur  $e$ , représentant la couche traitée, placées de part et d'autre d'un disque central d'épaisseur  $h$  (Figure 2). On peut admettre que chaque tranche ainsi que le disque central est isotrope et de composition homogène.

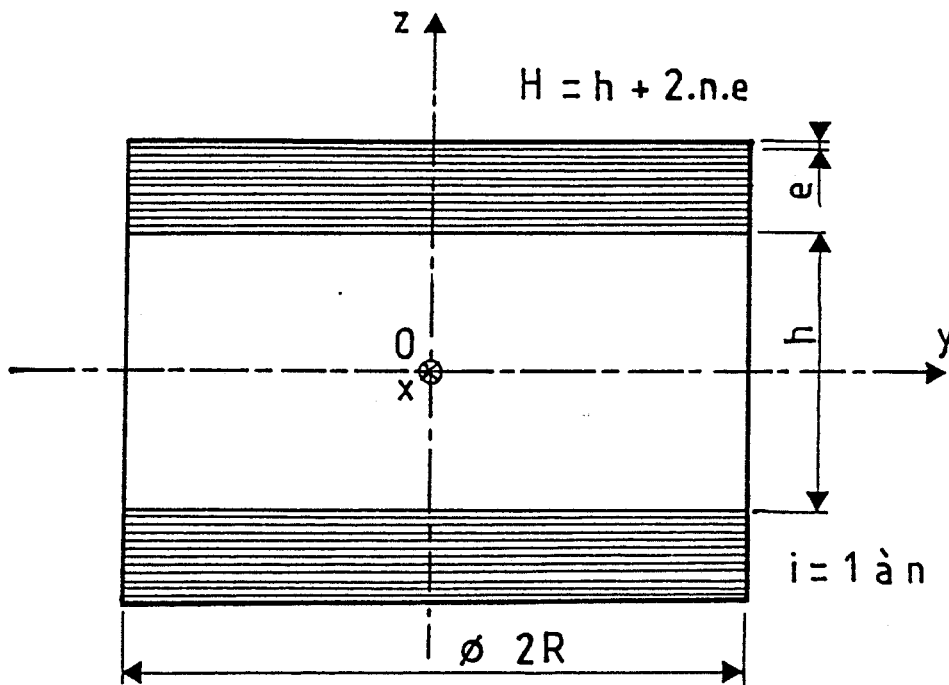


Figure 2 : Schématisation du disque complet.

#### III.12 Répartition des contraintes dans une tranche.

Considérons un disque mince plan : soit une des tranches, soit le disque central. On peut admettre que les contraintes sont planes avec  $\sigma_R$  et  $\sigma_\theta$  ne dépendant pas de  $\theta$  et avec  $\tau_{R\theta}$  nulle. Le calcul des contraintes se ramène à un problème

d'élasticité plane en coordonnées polaires présentant une symétrie d'axe z. Les forces de volume étant nulles, on recherche la fonction d'Airy  $\Psi(r)$  qui ne dépend que du rayon r et s'écrit :

$$\Psi(r) = A.\log r + B.r^2.\log r + C.r^2 + D \quad (12)$$

Les contraintes sont définies par :

$$\begin{aligned} \sigma_R &= (1/r).d\Psi/dr = A/r^2 + B.(1 + 2.\log r) + 2.C \\ \sigma_\theta &= d^2\Psi/dr^2 = -A/r^2 + B.(3 + 2.\log r) + 2.C \end{aligned} \quad (13)$$

Pour un disque plein, les conditions aux limites à  $r = 0$  imposent A et B nulles. Le seul champ de contraintes répondant à une distribution symétrique par rapport à l'axe z correspond à des contraintes constantes :

$$\sigma_R = \sigma_\theta = \text{constante notée } \sigma$$

Le disque subit une traction (ou compression) uniforme dans toutes les directions de son plan. L'application de la loi de Hooke généralisée donne les composantes du tenseur des déformations (avec  $\gamma_{R\theta} = 0$ ) :

$$\begin{aligned} \varepsilon_r &= (1/E) . (\sigma_r - \nu . \sigma_\theta) = (1 - \nu) . \sigma / E \\ \varepsilon_\theta &= (1/E) . (\sigma_\theta - \nu . \sigma_r) = (1 - \nu) . \sigma / E \\ \varepsilon_z &= -(\nu / E) . (\sigma_r + \sigma_\theta) = -2 . \nu . \sigma / E \end{aligned} \quad (14)$$

### III.13 Equilibre du disque complet.

Chaque disque est soumis à un champ de contraintes noté  $\sigma_i$  pour la tranche d'indice i (i variant de 1 à n) et  $\sigma_c$  pour le disque central. L'équilibre du disque complet s'obtient par application du principe des travaux virtuels. En l'absence de toute liaison et force extérieure, ce principe conduit à :

$$2 \sum_{i=1}^n \sigma_i . e + \sigma_c . h = 0 \quad (15)$$

### III.14 Relation avec les variations de volume.

Chaque tranche étant considérée homogène et isotrope, les transformations métallurgiques consécutives au traitement thermique entraîneraient, si cette tranche était complètement indépendante de ses voisines, une variation relative de volume

$$\Delta V/V = 3 . (\Delta R/R) \quad (16)$$

qui a été déterminée au paragraphe précédent. Les contraintes résiduelles apparaissent car ces variations de volume sont partiellement entravées par les éléments voisins (les variations de volume selon z sont libres).

En admettant que le disque complet reste un cylindre après traitement, la variation relative de l'aire de sa base s'écrit algébriquement :

$$\Delta S/S = (2/3). \Delta V/V + (\epsilon_R + \epsilon_\theta) \quad (17)$$

c'est à dire,

pour la tranche i,  $\Delta S/S = (2/3).(\Delta V/V)_i + 2(1-\nu) \sigma_i/E$

et le disque central,  $\Delta S/S = (2/3).(\Delta V/V)_c + 2(1-\nu) \sigma_c/E$

où E est le module d'Young et  $\nu$  le coefficient de Poisson.

La résolution du système constitué de ces (n+1) équations et de l'équation d'équilibre précédemment écrite est aisée si on calcule au préalable les quantités  $S_i$  :

$$S_i = (\sigma_i - \sigma_c) = \{E/3.(1-\nu)\} \cdot \{(\Delta V/V)_c - (\Delta V/V)_i\} \quad (18)$$

d'où l'on tire :

$$\begin{aligned} \sigma_c &= - \{2.e/H\} \cdot \sum_{i=1}^n S_i \\ \sigma_i &= S_i + \sigma_c \quad i = 1 \text{ à } n \end{aligned} \quad (19)$$

### III.2 Cas d'un cylindre.

#### III.21 Schématisation et hypothèses.

Le cylindre, qui n'est soumis à aucune contrainte avant le traitement, a comme rayon extérieur  $R_e$ . La couche traitée s'étend jusqu'au rayon  $R_i$ . La longueur L est suffisamment importante pour que l'étude de l'équilibre d'une tranche d'épaisseur e se ramène à un problème d'élasticité plane en coordonnées polaires. Les déformations sont planes ( $\epsilon_z=0$ ).

#### III.22 Déformations.

Le champ de déplacement se réduit à sa composante radiale  $U=U(r)$ . Comme le volume élémentaire de matière est considéré isotrope, les transformations métallurgiques entraînent, comme pour le disque, une variation relative de volume ne dépendant que du rayon r soit :  $\Delta V/V(r)$ . Cela se traduit par une dilatation ou un retrait en chaque point qui peut s'écrire :

$$f(r) = (1/3). \Delta V/V(r) \quad (20)$$

Dans ces conditions, les relations entre les contraintes et les déformations s'écrivent (avec  $\gamma_{R\theta} = 0$ ) :

$$\begin{aligned}
\varepsilon_r &= dU / dr = (1 / E) \cdot \{ \sigma_r - \nu (\sigma_\theta + \sigma_z) \} + f(r) \\
\varepsilon_\theta &= U / r = (1 / E) \cdot \{ \sigma_\theta - \nu (\sigma_r + \sigma_z) \} + f(r) \quad (21) \\
\varepsilon_z &= 0 = (1 / E) \cdot \{ \sigma_z - \nu (\sigma_r + \sigma_\theta) \} + f(r)
\end{aligned}$$

### III.23 Détermination des contraintes.

Les contraintes se déduisent du système (21) précédent :

$$\begin{aligned}
\sigma_r &= \{ E / (1 + \nu) (1 - 2 \nu) \} \cdot \{ (1 - \nu) \cdot dU/dr + \nu \cdot U/r \} - \\
&\quad f(r) \cdot \{ E / (1 - 2 \nu) \} \\
\sigma_\theta &= \{ E / (1 + \nu) (1 - 2 \nu) \} \cdot \{ \nu \cdot dU/dr + (1 - \nu) \cdot U/r \} - \\
&\quad f(r) \cdot \{ E / (1 - 2 \nu) \} \quad (22) \\
\sigma_z &= \{ \nu E / (1 + \nu) (1 - 2 \nu) \} \cdot \{ dU/dr + U/r \} - \\
&\quad f(r) \cdot \{ E / (1 - 2 \nu) \}
\end{aligned}$$

L'équation d'équilibre

$$d\sigma_r/dr + (\sigma_r - \sigma_\theta) / r = 0 \quad (23)$$

est satisfaite si le champ de déplacement  $U(r)$  est une intégrale de l'équation différentielle :

$$d^2U/dr^2 + (1/r) \cdot dU/dr - U/r^2 = [(1+\nu)/(1-\nu)] \cdot df/dr \quad (24)$$

Cette dernière équation se résout analytiquement si la fonction  $f(r)$  est connue en fonction de  $r$ . Elle peut s'exprimer sous forme d'un polynôme de degré  $j$ . La résolution du problème complet nécessite l'étude de deux zones :

- *la couche traitée*  $R_i < r < R_e$

$$\begin{aligned}
f(r) &= \sum_{j=0 \text{ à } n} b_j \cdot r^j \\
U &= A/r + C \cdot r + \{(1+\nu)/(1-\nu)\} \cdot \sum_{j=0 \text{ à } n} \{b_j/(j+2)\} \cdot r^{j+1} \quad (25)
\end{aligned}$$

- le coeur  $0 < r < R_i$   
 $f'(r) = \text{constante notée } b'_0$

$$U' = A'/r + C'.r \quad (26)$$

Les constantes d'intégration A, C, A' et C' sont définies par les conditions aux limites :

a) la contrainte radiale est nulle sur la surface extérieure,  $\sigma_R(R_e) = 0$

b) le déplacement est nul sur l'axe du cylindre,  $U'(0) = 0$

c) il y a continuité de déplacement et de contrainte entre couche et coeur,

$$U(R_i) = U'(R_i) \text{ et } \sigma_R(R_i) = \sigma'_R(R_i)$$

La résolution conduit aux expressions suivantes des contraintes dans la couche et dans le coeur :

- pour la couche traitée  $R_i < r < R_e$  (27)

$$\sigma_r = \{E/(1-\nu)\} \cdot \sum_{j=0}^n \left[ \{b_j/(j+2)\} \cdot \{R_i^{j+2}/r^2 + (R_e^{j+2} - R_i^{j+2})/R_e^2 - r^j\} \right] + \{E/(1-\nu)\} \cdot \{b'_0/2\} \cdot \{R_i^2/R_e^2\} \cdot \{1 - R_e^2/r^2\}$$

$$\sigma_\theta = \{E/(1-\nu)\} \cdot \sum_{j=0}^n \left[ \{b_j/(j+2)\} \cdot \{-R_i^{j+2}/r^2 + (R_e^{j+2} - R_i^{j+2})/R_e^2 - (j+1) \cdot r^j\} \right] + \{E/(1-\nu)\} \cdot \{b'_0/2\} \cdot \{R_i^2/R_e^2\} \cdot \{1 + R_e^2/r^2\}$$

$$\sigma_z = \{E/(1-\nu)\} \cdot \sum_{j=0}^n \left[ \{b_j/(j+2)\} \cdot \{2\nu \cdot (R_e^{j+2} - R_i^{j+2})/R_e^2 - (j+2) \cdot r^j\} \right] + \{\nu E/(1-\nu)\} \cdot b'_0 \cdot \{R_i^2/R_e^2\}$$

- pour le coeur  $0 < r < R_i$  (28)

$$\sigma'_r = \sigma'_\theta = \{E/(1-\nu)\} \cdot \sum_{j=0}^n \left[ \{b_j/(j+2)\} \cdot (R_e^{j+2} - R_i^{j+2})/R_e^2 \right] + \{E/(1-\nu)\} \cdot \{b'_0/2\} \cdot \{R_i^2/R_e^2 - 1\}$$

$$\sigma'_z = \{2\nu E/(1-\nu)\} \cdot \sum_{j=0}^n \left[ \{b_j/(j+2)\} \cdot (R_e^{j+2} - R_i^{j+2})/R_e^2 \right] + \{E/(1-\nu)\} \cdot b'_0 \cdot \{\nu R_i^2/R_e^2 - 1\}$$



### III.24 Approximation.

Ces expressions relativement complexes des contraintes se simplifient aisément dans le cas où l'épaisseur de la couche traitée est mince par rapport au diamètre du cylindre, c'est à dire  $r$  voisin de  $R_e$  et de  $R_i$ . Les contraintes s'écrivent alors :

- dans la couche traitée  $R_i < r < R_e$

$$\begin{aligned} \sigma_r &= 0 \\ \sigma_\theta &= \{-E/3(1-\nu)\} \cdot \{(\Delta V/V)_r - (\Delta V/V)_{\text{coeur}}\} \\ \sigma_z &= \{-E/3(1-\nu)\} \cdot \{(\Delta V/V)_r - \nu \cdot (\Delta V/V)_{\text{coeur}}\} \end{aligned} \quad (29)$$

- dans le coeur  $0 < r < R_i$

$$\begin{aligned} \sigma'_r &= \sigma'_\theta = 0 \\ \sigma'_z &= \{-E/3\} \cdot \{(\Delta V/V)_{\text{coeur}}\} \end{aligned} \quad (30)$$

## IV. Comparaison prévisions-expériences.

### IV.1 Premier exemple: Cas d'un cylindre cimenté.

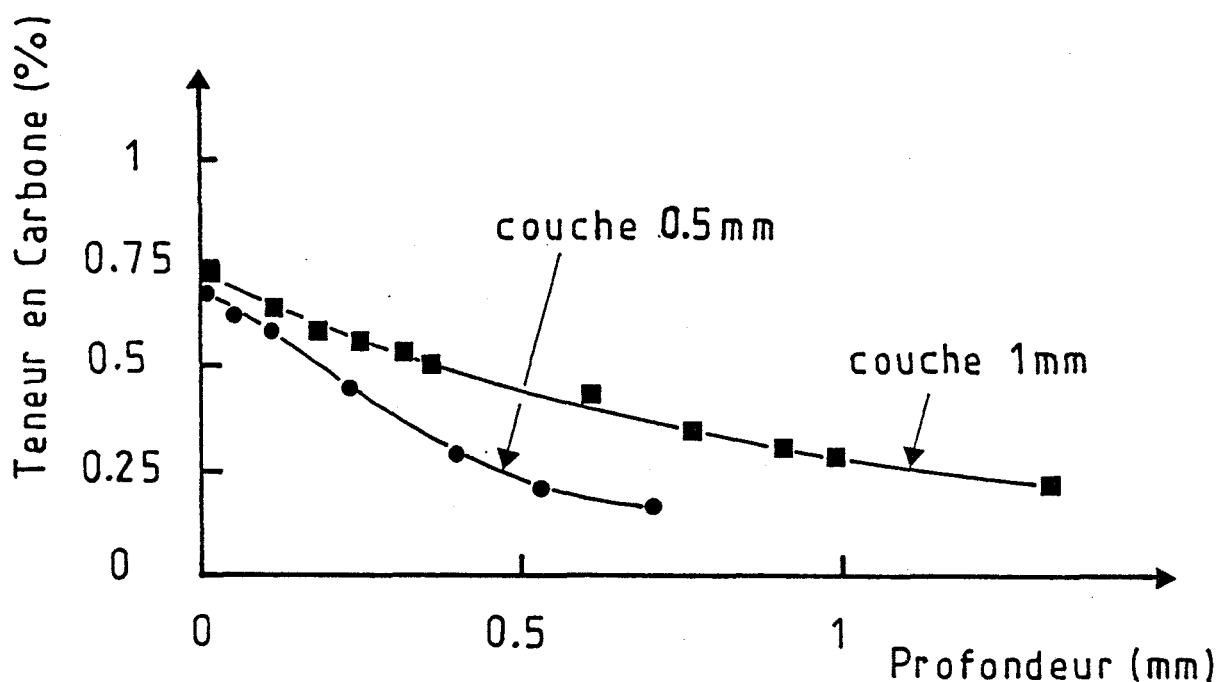
#### IV.11 données.

Cet exemple est tiré de l'étude de Guimier et al [18] qui concerne l'influence des paramètres de réalisation d'une couche cimentée sur la tenue en fatigue d'un acier de pignonnerie. Il s'agit d'un acier 20 CD 4 dont la composition est donnée tableau II.

Composition en %	C	Mn	Cr	Si	Mo	Ni	S	P	Cu	Al
20 CD 4	0.20	0.80	1.29	0.25	0.21		0.028	0.015	0.23	0.031
27 CD 4	0.29	0.70	1.07	0.30	0.20	0.28				

**Tableau II : Composition chimique des aciers étudiés (% poids).**

Les auteurs ont traité des éprouvettes cylindriques de 19 mm de diamètre et de 120 mm de longueur de façon à obtenir deux profondeurs de traitement 0.5 mm et 1 mm. Dans les deux cas, les contraintes résiduelles sont mesurées dans la couche cémentée en fonction de la profondeur par diffractométrie des rayons X, le profil de concentration en carbone est mesuré par spectroscopie d'étincelle. Ce profil est donné sur la figure 3 à partir de la surface extérieure. Le rayon limite de la couche Ri est défini au point où la concentration en carbone devient constante, soit respectivement 8.2 mm et 8.9 mm.



**Figure 3 :** Profil de concentration en carbone (cylindres en 20CD4).

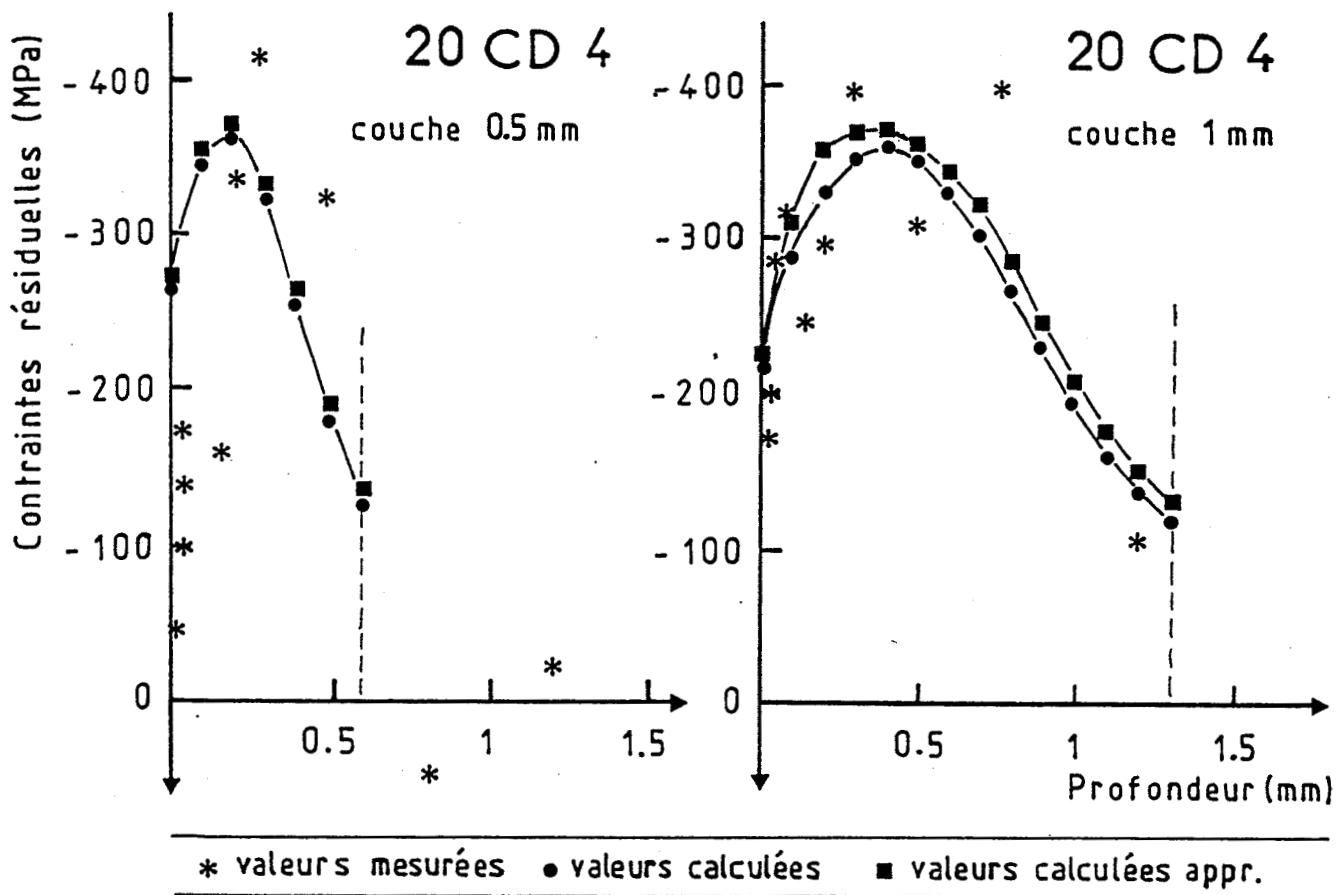
#### IV.12 Contraintes.

Les données suffisent pour calculer comme indiqué plus haut les variations relatives de volume  $V/V$  en fonction de la profondeur, par exemple tous les 0.1 mm. Pour une meilleure précision et par commodité, une fonction  $f(r)$  polynômiale de degré 3 a été retenue pour le calcul des contraintes (expressions du § III.23). Les valeurs obtenues sont données dans le tableau III.

20 CD 4	COUCHE					
	1 mm			0.5 mm		
d * 100 (mm)	$\Delta V / V$ ( $10^{-4}$ )	$-\sigma_z$ (MPa)	$-\sigma_{z.appr}$ (MPa)	$\Delta V / V$ ( $10^{-4}$ )	$-\sigma_z$ (MPa)	$-\sigma_{z.appr}$ (MPa)
0	27.71	220	210	34.57	266	276
10	39.21	288	319	42.34	349	350
20	42.83	332	354	44.23	361	368
30	44.48	356	370	40.18	322	329
40	44.26	361	368	32.82	255	259
50	43.62	352	361	25.45	180	189
60	41.91	332	345	18.76	119	125
70	39.48	303	322			
80	35.64	268	285			
90	31.43	232	245			
100	26.85	196	202			
110	24.245	163	177			
120	21.671	138	152			
130	18.891	123	126			

**Tableau III** : Variation relative de volume, contrainte axiale et contrainte axiale approchée, calculée à partir des relations (27) et (29), en fonction de la profondeur pour les cylindres cimentés en 20CD4.

La figure 4 présente pour les deux cas l'évolution de la contrainte axiale  $\sigma_z$  et la comparaison avec les points expérimentaux. Bien que le domaine d'incertitude sur les valeurs expérimentales ne soit pas précisé dans [18], les écarts observés entre points voisins laissent penser que ce domaine est assez important. Il est intéressant de signaler que l'évolution des contraintes axiales  $\sigma_z$  et circonférentielles  $\sigma_\theta$  est semblable, les valeurs de  $\sigma_\theta$  étant systématiquement supérieures de 130 à 150 MPa aux valeurs de  $\sigma_z$ .



**Figure 4** : Evolution des contraintes axiales calculées et comparaison avec les valeurs expérimentales pour les cylindres en 20CD4.

Compte tenu des difficultés des mesures des contraintes, surtout près de la surface, et des hypothèses posées pour la modélisation, la corrélation entre les valeurs calculées et expérimentales est tout à fait correcte, comme il apparaît sur la figure 4.

Les différences constatées au voisinage de la surface proviennent pour la plus grosse part de la difficulté de mesurer avec précision la teneur en éléments interstitiels près de la surface à cause des effets de bord, et de la présence d'oxydation ou de porosité en surface qui peuvent modifier le champ de contraintes au voisinage de la surface.

#### IV.13 Approximation.

Les valeurs de la contrainte axiale  $\sigma_{z.appr}$  ont été également calculées, selon les expressions (29) et (30), point par point en fonction de la profondeur et sont aussi données dans le tableau III. En adoptant comme critère de comparaison :

$$\Delta\sigma_z = [\sigma_z - \sigma_{z.appr}] / \sigma_z \quad (31)$$

on peut vérifier, avec les valeurs de ce tableau, que la valeur moyenne de  $\Delta\sigma_z$  est de 5.5 et 3% respectivement pour les couches d'épaisseur 1 et 0.5 mm, ce qui eu égard au gain de simplicité de calcul est tout à fait acceptable.

Enfin, l'examen de la figure 4 montre que les expressions approchées conduisent elles aussi à une bonne prévision des contraintes résiduelles.

#### VI.2 Deuxième exemple: Cas de disques carbonitrurés.

##### IV.21 Données.

L'acier étudié est un acier 27 CD 4 dont la composition est donnée tableau II. Les échantillons sont des disques de 25 mm de diamètre et de 5 mm d'épaisseur ayant subi différents traitements de carbonituration repérés A, B, C et D, et précisés figure 5.

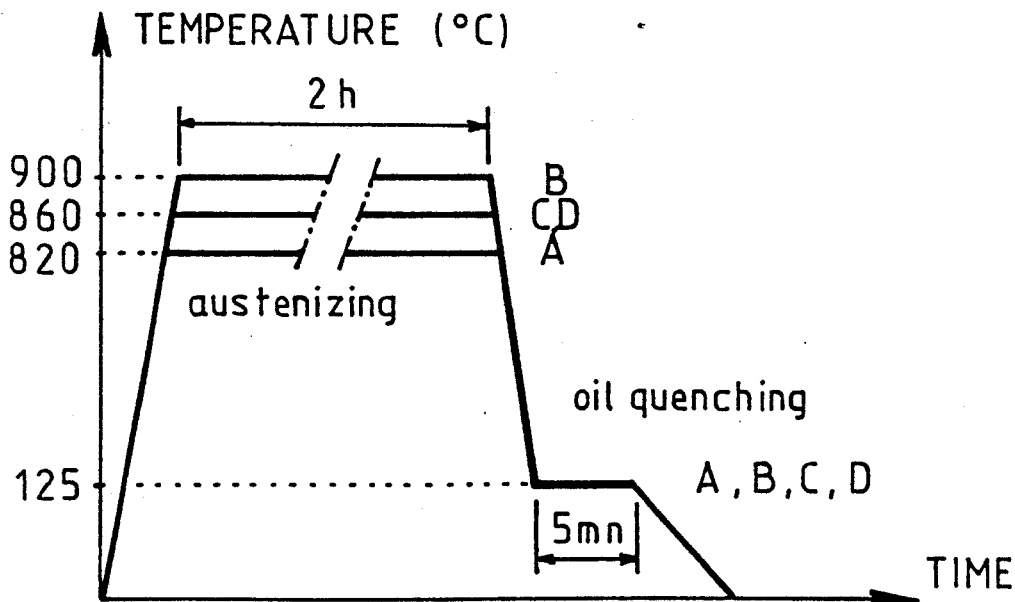


Figure 5 : Différents traitements de carbonituration A, B, C et D.

Les couches carbonitrurées ont été caractérisées par la détermination, de la surface vers le coeur :

- des profils de microdureté obtenus en utilisant un microduromètre Vickers sous une charge de 200 g,

- des profils de concentration en carbone et azote obtenus par décharge électroluminescente,

- des profils de distribution des contraintes résiduelles obtenus à l'aide d'un diffractomètre automatique à rayons X Seifert.

Ces profils ont été établis par dissolution électrolytique de tranches successives de matière d'épaisseur 0.05 mm. Tous ces résultats sont détaillés dans le tableau IV.

Dist. mm	0	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25	0.30	0.35	0.40	0.45	0.50	0.55	
A	0.7	0.7	0.68	0.62	0.55	0.48	0.43	0.38	0.34	0.32	---	0.30	
%C B	0.55	0.54	0.54	0.53	0.52	0.50	0.48	0.45	0.42	0.40	0.38	---	
C	0.60	0.60	0.58	---	0.56	0.46	0.42	0.39	0.36	0.34	0.32	0.31	
D	0.58	0.57	0.56	0.54	0.52	0.49	0.45	0.42	0.39	0.36	0.34	0.32	
A	0.68	0.60	0.43	0.26	0.18	0.12	0.08	0.04	0.03	0.02	---	0.02	
%N B	0.26	0.23	0.20	0.17	0.15	0.12	0.10	0.08	0.05	0.04	0.03	---	
C	0.63	0.52	0.39	---	0.19	0.13	0.08	0.05	0.04	0.02	0.02	0.01	
D	0.60	0.36	0.28	0.23	0.18	0.14	0.10	0.07	0.04	0.03	0.01	0	
A	153	95	126	235	241	308	223	117	56	70	---	-2	
MPa B	243	282	285	272	271	---	241	170	185	165	139	---	
C	226	246	277	---	327	334	292	293	255	131	38	27	
D	255	285	294	292	254	283	281	248	147	147	110	95	
A			<---		<i>non mesurable</i>								>---
Fa B	10.1	17.3	18.3	16.2	13.4	11.6	8.9	7.2	5.4	4.6	3.7	---	
C	18.3	23.5	23.1	---	14.9	12	6.7	6.2	4.7	2.8	1.2	---	
D	16.7	22.8	23.7	19.4	15.6	12.2	9.5	5.8	4.5	3.6	7.6	3.1	
A	890	899	910	890	870	810	750	700	640	605	---	560	
Hv B	897	905	903	902	893	870	830	805	775	750	725	---	
C	922	930	918	---	913	880	800	760	715	650	615	600	
D	919	912	923	922	918	900	861	790	750	710	675	650	

**Tableau IV : Résultats expérimentaux pour les traitements A, B, C et D.**

#### IV.22 Contraintes.

Les contraintes résiduelles ont été calculées suivant les relations du paragraphe III.14 et sont présentées dans le tableau V avec les contraintes mesurées ainsi que les variations relatives de volume.

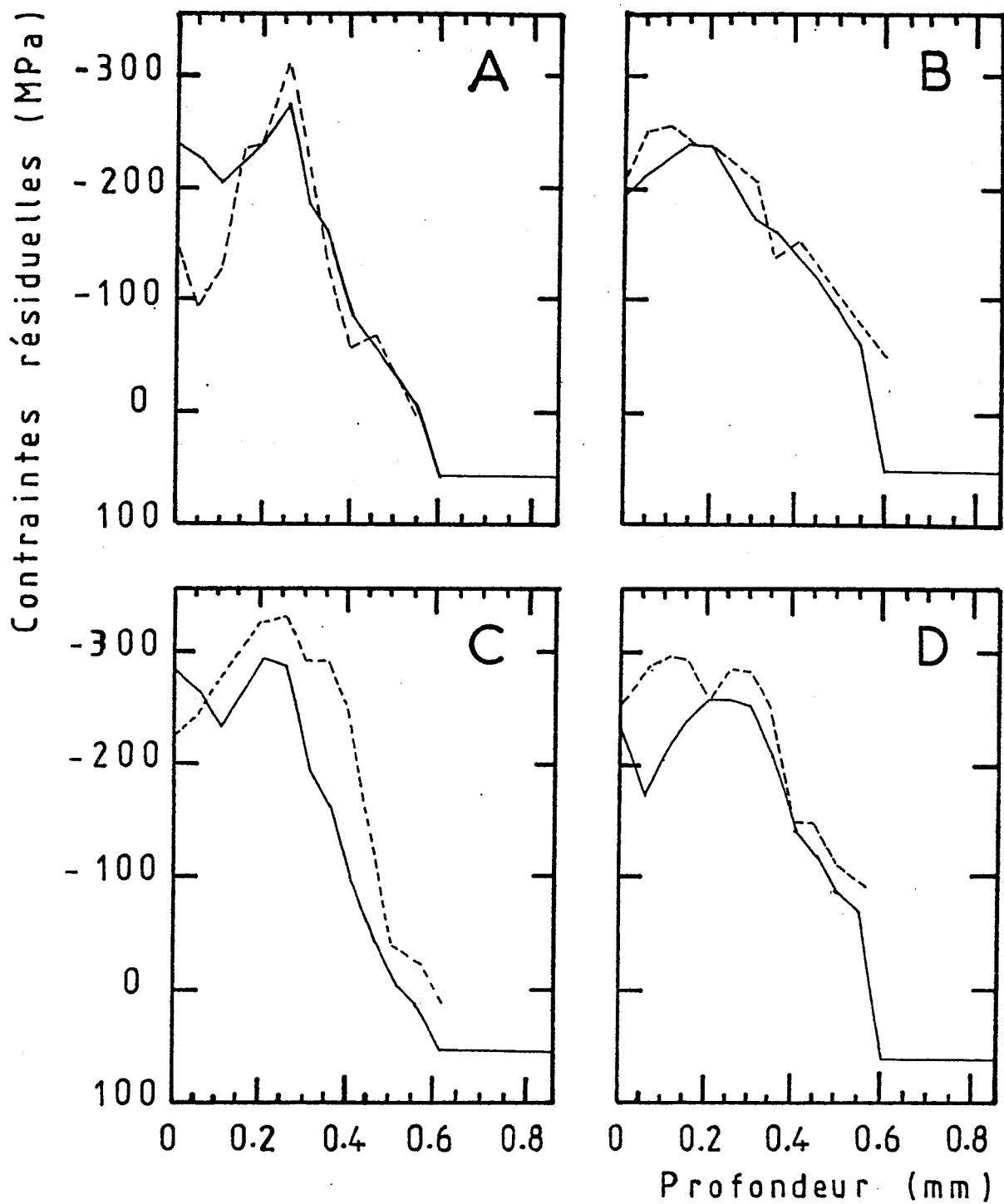
27 CD 4	TRAITEMENTS											
	A			B			C			D		
d * 100 (mm)	(-1-)	(-2-)	(-3-)	(-1-)	(-2-)	(-3-)	(-1-)	(-2-)	(-3-)	(-1-)	(-2-)	(-3-)
0	4.50	240	153	4.09	252	243	5.55	286	226	5.01	226	255
5	4.37	228	95	4.35	261	282	5.35	267	246	4.46	170	285
10	4.13	204	126	4.57	223	285	5.03	235	277	4.84	208	294
15	4.35	268	235	4.82	228	272				5.13	238	292
20	4.53	225	241	4.90	270	271	5.66	297	327	5.32	256	254
25	4.83	274	308	4.75	253	241	5.58	289	334	5.58	255	283
30	3.99	189	223	4.52	218	170	4.70	201	292	5.22	247	281
35	3.67	157	117	4.44	196	185	4.36	167	293	4.84	208	248
40	3.04	89	56	4.26	169	165	3.72	103	255	4.15	239	147
45	2.73	63	70	4.05	143	139	3.17	48	131	3.96	120	147
50				3.79	113	83	2.77	8	38	3.61	86	110
55	2.28	7	-2				2.58	-10	27	3.41	66	95
coeur	1.57	-53		2.39	-56		2.12	-56		2.12	-62	

(-1-)  $\Rightarrow \Delta V / V$  ( $\cdot 10^{-3}$ ) ; (-2-)  $\Rightarrow -\sigma_{calculée}$  (MPa) ; (-3-)  $\Rightarrow -\sigma_{mesurée}$  (MPa)

**Tableau V** : Variation relative de volume et contrainte en fonction de la profondeur pour les disques carbonitrurés en 27 CD 4.

La figure 6 donne une comparaison entre les valeurs calculées et mesurées des contraintes. Quelques écarts sont observés, en particulier à proximité immédiate de la surface.

L'incertitude sur les valeurs expérimentales des contraintes est évaluée généralement à +/- 5%, et sans doute plus en surface et dans son voisinage immédiat de par la présence de porosités et des phénomènes d'oxydation superficielle. De plus, ces phénomènes rendent difficile la mesure de microdureté en surface. Comme cette mesure intervient directement dans la détermination des fractions volumiques et par suite dans le calcul des contraintes, ceci explique la différence entre mesures et calculs au voisinage immédiat de la surface. Pour le reste, les évolutions générales et les ordres de grandeur des contraintes prévues sont en bon accord avec les contraintes mesurées.



27 CD 4 ----- mesurées — calculées

**Figure 6** : Evolution des contraintes calculées et comparaison avec les valeurs expérimentales pour les disques en 27CD4.



## VII Conclusions.

Dans cette étude, nous avons développé un modèle simple de prévision des contraintes résiduelles induites par traitements thermo-chimiques de cémentation ou carbonituration suivis de trempe. Ce modèle prend en compte les variations locales de volume dues aux transformations métallurgiques. L'originalité du modèle est que l'état microstructural qui serait obtenu après un refroidissement lent est pris comme état de référence.

Les duretés et fractions volumiques des phases sont mesurées ou calculées "après" le traitement thermique. Ces mesures a posteriori justifient l'utilisation d'un modèle purement élastique, puisque la plastification de transformation est prise en compte implicitement dans ces mesures. Appliqué à deux géométries différentes telles que disque et cylindre, le modèle proposé permet d'estimer avec une bonne précision les contraintes résiduelles après trempe, tant au point de vue de la contrainte maximale que de la répartition des contraintes à travers la couche durcie. Une version simplifiée du modèle est aussi proposée qui conduit à des prévisions tout à fait convenables.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] BECK (G.)**  
*Les contraintes internes associées au traitement des alliages.*  
*Mém. Sc. Rev. Mét. , n°6, (1985), p269.*
- [2] CONVERT (F.)**  
*Origine des déformations au traitement thermique.*  
*Traitement thermique. 191, (1985), p31.*
- [3] LEMAITRE (R.), LEBRUN (J.L.), MAEDER (J.)**  
*Contraintes résiduelles et fatigue.*  
*Matériaux et Techniques. (Sept-Oct 1982), p297.*
- [4] EBERT (L.T.)**  
*The role of residual stresses in the mechanical performance of case carburized steels. Met. Trans. A . Vol 19A, (Nov 1978), p1537.*
- [5] BRUSSON (J.P.)**  
*Contraintes résiduelles dans les pièces cémentées soumises à la fatigue.*  
*Traitement Thermique, 85, (1974), p51.*
- [6] BECKER (M.L.), PHILLIPS (C.E.)**  
*Internal stresses and their effect on the resistance of spring steels.*  
*J.I.S.I., Vol 133, (1936), p427.*
- [7] CONVERT (F.)**  
*La prévision des contraintes apparaissant lors des traitements thermiques. Cas de la trempe. CETIM. Journées sur les contraintes résiduelles en mécanique, Senlis, (19-20 Nov 1986), pl.*
- [8] DENIS (S.), SIMON (A.), BECK (G.)**  
*Analysis of the thermomechanical behavior of steel during martensitic quenching and calculation of internal stresses. Eigenspannungen Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, E.V., Band 1 (1983), p231.*
- [9] JACK (D.H.), JACK (K.H.)**  
*Carbides and nitrides in steel. Mat. Sc. Eng., 11 (1973), pl.*
- [10] KOISTINEN (D.P.), MARBURGER (R.E.)**  
*A general equation prescribing the extent of the austenite martensite transformation in pure iron, carbon alloys and plain carbon steels.*  
*Acta. Met., 7, (1959), p59.*
- [11] STEVEN (W.), HAYNES (A.G.)**  
*J. Iron Steel Inst. Vol. 183 (1956), p349.*
- [12] HAYNES (A.G.)**  
*Interrelation of isothermal and continuous cooling heat treatments of low alloy steel and their practical significance. The Iron and Steel Institute. Heat Treatment of Metals, Special Report n°95, (1966), p13.*

- [13] PARRISH (G.)**  
*The influence of microstructure on the properties of case-carburized components. A.S.M., Metals Park, Ohio. (1980).*
- [14] LESAGE (J.), IOST (A.)**  
*Prévision de la microstructure des couches obtenues par carbonitruration et trempe. Advances in Surface Treatments. Pergamon Press, Vol. 5 (1987), p47.*
- [15] HERTZMAN (S.)**  
*An experimental and thermodynamic study of the FeCrCN system at 1273K. Met. Trans., Vol. 18A, (1987), p1753.*
- [16] BLONDEAU (R.), MAYNIER (P.), DOLLET (J.), VIEILLARD-BARON (B.)**  
*Prévision de la dureté, de la résistance et de la limite d'élasticité des aciers au carbone et faiblement alliés d'après leur composition et leur traitement thermique. Mém. Sc. Rev. Mét., n°11, (1975), p759.*
- [17] BRISSON (J.), BLONDEAU (R.), MAYNIER (P.), DOLLET (J.)**  
*Contribution à la connaissance de la dureté des différentes structures des aciers au carbone et moyennement alliés. Mém. Sc. Rev. Mét. 72, n°2, (1975), p115.*
- [18] GUIMIER (A.), POURPRIX (Y.), FLAVENOT (J.F.)**  
*Influence des paramètres de réalisation d'une couche cémentée sur la tenue en fatigue d'un acier de pignonnerie. Traitement Thermique, 218 (1988), p49.*

## **CHAPITRE III**

**Rôle de la microstructure et des contraintes résiduelles  
sur la résistance à l'amorçage de fissures de fatigue  
d'aciers durcis superficiellement**

**- SOMMAIRE -**

<b>I. Introduction.</b>	<b>54</b>
<b>II. Durcissement superficiel - Résistance à la fatigue.</b>	<b>55</b>
<b>III. Modes opératoires - Résultats expérimentaux.</b>	<b>59</b>
III.1 Matériaux et traitements de carbonituration.	59
III.2 Essais mécaniques.	60
III.3 Etude par diffraction des rayons X.	61
III.4 Résultats expérimentaux.	62
<b>IV. Etude microstructurale.</b>	<b>63</b>
IV.1 Microscopie optique.	63
IV.2 Evolution des caractéristiques de fatigue en fonction de la teneur en austénite.	64
<b>V. Etude de la transformation de l'austénite par Microscopie Electronique à Balayage (M.E.B.).</b>	<b>66</b>
<b>VI. Analyse morphologique de la rupture.</b>	<b>68</b>
VI.1 Porosité.	68
VI.2 Discussion sur les principaux aspects du faciès de rupture.	68
<b>VII. Conclusions.</b>	<b>74</b>
<b>VIII. Bibliographie.</b>	<b>75</b>

## I. Introduction.

Le durcissement superficiel des matériaux métalliques peut être obtenu par une grande diversité de procédés mécaniques, thermiques, thermochimiques ou physico-chimiques. Les buts poursuivis sont principalement l'amélioration de la résistance à l'usure et à l'oxydation à basse ou haute température.

Du point de vue de la résistance à la fatigue, seuls sont recherchés les traitements conduisant à un état de contraintes résiduelles de compression au voisinage de la surface des matériaux. En effet, la superposition de ces contraintes avec la contrainte appliquée conduit à un état de contraintes résultant plus favorable en particulier lors de sollicitations de flexion.

Dans les modèles de prévision du comportement en fatigue d'aciers durcis superficiellement, deux aspects liés soit aux contraintes résiduelles [1] soit à la microstructure [2] sont pris en compte. L'existence de ces deux approches n'est pas étonnante puisque contraintes résiduelles et microstructure sont intimement liées [3] comme nous l'avons mis en évidence dans le chapitre II.

Pour un traitement industriel de carbonitruration, la microstructure de la couche est essentiellement martensitique, mais suivant les paramètres de carbonitruration et trempe, une quantité non négligeable d'austénite résiduelle où même de bainite peut être présente [4]. Ainsi, l'intensité, la répartition et même le signe des contraintes résiduelles dans la couche et les propriétés mécaniques peuvent en être affectées.

La première partie de ce chapitre est consacrée à une revue des principaux traitements conduisant à un état de contraintes résiduelles de compression et de leurs effets sur la résistance à la fatigue ainsi qu'à un rappel des divers modèles de prévision du comportement en fatigue.

La seconde partie traite du cas particulier d'un acier 27 MC 5 carbonitruré en phase gazeuse.

## II. Durcissement superficiel - Résistance à la fatigue.

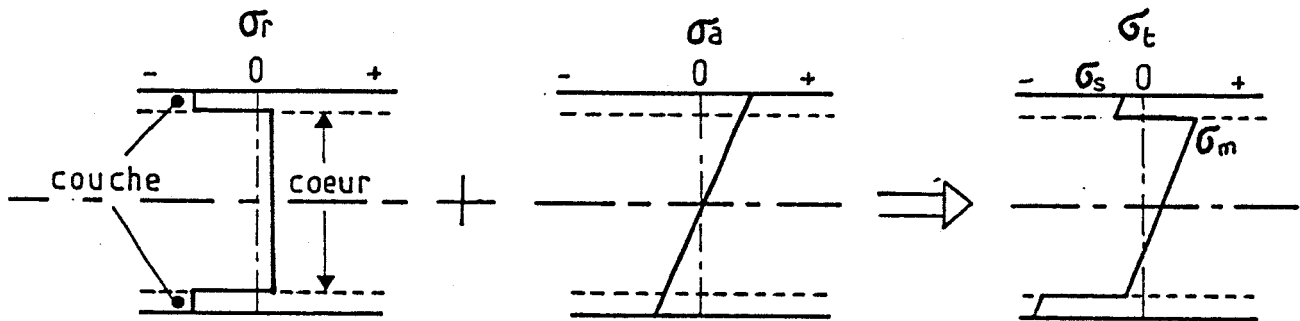
Les valeurs des limites de fatigue obtenues à l'issue des traitements de durcissement superficiel, traduites sous forme de gain comparativement aux performances du matériau de base, montrent que la grande majorité des procédés de durcissement superficiel améliorent l'endurance des pièces. Le tableau I dû à Jacquot [5] met bien en évidence l'augmentation de la limite de fatigue de deux fontes GS suivant la nature du traitement.

Nuance des fontes GS		Traitements superficiels		Eprouvettes	
				Lisses	entaillées
700/2	Thermochimique	Sursulf	72 %	-----	
	Thermochimique	Nitruration gazeuse	68 %	190 %	
	Thermique	Chauffage induction + trempe superficielle	120 %	240 %	
	Mécanique	Galetage	-----	230 %	
900/2	Thermochimique	Sursulf		67 %	
	Thermochimique	Nitruration gazeuse	26 %	106 %	
	Thermique	Chauffage induction + trempe superficielle	43 %	120 %	
	Mécanique	Galetage	-----	160 %	

**Tableau I :** Valeur du gain en pourcentage apporté à la limite de fatigue de fonte GS étudiées pour divers traitements de durcissement superficiels (d'après Jacquot [5]).

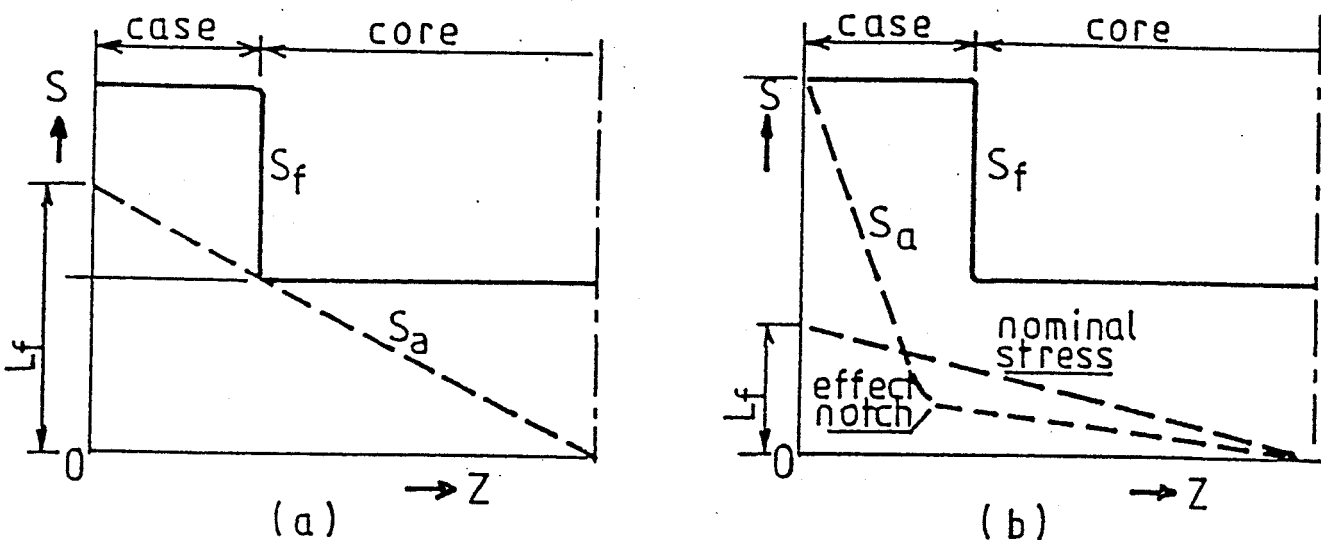
L'action de durcissement superficiel ne peut cependant être dissociée de celles des contraintes résiduelles, en effet, dans la majorité des cas, il est admis que les contraintes résiduelles de compression au voisinage de la surface des pièces conduisent à un état de contrainte favorisant la tenue en fatigue [6]. En effet, si l'on considère que le champ de contraintes résiduelles ( $\sigma_R$ ) se superpose directement au champ de contraintes appliquées ( $\sigma_a$ ), le champ de contraintes résultant ( $\sigma_s$ ) se trouve alors plus faible au voisinage de la surface où l'amorçage des fissures est le plus fréquent en particulier dans le cas de sollicitations de flexion où la contrainte

appliquée est maximum en surface. La représentation schématique de ce processus est montrée sur la figure 1.



**Figure 1 :** Représentation schématique de la superposition des contraintes résiduelles et des contraintes appliquées (cas de la flexion).

A la répartition des contraintes résiduelles, Mittemeijer [1] associe une distribution de la limite de fatigue à travers la pièce. La limite de fatigue est ensuite déduite du point de tangence entre cette distribution simplifiée de la limite de fatigue et la droite représentative du champ de contrainte appliquée. L'augmentation de la limite de fatigue observée lors d'un durcissement superficiel des pièces non entaillées est ainsi expliquée par cet auteur (Figure 2).



**Figure 2 :** Représentation schématique de la distribution de limite de fatigue ( $S_f$ ) associée aux contraintes résiduelles et de la contrainte appliquée ( $S_a$ ); détermination de la limite de fatigue  $L_f$  (d'après [1])

a) pour une éprouvette non entaillée,

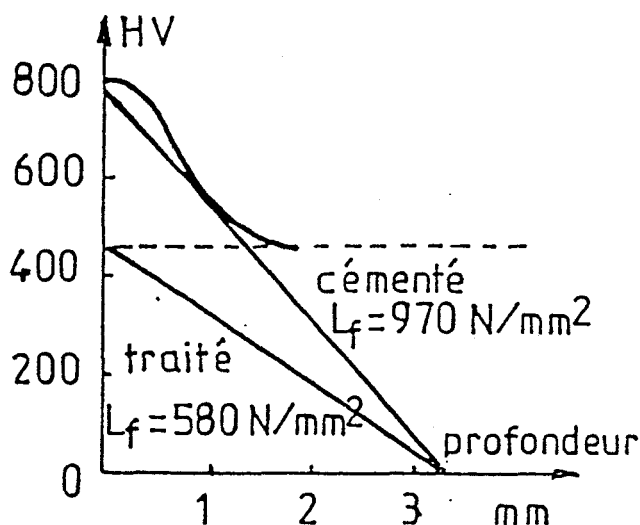
b) pour une éprouvette entaillée.



De manière générale, au gradient de dureté à travers la couche d'un matériau durci superficiellement correspond un gradient de propriétés mécaniques. En particulier, la limite de fatigue varie avec la dureté [7]. De cette constatation Champin et al [2] tirent un modèle permettant de prévoir la limite de fatigue d'un acier cémenté. Ce modèle repose sur deux hypothèses :

- la résistance à la fatigue est proportionnelle à la résistance à la rupture (généralement 1/2 pour les aciers traités thermiquement),
- la résistance à la rupture est proportionnelle à la dureté.

C'est à dire qu'à un profil de dureté correspond un profil similaire de résistance en fatigue à travers la pièce. De manière analogue à celle de Mittemeijer, Champin déduit d'un tel profil un point de tangence avec la droite correspondant à la contrainte appliquée (Figure 3).



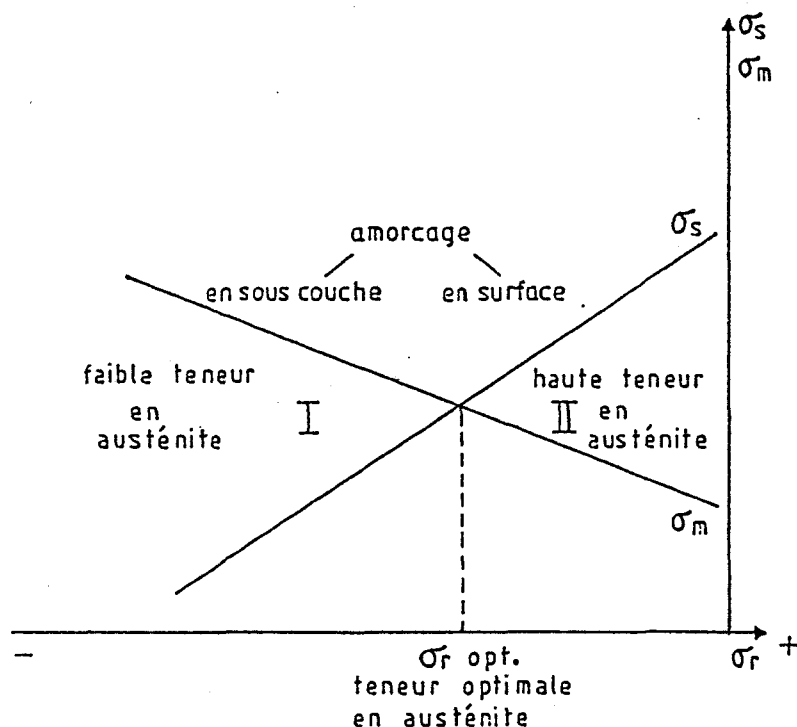
**Figure 3 :** *Limite de fatigue déduite du profil de microdureté (d'après Champin [3]).*

Comme Mittemeijer, Champin trouve ce point sous la surface pour des pièces non entaillées en accord avec ses observations.

Pour prendre en compte l'austénite retenue généralement présente près de la surface d'éprouvettes carbonitrurées, Prado et Arques [8] présentent un modèle où l'influence de l'austénite résiduelle est liée aux contraintes résiduelles, réalisant ainsi une amorce de synthèse entre les modèles précédents.

Ce modèle prend pour point de départ la schématisation des contraintes présentées figure 1. De l'équilibre du champ de contraintes résiduelles ( $\sigma_R$ )

superposé au champ de contraintes appliquées ( $\sigma_a$ ) il est déduit la contrainte en surface ( $\sigma_s$ ) et sous la couche ( $\sigma_m$ ) (Figure 4).



**Figure 4 :** Représentation schématique du modèle de Prado et Arques [8].

Les relations entre  $\sigma_s$  et  $\sigma_R$ ,  $\sigma_m$  et  $\sigma_R$  sont présentées sur la figure 4. Pour une teneur en éléments interstitiels donnée, l'intensité de  $\sigma_R$  est d'autant plus grande que la fraction volumique d'austénite résiduelle retenue est faible. Ainsi, le point de concours entre les droites représentatives des contraintes en surface  $\sigma_s$  et sous la couche  $\sigma_m$  correspond à un maximum pour la limite de fatigue et à un optimum pour la fraction volumique d'austénite retenue.

Le modèle indique que les sites d'amorçage de fissures devraient apparaître sous la surface quand la valeur de  $\sigma_R$  correspond à la zone I où  $\sigma_m > \sigma_s$ , et à la surface quand la valeur de  $\sigma_R$  correspond à la zone II où  $\sigma_s > \sigma_m$ . Dans la zone II, la transformation de l'austénite en martensite pendant la sollicitation de fatigue conduit à un état de contrainte plus favorable en surface car  $\sigma_s$  tend à décroître. Dans la zone I, la transformation de l'austénite conduit à une augmentation de  $\sigma_R$  et à une diminution corrélative de  $\sigma_m$ , la conséquence est une diminution de la durée de vie et un amorçage en sous couche. Il a également été observé par Gourmand [9] que des épaisseurs de traitement faibles entraînaient des amorces de rupture en sous couche.

Tous les modèles présentés conduisent à des conclusions analogues sur le comportement général des échantillons entaillés ou non. Cependant, la microstructure de la couche carbonitrurée peut être relativement complexe lorsqu'une quantité importante d'austénite et/ou de bainite est présente. De plus, suivant le traitement thermique et/ou les variations de la teneur en éléments interstitiels, des différences importantes sont apportées à la microstructure en particulier pour la quantité d'austénite retenue et la morphologie de la martensite.

Suivant le procédé de durcissement superficiel et le niveau de contrainte appliquée, on peut constater une évolution des contraintes résiduelles au cours de la sollicitation, c'est le cas par exemple pour un acier nitrocarbure testé en flexion à +/- 530 MPa où la contrainte résiduelle en surface passe de -120 à + 20 MPa après 6 104 cycles (Bell [10]). Pour un acier recuit sollicité en flexion alternée, Kodama [11] montre que les contraintes résiduelles introduites par grenailage diminuent linéairement avec le logarithme du nombre de cycles.

Cependant, Starker [12] n'observe pas d'évolution pour un acier grenailé trempé (800 HV), mais une évolution pour le même acier trempé revenu (600 HV). De manière générale la relaxation des contraintes résiduelles est d'autant plus importante que les caractéristiques mécaniques sont faibles.

### III. Modes opératoires et résultats expérimentaux.

#### III.1 Matériau et traitements de carbonitruration.

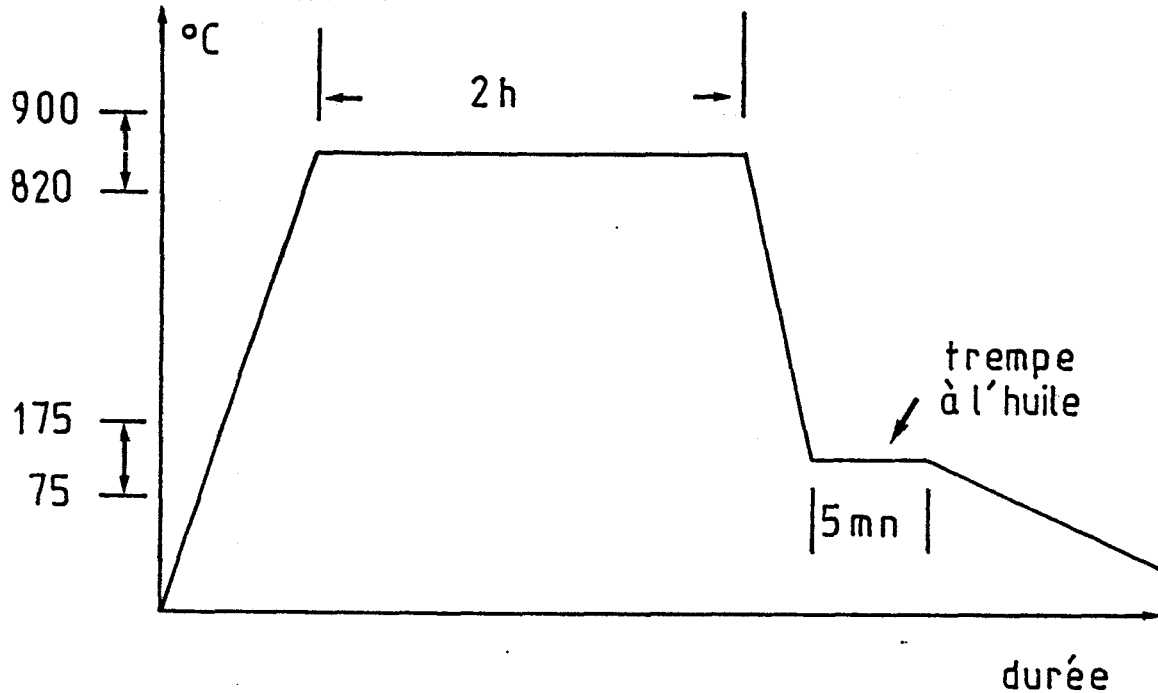
L'acier utilisé pour les traitements de carbonitruration est l'acier 27 MC 5 dont la composition est donnée dans le tableau II.

Elts	C	Mn	Cr	Ni	Mo	Si	S	P	Al	Cu
27MCS	0.26	1.29	1.09	0.145	0.04	0.265	0.033	0.017	0.04	0.155

**Tableau II :** *Composition chimique de l'acier 27 MC 5 (% en poids).*

La durée d'austénitisation est de deux heures pour tous les traitements. La carbonitruration est suivie d'une trempe à l'huile chaude immédiatement à partir de la température d'austénitisation (Figure 5).

## CARBONITRURATION



Point de rosée : - 3 à + 2 °C

Débit de  $\text{NH}_3$  : 0 à 400 l/h

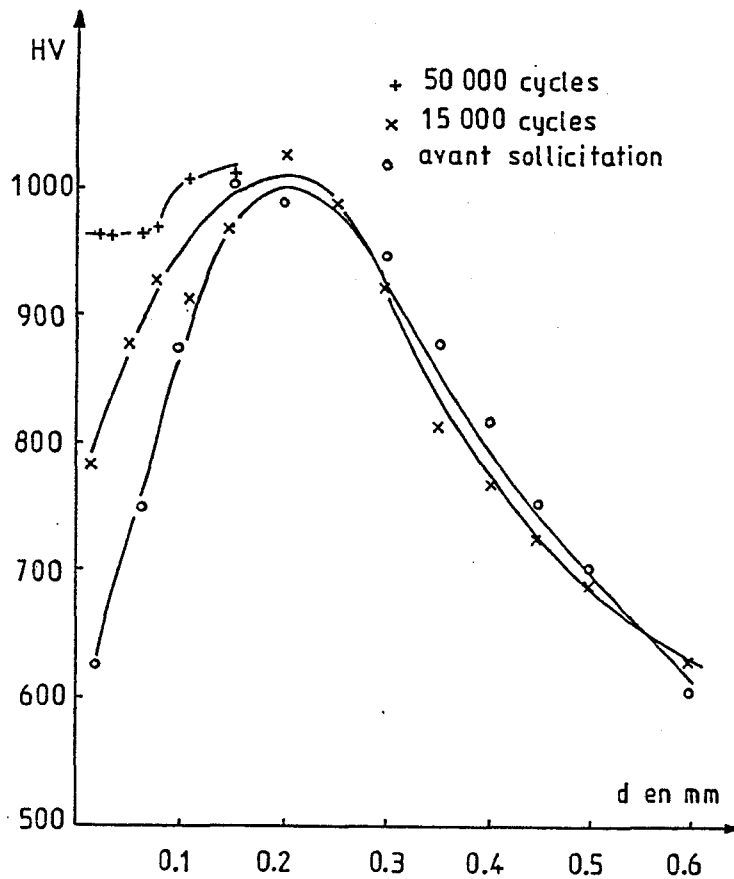
**Figure 5 :** Profil de carbonituration pour les aciers 27 MC 5.

La carbonituration est effectuée en utilisant un gaz, support, endothermique enrichi avec du gaz de Groningue pour l'apport de carbone et en ammoniac pour l'apport d'azote.

### III.2 Essais mécaniques.

Les échantillons sont de type Charpy U avec entaille semi-circulaire ( $r=2\text{mm}$ ). Ils sont testés en flexion trois points sous une contrainte maximum de 1630 MPa et un taux de contrainte  $R = 0.11$  ( $f = 100$  Hz).

La dureté est mesurée à l'aide d'un microduromètre Leitz sous une charge de 200 g. Une coupe transversale de l'échantillon est préalablement polie et les points de mesure sont effectués tous les 0.05 mm de la surface vers le coeur. La modification de microstructure intervenant au cours du cyclage est bien mise en évidence sur la figure 6 où l'on peut constater une augmentation de la dureté mesurée sur le même échantillon pour différentes durées de sollicitation sous une même charge d'application.



**Figure 6 :** Evolution de la dureté en cours de cyclage par transformation de l'austénite en martensite.

L'étude radiocristallographique montre que la modification de dureté peut être attribuée essentiellement à la transformation de l'austénite retenue en martensite.

### III.3 Etude par diffraction des rayons X.

Les valeurs des contraintes résiduelles à travers la couche durcie sont obtenues à l'aide d'un diffractomètre automatique à partir du pic [211] de la ferrite ( $2\theta = 156^\circ$ ). Onze valeurs de l'angle  $\Psi$  sont utilisées, la surface irradiée est d'environ  $3 \text{ mm}^2$  et la pénétration des rayons X n'excède pas  $6 \mu\text{m}$  (Tableau III). Les mesures sont effectuées en des points situés tous les  $0.05 \text{ mm}$  à partir de la surface jusqu'au coeur des échantillons après enlèvements successifs de matière par dissolution électrolytique.

Pour corroborer les résultats de microdureté sur la transformation de l'austénite donc sur l'augmentation de la martensite, nous avons mesuré tous les 25000 cycles, sur une éprouvette carbonitrurée sans entaille, sollicitée en flexion ondulée à des contraintes croissantes, la variation du rapport des pics (110) de la martensite sur (200) de l'austénite (Figure 7a).

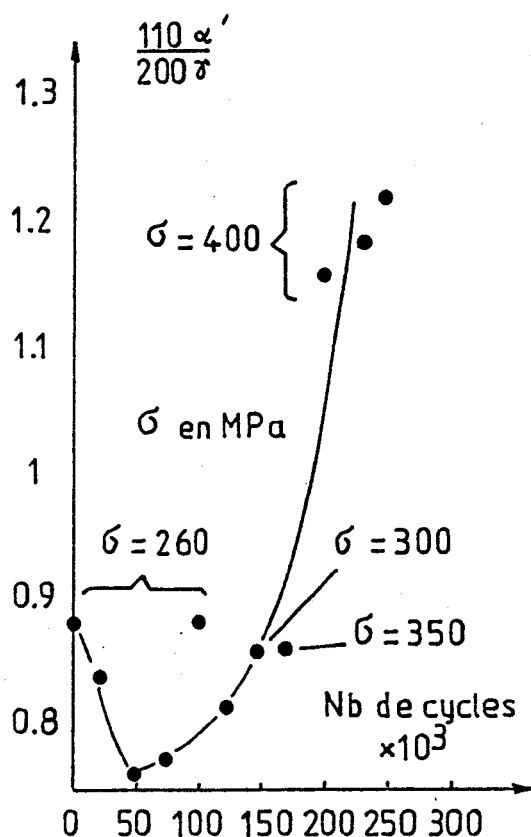


figure 7a

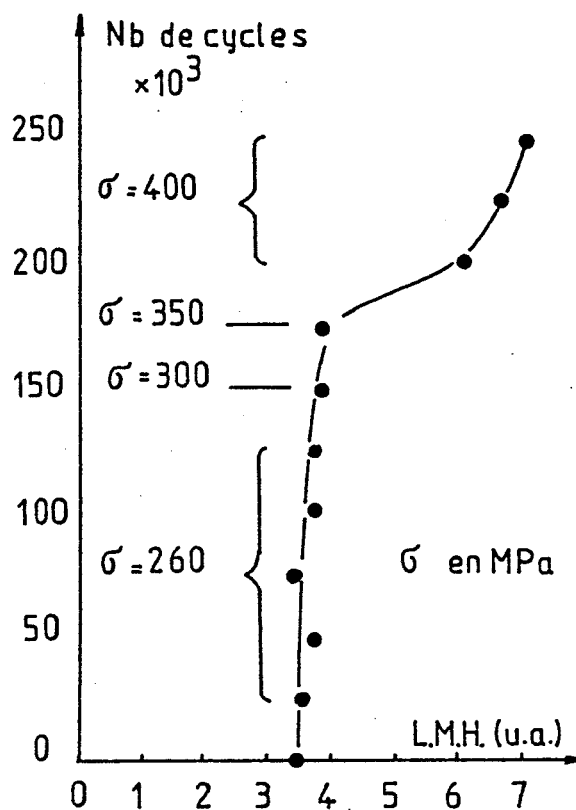


figure 7b

**Figure 7 :** a) Modification du rapport des pics  $(110)\alpha'$  sur  $(200)\gamma'$ ,  
et b) Largeur à mi-hauteur en fonction du nombre de cycles.

Nous avons mesuré également la largeur à mi-hauteur (L.C.M.H.) du pic  $(200)$  de l'austénite. Comme nous l'avons dit dans le chapitre II, ce paramètre ne peut avoir qu'un caractère qualitatif car les effets de taille et de déformation ne sont pas séparables. Néanmoins, la L.C.M.H. peut être reliée à la densité de dislocations ce qui, dans notre cas, correspond à l'écroutissage de l'austénite (Figure 7b).

### III.4 Résultats expérimentaux.

Les valeurs expérimentales des concentrations en carbone et azote, des contraintes résiduelles moyennes dans la couche ( $\sigma_{\text{moy}}$ ), de la fraction volumique d'austénite ( $F_A$ ), du nombre de cycles à l'amorçage  $N_A$  et les paramètres de carbonituration sont rassemblées dans le tableau III, où la lettre B correspond aux

échantillons contenant une quantité de bainite observable par microscopie optique après attaque au Nital.

No.	austenitizing temperature °C	quenching temperature °C	flow rate (NH <sub>3</sub> )	dewpoint °C	C %	N %	F <sub>A</sub> %	σ <sub>m</sub> MPa	N <sub>a</sub> × 10 <sup>*k</sup>	B
1	840	100	300	-1, -2	.57	.72	15.1	-192	5.2	
2	880	150	100	-1, -2	.62	.22	24.4	-196	3.7	B
3	880	100	100	-1, -2	.66	.20	24.5	-172	3.1	
4	840	100	100	-1, -2	.69	.55	23.5	-181	9.1	
5	880	150	300	0, +1	.50	.50	15.5	-207	8.3	B
6	880	100	300	0, +1	.61	.37	4	-191	4.6	B
7	840	150	100	0, +1	.50	.69	16	-241	14.2	B
8	880	100	100	0, +1	.54	.16	13	-220	0.5	
9	840	100	100	0, +1	.59	.59	14.3	-153	1.3	
10	900	125	200	0, -1	.49	.26	8.5	-198	0.5	B
11	860	175	200	0, -1	.49	.41	15	-229	12.1	B
12	860	125	200	+2, +1	.51	.78	15.1	-223	8.3	
13	860	125	200	0, -1	.53	.55	8.5	-195	27.9	B
14	860	125	200	0, -1	.57	.65	15	-202	6.7	
15	860	125	200	0, -1	.57	.71	11.2	-211	26.3	B
16	860	125	200	0, -1	.54	.53	20.9	-169	17.2	
17	860	125	200	0, -1	.54	.78	3.7	-201	9.2	B
18	860	125	200	0, -1	.53	.68	15.2	-165	8.8	

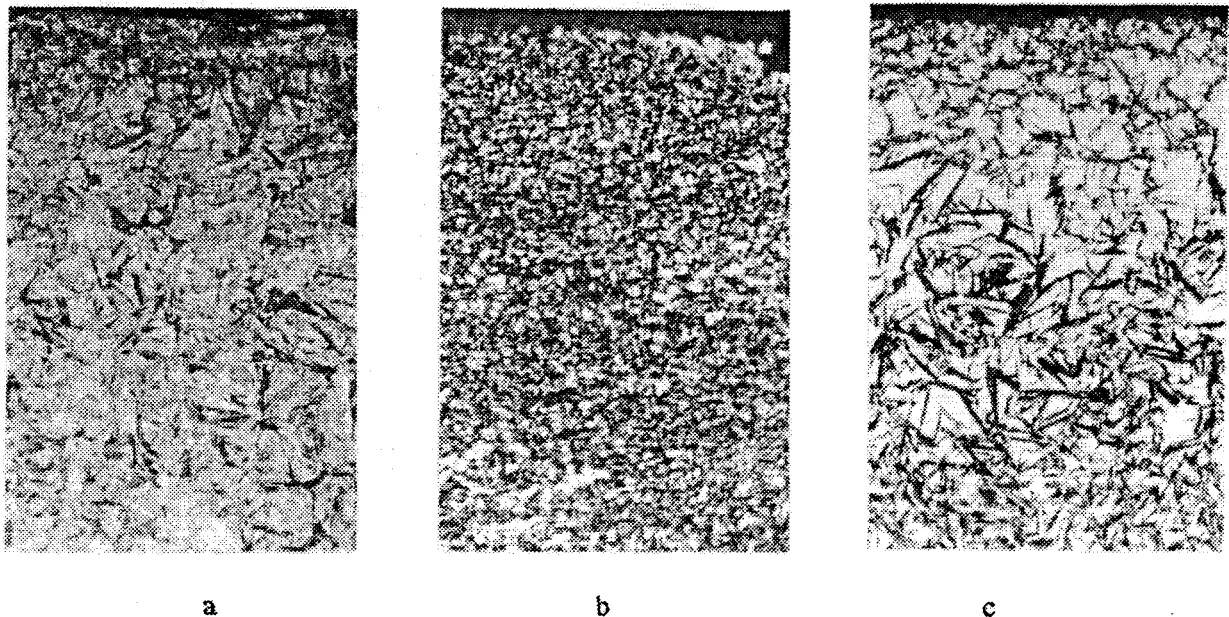
**Tableau III : Paramètres de carbonituration et résultats expérimentaux.**

Comme la teneur totale en éléments interstitiels dans la couche carbonitrurée est supérieure à celle du coeur, lors du refroidissement rapide le coeur se transforme avant la couche. La transformation dans la couche de l'austénite cubique à faces centrées en martensite quadratique se traduit par un gonflement qui ne peut se faire librement du fait de la présence du coeur déjà transformé. La conséquence de ce phénomène est l'apparition de contraintes résiduelles de compression dans la couche et de tension dans le coeur [13].

## IV. Etude microstructurale.

### IV.1 Microscopie optique.

Un examen en microscopie optique est entrepris après une attaque chimique au Nital 2%. Pour les traitements de carbonituration envisagés, conduisant à différentes microstructures de couches (Figure 8), nous discutons les résultats obtenus sur des échantillons testés en flexion trois points.



**Figure 8 :** *Microstructures types de la couche obtenue pour différentes teneurs en atomes d'azote interstitiels mesurées à la surface de l'échantillon (la teneur en carbone est presque la même pour les trois échantillons : 0.6 %)*

a) 0.2 %N

b) 0.4 %N

c) 0.6 %N

Il est clair que ces différents types de microstructures induisent des comportements mécaniques différents pour des échantillons où une quantité observable de bainite est présente ou non.

#### IV.2 Evolution des caractéristiques de fatigue en fonction de la teneur en austénite.

Pour leurs conditions expérimentales Prado et Arques [8] obtiennent un maximum pour la durée de vie pour un taux d'austénite retenue compris entre 0.2 et 0.3 en accord avec les résultats de Wyszowski [14], de Schmuk [15] et Tricot [16].

Pour des niveaux de sollicitations supérieures à la limite de fatigue nous constatons la présence d'un optimum voisin de 0.2 et de 0.1 en présence de bainite au voisinage de la surface pour nos éprouvettes carbonitrurées (Figure 9).



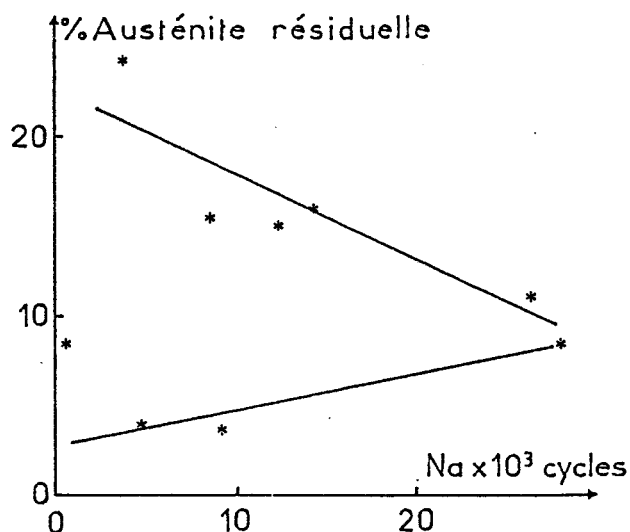


Figure 9a : Présence de bainite.

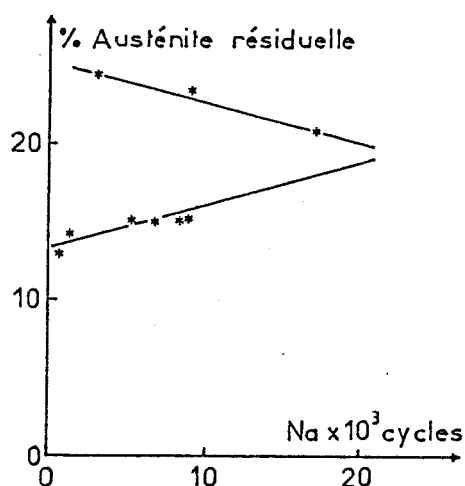


Figure 9b : Quantité de bainite non observable.

**Figure 9** : Nombre de cycles à l'amorçage en fonction du taux d'austénite près de la surface.

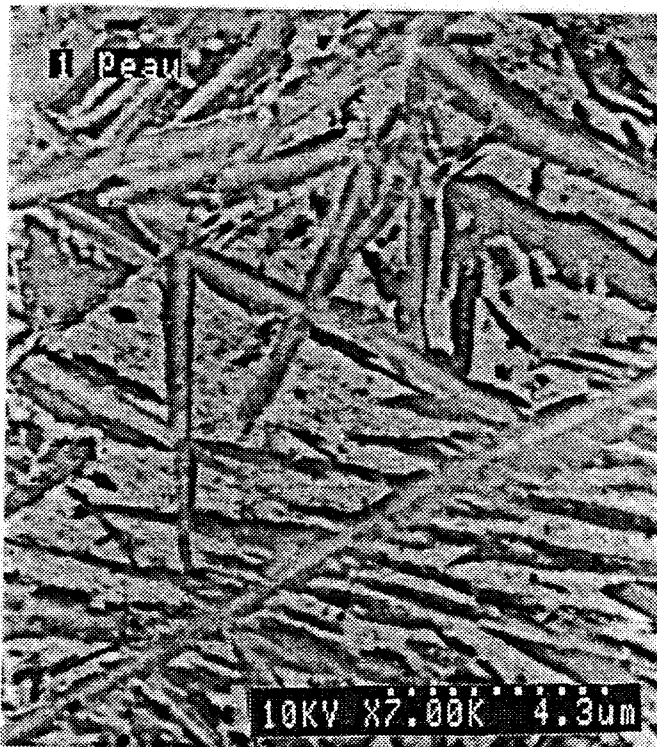
Ces résultats doivent cependant être considérés avec prudence car la concentration en atomes interstitiels dans l'austénite dépend fortement des conditions de carbonituration (Tableau III). De plus, le modèle de Prado prend en compte la fraction volumique moyenne d'austénite retenue dans les trois premiers dixièmes de millimètre. Pour une même valeur moyenne, il peut néanmoins exister des répartitions très différentes de la fraction volumique d'austénite.

Les remarques précédentes expliquent le fait que nous n'ayons pu mettre en évidence une relation directe entre la contrainte résiduelle moyenne et la fraction volumique d'austénite bien que les contraintes résiduelles dépendent pour l'essentiel de la microstructure obtenue après carbonituration et trempe.

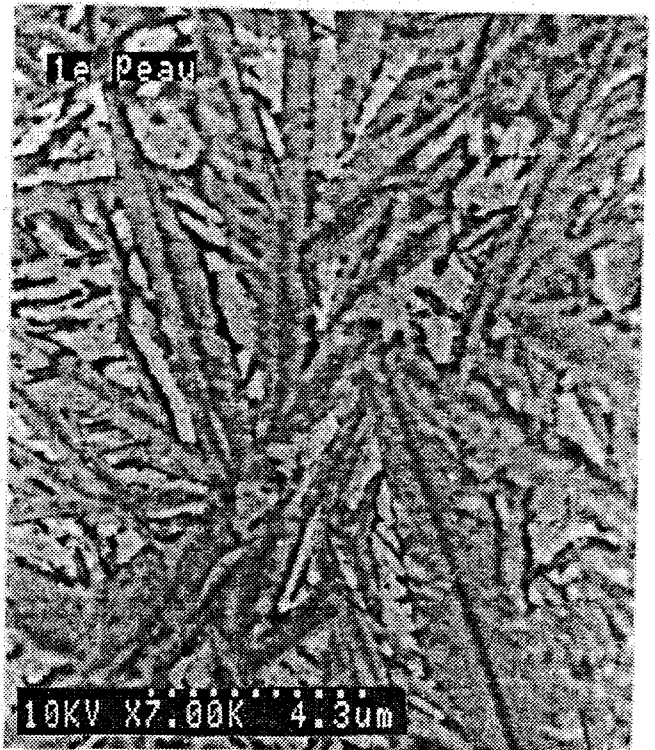
Le modèle de Prado et Arques prévoit que, pour des fractions volumiques d'austénite importantes, la transformation de l'austénite en martensite doit avoir un effet favorable sur la durée de vie. Pour des fractions volumiques faibles, la transformation de l'austénite doit avoir un effet néfaste. C'est en effet ce que nous avons constaté lors des essais de fatigue sur des éprouvettes ayant subi ou non un traitement au froid.

## V. Etude de la transformation de l'austénite par Microscopie Electronique à Balayage (M.E.B.).

Les deux types de comportement sont vérifiés sur des échantillons carbonitrurés présentant une grande quantité d'austénite près de la surface (Figure 10a). Pour les conditions d'essais choisies : flexion trois points ondulée, éprouvette Charpy à entaille semi-circulaire, la durée de vie est importante (88000 cycles) et la transformation de l'austénite en martensite est évidente (Figure 10b).



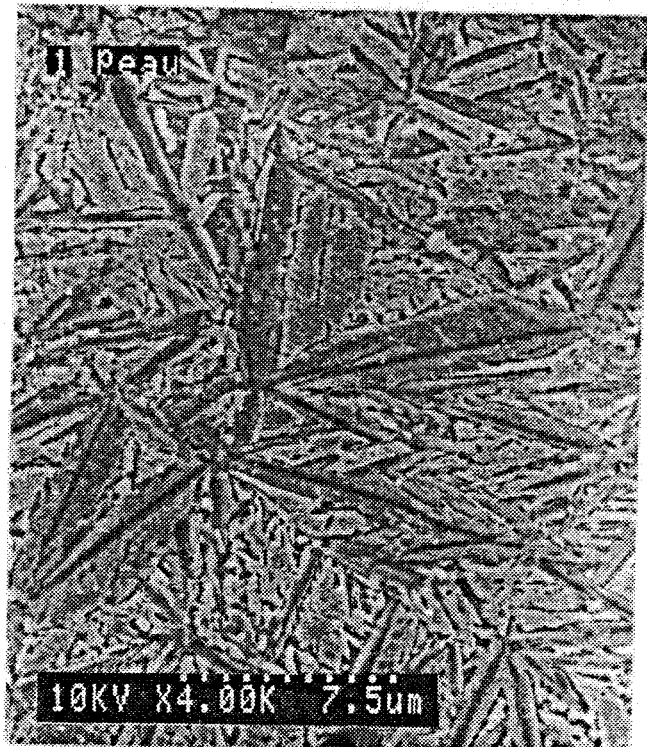
(a)



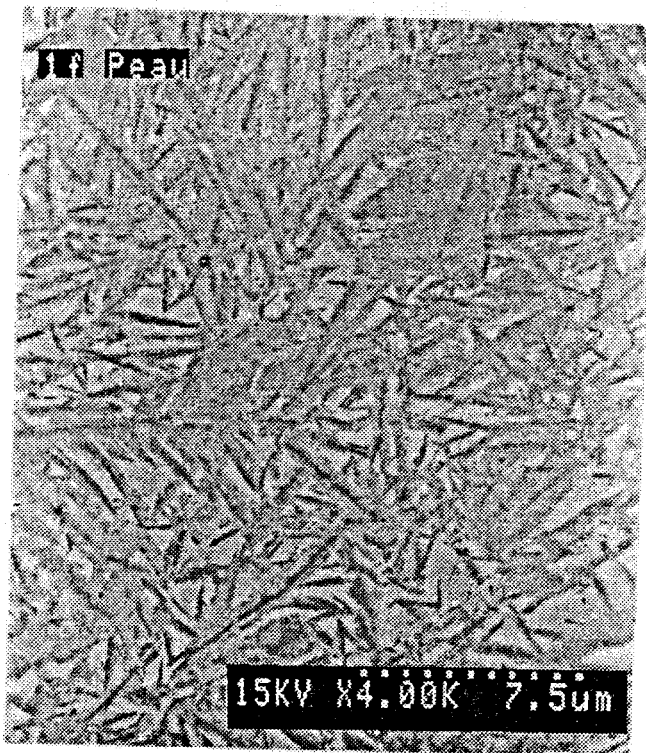
(b)

**Figure 10** : *Microstructure initiale près de la surface (a),  
Microstructure après cyclage (b),  
Observation au M.E.B. (attaque Nital 2%).*

Le second type de comportement est représenté sur la figure 11 où l'austénite retenue a été transformée par traitement au froid à  $-80^{\circ}\text{C}$  dans l'azote liquide pendant 20 mn. Après ce traitement, la durée de vie obtenue est faible (2000 cycles).



(a)



(b)

**Figure 11 :** a) échantillon carbonitruré,

b) échantillon carbonitruré traité au froid ( $-80^{\circ}\text{C}$  pendant 20 mn),

(mêmes conditions de carbonituration que Figure 10).

Observation au M.E.B. (attaque Nital 2%).

## VI. Analyse morphologique de la rupture.

### VI.1 Porosité.

Les traitements industriels de carbonitruration présentent des imperfections qui se traduisent souvent par une porosité au voisinage de la surface des pièces (Figure 12).

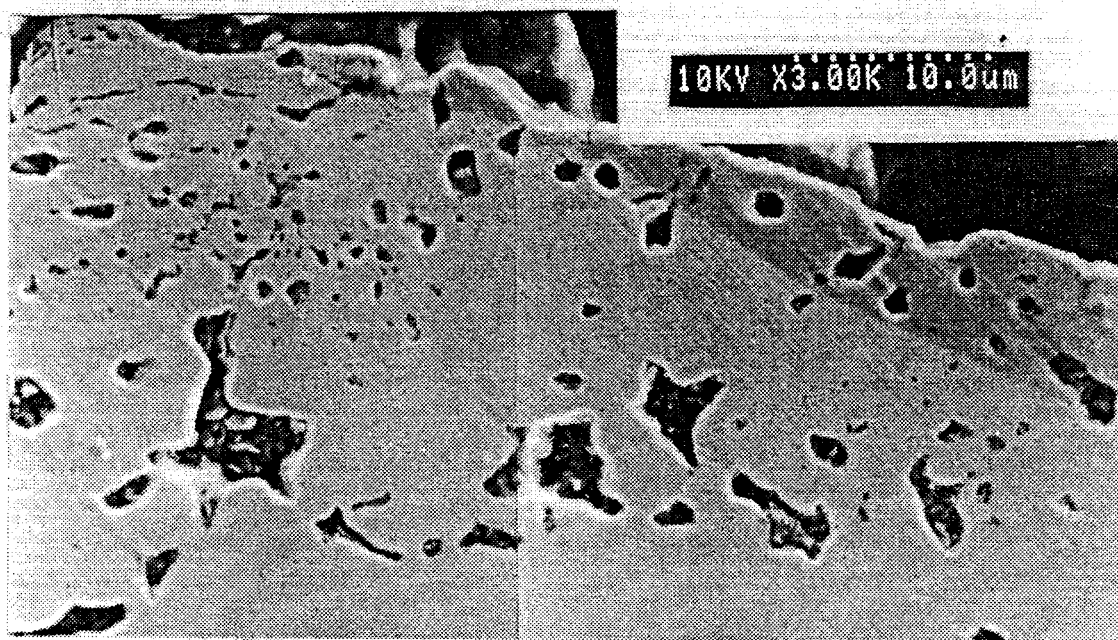


Figure 12 : Porosité en surface des pièces carbonitrurées.

Le rôle de la porosité n'est certainement pas négligeable pour la tenue en fatigue des pièces et certaines études comme celles de Prunel [17] ont bien montré l'effet défavorable de celle-ci. Cependant ce paramètre est extrêmement difficile à contrôler toutes choses étant égales par ailleurs, il ne nous a pas été possible d'étudier plus avant son influence.

### VI.2 Discussion sur les principaux aspects du faciès de rupture.

Deux échantillons en acier 27 MC 5, l'un carbonitruré puis trempé et l'autre carbonitruré puis trempé suivi d'un traitement au froid à  $-80^{\circ}\text{C}$  pendant 20 mn ont été testés en fatigue par flexion trois points ondulée jusqu'à rupture. On doit noter cependant que pour ces deux essais la concentration en atomes interstitiels dans l'austénite est la même puisqu'il s'agit du même traitement de carbonitruration. La morphologie des faciès de rupture est présentée figures 13 et 14 respectivement pour les deux échantillons.

Notre but est ici de localiser la zone d'amorçage en discutant des différents types de rupture rencontrés.

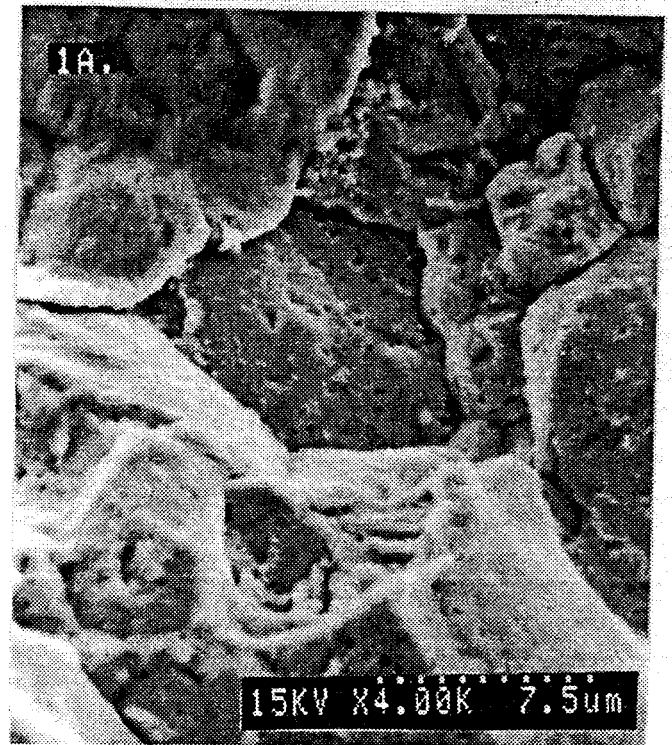
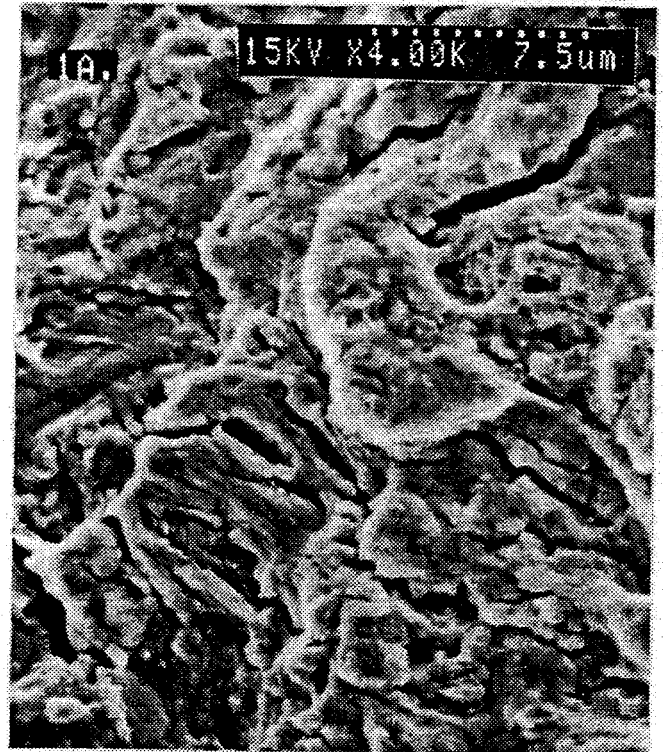
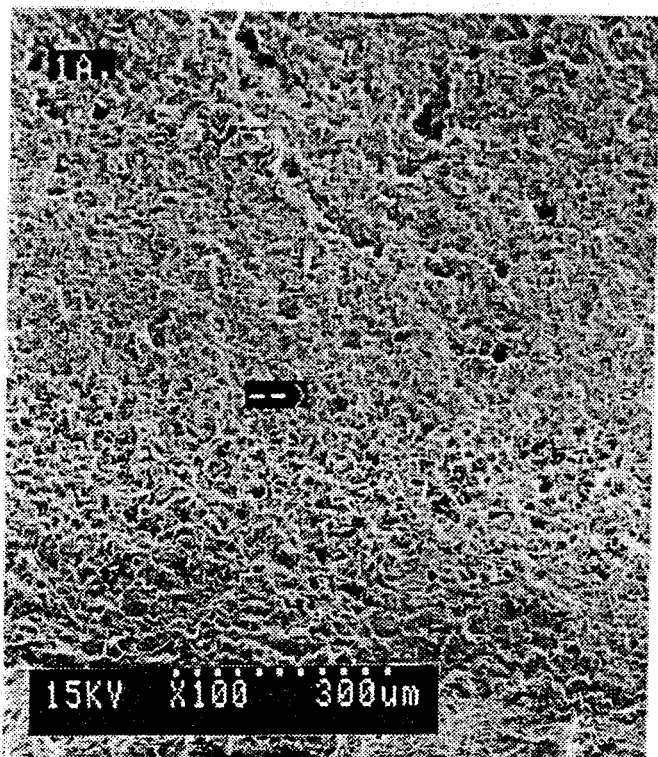
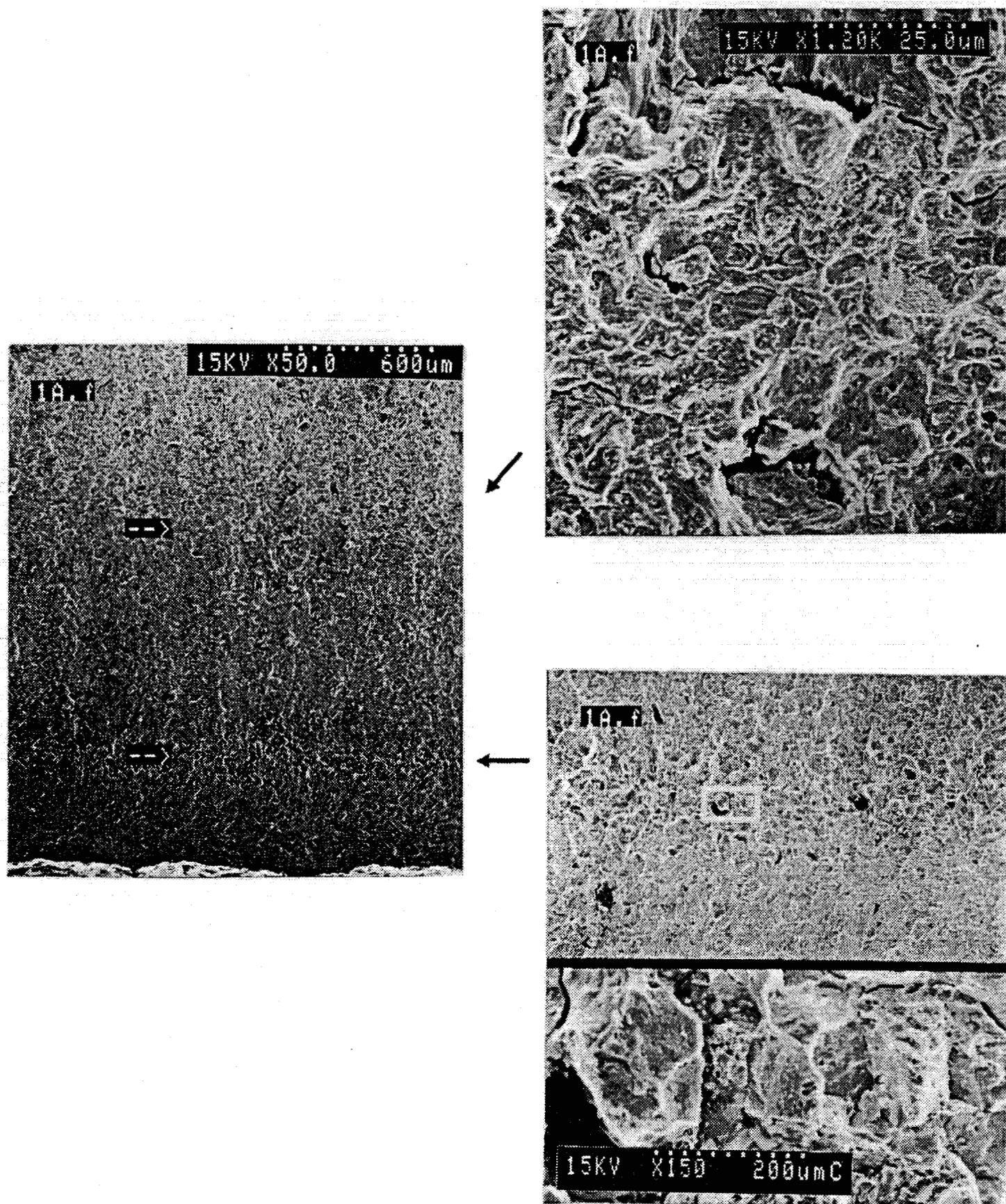


Figure 13 : *Faciès de rupture après fatigue sur une éprouvette carbonitrurée trempée.*

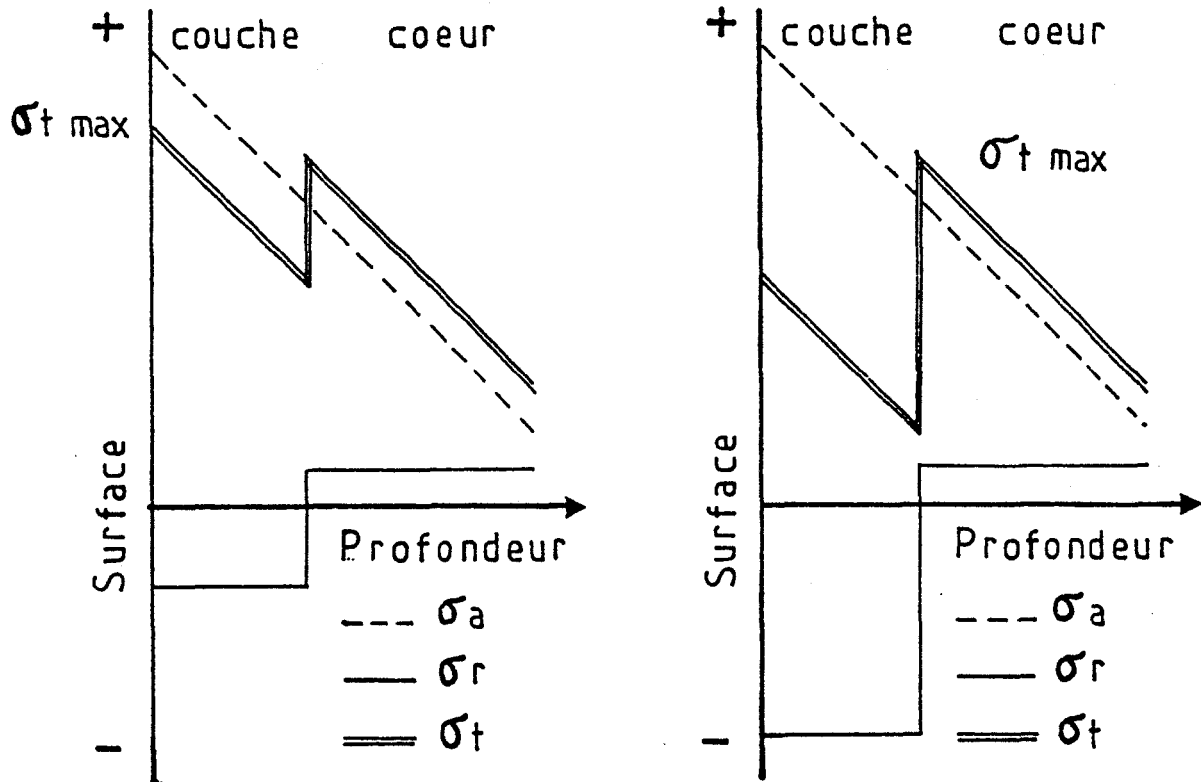


**Figure 14** : *Faciès de rupture après fatigue sur une éprouvette carbonitrurée trempée suivie d'un traitement au froid.*

Sur les deux échantillons, on constate une zone de rupture intergranulaire caractéristique des aciers durcis superficiellement. Ce type de rupture est souvent rencontré lorsque l'environnement joue un rôle primordial (état de contrainte favorable). La rupture intergranulaire est généralement considérée comme fragile. Elle peut se rencontrer lors de chargements statiques ou dynamiques ou même apparaître lors de la fissuration par fatigue.

A proximité de cette zone de rupture intergranulaire, on distingue une zone de rupture par fatigue, caractéristique de cette nuance d'acier, pour laquelle peu de stries de fatigue sont apparentes mais où l'on peut noter la présence de nombreuses fissures secondaires.

Lorsque l'on compare les fractographies correspondantes aux deux échantillons, une différence essentielle apparaît : la position de la rupture intergranulaire se trouve à la surface dans le cas de l'acier non traité et sous la surface pour l'acier traité au froid. Pour expliquer ce comportement, deux hypothèses, liées à l'état de contrainte et à la microstructure, peuvent être considérées (Figure 15) :



**Figure 15 :** Schéma de la superposition des contraintes résiduelles et appliquées  
- Position d'un état de contrainte favorable à la rupture intergranulaire.

\* 1ère hypothèse :

L'amorçage a eu lieu en surface dans les deux cas et l'apparition de la rupture intergranulaire, pouvant apparaître sous certaines conditions de fatigue, est liée à la présence d'un état de contrainte résultant favorable (Figure 15).

En effet, un traitement au froid a pour conséquence de transformer l'austénite en martensite et par conséquent d'intensifier les contraintes résiduelles. La superposition des contraintes résiduelles et la contrainte appliquée s'en trouve modifiée. L'état de contrainte résultant  $\sigma_r$ , conduisant à une rupture intergranulaire se déplace sous la couche.

Pour l'échantillon traité au froid (cas b), le schéma de la rupture serait dans ce cas : amorçage en surface puis propagation selon un mode de rupture par fatigue correspondant au passage à l'état de "contrainte maximum" (sous la couche), la modification de la morphologie de la rupture par fatigue qui apparaît alors selon un mode de rupture intergranulaire (états microstructural et de contrainte favorables) avant de retrouver son aspect originel (diminution de l'intensité de contrainte et changement structural).

\* 2ème hypothèse :

Le site d'amorçage de la fissure est localisé près de la surface pour l'éprouvette non traitée au froid en accord avec le modèle de Prado et Arques (Figure 13) et la zone d'amorçage est plus profonde pour l'éprouvette traitée (Figure 14).

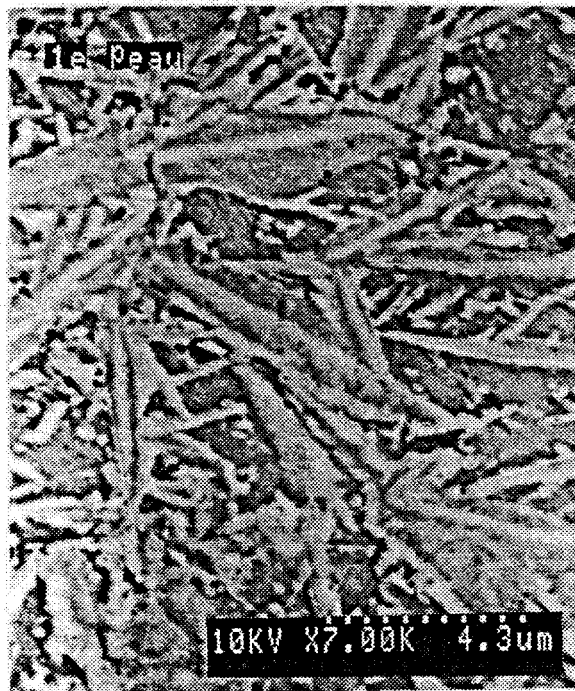
Dans ce cas, la zone de rupture intergranulaire est à considérer comme zone d'amorçage à caractère fragile se justifiant également par un état de contrainte favorable (Figure 15). La fissure, évoluant dans un état de contrainte se modifiant en fonction de la profondeur, se propage ensuite par fatigue avant la rupture brutale finale.

Cette discussion sur le site d'amorçage de fissure de fatigue, fondée sur la position de l'état de "contrainte maximum", est à prendre avec prudence. En effet, les essais de fatigue ont été menés à un niveau de charge relativement important conduisant à des durées de vie faibles ( $N_R < 10^5$  cycles) ce qui s'accompagne par une plastification en fond de fissure. Lorsqu'on impose des sollicitations à un matériau, il s'adapte et ceci s'accompagne soit d'un durcissement soit d'un adoucissement selon le matériau et son état initial. Dans les deux cas, il y a modification de l'état de contraintes résiduelles et par conséquent de l'état de contrainte résultant or notre discussion repose sur une schématisation de l'état initial des contraintes qui ne prend pas en compte cette éventuelle modification. Dans l'état actuel du problème, nous



ne pouvons pas mettre en évidence le rôle de la plastification, liée au niveau de charge et au mode de sollicitation, sur la position du site d'amorçage des fissures de fatigue que ce soit pour l'échantillon carbonitruré trempé ou l'échantillon carbonitruré trempé traité au froid.

Néanmoins, les contraintes résiduelles jouent un rôle primordial sur l'aspect morphologique de la rupture mais il est difficile, dans notre cas, de localiser l'amorçage et par conséquent l'influence des contraintes résiduelles sur ce site. Pour un modèle plus complet, il nous semble qu'il faudrait tenir compte de la modification de l'état de contraintes au cours du cyclage et de la capacité de transformation de l'austénite qui dépend de sa concentration en atomes interstitiels mais aussi, pour des concentrations élevées, de la possibilité d'apparition de microfissures dans les aiguilles de martensite et d'une possible décohésion en cours de cyclage des aiguilles de martensite avec la matrice austénitique [18]. Pour les traitements présentés ici, nous avons observé cette microfissuration (Figure 16).



**Figure 16** : *Microfissure dans une aiguille de martensite, décohésion entre aiguille - matrice. (27 MC 5 carbonitruré 2h à 860 °C).*

## VII. Conclusions.

L'étude de la résistance à la fatigue des matériaux durcis superficiellement doit tenir compte de la microstructure et des contraintes résiduelles qui sont étroitement liées. L'interprétation des essais de fatigue est de ce fait rendue difficile.

Il existe une grande diversité de procédés de durcissement superficiel dont la plupart conduisent à un état de contraintes résiduelles de compression au voisinage de la surface des pièces favorable à la tenue en fatigue.

Les modèles de comportement en fatigue présentés ici montrent que le site d'amorçage de la rupture est plutôt à la surface pour les échantillons non entaillés dont le taux d'austénite est faible. Lorsque ce taux augmente, il y a modification de la morphologie de la rupture qui peut être associée à un amorçage sous la surface. Il existe ainsi un optimum pour le taux d'austénite résiduelle [19].

Pour les échantillons entaillés, on note un phénomène similaire et on montre que la durée de vie la plus grande est obtenue pour 20 % d'austénite résiduelle à la surface et pour 10 % d'austénite résiduelle lorsque la bainite est présente.

La transformation de l'austénite durant l'essai de fatigue est bénéfique pour les teneurs importantes en austénite et néfaste pour les faibles quantités. On ne peut mettre en évidence une relation entre les contraintes résiduelles moyennes et le taux d'austénite comme le présument Prado et Arques à cause de la différence de concentration en atomes interstitiels de l'austénite.

Les contraintes résiduelles sont le plus souvent instables au cours du cyclage et il est clair que cette évolution doit être prise en compte dans l'établissement d'un modèle de comportement. Ce modèle doit également considérer la limitation due aux microfissures lorsque la teneur en interstitiels est importante.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] MITTEMEIJER (E.J.)  
*Fatigue of case hardened steels; role of residual macro and microstress.*  
*J. Heat. Treating, vol3, N°2, (1983), p114.*
- [2] CHAMPIN (B.), SERAPHIN (L.), TRICOT (R.)  
*Effets comparés des traitements de cémentation et de carbonitruration sur les propriétés d'emploi des aciers pour engrenage.*  
*Mém. Sci. Rev. Mét., (1977), p77.*
- [3] DIAMENT (A.), EL HAIK (R.), LAFONT (R.), WYSS (R.)  
*Tenue en fatigue superficielle des couches carbonitrurées et cémentées en relation avec la répartition des contraintes résiduelles et les modifications du réseau cristallin apparaissant en cours de fatigue.*  
*Traitement Thermique, 87, (1974), p87.*
- [4] SIMON (A.), LORENZO (A.), BECK (G.), MEYNET (G.)  
*Influence de la teneur en azote sur les transformations de l'austénite carbonitrurée de l'acier 30 CD 4.*  
*Mém. Sci. Rev. Mét., LXXI, N°12, (1974), p823.*
- [5] JACQUOT (J.), BAK (C.)  
*Influence de différents traitements superficiels sur la limite de fatigue des fontes GS.*  
*Traitement Thermique, 218, (1988), p29.*
- [6] LIEURADE (H.P.)  
*Effet des contraintes résiduelles sur le comportement à la fatigue des pièces et des structures industrielles.*  
*Traitement Thermique, 218, (1988), p15.*
- [7] BRAND (A.), FLAVENOT (R.), GREGOIRE (R.), TOURNIER (C.)  
*Recueil de données technologiques sur la fatigue, CETIM, (1980).*
- [8] PRADO (J.M.), ARQUES (J.L.)  
*Influence of retained austenite on the fatigue endurance of carbonitrided steels.*  
*J. Mat. Sci., 19, (1984), p2980.*
- [9] GOURMAND (M.)  
*Cémentation - carbonitruration.*  
*Traitement Thermique, n°131, (1979), p31.*
- [10] BELL (T.), THOMAS (D.H.)  
*Cycles stressing of gas nitrocarburized low carbon steel.*  
*Met. Trans. A, vol 10A, (january 1979), p79.*
- [11] KODOMA (S.)  
*The behaviour of residual stress during fatigue stress cycles.*  
*Pro. of the Int. Conf. on Mech. Beh. of Mat., Kyoto, (15-20 août 1971).*
- [12] STARKER (P.), WOHLFART (H.), MACHERAUCH (E.)  
*Biegewechselfestigkeit und Grosseneffekt bei unterschiedlich warmbehandelten Stahlproben aus CK 45 nach Kugelstrahlen.*  
*1ère Conf. Int. sur le grenailage de précontrainte, Paris, (14-17 sept. 1981), Ed Pergamon Press.*

- [13] MURRY (G.)  
*Contraintes et déformations lors de la trempe : relations avec la cinétique des transformations des aciers.*  
*Traitement Thermique, 124, (1978), p30.*
- [14] WYSZKOWSKI (J.), PRIEGNITZ (H.), GOZDZIK (E.), RATKIEWICZ (A.)  
*Influence de l'austénite résiduelle sur quelques propriétés de l'acier cémenté.*  
*Revue de Métallurgie, (Juin 1971), p411.*
- [15] SCHMUCK (J.)  
*Aciers Spéciaux, 33, (1976), p5.*
- [16] TRICOT (R.), LACOUBE (M.), CHAMPIN (B.)  
*Etude analytique des processus gouvernant le comportement en service des engrenages. Rev. Mét., (juillet août 1972), p497.*
- [17] PRUNEL (G.)  
*Oxydation interne lors de la cémentation d'engrenages*  
*Traitement Thermique, 197, (1985), p31.*
- [18] JENA (L.), HEICH (P.)  
*Met. Trans. A, vol3, (1972), p588.*
- [19] LESAGE (J.), IOST (A.)  
*Influence de l'austénite résiduelle sur la durée de vie en fatigue d'aciers carbonitrurés, C.R. Acad. Sci. Paris, t. 305, Série II, (1987), p77.*

## **CHAPITRE IV**

**Evolution de la microstructure à l'aide de la largeur de corde à mi-hauteur au cours d'essais de fatigue en flexion trois points ondulée sur l'acier 20 NCD 2 cémenté.**

- SOMMAIRE -

<b>I. Introduction.</b>	<b>79</b>
<b>II. Analyse microstructurale.</b>	<b>80</b>
II.1 Matériau et conditions expérimentales.	80
II.2 Profil de concentration en carbone.	81
II.3 Microstructure.	82
II.31 <i>analyse de la structure par microscopie optique.</i>	84
II.32 <i>microstructure par Microscopie Electronique à Balayage.</i>	86
<b>III. Propriétés mécaniques.</b>	<b>90</b>
III.1 Microdureté.	90
III.2 Relation microdureté-microstructure.	92
<b>IV. Evolution des caractéristiques mécaniques et microstructurales au cours d'essais de fatigue des aciers cémentés.</b>	<b>94</b>
<b>V. Largeur de corde à mi-hauteur.</b>	<b>101</b>
V.1 Mode opératoire.	101
V.2 Résultats.	101
V.3 Conclusions.	106
<b>VI. Analyse morphologique de la rupture de fatigue par flexion 3 points.</b>	<b>107</b>
VI.1 Généralités.	107
VI.2 Porosité.	108
VI.3 Rupture intergranulaire.	108
VI.4 Rupture intergranulaire ductile.	110
VI.5 Rupture à coeur.	111
VI.51 <i>échantillon BD 60.</i>	111
VI.52 <i>échantillon AD 140.</i>	114
VI.6 Rupture de fatigue.	116
VI.7 Conclusions.	117
<b>VII. Conclusions.</b>	<b>118</b>
<b>VIII. Bibliographie.</b>	<b>119</b>

## I. Introduction.

L'endommagement par fatigue peut se décomposer en différentes étapes (aucune fissure décelable, amorçage, propagation), nous étudierons plus particulièrement ici les premiers cycles de la sollicitation conduisant à l'amorçage de la fissure. En effet, l'amorçage et la propagation de la fissure ont été largement étudiés et il nous semble important de connaître les mécanismes d'endommagement correspondant au début de la durée de vie.

Pour ce faire, nous effectuons une analyse microstructurale et mécanique par l'intermédiaire de la dureté, avant et pendant les essais de fatigue. Pour caractériser l'aspect microstructural, nous tenons compte de l'évolution de la largeur de corde à mi-hauteur obtenu à partir du pic de diffraction de la martensite ( $2\theta = 68^\circ$ ). Ce paramètre nous renseigne sur la taille des cristallites et son évolution nous permet d'apprécier le mouvement général des dislocations. Nous terminons ce chapitre par une analyse morphologique de la rupture des pièces cémentées.

Ces différentes études sont menées dans le but d'établir une loi de l'endommagement par fatigue tenant compte des phénomènes liés aux premiers cycles de l'essai. La difficulté dans l'établissement d'une telle loi réside dans le choix des paramètres. En effet, comme nous le verrons par la suite, l'état de dislocations est à considérer mais les paramètres liés tels que densité, taille de cellules ou encore réarrangement des dislocations sont difficiles à approcher étant donné la dispersion des résultats obtenus à partir de techniques différentes. De plus, nous montrons que le carbone a un rôle important sur l'endommagement.

## II. Analyse microstructurale.

### II.1 Matériau et conditions expérimentales.

L'acier utilisé pour les traitements thermiques de cémentation est l'acier 20 NCD 2 dont la composition est donnée dans le tableau I.

Eléments	C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Mo	Cu
20 NCD 2	0.21	0.88	0.31	0.002	0.017	0.65	0.57	0.26	0.15

**Tableau I :** *Composition chimique de l'acier 20 NCD 2 (% poids).*

Pour étudier l'influence du carbone, deux traitements de cémentation conduisant à des teneurs visées en surface de 0.7 et 1% en carbone ont été choisis. La cémentation est effectuée à 920 °C pour des durées de traitement respectives de 5 et 4 heures pour fournir une profondeur conventionnelle de couche cémentée identique d'environ 1,5 mm. Pendant le maintien à la température de cémentation, le carbone pénètre vers l'intérieur de la pièce par diffusion. L'épaisseur de la couche cémentée, toutes conditions étant égales par ailleurs, est d'autant plus grande que la concentration de l'élément diffusant à la surface du métal est plus forte d'où la nécessité d'augmenter le temps de maintien dans le cas où la concentration en carbone à la surface vaut 0.7 % pour l'obtention d'une même profondeur de cémentation.

La cémentation à 920 °C dans le domaine austénitique se justifie par une grande solubilité du carbone comparativement au domaine ferritique. Le milieu de trempé utilisé est l'huile chaude à des températures de 60 et 140 °C respectivement pour les teneurs en carbone en surface de 1 et 0.7 % ce qui confèrent à la couche une structure martensitique et au coeur une structure plutôt bainitique. En outre, ces deux traitements favorisent une rétention d'austénite voisine et vérifiable par la relation de Koistinen et Marburger. Le tableau II résume les conditions opératoires des différents traitements et les références utilisées par la suite.

Référence	Cs en %	T °C de traitement	T °C de trempé	temps (h) de maintien
AD 140	0.7	920	140	5
BD 60	1	920	60	4

**Tableau II :** *Conditions expérimentales du traitement de cémentation.*



Ces diverses données expérimentales vont induire un comportement global différent tant au niveau mécanique que microstructurale. A l'aide de ces renseignements, il nous est possible de prévoir dans un premier temps le profil de concentration en carbone.

## II.2 Profil de concentration en carbone.

Un échantillon cémenté se comporte comme un véritable matériau composite formé d'une succession de fines couches que l'on pourrait désigner par (100 %C) NCD2 avec le pourcentage de carbone variant de la concentration en carbone de surface ( $C_s$ ) à la concentration initiale du matériau (0,2 %). Ce profil de concentration peut se calculer à partir de la loi de Fick précédemment citée et de la connaissance de la diffusion du carbone dans le domaine austénitique.

De nombreux auteurs se sont intéressés à la diffusion du carbone dans le fer gamma, le tableau III indique quelques unes des relations proposées:

D cm <sup>2</sup> /s	auteurs
0.120 exp[-16 113/T]	Goldstein [1]
0.162 exp[-16 575/T]	Wünning [2]
0.350 exp[-17 140/T]	Harris [3]
0.200 exp[-16 839/T]	Smitthels [4]

T est exprimée en Kelvin

**Tableau III** : *Données bibliographiques sur le coefficient de diffusion du carbone dans l'austénite.*

Tous ces résultats sont suffisamment proches pour que l'on puisse admettre pour nos calculs la valeur moyenne :

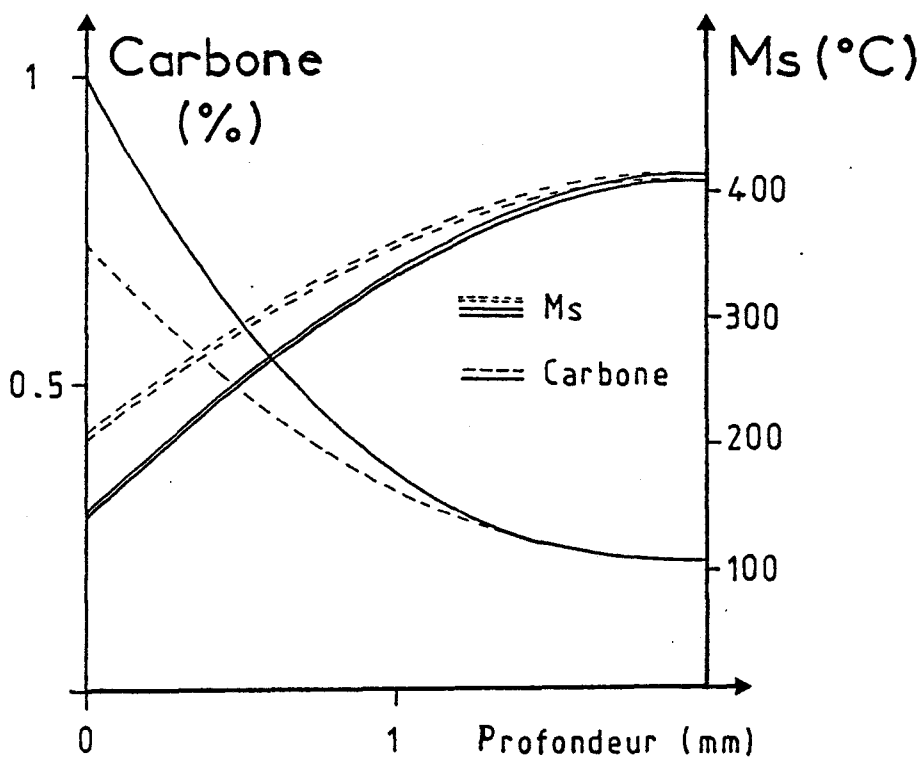
$$D = 0.141 \exp[-16 326/T] \text{ en cm}^2/\text{s}$$

De même on peut considérer le coefficient indépendant de la teneur en carbone et indépendant de la profondeur. La relation :

$$(C_x - C_o)/(C_s - C_o) = 1 - \text{erf} (x/2 (Dt)^{1/2})$$

obtenue en intégrant dans ces conditions la seconde loi de Fick, permet de calculer la concentration en carbone en tout point de la couche.

La représentation du profil de carbone est donnée figure 1.



**Figure 1** : Variation du pourcentage de carbone et de Ms en fonction de la profondeur.

La température de début de transformation martensitique Ms varie avec la composition de l'acier [5]. Dans le cas de la cémentation, la variation de Ms à travers la couche est associée au profil de concentration en carbone (Figure 1) suivant la relation du chapitre I & IV.1.

### II.3 Microstructure.

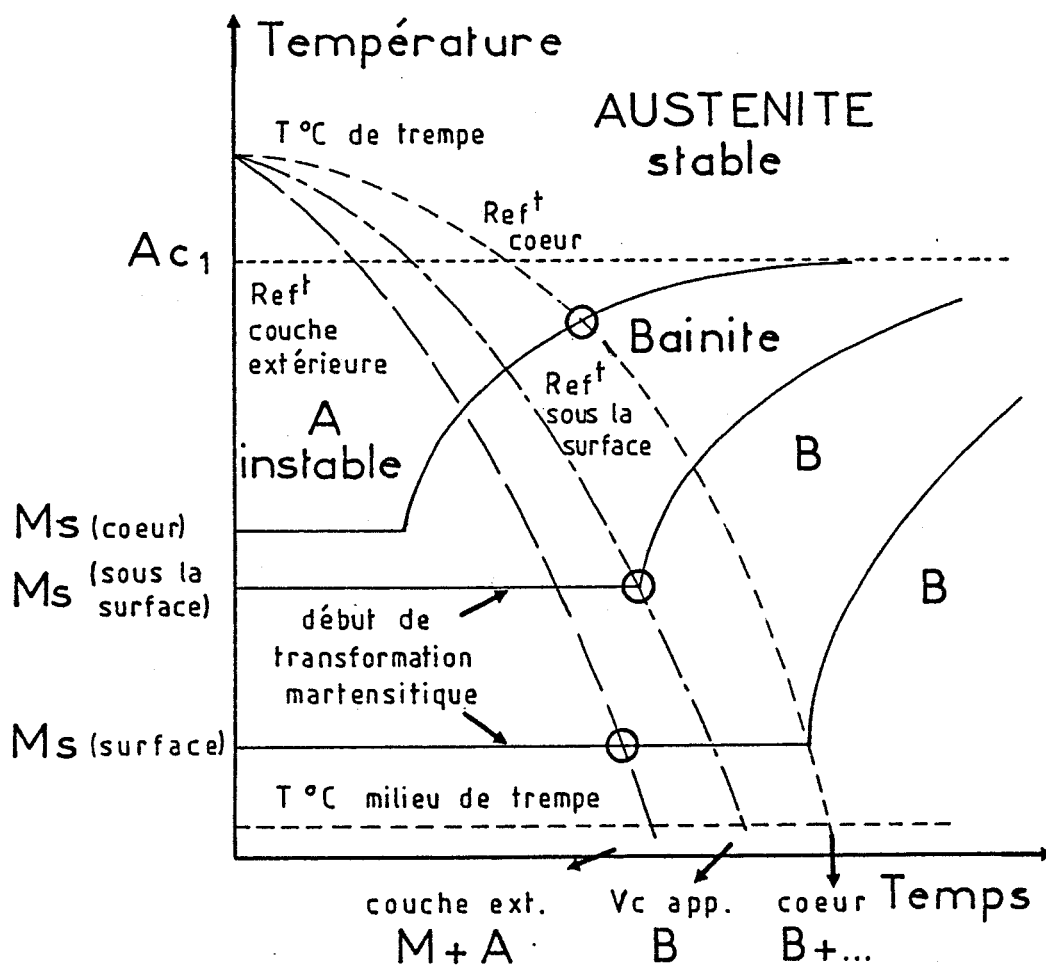
Dans le cas général, la constitution après trempe peut se déduire du diagramme TRC de l'acier étudié mais, dans le cas de la cémentation, on peut associer à chaque concentration en carbone un diagramme TRC particulier caractérisé par une diminution de Ms et un déplacement du nez bainitique vers les temps longs

lorsque le pourcentage de carbone augmente. La figure 2 schématise l'évolution du diagramme TRC dans ces conditions.

La trempe classique de l'acier de cémentation 20 NCD2 donne les changements de structure suivants :

L'acier à la température de trempe, quelque soit le pourcentage de carbone compris entre 0,2 et  $C_s$ , est dans le domaine austénitique. Lorsque l'on trempe la pièce (milieu de trempe : HUILE, température de trempe : 60 et 140°C) la couche extérieure qui se transforme la première passe à l'état martensitique.

Le coeur de la pièce dont la vitesse de refroidissement est inférieure et dont la température de transformation martensitique est plus élevée se transforme en bainite.



**Figure 2 :** Schématisation des courbes de transformation de l'acier de cémentation 20NCD2.

Les conditions d'apparition de la bainite sont donc liées essentiellement au pourcentage de carbone, à la vitesse de refroidissement et à la température du milieu de trempe. La position précise de ce domaine est rendue très difficile par la construction du diagramme TRC qui se modifie en fonction de la teneur en carbone

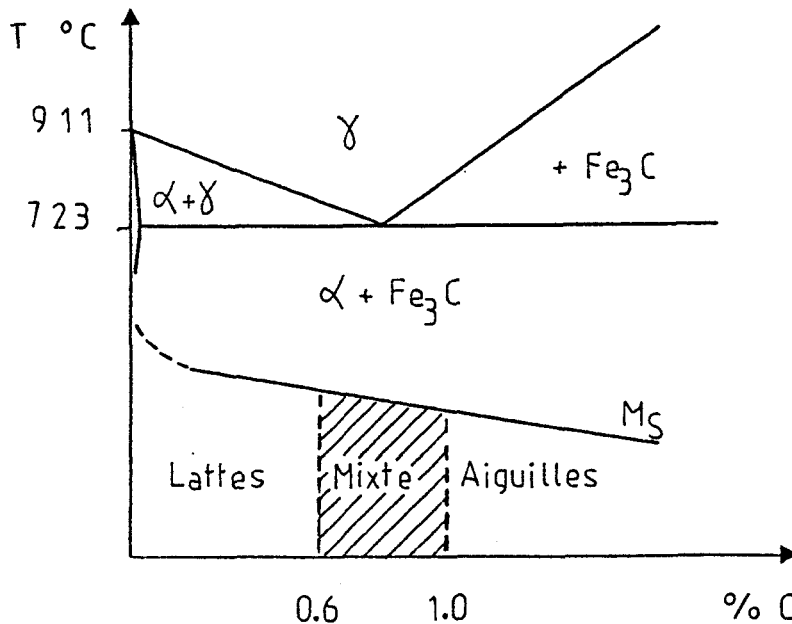
et en éléments d'alliage. Etant donné la position du nez bainitique associée à la teneur en carbone, on devrait s'attendre à ce que la bainite apparaisse plus en profondeur pour l'échantillon BD60 (1%C) comparativement à l'échantillon AD140 (0.7%C).

Des différences de vitesses de refroidissement et de teneurs en carbone, pour un même échantillon, naît donc une hétérogénéité de constitution ce qui confère au matériau des caractéristiques mécaniques différentes entre coeur et couche.

### II.31 Analyse de la structure par microscopie optique.

Les observations sont réalisées sur une section de la pièce préalablement polie et attaquée au Nital 2%. La planche n°I montre l'évolution de la microstructure en fonction de la profondeur, les différentes photographies (ab, cd, ef) correspondent à des profondeurs de 0.5, 1 et 1.5 mm sous la surface et les photographies (gh) au coeur du matériau.

A coeur, on distingue une structure bainitique supérieure caractérisée par des plages blanches dans lesquelles ont précipité de longs carbures de couleur plus foncée. Dans la couche (photos a et b), la structure est austéno-martensitique. La martensite se présente généralement sous forme de lattes ou sous forme aciculaire suivant la concentration en carbone de l'austénite mère. Les domaines du diagramme fer-cémentite où la martensite apparaît sous ces diverses formes sont représentés figure 3.



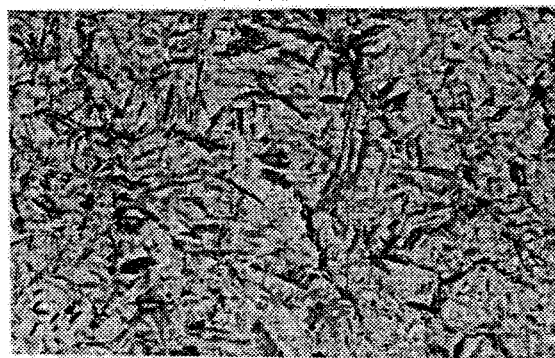
**Figure 3** : Aspects de la martensite en fonction de la teneur en carbone [6].

G = x 600

G = x 1000



0.5 mm

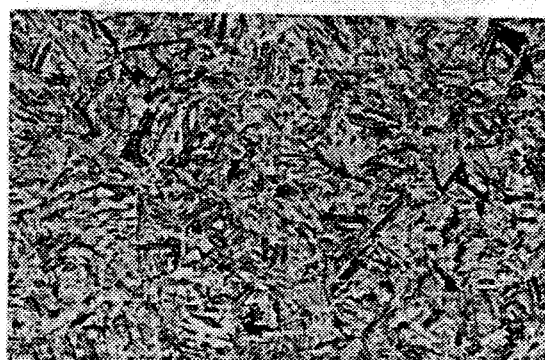


a)

b)

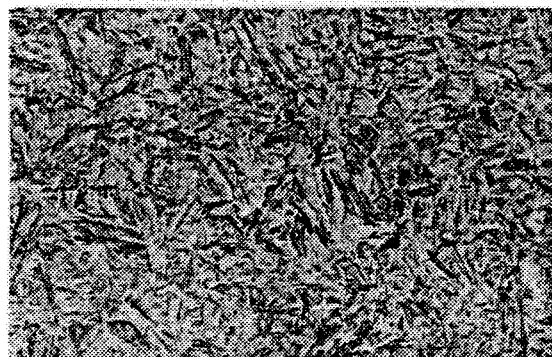


1 mm



c)

d)

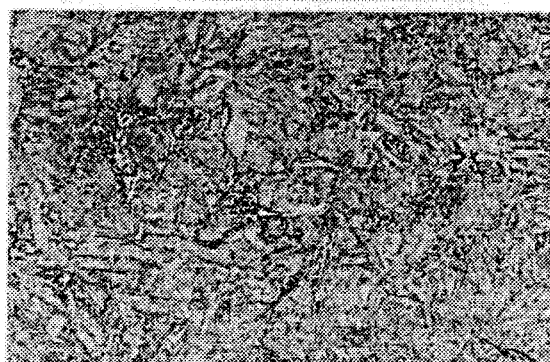


1.5 mm

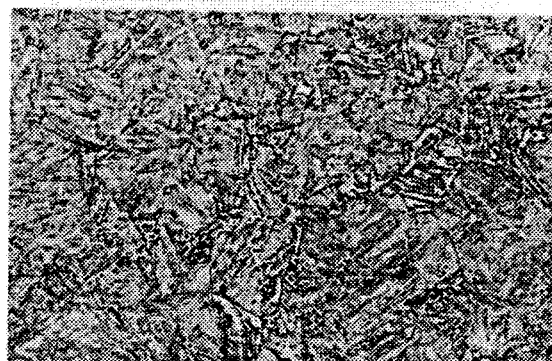


e)

f)



coeur



g)

h)

Planche n° 1 : Microstructure (microscopie optique - attaque Nital 2%)  
de l'échantillon AD 140.

En des profondeurs intermédiaires entre l'extrême surface et le coeur, martensite, austénite et bainite peuvent coexister. Pour une meilleure appréciation des différents constituants, le Microscope Electronique à Balayage s'avère un outil indispensable.

### II.32 *Microstructure par Microscopie Electronique à Balayage.*

La Microscopie Electronique à Balayage (M.E.B.) permet, comparativement à la microscopie optique, une meilleure définition des constituants grâce à des grossissements plus importants. Les échantillons sont attaqués au Nital 2% avec une attaque légèrement plus poussée que pour la microscopie optique. Cette préparation fait apparaître un relief prononcé de la microstructure, les constituants moins chargés en carbone s'attaquant préférentiellement. La planche n°II présente la microstructure obtenue en diverses profondeurs dans la couche.

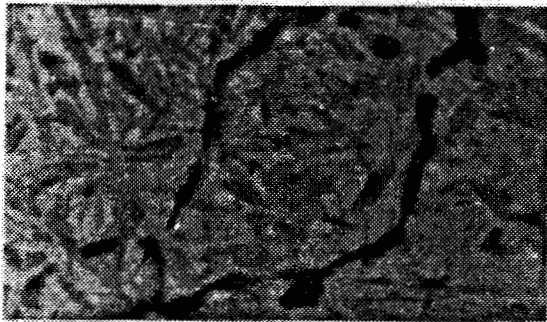
Cette série de photographies appelle les remarques suivantes :

a) On observe la présence d'une zone de corrosion intergranulaire en surface résultant de l'oxydation.

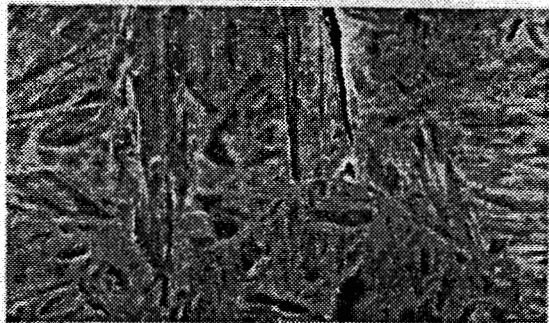
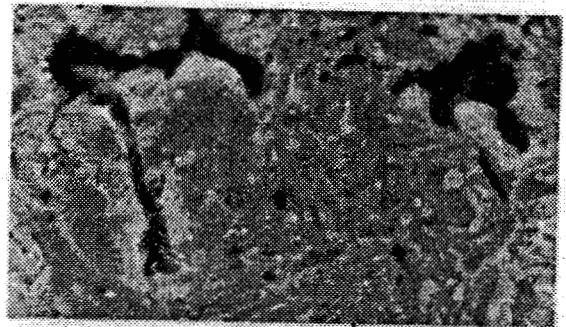
b) La microstructure de la couche est essentiellement constituée de bainite inférieure jusqu'à une profondeur de 1.5 mm avec toutefois une quantité plus importante pour l'échantillon AD 140 (moins chargé en carbone). Cette bainite se caractérise par une quantité notable de précipités de cémentite sous forme de nodules dans une plage ferritique sursaturée.

c) On note également l'apparition de bainite inférieure à une profondeur de 1mm uniquement pour l'échantillon AD 140.

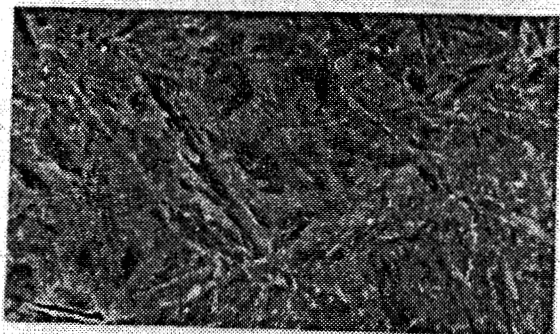
d) Plus près de la surface et pour les deux échantillons, la microstructure est austéno-martensitique, la martensite en lattes et la martensite aciculaire coexistent. A partir de 1.5 mm de la surface, la bainite supérieure apparaît et se distingue par une précipitation de carbures de forme allongée, ceci est encore plus évident à coeur sur la figure 4.



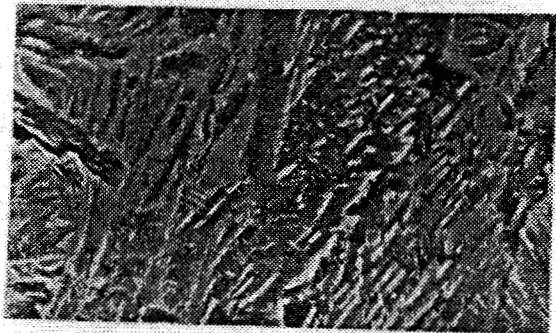
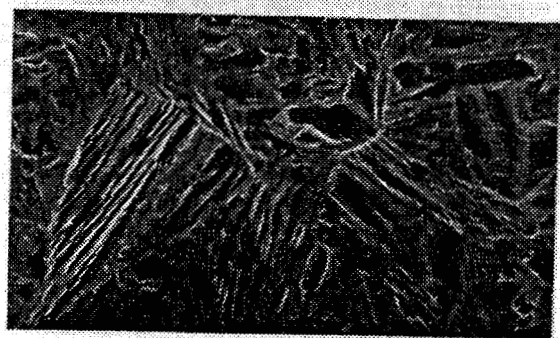
surface



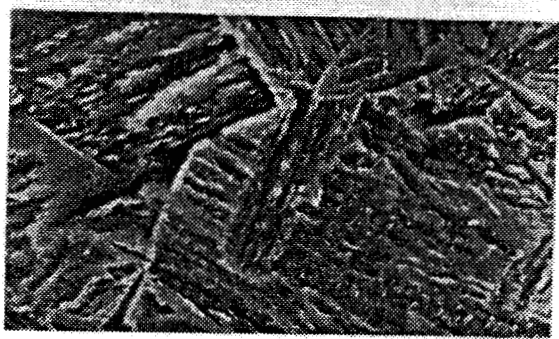
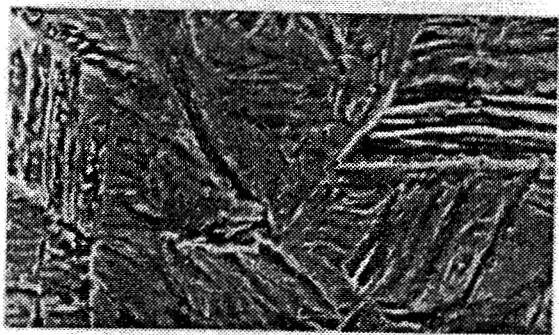
0.5 mm



1 mm



1.5 mm



2 mm



20.00K 5.0um

(a)

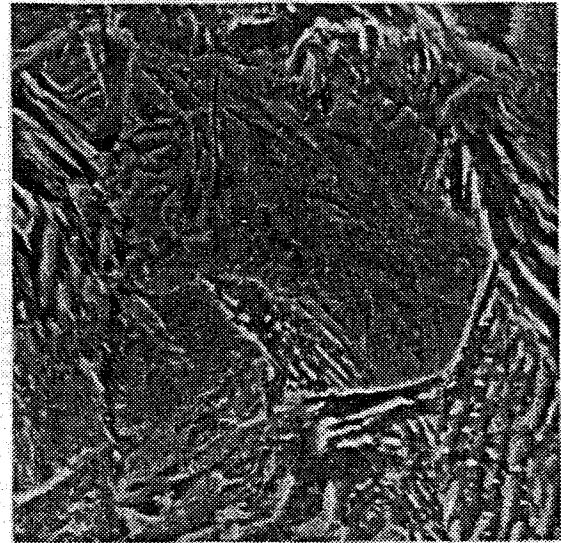
(b)

Planche n° II : Microstructure en M.E.B. des échantillons AD140 (a) et BD60 (b).

6.0  $\mu\text{m}$



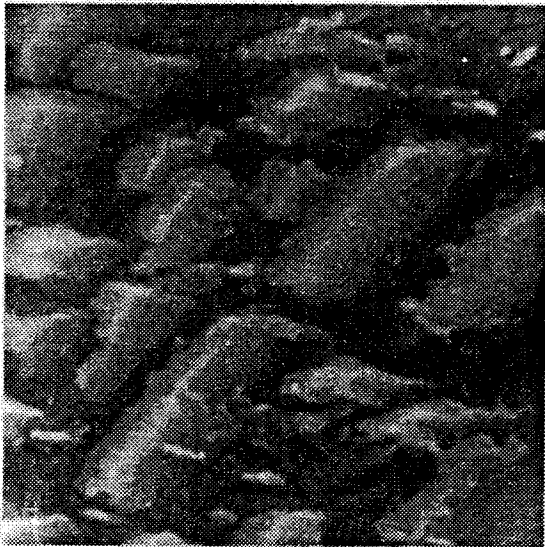
a)



b)

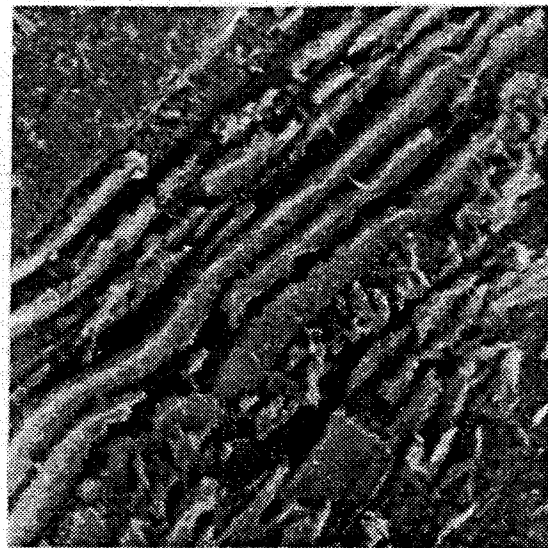
**Figure 4 :** *Microstructure bainitique à coeur, AD 140 (a) et BD 60 (b).*

La figure 4a nous indique la direction de croissance ( $60^\circ$ ) des carbures par rapport aux joints de grains relativement bien définis. La figure 4b représente un mélange de bainite supérieure et inférieure. A plus fort grossissement (Figure 5), l'aspect de la bainite supérieure est très voisin de celui de la perlite.



1.5  $\mu\text{m}$

a)



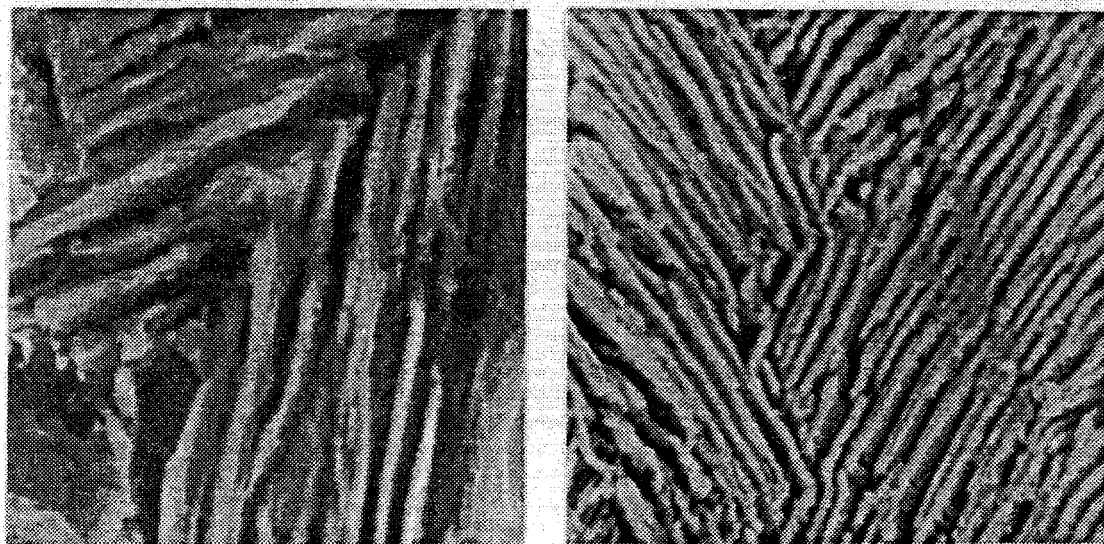
3.0  $\mu\text{m}$

b)

**Figure 5 :** *Structure bainitique à fort grossissement par M.E.B. sur les échantillons AD 140 (a) et BD 60 (b).*



En effet la perlite est une alternance de lamelles ferritiques et de cémentite ayant un aspect de long bâtonnets. Quelques plages de perlites ont été observées au coeur de l'échantillon AD 140. La figure 6b représente un acier eutectoïde ayant subi un refroidissement lent. Sur les deux photos, on distingue des sous grains délimités par une désorientation des lamelles.



X200.0K 1.50um

(b) acier eutectoïde

**Figure 6 :** *Plages perlitiques dans l'échantillon AD 140 et un acier eutectoïde (b).*

Les différences de profil de concentration en carbone ainsi que l'évolution des microstructures de la surface vers le coeur des pièces induisent des comportements mécaniques différents. Leur étude fait l'objet du paragraphe suivant.

### III. Propriétés mécaniques.

#### III.1 Microdureté.

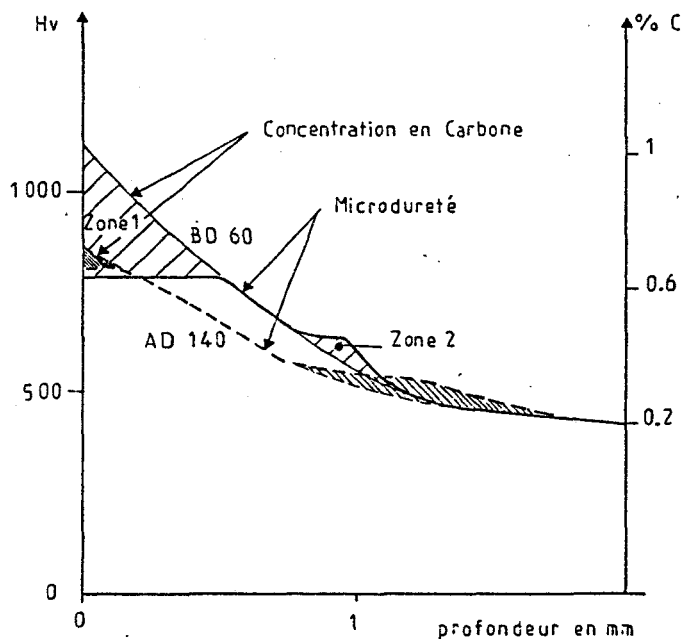
La microdureté est mesurée à l'aide d'un microduromètre Leitz sous une charge de 100 g avec un pénétrateur Knoop. Une coupe transversale de l'échantillon est préalablement polie et les points de mesures ont été choisis de manière à représenter au mieux l'évolution de la dureté.

Les mesures sont effectuées en partant de la surface vers le coeur le long d'une ligne perpendiculaire à la couche cémentée. Comme l'a montré Brisson [7], la dureté peut se mettre sous la forme suivante :

$$Hv_i = A_i + B_i \log V_r$$

où  $V_r$  est la vitesse de refroidissement à 700 °C et  $A_i$  et  $B_i$  deux termes fonctions linéaires de la composition chimique de l'acier et du constituant considéré.

Dans notre cas, l'évolution de la dureté globale est une fonction du pourcentage de carbone, de la vitesse de refroidissement et de la composition. La figure 7 montre l'évolution comparée de la dureté et du profil de concentration en carbone.



**Figure 7 :** Evolution comparée de la microdureté et du profil de concentration en carbone.

Compte tenu du choix des échelles, on distingue deux zones où la filiation de dureté s'écarte du profil de carbone.

Pour l'échantillon BD60 on distingue (zone I) en extrême surface de la couche cémentée, la présence de martensite et d'austénite. Si, dans cette zone, on néglige la variation de la vitesse de refroidissement (on estime que  $V_r = 10^5$  °C/s) et si on adopte une loi de variation de la dureté de la martensite en fonction de la composition, de la structure et de la vitesse de refroidissement de Brisson [7], on obtient :

$$H_{VM} = 265 + 949 \%C$$

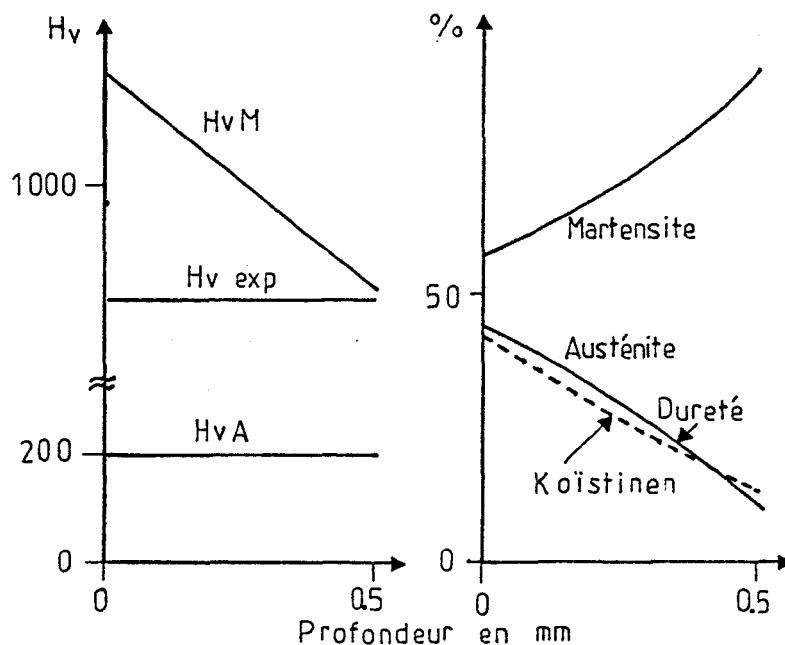
(remarque: une erreur d'une puissance sur  $V_r$  n'entraîne qu'un écart de 20 Hv)

En ce qui concerne l'austénite, on admet généralement une dureté voisine de 200 Hv.

En admettant une variation linéaire additive de la dureté:

$$H_{V_{exp}} = x H_{VA} + (1-x) H_{VM}$$

où  $x$  représente la fraction volumique en austénite, il est possible d'estimer la variation de composition dans ce domaine (Figure 8).



**Figure 8 :** Estimation de la fraction volumique d'austénite et de martensite à partir du profil de dureté.

La quantité d'austénite en surface peut être déduite également de la relation de Koïstinen et Marburger [8] :

$$F_A = \exp [ -1.1 \cdot 10^{-2} (M_S - T_Q) ]$$

où  $T_Q$  est la température du milieu de trempe (60°C) et  $M_S$  la température de début de transformation martensitique (140°C pour l'échantillon BD60). Ceci nous donne  $F_A = 41\%$  en surface. Le calcul déduit de la relation précédente est représentée sur la figure 8.

Dans la zone II on observe une diminution de la pente de la courbe représentative de la microdureté en fonction de la profondeur, probablement liée à l'apparition de bainite.

### III.2 Relation microdureté-microstructure.

Comme nous l'avons vu précédemment, dureté et microstructure sont liées et dépendent essentiellement du pourcentage de carbone et de la vitesse de refroidissement. La prévision de la dureté par le calcul ainsi que le calcul de la proportion des constituants sont très difficiles à mettre en oeuvre car ils sont interdépendants et fonction des paramètres qui évoluent à travers la section de la pièce. La figure 9 montre simultanément l'évolution de la constitution et de la dureté en fonction de la profondeur.

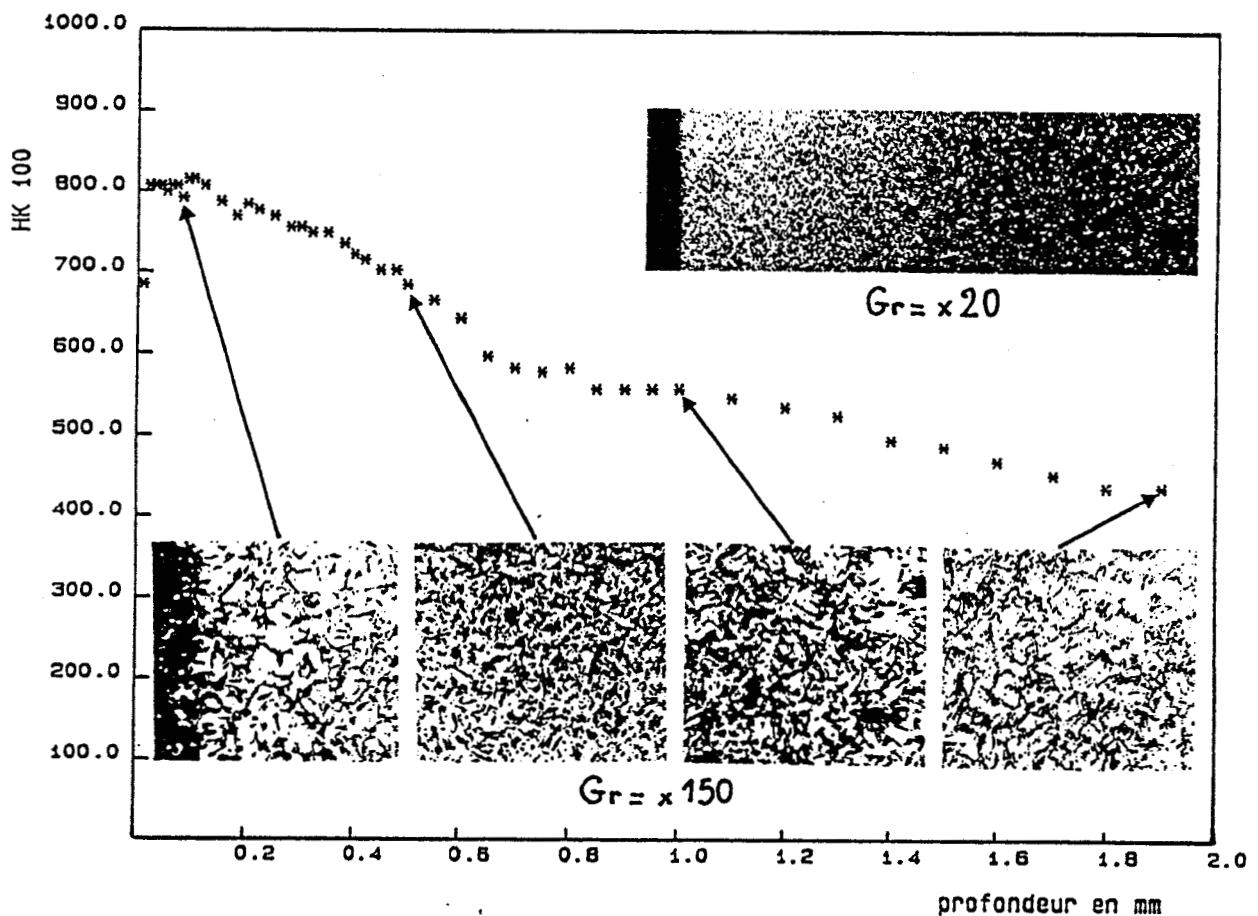
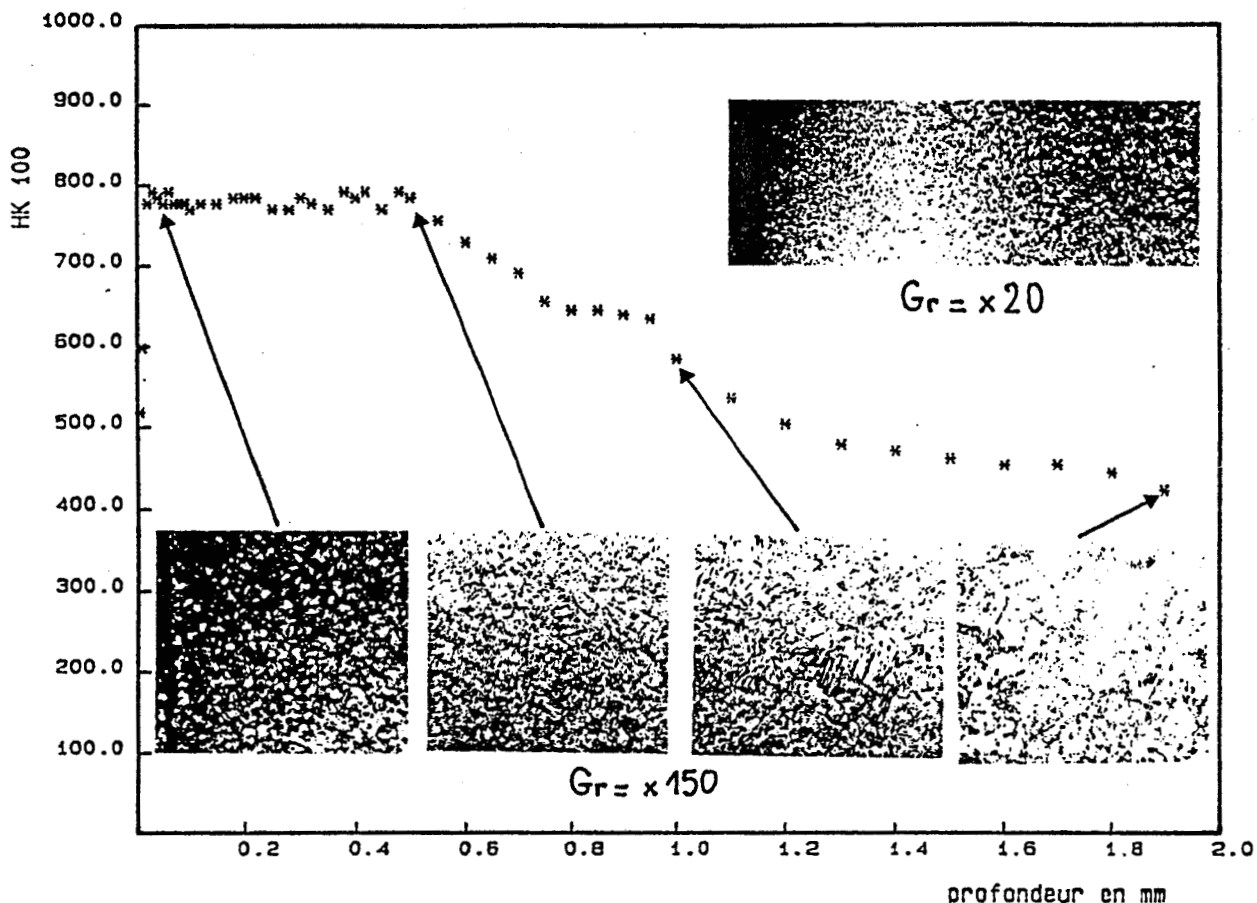


Figure 9 a : Filiation de microdureté et évolution de la microstructure (échantillon AD 140).



**Figure 9 b :** *Filiation de microdureté et évolution de la microstructure (échantillon BD 60).*

Une corrélation précise entre microdureté et microstructure est rendue difficile du fait de la faible résolution des microstructures. Néanmoins, on constate sur la figure 9, qu'une modification de structure induit une variation de la dureté. En surface, la diminution de dureté provient d'une modification des proportions relatives des phases austénite et martensite. Plus en profondeur, la stabilité relative de la dureté est probablement liée à la présence de bainite qui, par son degré de sursaturation, augmente globalement la dureté par rapport à une structure austéno-martensitique. A coeur, pour une composition inchangée, la dureté mesurée est supérieure à celle d'une constitution ferrite perlite. Ceci provient de la présence de bainite formée au cours de la trempe.

#### IV. Evolution des caractéristiques mécaniques et microstructurales au cours d'essais de fatigue.

Les essais de fatigue ont été réalisés à l'aide d'une machine INSTRON 1603 à résonance électromagnétique avec une cellule de charge de 2 tonnes. Les échantillons parallélépipédiques de dimensions 10x20x100 mm sont testés en flexion trois points ondulée avec une distance entre appuis de 80 mm sous une charge statique de 1.2 t et dynamique de 0.8 t ce qui correspond à une contrainte maximale de flexion de 120 daN/mm<sup>2</sup> et un taux de contrainte de  $R = 0.2$  ( $f=100\text{Hz}$ ).

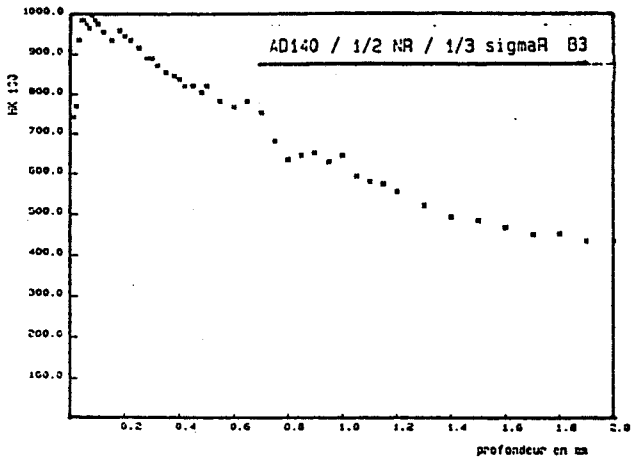
Les mesures de dureté et la caractérisation microstructurale sont effectuées à demi durée de vie et à durée de vie totale en des positions où la contrainte de flexion prend respectivement les valeurs de 1/3, 2/3 et 1 de la contrainte maximale de flexion. L'évolution du profil de dureté est montré respectivement figure 10 pour l'échantillon AD 140 et figure 11 pour l'échantillon BD 60. Les figures 12 et 13 montrent l'évolution de la microstructure associée aux profils de dureté.

Pour représenter l'éventuelle modification de la dureté au cours du cyclage, nous avons choisi la dureté moyenne sur 0.2 et 0.5 mm de profondeur respectivement pour les échantillons AD 140 et BD 60. Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau IV.

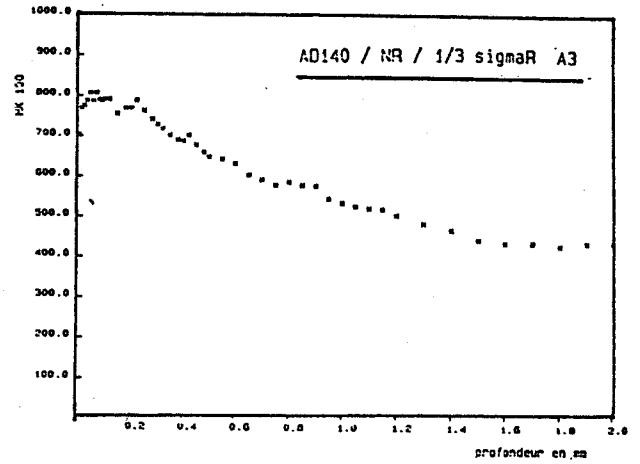
Réf.	Nr	contrainte de flexion			
		0	1/3	2/3	1
AD 140	1/2	806	964	806	860
	1	806	792	890	785
BD 60	1/2	780	850	785	821
	1	780	791	857	817

**Tableau IV** : Dureté superficielle en fonction du nombre de cycles et de la contrainte de flexion.

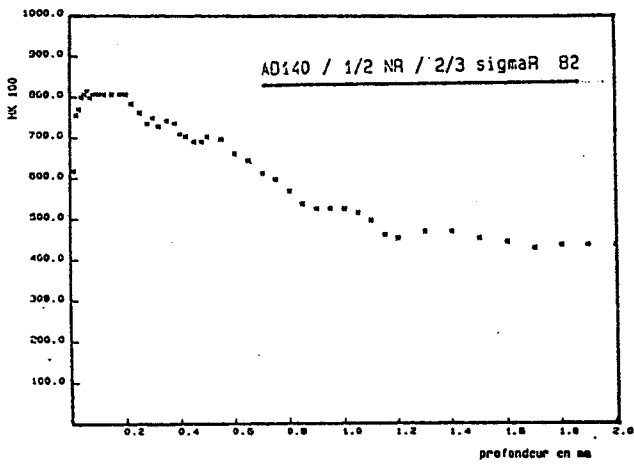
1/3 contrainte  $1/2 N_R$



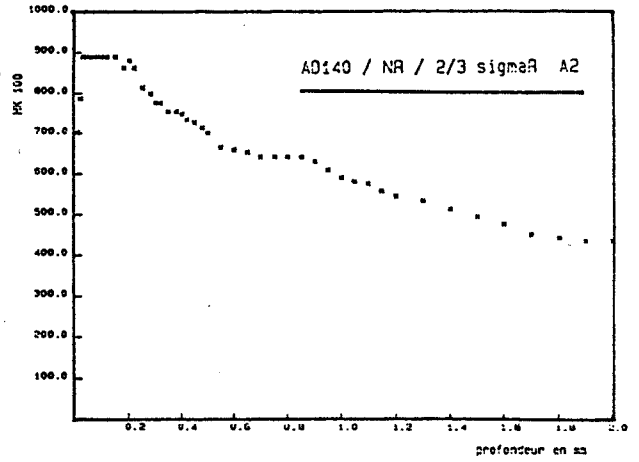
1/3 contrainte  $N_R$



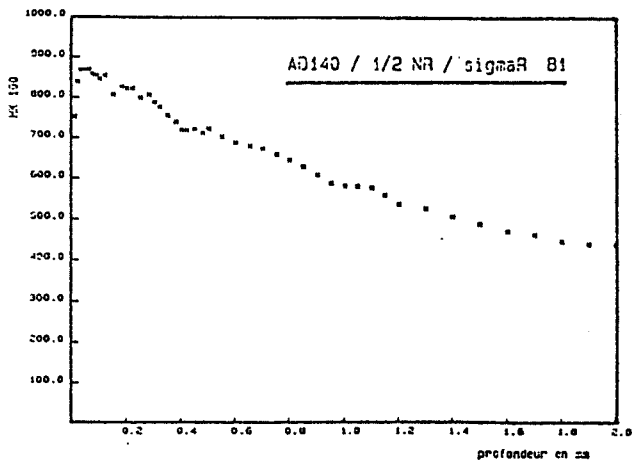
2/3 contrainte  $1/2 N_R$



2/3 contrainte  $N_R$



1 contrainte  $1/2 N_R$



1 contrainte  $N_R$

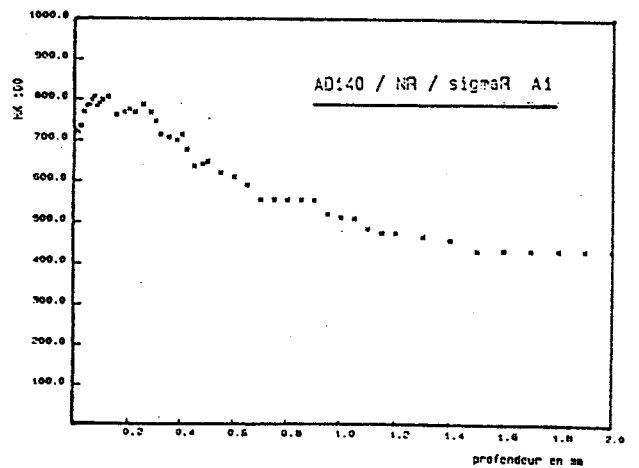
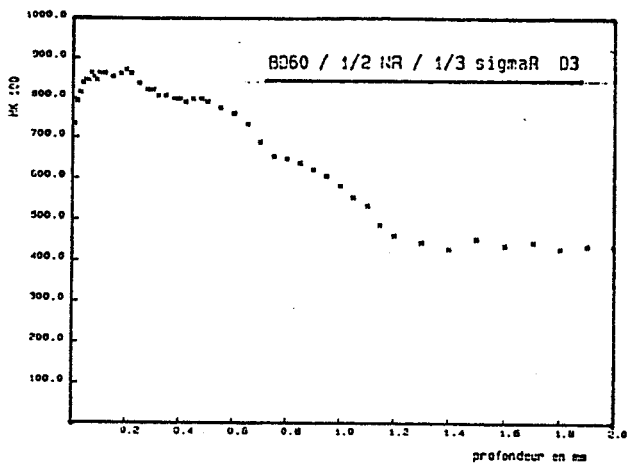
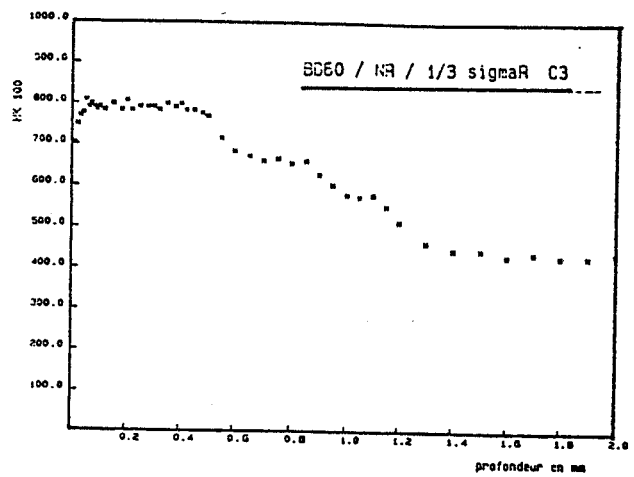


Figure 10 : Profils de dureté de l'échantillon AD 140 pour différentes contraintes et durées de vie.

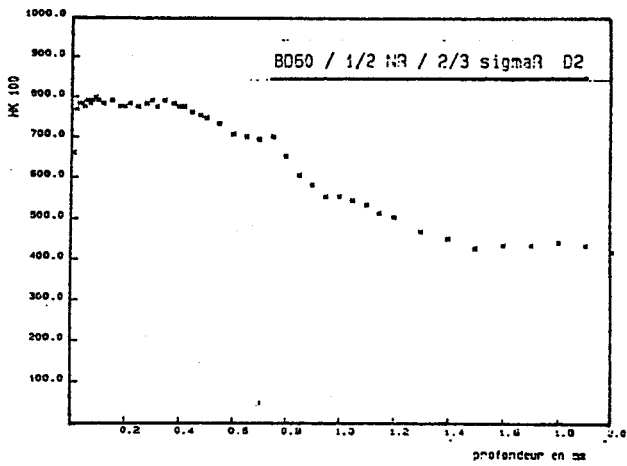
1/3 contrainte  $1/2 N_R$



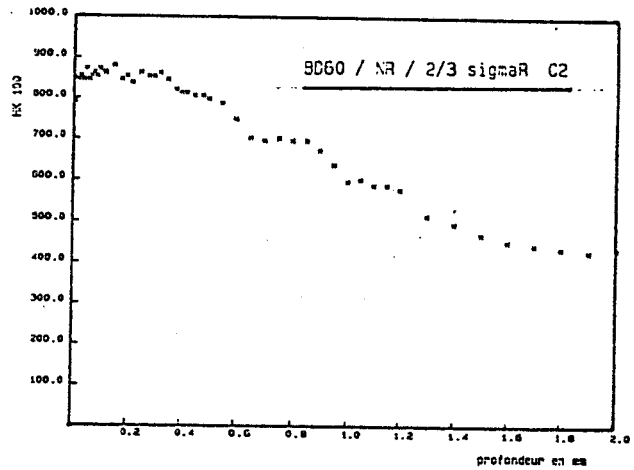
1/3 contrainte  $N_R$



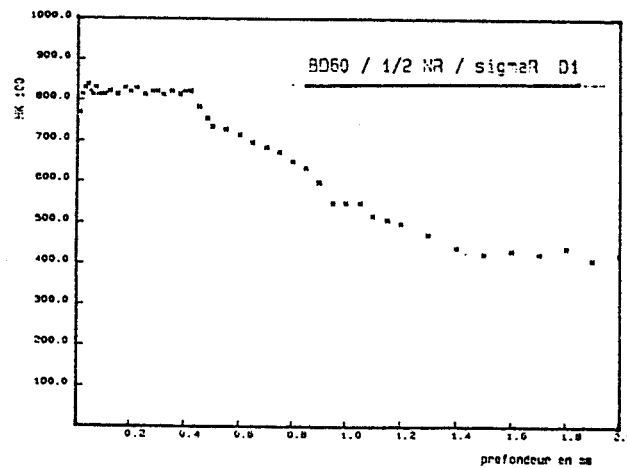
2/3 contrainte  $1/2 N_R$



2/3 contrainte  $N_R$



1 contrainte  $1/2 N_R$



1 contrainte  $N_R$

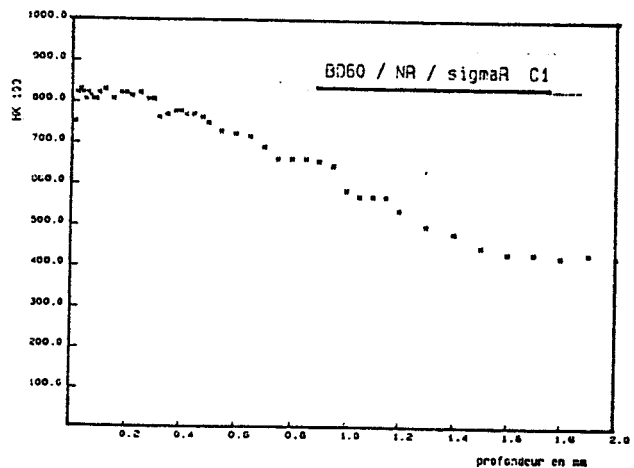


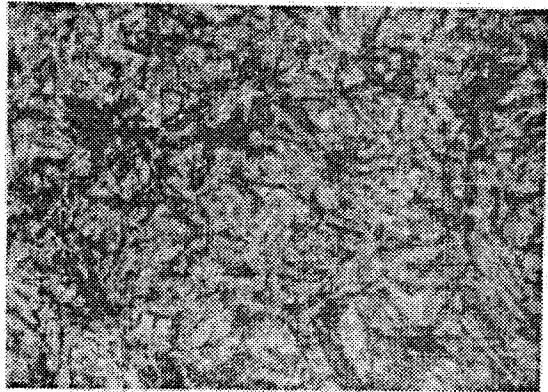
Figure 11 : Profils de dureté de l'échantillon BD 60 pour différentes contraintes et durées de vie.



1/3 contrainte  $1/2 N_R$



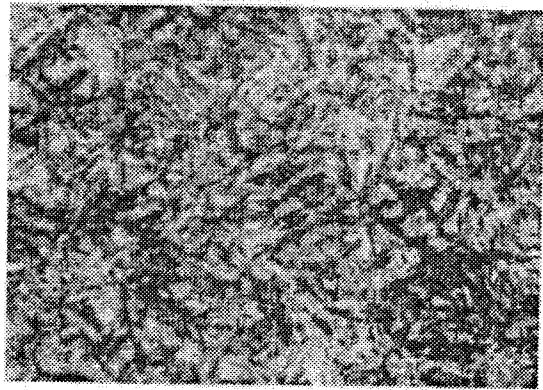
1/3 contrainte  $N_R$



2/3 contrainte  $1/2 N_R$



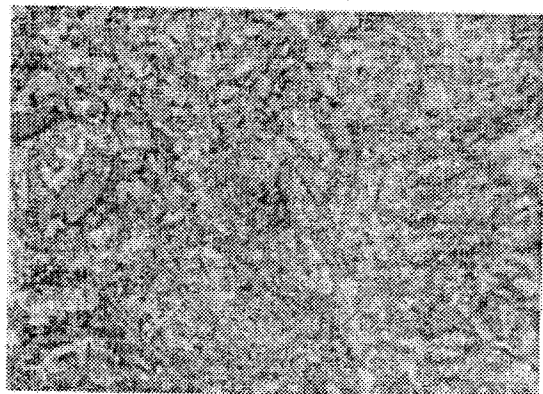
2/3 contrainte  $N_R$



1 contrainte  $1/2 N_R$

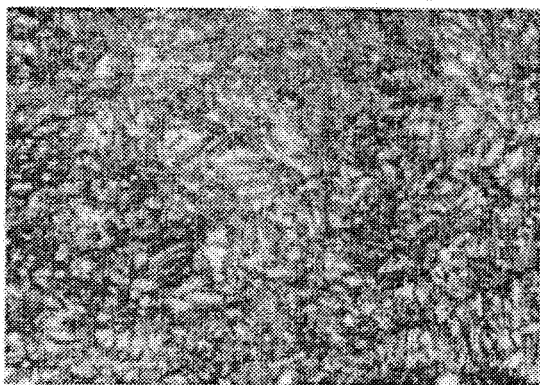


1 contrainte  $N_R$

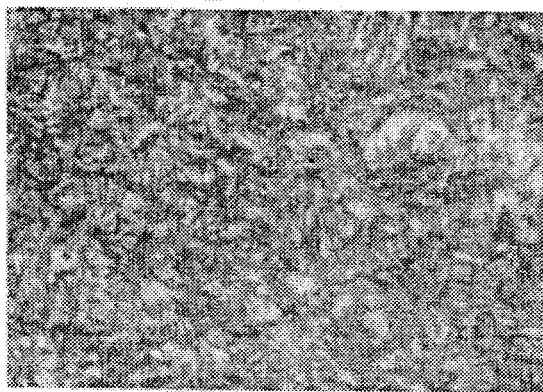


**Figure 12 :** *Microstructure en surface de l'échantillon AD 140 pour différentes contraintes et durées de vie.*

1/3 contrainte  $1/2 N_R$



1/3 contrainte  $N_R$



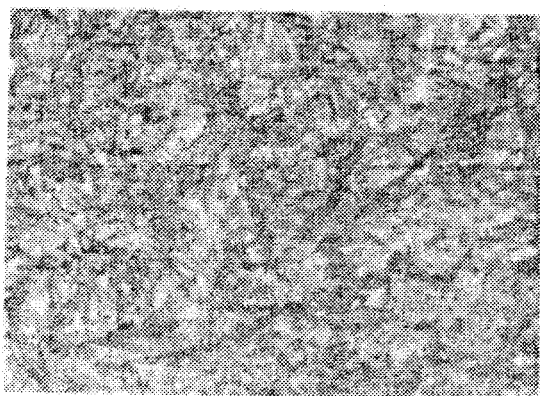
2/3 contrainte  $1/2 N_R$



2/3 contrainte  $N_R$



1 contrainte  $1/2 N_R$



1 contrainte  $N_R$



**Figure 13** : *Microstructure en surface de l'échantillon BD 60 à différentes contraintes et durées de vie.*

Sur la figure 14 nous avons représenté l'évolution du paramètre "dureté superficielle moyenne" en fonction du nombre de cycles (figure 14a) et en fonction de la contrainte de flexion (figure 14b).

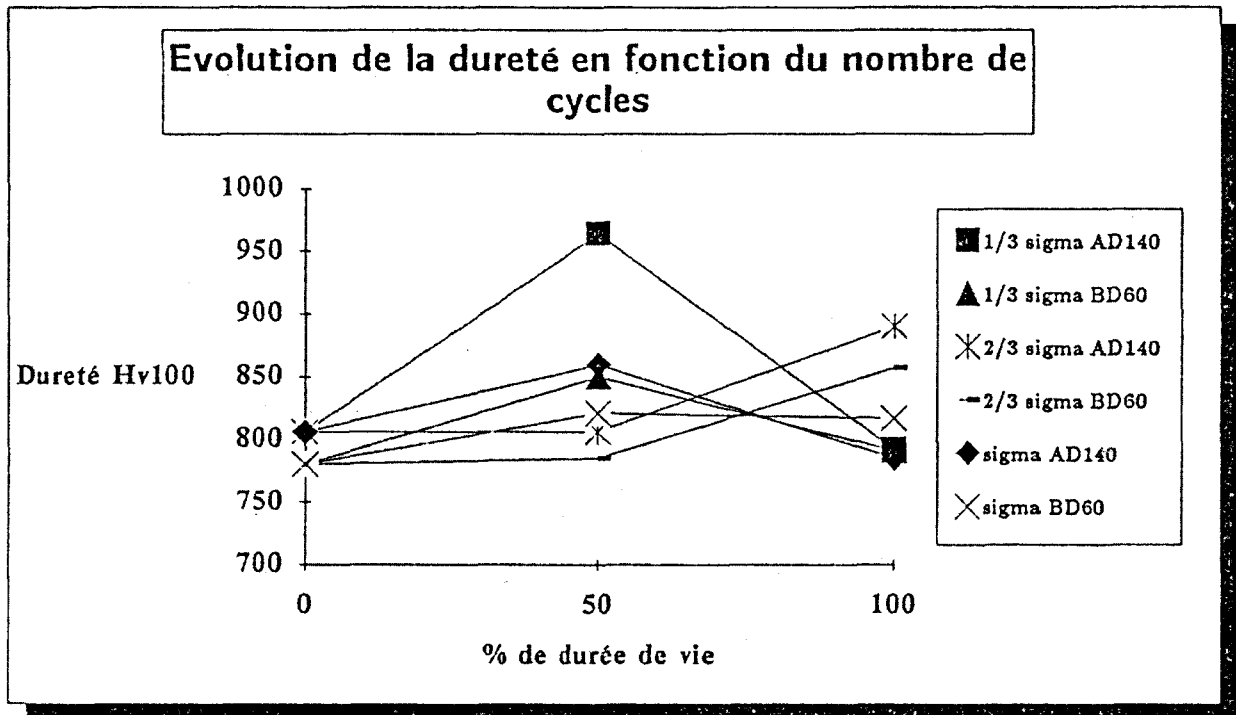


fig. 14(a)

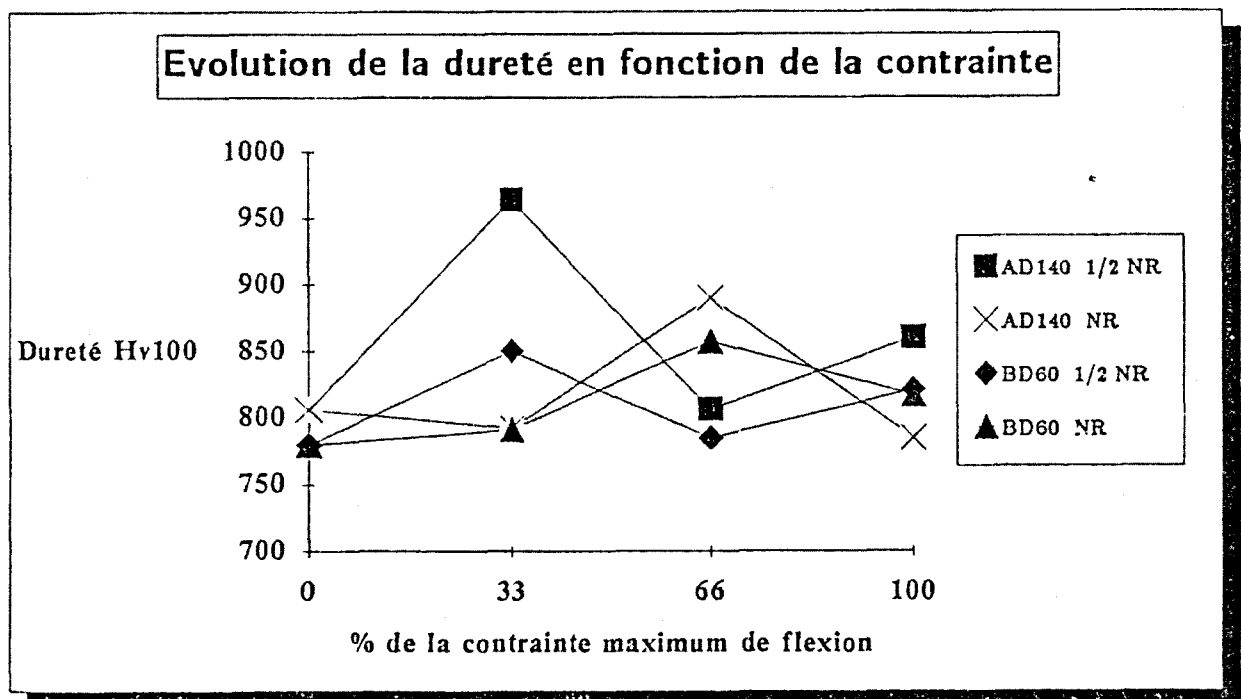


fig. 14(b)

**Figure 14** : Evolution de la dureté en fonction du nombre de cycles (a) et de la contrainte de flexion (b).

Les échantillons AD 140 et BD 60 ont essentiellement le même comportement. Celui-ci se traduit par une augmentation très importante de la dureté pour une contrainte faible (1/3 de la contrainte maximum de flexion) et à demi durée de vie. Pour la durée de vie totale, on observe de nouveau une augmentation de la dureté pour la contrainte  $2/3 \sigma_{\max}$  mais avec une amplitude plus faible que précédemment. Avant de discuter des variations observées et pour mieux rendre compte des différents phénomènes mis en jeu, nous étudions dans la suite le paramètre largeur de corde à mi-hauteur du pic  $\alpha'_{110}$  obtenu par diffraction des rayons X.

## **V. Largeur de corde à mi-hauteur.**

Au cours de la fatigue, nous avons vu que les contraintes et les microdéformations peuvent évoluer. Dans ce qui suit nous avons choisi la largeur de corde à mi-hauteur, d'un pic donné, obtenu par diffraction des rayons X pour représenter l'évolution de la microstructure.

### **V.1 Mode opératoire.**

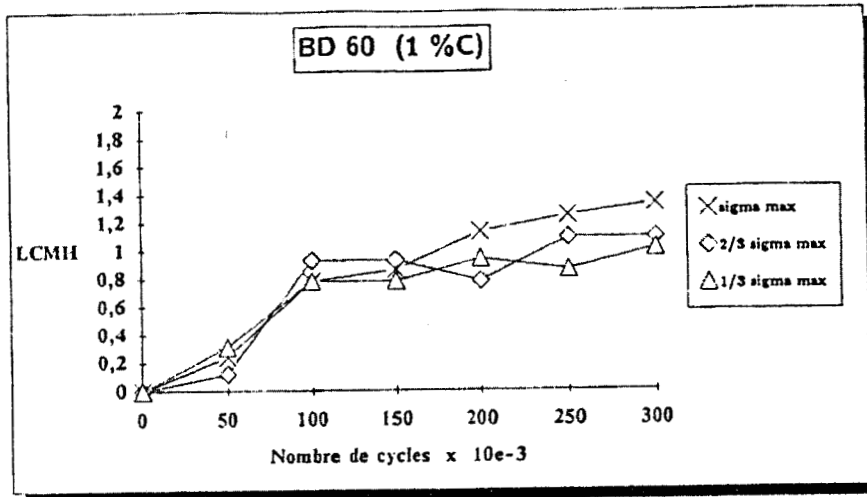
La diffraction des rayons X est réalisée à l'aide d'un appareil INEL équipé d'un goniomètre HUBER. Le tube à rayons X à anticathode de chrome est utilisé généralement à une tension de 22 kV pour une intensité de 5 mA. Le canon à rayons X se termine par un collimateur rectangulaire de section 2 x 4 mm. La mesure de la largeur de corde à mi-hauteur est obtenue à partir du pic (110) de la martensite ( $2\theta = 68^\circ$ ) et le temps d'acquisition des spectres est fixé à 10 mn.

Les essais de fatigue par flexion trois points, couplés à la diffraction des rayons X, s'effectuent à la charge statique de 0.9 t ( $R = 0.2$ ) pour appliquer une contrainte maximum environ 20 % supérieure à la limite d'endurance. La largeur de corde à mi-hauteur est mesurée tous les 50 000 cycles en trois endroits de la surface de l'éprouvette correspondants à 1/3, 2/3 et 3/3 de la contrainte maximale appliquée.

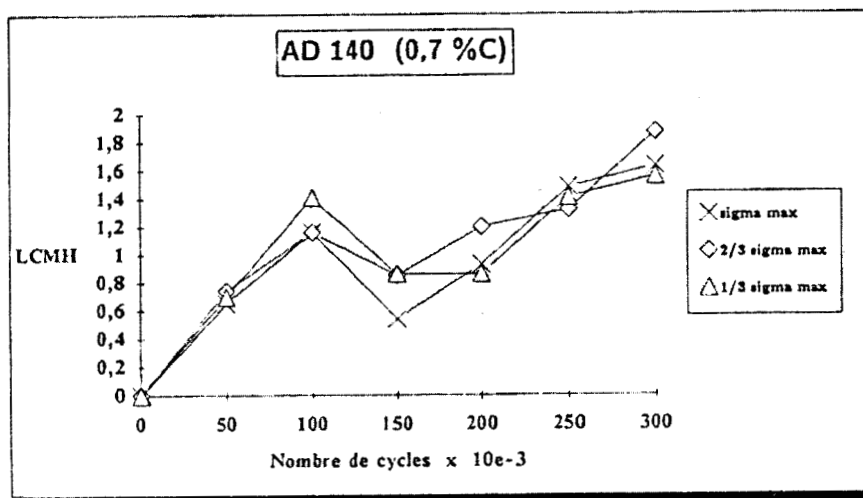
### **V.2 Résultats.**

Pour prendre en compte l'influence de la concentration en carbone de la martensite sur l'évolution de la microstructure, nous avons étudié les échantillons cémentés AD 140 et BD 60 contenant respectivement 0.7 et 1 % de carbone en surface ainsi que l'acier 20 NCD 2 trempé par induction.

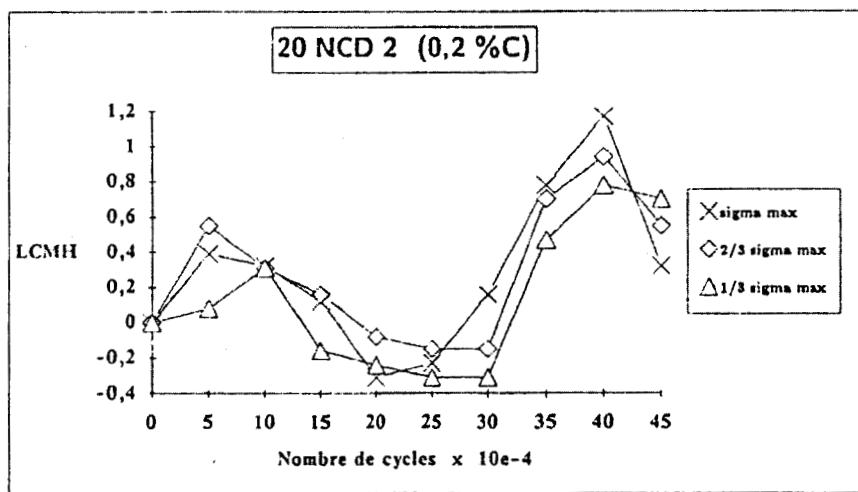
La largeur de corde à mi-hauteur est alors comparée à celle obtenue avant cyclage. Son évolution est représentée figure 15.



(a) BD 60 1 %C



(b) AD 140 0.7 %C



(c) 20 NCD 2 0.2 %C

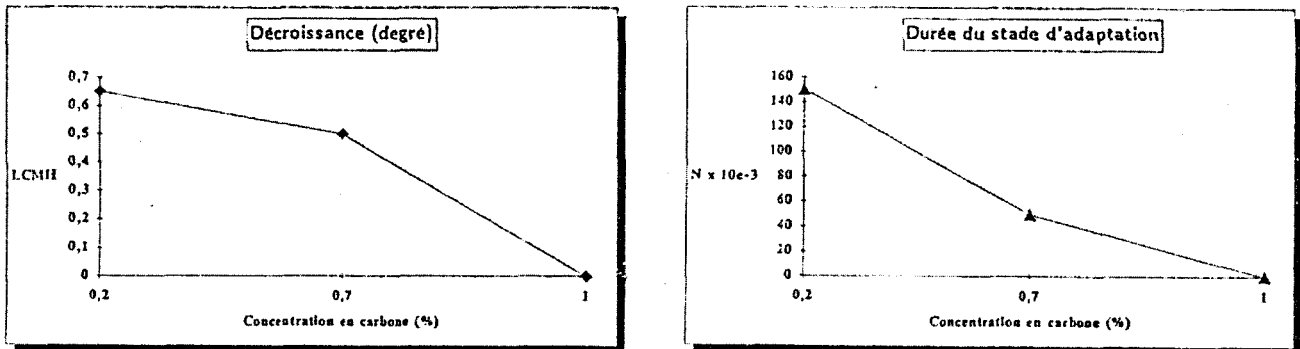
**Figure 15 :** *Largeur de corde à mi-hauteur en fonction du nombre de cycles pour différentes contraintes et teneurs en carbone.*

L'évolution relative de la largeur de corde à mi-hauteur (LCMH) en fonction du nombre de cycles peut se décomposer en trois stades. Ces différents stades ont déjà été observés par Taira et coll [9,10,11] pour un matériau recuit et pour un matériau écroui en suivant l'évolution de la largeur des pics de diffraction pendant une sollicitation de flexion rotative. Dans notre cas, les variations de la largeur de corde à mi-hauteur sont du même type que celles observées pour les courbes de dureté (figure 14, & IV). Lieurade [12] a montré, en effet, que le profil des largeurs de corde à mi-hauteur peut être corrélé au profil des duretés.

Examinons maintenant en détail l'allure des courbes de LCMH en fonction du nombre de cycles. Le stade I ( $N < 10^5$  cycles) se caractérise par un élargissement important du pic de diffraction. Pendant le second stade ( $10^5 < N < 2 \cdot 10^5$  cycles) la LCMH est stable puis croît de nouveau dans le troisième stade ( $N > 2 \cdot 10^5$  cycles). La bibliographie sur ce sujet étant très succincte, nous devons faire certaines hypothèses sur les phénomènes susceptibles d'intervenir au cours de chacun des stades.

*Stade I* : Dès les premiers cycles de déformation, il y a variation rapide de la largeur de corde à mi-hauteur. De manière générale une augmentation de la LCMH peut être reliée à la formation de bandes de glissement d'une part et à une modification de la disposition des dislocations d'autre part [13]. La formation des amas de dislocations dépend de l'écart entre la contrainte appliquée ( $\sigma_a$ ) et la limite d'endurance ( $\sigma_d$ ) du matériau. L'augmentation du rapport ( $\sigma_a / \sigma_d$ ) amplifie le phénomène de multiplication des dislocations qui se regroupent pour former des cellules [13]. Pour nos essais, on peut noter que, au cours de ce stade, la variation de LCMH est sensiblement la même en tout point de l'éprouvette. On peut donc penser qu'il existe une contrainte minimum, dépassée ici, à partir de laquelle le phénomène d'adaptation est relativement peu dépendant de la contrainte pour autant que celle-ci se situe au dessous de la limite élastique. Comme les variations observées pour chaque type de traitement ne sont pas identiques, on peut supposer que la concentration en carbone et la dureté initiale différentes en sont responsables. En effet, une dureté plus grande associée à une densité de dislocations élevée devrait ralentir l'amplitude de l'augmentation de LCMH durant le stade I. Ici, les duretés superficielles des deux échantillons (AD140 et BD60) sont identiques. C'est donc à la quantité d'atomes interstitiels (carbone) constituant autant de sites possibles d'ancrage et de nucléation des dislocations qu'il faut attribuer la différence de progression au cours de ce stade.

*Stade II* : Nous avons vu que le stade I pouvait se caractériser par une augmentation de la densité de dislocations. Dans le deuxième stade, on observe une décroissance de LCMH d'autant plus grande que la concentration en carbone est faible (figure 16a) et pendant une fraction de la durée de vie d'autant plus grande que la concentration est faible (figure 16b).



a)

b)

**Figure 16** : Evolution de la LCMH du stade II en fonction de la teneur en carbone.

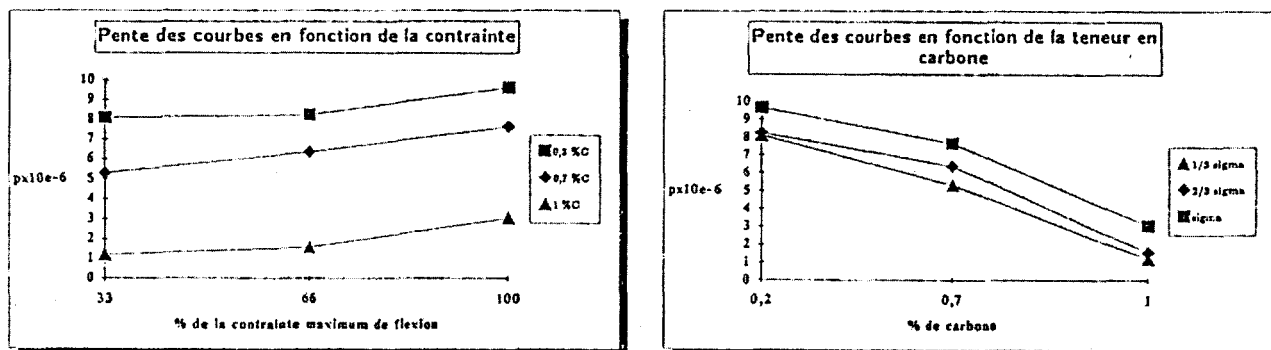
a) amplitude de la décroissance de LCMH,

b) durée du stade d'adaptation exprimée en nombre de cycles.

Ceci est tout à fait cohérent avec ce qui est observé dans le stade I et pourrait signifier que plus la teneur en carbone est élevée et plus les dislocations sont piégées et ne peuvent s'éliminer en accord avec les observations de Bordini [14]. On peut mentionner cependant que d'autres phénomènes entraînant une diminution de LCMH peuvent intervenir, par exemple des phénomènes d'amortissement interne (effet Snoek [15]) pouvant être attribués à la diffusion d'atomes de carbone vers des sites préférentiels [16].

*Stade III* : Le stade III correspond à une augmentation de la largeur de corde à mi-hauteur jusqu'à la rupture. Cette augmentation est liée à la concentration en carbone d'une part et à la contrainte appliquée d'autre part. Plus la contrainte appliquée est grande et plus la pente est élevée (figure 17a). Plus la concentration en carbone est faible et plus la pente est élevée (figure 17b).





a) b)  
**Figure 17 : Penté des courbes LCMH = f(N) du stade III.**

a) en fonction de la contrainte, b) en fonction de la concentration en carbone.

Comme dans les deux stades précédents, ce comportement doit être attribué aux dislocations. Au cours de ce stade, le réarrangement des dislocations est d'autant plus facile que la contrainte est élevée et la teneur en carbone faible. La taille des domaines cohérents de diffraction<sup>1)</sup> est en effet directement liée à la forme du pic. Pour des contraintes croissantes, il y a donc augmentation de la largeur de corde à mi-hauteur du fait de la diminution de la taille des domaines cohérents. Ceci est en accord avec les observations de Bathias [13] qui note une réorganisation des dislocations en cellules qui sont d'autant plus petites que la contrainte est élevée. En ce qui concerne la concentration en carbone, comme nous l'avons vu, plus la quantité d'atomes interstitiels est grande et moins la réorganisation des dislocations est facile.

note 1) : Un domaine cohérent de diffraction appelé cristallite est un ensemble de colonnes (empilement régulier d'atomes) délimité par un réseau de dislocations. La taille des cristallites définie par la longueur moyenne de ces colonnes est liée à la largeur de corde à mi-hauteur par la relation de Scherrer  $D = \lambda / (LCMH \cdot \cos \theta)$  avec LCMH exprimée en radians.

### V.3 Conclusions.

Nous avons mis en évidence, par la largeur de corde à mi-hauteur, l'existence de trois stades de l'endommagement. Le stade I correspond à une augmentation rapide de la largeur de corde à mi-hauteur liée à une multiplication des dislocations. Au

cours du stade II, il y a réarrangement des dislocations. Ce réarrangement se traduit par une diminution de la largeur de corde à mi-hauteur d'autant plus forte que la concentration en carbone est faible. Dans le stade III, l'effet des contraintes appliquées devient apparent. On observe une augmentation de la largeur de corde à mi-hauteur d'autant plus forte que la contrainte est élevée.

Le mouvement des dislocations est généré par une énergie fournie aux dislocations, cette énergie peut provenir de l'application d'une contrainte extérieure ou encore d'une agitation mécanique. La propagation des dislocations provoque un frottement de réseau qui n'a lieu qu'en présence d'un réseau de dislocations avant l'application de la contrainte. Dans un premier temps, sous l'effet de la contrainte appliquée et de l'agitation mécanique, on a multiplication des dislocations. En effet, la vibration de réseau provoque la création de doubles décrochements facilitant le mouvement des dislocations peu mobiles. Le manque d'énergie, nécessaire à la multiplication des dislocations, produit par une contrainte trop faible (inférieure à la contrainte de Pierls, contrainte minimum nécessaire aux déplacements des dislocations) est compensé par l'agitation mécanique. Lorsque la densité de dislocations devient trop importante, les dislocations ainsi créées, les atomes en insertion et le frottement de réseau peuvent s'opposer aux mouvements des dislocations. On assiste donc à un regroupement local sous forme de cellules qui, par application de la contrainte, seront d'autant plus petites que la contrainte sera élevée. Le schéma de mouvement des dislocations des différents stades est une multiplication puis un regroupement sous forme de cellules et enfin une diminution de la taille de ces cellules. Ceci reste à confirmer par une observation en Microscopie Electronique à Transmission sur des lames minces prélevées à différentes étapes de sollicitation.

## VI. Analyse morphologique de la rupture de fatigue par flexion trois points.

### VI.1 Généralités.

L'utilisation des matériaux est limitée par les risques de déformation ou de rupture des pièces. Il est donc important de connaître pour un matériau donné les conditions dans lesquelles la rupture risque de se produire et les raisons physiques de cette rupture. Pour cette étude, la rupture est initiée après fatigue de flexion trois points ondulée. L'analyse morphologique de la rupture par fatigue est réalisée par Microscopie Electronique à Balayage (M.E.B.). L'un des principaux avantages de cette technique est de permettre de relier l'aspect macro et microscopique par un passage progressif à différents grossissements.

Les deux échantillons testés, référencés respectivement BD60 et AD140, ont été retenus car ils présentent la même teneur en austénite résiduelle en surface avec des teneurs en éléments interstitiels différents (1 et 0,7 %C respectivement). L'observation à l'oeil nu des cassures révèlent différentes zones (figure 18) :

En surface la cassure est plane, et à coeur, le faciès est fortement accidenté.

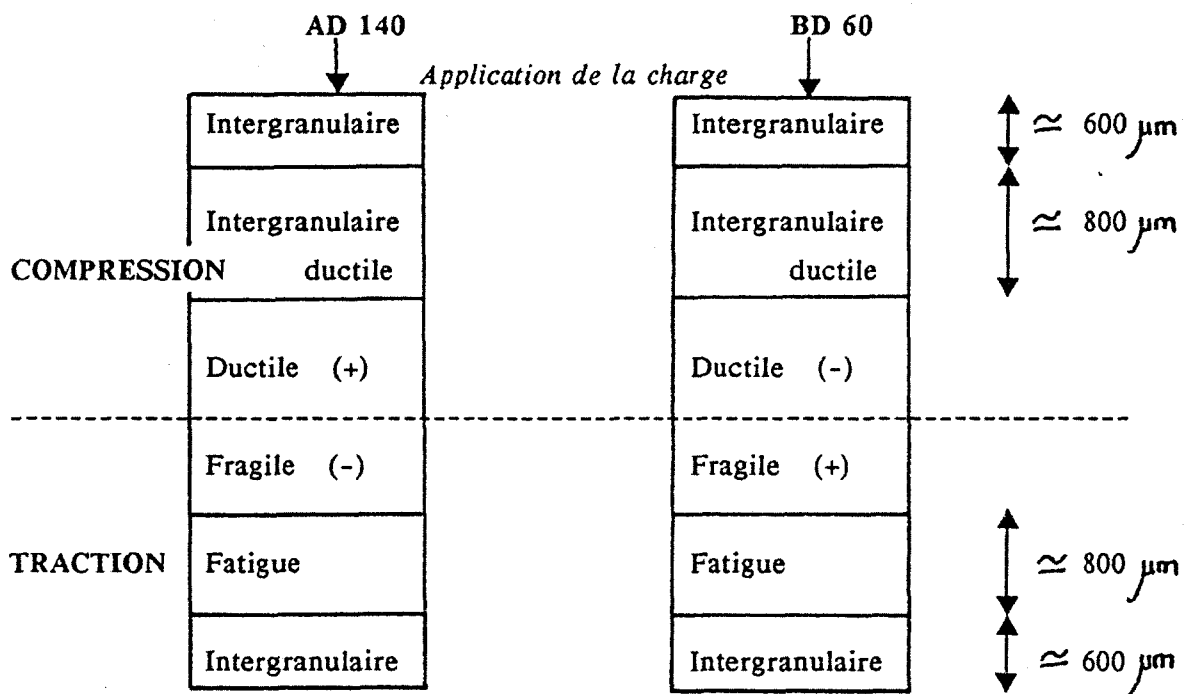


Figure 18 : Schématisation de la rupture des aciers cémentés BD60 (1%C) et AD140 (0,7%C).

L'aspect de la cassure des deux échantillons est globalement similaire si l'on excepte la zone de rupture finale où quelques différences de proportion entre ruptures ductiles et fragiles sont remarquées. En surface, dans la zone de traction, une zone de rupture intergranulaire classique des aciers cémentés est suivie d'une zone de rupture par fatigue. Dans la zone de compression, zone d'application de la charge, la rupture intergranulaire est suivie d'une rupture intergranulaire ductile. Les paragraphes suivants expliquent les différents types de rupture rencontrés.

### VI.2 Porosité.

Avant une étude détaillée de l'influence des différents paramètres structuraux, de la concentration en impuretés et en éléments d'addition aux joints de grains, on peut noter la présence d'une corrosion intergranulaire mise en évidence figure 20. Etant donné la faible pénétration (20  $\mu\text{m}$ ), elle ne peut être entièrement responsable de la rupture intergranulaire constatée.



**Figure 20** : *Corrosion intergranulaire en surface (20  $\mu\text{m}$ ) et quelques traces de porosité.*

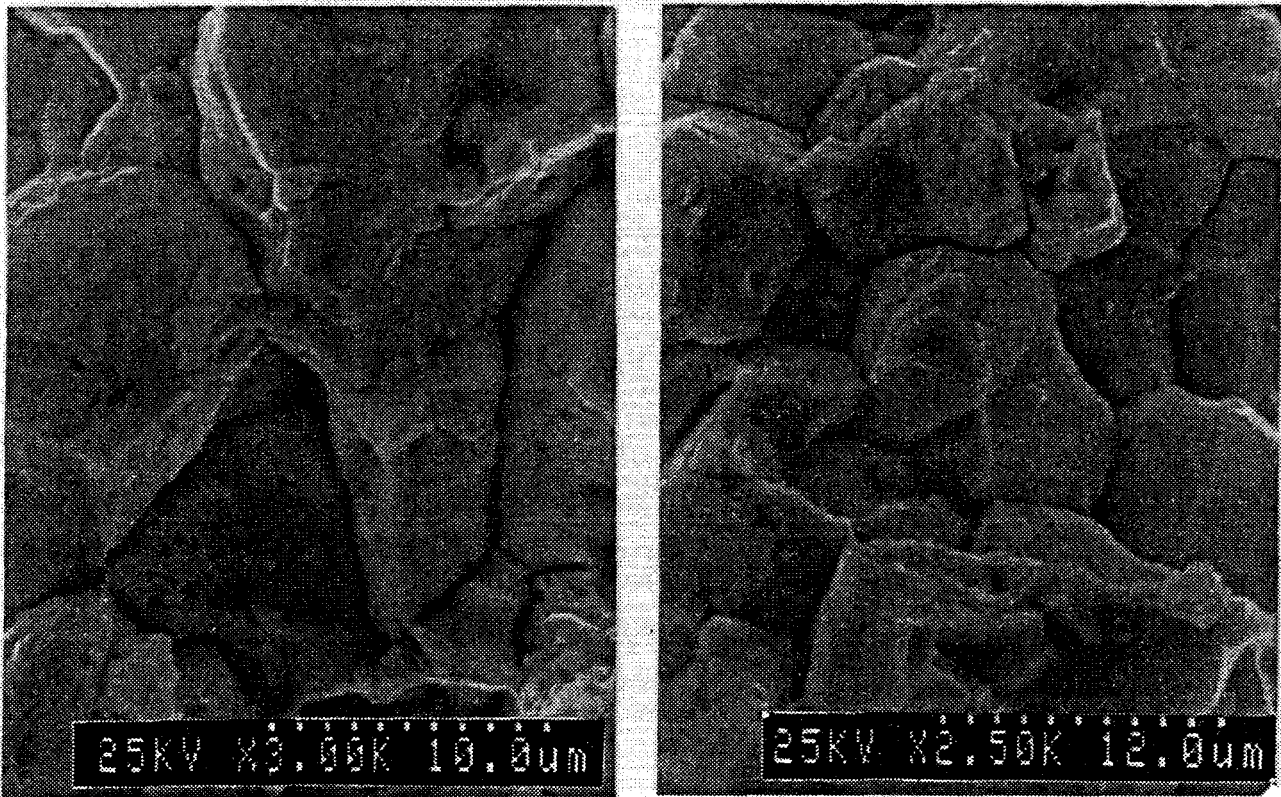
### VI.3 Rupture intergranulaire.

L'examen des surfaces de ruptures après essai de fatigue montre que, dans certains cas, la rupture a lieu le long des joints de grains. Cette rupture, appelée

intergranulaire, se caractérise par une décohésion des grains. Les conditions d'apparition sont multiples et peuvent être classées en quatre catégories, la combinaison de deux ou plusieurs d'entre elles ayant un effet plus néfaste [17] :

- a) présence de certains constituants ou phases le long des joints de grains (précipités par exemple),
- b) présence d'impuretés fragilisantes aux joints des grains en l'absence de toute seconde phase observable,
- c) action spécifique de l'environnement (corrosion, ...) ou des contraintes,
- d) application de contraintes à haute température.

Pour nos échantillons, la rupture intergranulaire, localisée en surface sur une profondeur d'environ 600  $\mu\text{m}$  (figure 21), est caractéristique de la rupture d'une structure essentiellement martensitique, due au traitement de cémentation suivi de trempe.



a)

b)

**Figure 21** : Rupture intergranulaire des aciers cémentés : a) AD140, b) BD60.

La rupture intergranulaire constatée peut provenir d'une fragilisation consécutive à un revenu de détente. En effet, au cours de l'essai de fatigue, la structure peut subir un revenu mécanique semblable à un revenu thermique. La fragilisation au revenu des aciers faiblement alliés est le résultat de la ségrégation aux joints de grains d'impuretés (P, Si). Cependant il est vraisemblable que la faible quantité de ces impuretés ne peut rendre compte entièrement de la fragilisation. Par contre, les additions de chrome et de molybdène en quantité relativement importante dans l'acier 20 NCD 2 peuvent affecter la cohésion des joints.

De plus, la précipitation de carbures contenant les éléments d'addition métalliques altèrent de façon permanente la composition de la solution solide, déplacent les équilibres interface/matrice et modifient les cinétiques de ségrégation. La cohésion du joint lui-même est donc fonction de sa composition globale en impuretés, en éléments d'addition et en carbone.

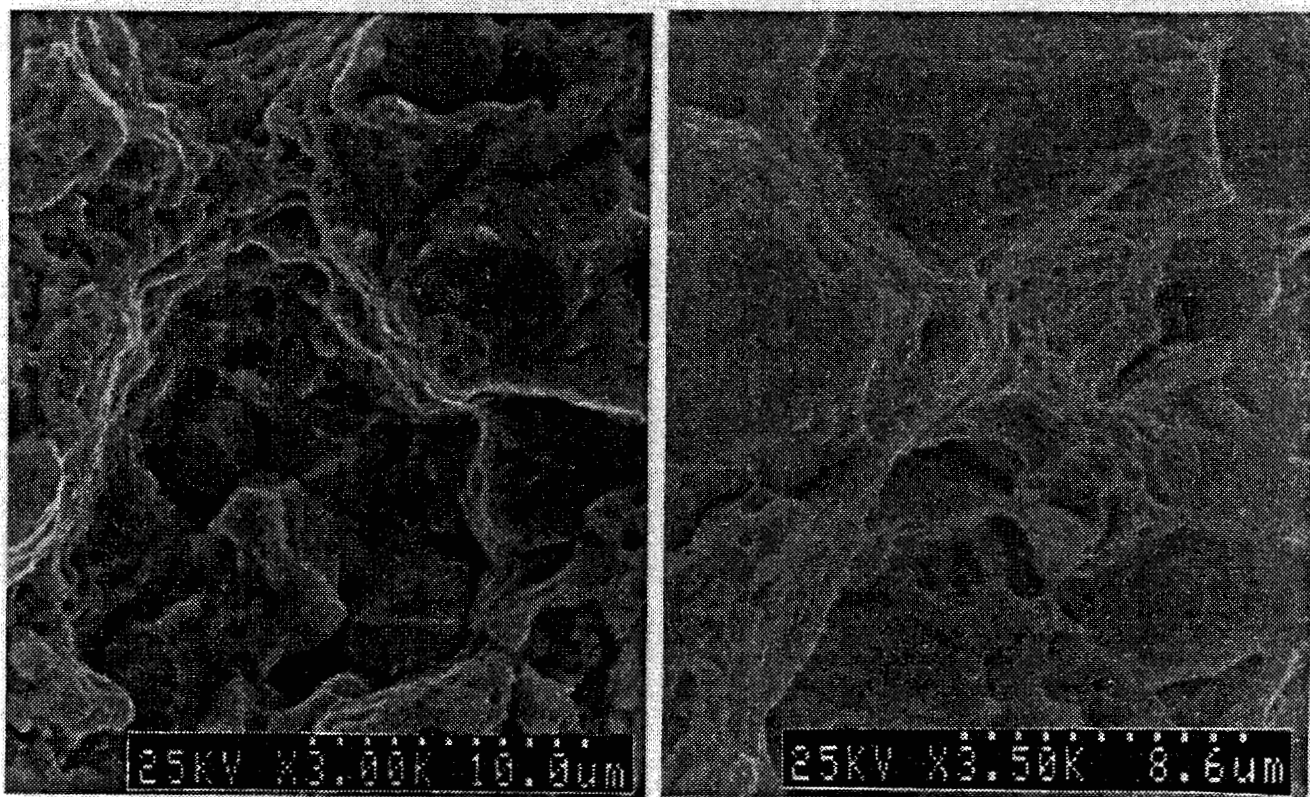
Après le traitement de cémentation suivi de la trempe, les aciers à structures martensitiques peuvent déjà présenter des fissurations (Figure 16, chapitre IV), plus la quantité de carbone en solution solide dans l'auténite est grande, plus la tendance à la martensite à se fissurer est élevée.

Deux types de fissures sont observés, microfissures dans les aiguilles de martensite ou entre les aiguilles de martensite et la matrice austénitique. Cette fissuration peut s'amplifier au cours de l'essai mécanique. Outre cette fissuration interne, il peut y avoir formation de fissures intergranulaires résultant des effets dynamiques à l'extrémité des aiguilles et entraînant une accommodation des contraintes. De l'association des contraintes résiduelles et des contraintes appliquées résulte un champ de contraintes favorable à la diminution de ce phénomène.

Les différences de durée de vie (135 000 cycles pour l'échantillon AD140 (0,7%C) et 12 000 cycles pour l'échantillon BD60 (1%C)) sont sans doute à relier à ces phénomènes. En conclusion, les causes de la rupture intergranulaire sont difficiles à attribuer précisément à l'une ou l'autre des nombreuses possibilités énumérées. Il semble néanmoins que la contrainte résiduelle dans la couche joue un rôle important sur la fragilité de la structure martensitique.

#### **VI.4 Rupture intergranulaire-ductile.**

La rupture intergranulaire ductile se caractérise par une décohésion intergranulaire faisant apparaître des grains bien marqués et par des microcupules à la surface des grains (figure 22).



a)

b)

**Figure 22** : Rupture intergranulaire ductile marquée par une décohesion intergranulaire et la présence de cupules : a) AD 140, b) BD 60.

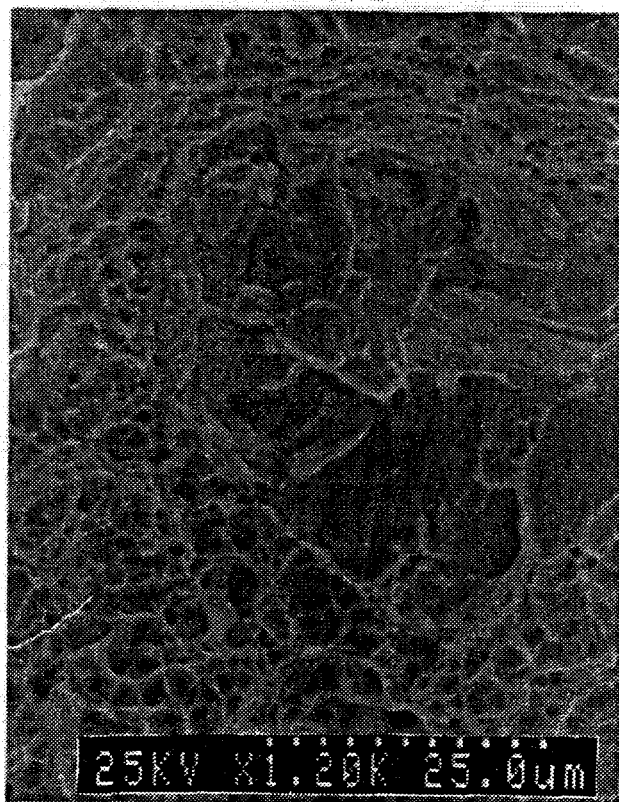
Ce faciès de rupture caractéristique est observé à proximité de la zone d'application de la charge et sous la zone de rupture intergranulaire. Elle s'étend sur environ 0,8 mm et marque le passage progressif de la rupture à coeur à caractère ductile à la rupture intergranulaire de la couche.

On peut noter que ces deux types de ruptures couvrent l'ensemble de la zone cimentée soit environ 1,5 mm.

## VI.5 Rupture à coeur.

### VI.5.1 Echantillon BD 60.

La rupture à coeur de cet échantillon se différencie de ce que l'on observe plus près de la surface par un relief accidenté caractérisé par un faciès de rupture mixte fragile/ductile où la présence de cupules est liée à la rupture ductile et celle de zones de clivage à la rupture fragile (Figure 23).

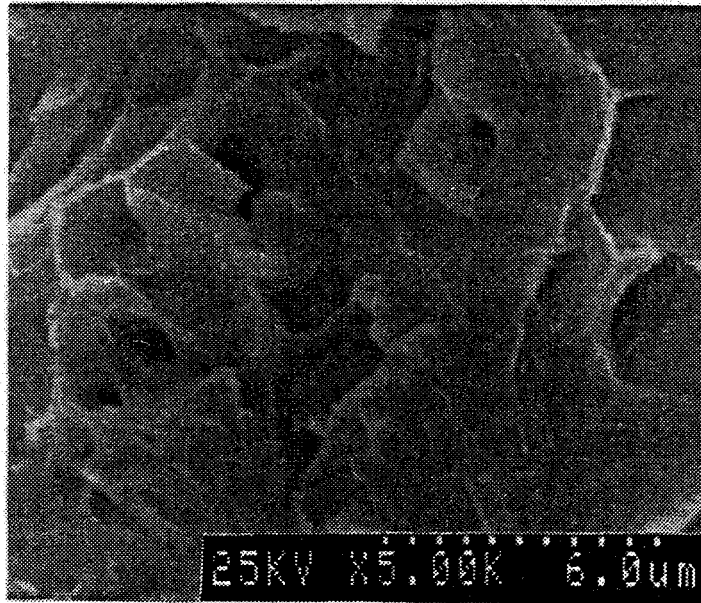


**Figure 23** : Photographie caractéristique d'une rupture mixte ductile/fragile (cupules et clivage).

Cet aspect mixte est sans doute la conséquence du comportement élastique différent des phases ou constituants susceptibles d'être présents. Dans nos conditions de traitement, ferrite, bainite et austénite retenue peuvent coexister.

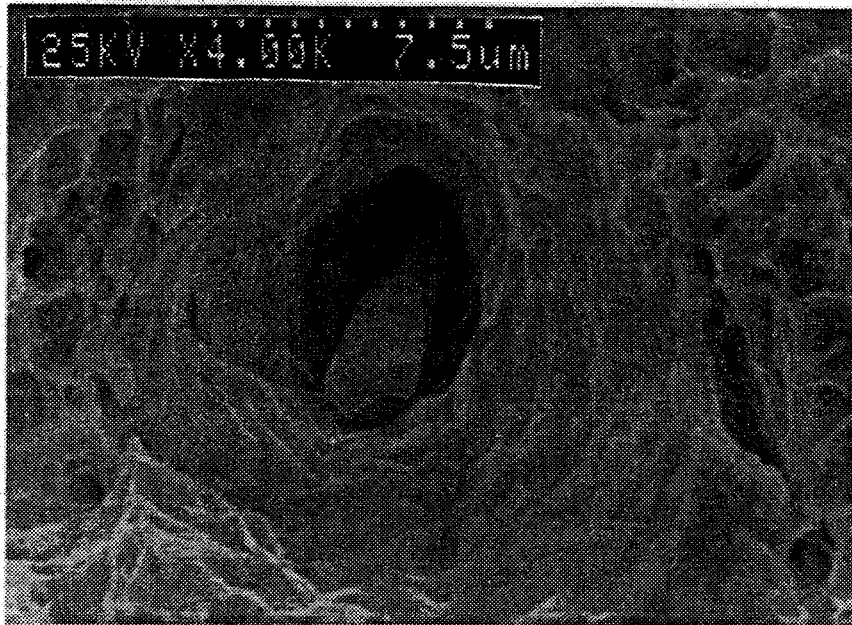
Les clivages sont caractéristiques du mode de rupture des métaux à structure cubique centrée par rupture suivant les plans cristallographiques (100) (Figure 24).





**Figure 24** : *Faciès caractéristique d'une rupture par clivage (présence de rivières et de languettes).*

Ces ruptures se traduisent par la présence de rivières (marches correspondant à l'intersection de deux plans de clivage) visibles sur les figures 23 et 24, et de languettes visibles sur la figure 24. La figure 24 est typique du faciès de rupture fragile de la bainite, les zones de rupture ductile sont associées à la présence de ferrite.

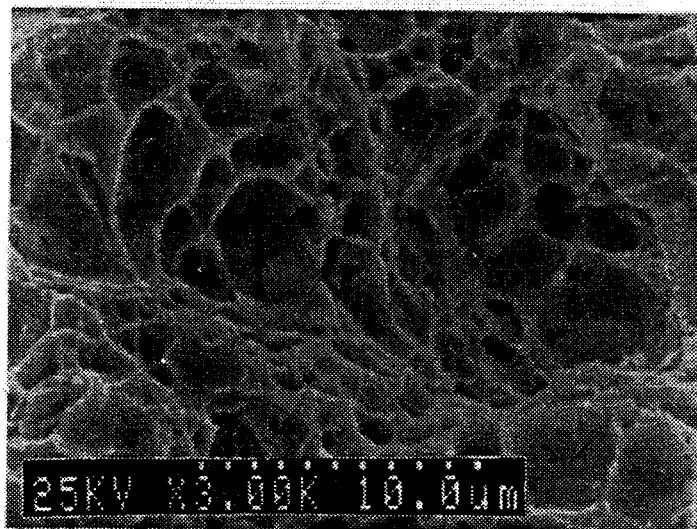


**Figure 25** : *Inclusion, dans une cupule, de type sulfure de manganèse.*

Quelques sulfures de manganèse sont visibles sur les faciès de rupture (exemple figure 25) et jouent le rôle d'initiateur de la rupture ductile.

VI.52 Echantillon AD 140.

Pour cet échantillon, la ductilité est plus importante comme on peut le constater sur la figure 26.



**Figure 26** : *Faciès typique d'une rupture ductile observée sur l'échantillon AD 140.*

En effet, la structure bainitique à coeur est moins présente du fait de la température de trempe plus élevée (140°C au lieu de 60°C) et donc de la vitesse de refroidissement plus faible à coeur. Néanmoins, quelques zones de clivage sont visibles (figure 27).

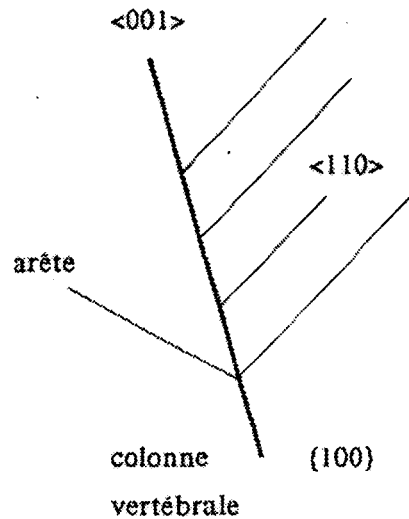
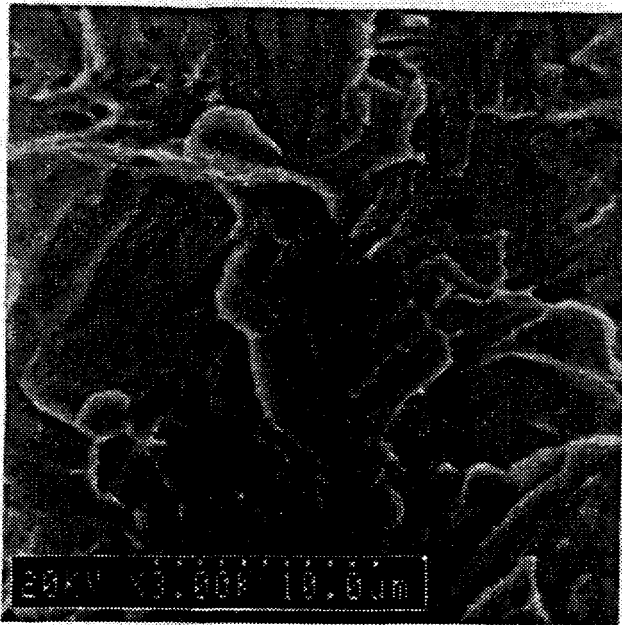


Figure 27 : Clivage type "arêtes de Hareng".

Comme nous l'avons vu, le clivage s'effectue selon un plan (100) dans le cas des structures cubiques centrées où il peut prendre l'aspect "d'arêtes de poissons", la direction  $\langle 110 \rangle$  correspondant à la "colonne vertébrale" et deux directions  $\langle 110 \rangle$  correspondant aux "arêtes". On peut également observer l'influence d'un maillage caractérisé par la présence de quelques languettes en "creux" (Figure 28).

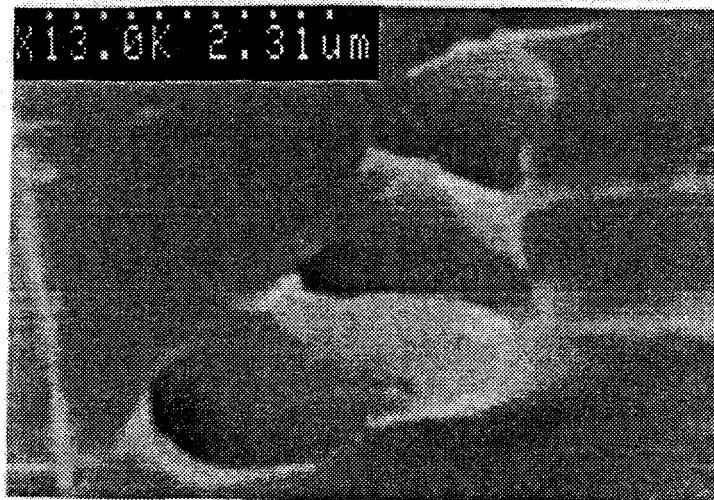
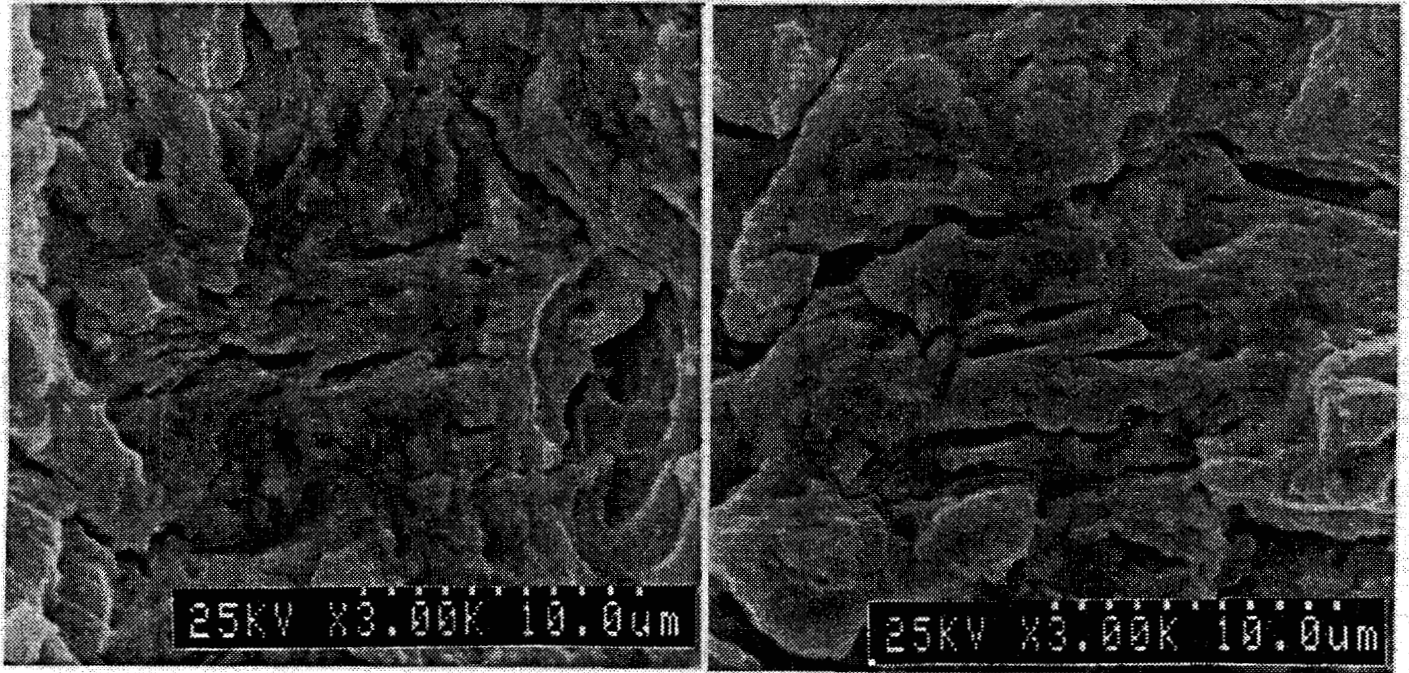


Figure 28 : Languettes en "creux" dans une zone de clivage.

## VI.6 Rupture de fatigue.

Du côté opposé à l'application de la charge, on retrouve une rupture intergranulaire en surface et sous cette zone, un faciès de rupture caractérisé par une densité notable de microfissures secondaires et une striation peu définie (Figure 29).



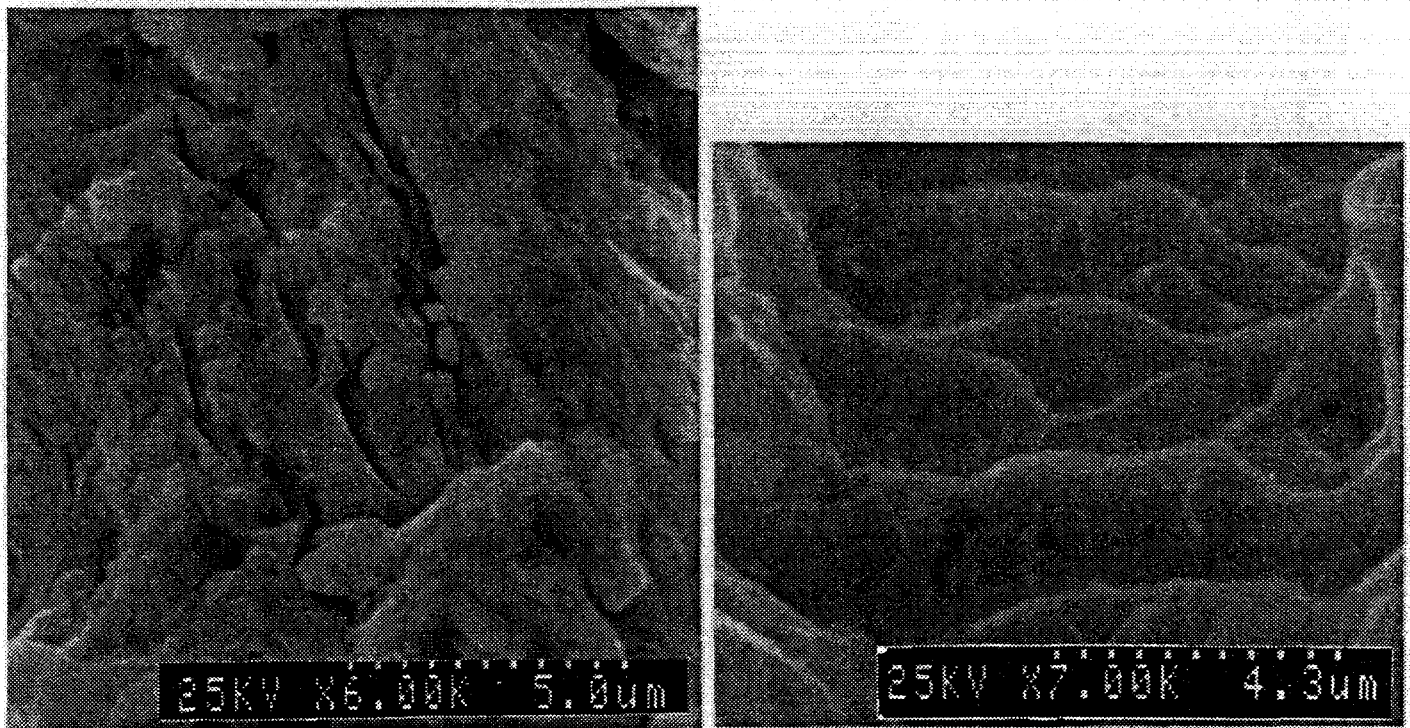
a)

b)

**Figure 29** : *Microfissures et striation du faciès de rupture.*

a) AD140      b) BD60

Du point de vue macroscopique, au contraire du relief accentué de la rupture à coeur, la rupture dans cette zone est relativement plane et réfléchit peu la lumière. A plus fort grossissement, on observe des stries de fatigue (Figure 30) relativement peu définies étant donné la complexité de la microstructure (Martensite + Bainite + Austénite + Ferrite).



a)

b)

**Figure 30 : Microfissures et stries de fatigue à fort grossissement**

*a) AD 140, b) BD 60.*

### VI.7 Conclusions.

La morphologie de la rupture par fatigue des deux aciers cémentés comprend successivement :

- une zone de rupture intergranulaire marquée par une décohésion aux joints de grain liée à la structure martensitique,
- une zone de rupture par fatigue caractérisée par une striation grossière et la présence de nombreuses microfissures secondaires,
- la rupture à coeur est une rupture mixte ductile/fragile, pour les deux échantillons testés, une différence de proportion entre ces deux types de rupture est constatée.

La différence de comportement des deux échantillons réside essentiellement dans l'écart de durée de vie (AD140 : 135 000 cycles, BD60 : 12 000 cycles). L'aspect des fractographies étant semblable dans les deux cas, cet écart est probablement lié à la teneur en carbone de la couche.

## VII. Conclusions.

L'endommagement conduisant à la ruine de l'échantillon peut se décomposer en trois étapes représentées successivement par un endommagement où aucune fissure n'est décelable puis par l'amorçage macroscopique de microfissures et enfin par la propagation de cette macrofissure.

Pour tenter de mieux comprendre l'endommagement en fatigue intervenant avant l'amorçage de la fissure conduisant à la rupture, nous étudions plus spécialement la microstructure, la dureté et la largeur de corde à mi-hauteur. Pour compléter l'étude de ce premier stade de l'endommagement, nous analysons les faciès de rupture.

Les faciès de rupture observés sont semblables, il en résulte que les écarts de durée de vie enregistrés proviennent essentiellement de la concentration en carbone différente pour les deux échantillons et des relations entre les dislocations et la concentration locale en carbone. Pour apprécier cette interaction, nous avons considéré la largeur de corde à mi-hauteur, du pic de diffraction de la martensite, nous renseignant sur l'état de microdéformation. L'évolution de ce paramètre fait ressortir trois stades :

- multiplication des dislocations (augmentation de LCMH),
- adaptation caractérisée par une baisse de LCMH d'autant plus importante que la teneur en carbone est faible,
- augmentation de LCMH en fonction de la contrainte appliquée.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] **GOLDSTEIN (J.I.), MOREN (A.E.)**  
*Diffusion modeling of the carburization process.*  
*Met. Trans. A, vol 9, (1978), p1515.*
- [2] **WUNNING (J.)**  
*Härtereit Technische Mitteilungen, 23, (1968), Heft 2.*
- [3] **HARRIS (F.E.)**  
*Case depth. Metal Progress, (August 1943).*
- [4] **SMITTHELS (C.J.)**  
*Metals Reference Book, 5th Edition.*
- [5] **STEVEN (W.), HAYNES (A.G.)**  
*J. Iron Steel Inst., Vol. 183, (1956), p349.*
- [6] **BARRALIS (J.), MAEDER (G.)**  
*Métallurgie, tome 1, collection scientifique ENSAM, Edition Communications actives, (1982).*
- [7] **BRISSON (J.), BLONDEAU (R.), MAYNIER (P.), DOLLET (J.)**  
*Contribution à la connaissance de la dureté des différentes structures des aciers au carbone et moyennement alliés.*  
*Mém. Sc. Rev. Mét. 72, n°2 (1975), p115.*
- [8] **KOISTINEN (D.P.), MARBURGER (R.E.)**  
*A general equation prescribing the extent of the austenite martensite transformation in pure iron, carbon alloys and plain carbon steels.*  
*Acta. Met. 7 (1959), p59.*
- [9] **TAIRA (S.)**  
*Metal Science, 8, (1974), p234.*
- [10] **TAIRA (S.)**  
*Trans. Japan. Soc. of Mech. Eng., 28, (1962), p1335.*
- [11] **TAIRA (S.), KAMACHI (K.)**  
*Proc. 23 Sagamore Army Mat. Research Conf. on the Non destructive Characterization of Materials, (1976), p21.*
- [12] **LIEURADE (H.P.), MERRIEN (P.), DESALOS (Y.), LOMBRY (R.)**  
*Optimisation des traitements de trempe par induction H.F sur des barres en acier 40CD4. Traitement Thermique, n° 218, (avril 88), p37.*
- [13] **BATHIAS (C.), BAÏLON (J.P.)**  
*La fatigue des matériaux et des structures.*  
*Les presses de l'Université de Montréal, Maloie Ed., (1980).*
- [14] **BORDINI (P.G.)**  
*Suppl. Nuovo Cimento 17, (1960), p43.*

- [15] SNOEK (J.L.)**  
*Physica* 6, 1939, 591 et 8, (1941), p711.
- [16] BRUSSON (J.P.)**  
*Contraintes résiduelles dans les pièces cémentées soumises à la fatigue.*  
*Traitement Thermique*, n°85, (1974), p55.
- [17] DE FERRI METALLOGRAFIA**  
*Verlag Stahleisen M.B.H., Düsseldorf, Heft5, (1979).*



## - CONCLUSION -

*A partir des données expérimentales du traitement de cémentation, il est possible de déterminer le profil de concentration en carbone grâce aux lois de diffusion de Fick ainsi que les différentes microstructures en fonction des modifications du diagramme TRC de l'acier utilisé. En considérant les paramètres - teneur en carbone et microstructure - nous établissons un modèle de prévision des contraintes résiduelles. Ce modèle prend en compte les variations locales de volume dues aux transformations métallurgiques. L'originalité de ce modèle est que l'état microstructural qui serait obtenu après refroidissement lent est pris comme état de référence. Les duretés et fractions volumiques des phases sont mesurées ou calculées "après" le traitement thermique. Ces mesures a posteriori justifient l'utilisation d'un modèle purement élastique, puisque la plastification de transformation est prise en compte implicitement dans ces mesures. Ce modèle simple permet d'estimer correctement l'amplitude et la répartition des contraintes dans la couche.*

*L'étude de la résistance à la fatigue des matériaux durcis superficiellement doit tenir compte de la microstructure et des contraintes résiduelles qui sont étroitement liées. Les modèles de comportement en fatigue déduits de l'aspect microstructural et de l'état de contraintes montrent que le site d'amorçage de la rupture se trouve plutôt à la surface pour les échantillons non entaillés et présentant un taux d'austénite retenue faible. Lorsque ce taux augmente, il y a modification de la morphologie de la rupture et l'amorçage peut avoir lieu sous la surface. Il existe ainsi un optimum pour le taux d'austénite résiduelle. Pour les échantillons entaillés, on note un phénomène similaire et on montre que la durée de vie la plus grande est obtenue pour 20% d'austénite résiduelle à la surface et pour 10% d'austénite résiduelle lorsque la bainite est présente. Ces contraintes résiduelles sont le plus souvent instables au cours du cyclage, la microstructure pouvant simultanément évoluer pendant cette période. Pour tenter de mieux comprendre l'endommagement en fatigue, nous étudions plus particulièrement l'évolution de la microstructure, de la dureté et de la largeur de corde à mi-hauteur au début de la sollicitation et avant l'apparition de fissures conduisant à la rupture. Nous terminons cette étude par une analyse morphologique de la rupture.*

*Les faciès de rupture observés sont fonction des modes de rupture qui dépendent eux mêmes de la microstructure et des contraintes résiduelles qui sont*

*intimement liées. Dans le cas présent les différences constatées entre les faciès de rupture des deux échantillons ne sont pas suffisamment grandes pour expliquer les écarts de durée de vie. Il est vraisemblable que les contraintes résiduelles qui conditionnent la localisation de l'amorçage de la fissure menant à la rupture sont voisines dans les deux cas. Les paramètres qui nous semblent les plus significatifs dans le cadre de cette étude pour expliquer ces comportements sont d'une part la concentration en carbone différente des deux échantillons et d'autre part les relations entre la configuration du système de dislocations et la concentration locale en carbone. Cette interaction peut être appréciée par la mesure de la largeur de corde à mi-hauteur d'un pic de diffraction X (il s'agit ici du pic (110) de la martensite) qui permet de tirer des renseignements sur les microdéformations et la taille des cristallites ou domaines cohérents. Nous observons, en étudiant l'évolution de la largeur de corde à mi-hauteur pour les deux échantillons au cours de l'essai de fatigue, les trois stades suivants :*

- multiplication des dislocations dès les premiers cycles (augmentation de la LCMH),*
- adaptation caractérisée par une baisse de la LCMH,*
- augmentation de la LCMH en fonction de la contrainte appliquée conduisant à la rupture.*

*Pour l'établissement d'un modèle d'endommagement par fatigue il faut distinguer trois étapes successives :*

- au cours de la première étape aucune fissure macroscopique n'est décelable, cette période est caractérisée par des phénomènes liés aux dislocations : multiplication, réorganisation, empilement, formation de murs et de cellules. Cette période se termine par un micro-amorçage dû aux concentrations de contraintes liées aux empilements de dislocations.*
- La deuxième étape est l'amorçage macroscopique provenant de la nucléation des microfissures. Cette étape se termine par la création d'une macrofissure.*
- La dernière étape est l'étape de propagation de la macrofissure qui se termine par la rupture brutale de l'échantillon.*

*Les deux derniers stades ont été largement étudiés. La première étape est plus difficile à modéliser parcequ'elle fait intervenir des micro-mécanismes locaux. C'est l'étude de cette étape qui fait l'objet de la recherche présentée ici.*

*Quels sont les paramètres à prendre en compte lors de la première étape pour l'établissement d'un modèle? La réponse est difficile en l'état actuel des travaux, en effet, la densité, la multiplication, le réarrangement, la taille des cellules des*

*dislocations interviennent au cours de l'endommagement. Si ces effets ont été bien mis en évidence au cours de cette étude, au moins qualitativement, le choix entre les paramètres caractéristiques pour l'établissement d'un modèle n'est pas possible actuellement. Un passage obligé, nous semble-t-il, est l'observation au Microscope Electronique en Transmission de lames minces prélevées sur des échantillons à différents stades de l'endommagement correspondant à la première période.*

## **ANNEXE**

### **Méthode de détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X**

2

**RÖNGTEN découvre un rayon étrange ...  
Il traverse la matière !  
Sa nature est totalement inconnue :  
On l'appellera X.**

La découverte des rayons X se propage rapidement dans tous les milieux, la presse aidant. Le physicien est l'objet d'investigations multiples. H.J.W. DAM, correspondant de la revue anglo-américaine Mc Clure Magazine, rencontre le Professeur Röntgen à l'Institut de Physique de Würzburg, trois mois après sa grande découverte. Il l'interroge quant à la nature des rayons observés.

**H.J.W. DAM :** " Est ce de la lumière ? ".

**W.C. RÖNGTEN :** " Non, car cela ne peut ni se réfléchir, ni se réfracter ".

**H.J.W. DAM :** " Qu'est ce alors ? ".

**W.C. RÖNGTEN :** " Je ne sais pas. Au sujet de l'existence d'une nouvelle sorte de rayons que j'ai décelée, je me propose d'étudier leurs propriétés ... ".

*Extrait de W.C. Röntgen par Jacques Nicolle  
Ed. Seghers., 1965.*

- SOMMAIRE -

**I. Introduction.**

**II. Généralités sur la diffraction des rayons X.**

II.1 Loi de Bragg.

II.2 Méthode générale.

II.3 Paramètres agissant sur la diffraction.

**III. Nature des contraintes résiduelles.**

III.1 Définition.

III.2 Origine et classification.

III.3 Effets sur le matériau.

III.4 Effets sur la diffraction X.

**IV. Dépouillement d'un diffractogramme.**

**V. Mesure des contraintes résiduelles de type I.**

V.1 Méthode générale.

V.2 Détermination des Constantes Elastiques Radiocristallographiques.

V.21 *détermination des C.E.R. par le calcul.*

V.22 *détermination expérimentale des C.E.R..*

V.23 *constatations.*

V.3 Etat de contraintes.

V.31 *état de contrainte biaxial.*

V.32 *état de contrainte triaxial.*

V.321 *méthode des  $\sin^2\Psi$  et  $\sin 2\Psi$ .*

V.322 *par régression multiple.*

V.4 Interprétation des résultats.

**VI. Méthode de dosage semi-quantitatif.**

VI.1 Expression de l'intensité diffractée.

VI.2 Valeur de l'intensité diffractée par une phase *i* dans un mélange.

## **VII. Détermination des microdéformations.**

VII.1 Principe de mesure.

VII.2 Analyse de Fourier sur plusieurs ordres de diffraction.

VII.3 Analyse de Fourier sur un seul ordre de diffraction.

VII.4 Largeur intégrale.

VII.5 Largeur à mi-hauteur.

VII.6 Utilisation des valeurs de D et  $\langle \epsilon^2 \rangle$ .

## **VIII. Techniques expérimentales et choix des paramètres.**

VIII.1 Logiciel de calcul.

VIII.2 Rayonnement incident.

VIII.3 Tension du générateur.

VIII.4 Profondeur de pénétration des rayons X.

## **IX. Limitations actuelles de la méthode.**

IX.1 Taille de grains.

IX.2 Texture cristallographique.

IX.3 Gradient de contraintes.

## **X. Conclusions.**

## **XI. Bibliographie.**

## **I. Introduction**

De 1895, date à laquelle les rayons X sont pour la première fois mis en évidence par W.C. Röntgen, à nos jours, l'histoire des rayons X accompagne le développement de la physique moderne. Sonder la matière, déterminer la position des atomes, étudier leurs interactions, détecter leurs déplacements relatifs, ... cette tâche immense requiert de multiples moyens d'investigation, parmi lesquels les rayons X ont gardé jusqu'à aujourd'hui une place essentielle.

Les plus grandes découvertes dans ce domaine sont sans nul doute celles de P. Debye associé à P. Scherrer et A.W. Hull ainsi que celles de Bragg père et fils. Les premiers ont mis au point la méthode des poudres en utilisant, à la place de grands monocristaux, des poudres composées de monocristaux de la taille d'un micromètre. L'obtention du diagramme de diffraction X de ces substances a permis de connaître la nature de très nombreux matériaux. W.H. Bragg et son fils W.L. Bragg construisent le premier spectromètre à rayons X qui permet de mesurer l'intensité des faisceaux diffracté et réfléchi dans diverses directions par les couches atomiques du cristal. En mesurant les angles sous lesquels les diverses faces d'un cristal réfléchissent les rayons X et l'intensité du rayonnement réfléchi, ils déterminent l'arrangement géométrique des atomes dans les plans parallèles à ces faces. En particulier grâce à ces techniques, ils entreprennent l'étude systématique des structures atomiques des cristaux. Le développement de la technique de diffraction X permet d'autres investigations, en particulier la détermination des contraintes résiduelles.

Les contraintes résiduelles introduites au cours de la fabrication affectent le comportement tant mécanique que physico-chimique des pièces mécaniques vis à vis de sollicitations extérieures. En effet, en se superposant aux contraintes appliquées, les contraintes résiduelles peuvent se traduire par des effets néfastes : accélération de la corrosion, tapures etc... ou bénéfiques comme c'est le cas pour la résistance à la fatigue lorsque des contraintes résiduelles de compression sont générées dans la zone superficielle des pièces. Il est donc important de pouvoir mesurer ces contraintes, d'autant plus que leur prévision par le calcul est souvent difficile.

Des méthodes extensométriques développées par Sachs et Weerts en 1930 permettaient une détermination globale des contraintes principales. Ces méthodes, perfectionnées en 1934 par Barrett et Gensamer aux Etats Unis puis par Glocker en 1935 en Allemagne, mirent en évidence la possibilité d'estimer individuellement les



contraintes principales. Depuis cette époque, d'autres progrès ont été réalisés, mais c'est le développement important de la technologie qui a permis à la méthode de détermination par diffraction des rayons X de rivaliser avec les autres méthodes [1,2,3].

La méthode de détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X présente d'une part, l'avantage d'être non destructive lorsque la détermination se limite à des mesures en surface des pièces et d'autre part, de fournir des renseignements supplémentaires très utiles à la connaissance du matériau. Par exemple, elle permet, par l'étude de la position, du déplacement et de la forme des pics de diffraction, de donner une description complète des phases en présence et de leurs quantités respectives, de fournir une estimation précise des microdéformations et d'en déduire les contraintes résiduelles agissant sur le matériau.

On trouvera, dans ce chapitre, une étude bibliographique de la méthode de détermination des contraintes résiduelles par diffraction X ainsi qu'une discussion des limitations de cette méthode.

## II. Généralités sur la diffraction des rayons X.

### II.1 Loi de Bragg.

Un matériau métallique est de manière générale un édifice cristallin formé d'une association de grains monocristallins [4]. Chaque monocristal est le résultat d'un empilement de plans atomiques caractérisés par les indices de Miller  $\{h,k,l\}$  contenant une répartition régulière d'atomes. Si l'on considère un faisceau de rayons X incident de longueur d'onde  $\lambda$  formant un angle  $\theta$  avec une famille de plans cristallins définis par leur distance interréticulaire  $d_{hkl}$  (Figure 1), il y a diffraction si la relation suivante (1) appelée loi de Bragg, mettant en évidence la notion de réflexion sélective, est vérifiée.

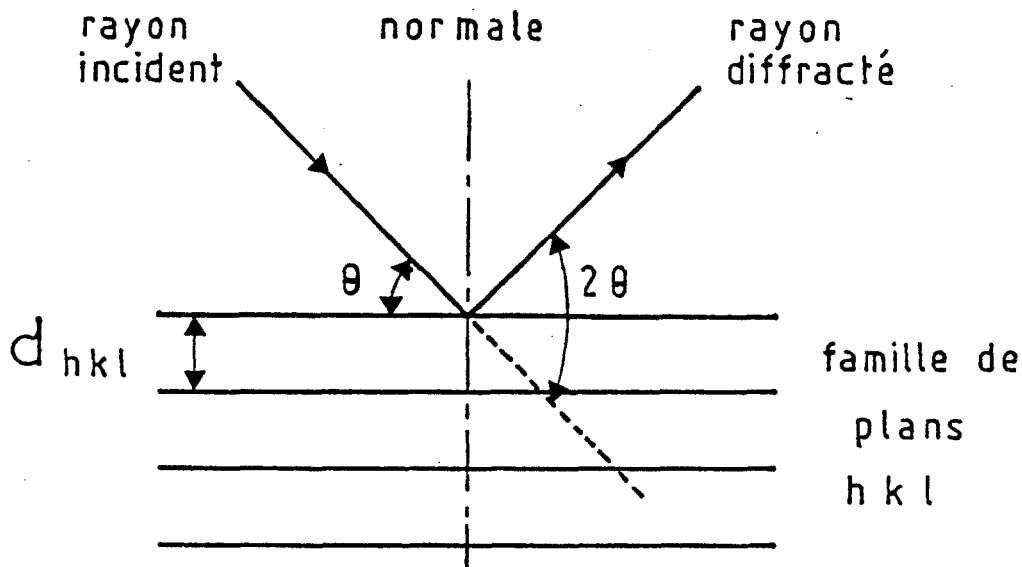


Figure 1 : Schéma de la loi de BRAGG.

$$\text{Loi de BRAGG : } 2 d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = n \lambda \quad (n \text{ entier}) \quad (1)$$

avec

- $d_{hkl}$  = distance interréticulaire fonction des indices de Miller,
- $\theta_{hkl}$  = angle de BRAGG,
- $\lambda$  = longueur d'onde monochromatique des rayons X,
- $n$  = ordre de la diffraction.

La relation de Bragg peut également s'écrire :

$$2 (d_{hkl} / n) \sin \theta_{hkl} = \lambda \quad (2)$$

Ainsi une réflexion du  $n$ ème ordre peut être interprétée comme une réflexion du premier ordre par la famille de plans  $\{nh, nk, nl\}$  fictifs contenant le plan d'indices  $(h, k, l)$  et de distance interréticulaire  $d_{hkl} / n$ . Nous utiliserons la relation de Bragg, avec la remarque précédente, sous sa forme :

$$2 d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = \lambda \quad (3)$$

où l'ordre de la diffraction est implicitement introduit par les indices de Miller.

Remarques : Il faut noter que, d'un point de vue géométrique, le faisceau incident, la normale aux plans diffractants et le faisceau diffracté sont coplanaires, le faisceau diffracté faisant un angle de  $2\theta$  avec le faisceau incident. D'autre part, la limitation sur la valeur de  $\sin \theta$  entraîne la condition :  $2 d_{hkl} > \lambda$ .

## II.2 Méthode générale.

L'élaboration d'un matériau conduit très souvent, dans le cas d'un polycristal, à une microstructure présentant un très grand nombre de grains de tailles variables. L'orientation cristallographique de ces grains étant aléatoire, il y a toujours une famille de plans  $(h, k, l)$  qui donne lieu à une diffraction. On a alors formation de cônes de diffraction, d'angle au sommet  $4\theta$ , constitués de tous les faisceaux susceptibles de diffracter (Figure 2).

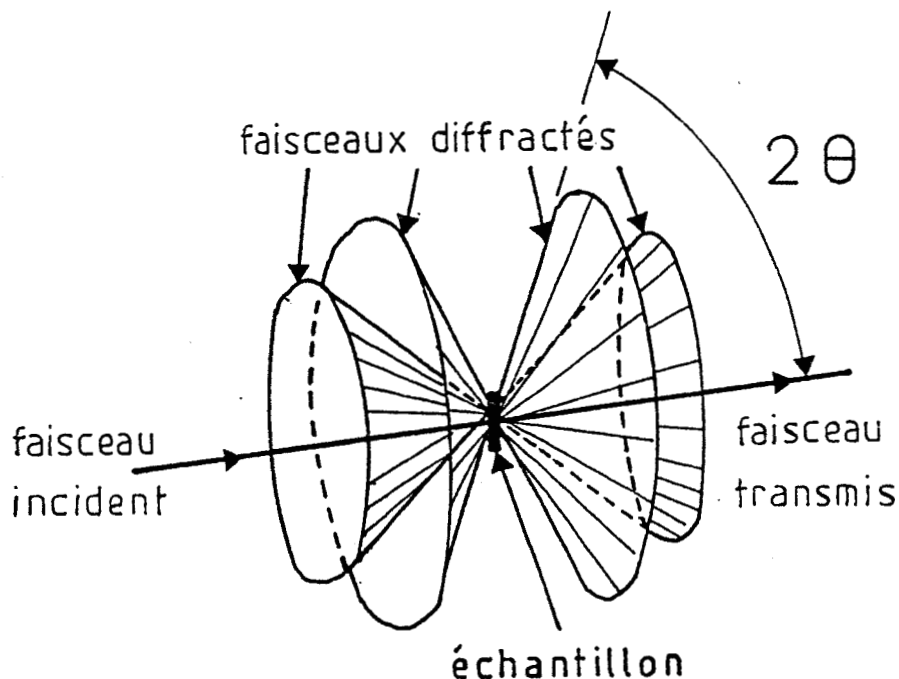
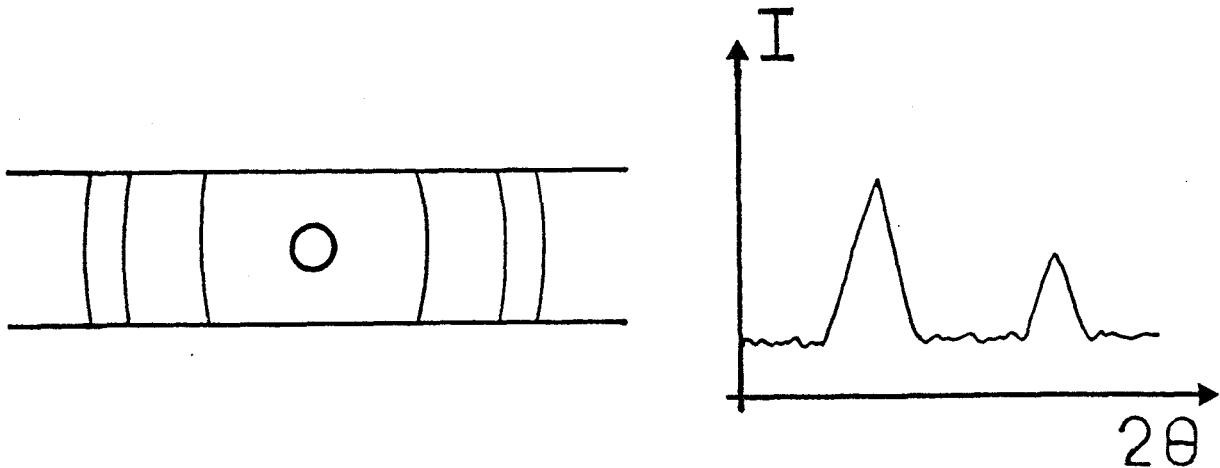


Figure 2 : Cônes de diffraction.

La détermination de l'angle  $\theta$  est faite en détectant la position des faisceaux diffractés soit à l'aide d'un enregistrement photographique (méthode qualitative de Debye Scherrer) (Figure 3a), soit à l'aide d'un diffractogramme permettant des mesures quantitatives de la position et de l'intensité du pic (Figure 3b).





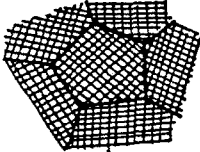
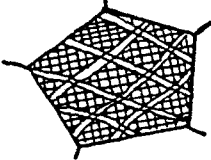
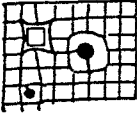
a) film de Debye Scherrer

b) diffractogramme

**Figure 3 : Mesure de l'angle  $\theta$ .**

### II.3 Paramètres agissant sur la diffraction.

Les matériaux métalliques, de part leur histoire métallurgique, ne sont jamais parfaits. Il en résulte une certaine hétérogénéité à l'échelle macro ou microscopique. En effet, un matériau cristallin est constitué de phases, elles mêmes formées de grains. Chaque grain, de taille différente, peut être considéré comme un arrangement de domaines séparés par un réseau de dislocations. Les domaines étant constitués d'empilements réguliers d'atomes. Chacun des paramètres évoqués ci-dessus influence la diffraction des rayons X par une contribution qui lui est propre (Tableau I).

NATURE	SCHEMATISATION	PARAMETRES
matériaux		<ul style="list-style-type: none"> <li>- composition chimique,</li> <li>- traitements thermique, chimique ou mécanique.</li> </ul>
phases		<ul style="list-style-type: none"> <li>- composition chimique,</li> <li>- proportion,</li> <li>- structure,</li> <li>- limites de phases.</li> </ul>
grains		<ul style="list-style-type: none"> <li>- taille,</li> <li>- orientation cristallographique.</li> <li>- joints de grain.</li> </ul>
domaine cohérent de diffraction		<ul style="list-style-type: none"> <li>- moyenne quadratique de <math>\epsilon</math></li> <li>- mur et réseau de dislocation.</li> <li>- réseau cristallin.</li> </ul>
cellules		<ul style="list-style-type: none"> <li>- distance interréticulaire,</li> <li>- défauts ponctuels.</li> </ul>

**Tableau I : Paramètres agissant sur la diffraction [5].**

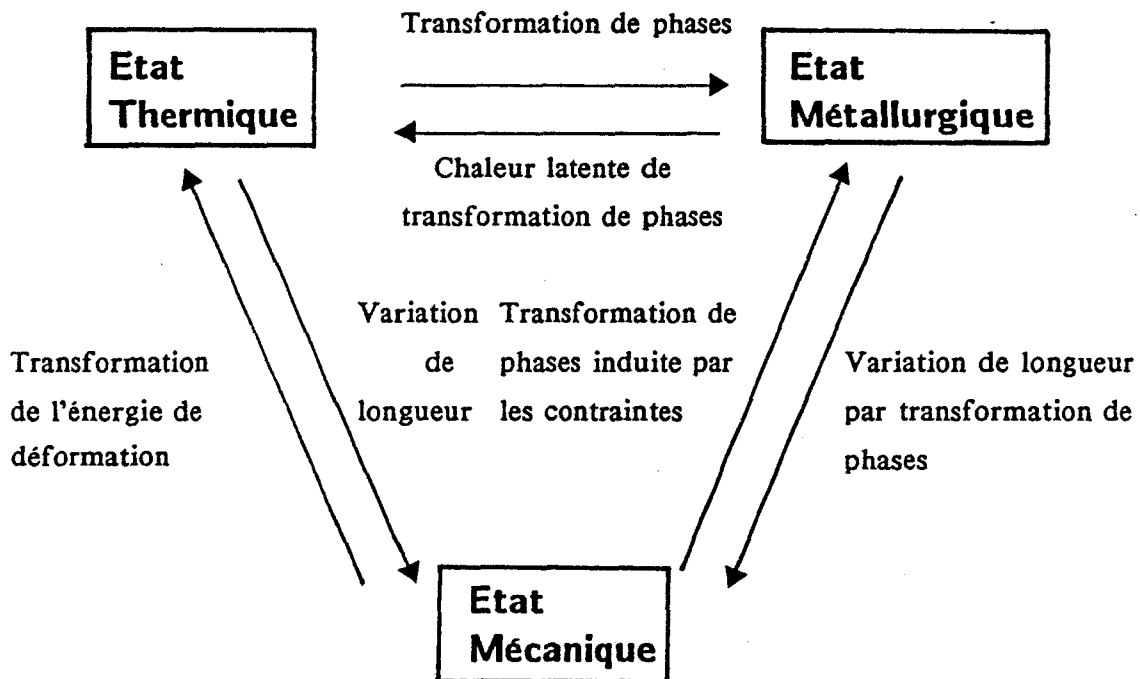
Quelque soit l'échelle d'observation, on peut mettre en évidence les contraintes résiduelles, engendrées par les déformations, assurant la continuité du matériau. On définit alors classiquement trois ordres de contrainte [4,5] suivant leur champ d'application.

### III. Nature des contraintes résiduelles.

#### III.1 Définition.

Les contraintes résiduelles sont les contraintes multiaxiales statiques, en équilibre mécanique, qui existent dans un système isolé des actions extérieures (forces et moments) [4].

### III.2 Origine et classification



*Origine des contraintes résiduelles (extrait de [6] tiré de [7])*

*Interaction entre différents états.*

#### Analyse de l'origine des contraintes résiduelles dans un ensemble mécanique

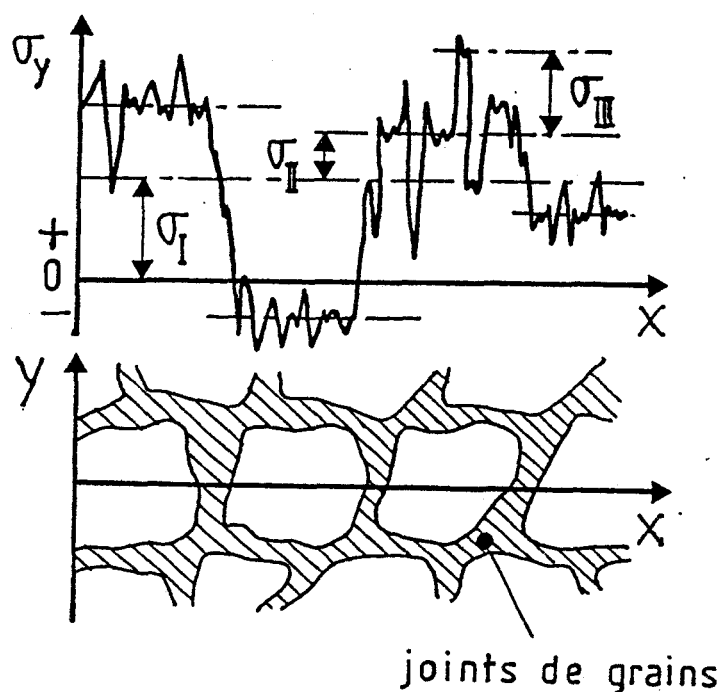
**Matériau** : plusieurs phases - inclusions - défauts de réseau.

**Conception, Fabrication** : traitements thermiques - mise en forme  
enlèvement de matière - assemblage - dépôts  
modification des couches superficielles.

**Sollicitation** : Mécaniques (déf. plastique locale) - Thermiques (gradients de température) - Chimiques (diffusion).

*extrait de [6] tiré de [7].*

Les contraintes sont classées en trois catégories dites du 1er, 2nd ou 3ème ordre suivant leur champ d'application. Elles sont représentées sur la Figure 4.



**Figure 4 :** *Superposition des contraintes de type I, II et III.*

\* *contrainte du 1er ordre :*  $\sigma^I$

Appelée également macrocontrainte, elle s'applique à l'échelle de plusieurs grains et couvre une distance de quelques dixièmes de millimètres. Cette contrainte est homogène dans un grand domaine du matériau. Elle correspond à une valeur moyenne sur le matériau.

\* *contrainte du 2nd ordre :*  $\sigma^{II}$

Cette contrainte du 2nd ordre ou encore microcontrainte s'applique à l'échelle du grain ou d'une phase, c'est à dire sur quelques dizaines de micromètres. Elle correspond à une oscillation de la contrainte autour d'une valeur moyenne représentée par  $\sigma^I$ .

\* *contrainte du 3ème ordre :*  $\sigma^{III}$

Cette contrainte, inhomogène sur un petit domaine du matériau, n'agit que sur quelques distances interatomiques (qq 10nm). Elle est reliée à toutes les déformations du réseau cristallin.

Pour le matériau, l'état de contraintes résiduelles résulte de la superposition de ces trois types de contraintes comme le montre la Figure 4.

### III.3 Effets sur le matériau.

Les contraintes résiduelles peuvent avoir un rôle bénéfique ou néfaste selon les utilisations des matériaux. Par exemple, elles s'ajoutent aux contraintes appliquées et elles peuvent conduire à des déformations inacceptables pouvant entraîner une fissuration rapide, ce phénomène étant accéléré en milieu corrosif. On les utilise aussi pour la mise en compression des couches superficielles afin de limiter le phénomène de corrosion et pour améliorer la tenue en fatigue [8].

### III.4 Effets sur la diffraction X.

Le principe de la méthode est de prendre la distance interréticulaire  $d_{hkl}$  comme jauge de déformation. La mesure des variations de longueur de  $d_{hkl}$ , imposées par les contraintes résiduelles, se fait en différenciant la loi de Bragg :

$$\epsilon = \Delta d / d_0 = - \cotg \theta . \Delta \theta \quad (8)$$

Cette relation montre que la détermination de la déformation  $\epsilon$  est fonction du déplacement de la raie de diffraction correspondant à la famille de plans (h, k, l) considérée. Pour augmenter la précision, il est conseillé d'utiliser les grands angles de Bragg. Notons que cette méthode ne peut s'appliquer qu'à des matériaux susceptibles de diffracter (matériaux cristallins), et que la mesure se fait en surface à cause de la faible pénétration des rayons X (quelques  $\mu\text{m}$ ) [4].

Sur un diffractogramme, l'effet des contraintes se matérialise par un déplacement du pic de diffraction généré par une déformation uniforme à l'échelle microscopique (passage de  $d_0$  à  $d$ ), soit par un élargissement du pic de diffraction dû à une oscillation de  $d$  autour d'une valeur de référence  $d_0$ . Cet élargissement est caractérisé par la largeur à mi-hauteur.

Par rapport à des méthodes classiques et malgré les restrictions mentionnées ci-dessus, la diffraction des rayons X est la méthode qui donne le plus d'informations comme le montre le Tableau II extrait de [8] tiré de [9].



<i>PARAMETRES</i>	<i>RADIOCRISTALLOGRAPHIE X</i>	<i>TERME TECHNIQUE</i>
Macroscopique	Mesure des contraintes par RX	contraintes résiduelles macroscopiques $\sigma^I$ .
Submacroscopique	Analyse du profil du pic (largeur à mi-hauteur)	taille des cristallites.
Microscopique	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Technique du microfaisceau</li> <li>- Analyse du profil du pic (Fourier, largeur intégrale)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>{ taille du sous grain,</li> <li>  déf. du réseau, <math>\sigma^I</math></li> <li>  désorientation.</li> <li>{ taille du domaine</li> <li>  microdéformation <math>\sigma^{III}</math></li> <li>  densité de dislocations</li> </ul>

**Tableau II :** Informations données par la méthode de diffraction des rayons X.

#### IV. Dépouillement d'un diffractogramme.

Par une analyse plus fine des pics de diffraction on peut accéder à trois catégories d'information déduites de la position, de l'intensité et de la forme des pics.

La *POSITION* du pic est liée aux aberrations géométriques de l'appareillage et à la valeur moyenne des distances interréticulaires qui dépendent à la fois de la nature du volume diffractant et de son état mécanique macroscopique. C'est la position qui est utilisée pour déterminer les contraintes résiduelles macroscopiques. (Cf & V).

L'*INTENSITE* du pic de diffraction ou aire du pic est liée au volume diffractant. Ce paramètre peut tout à la fois renseigner sur la répartition des phases cristallines (dosage semi-quantitatif) et sur la distribution des orientations (texture) des domaines cohérents ou cristallites. (Cf & VI).

La *FORME* du pic est liée à l'élargissement instrumental (géométrie du faisceau), la distribution et la nature des domaines cohérents, l'hétérogénéité des

déformations des domaines cohérents (anisotropie élastique, incompatibilité plastique), la taille des domaines cohérents et leurs déformations élastiques internes. (Cf & VII).

## V. Mesure des contraintes résiduelles de type I.

### V.1 Méthode générale.

L'effet de la contrainte sur la distance interréticulaire des plans diffractants est fonction de l'orientation du grain par rapport à la direction de la contrainte (définie par  $\vec{N}_{hkl}$  = normale aux plans diffractants). La représentation schématique sur un échantillon libre de toute contrainte ou soumis à une contrainte uniaxiale est donnée figure 5.

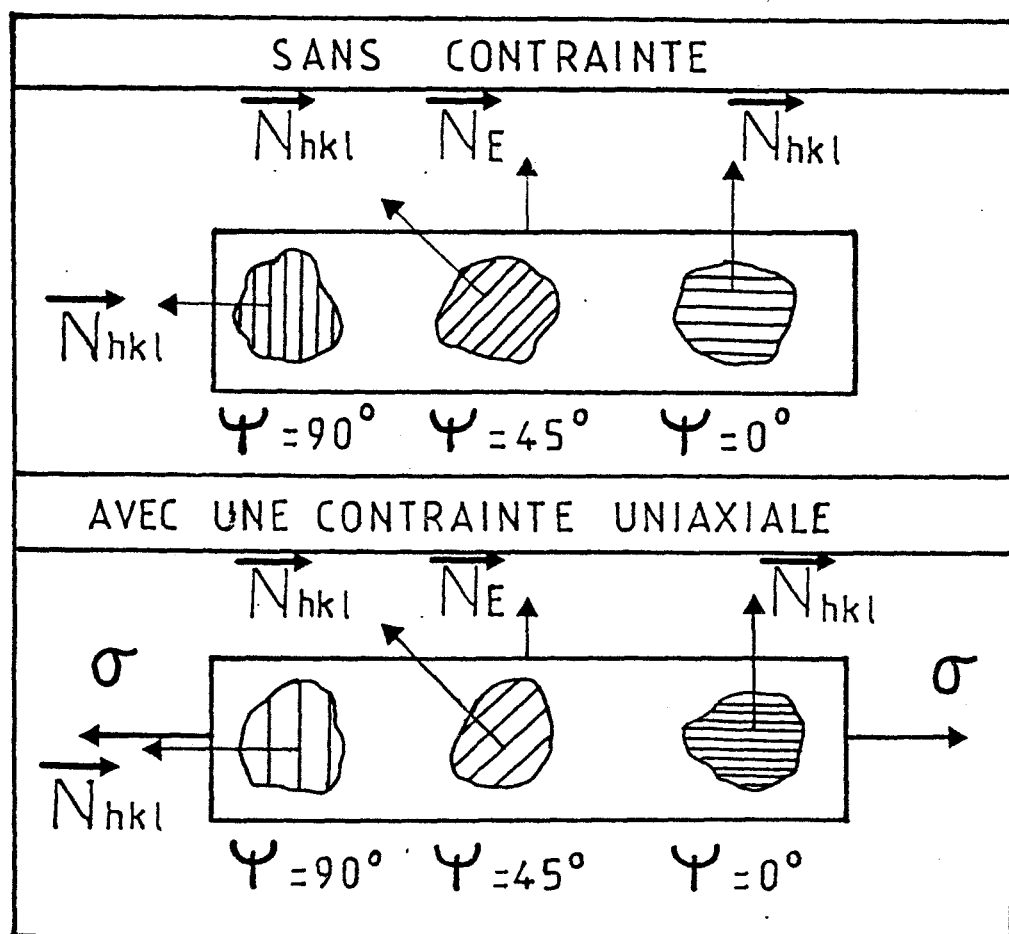


Figure 5 : Distance interréticulaire fonction de l'angle  $\psi$ .

Cette figure indique clairement, d'après [10], que la précision sur le calcul des contraintes est étroitement liée à la mesure de  $d_{hkl}$  en fonction de l'angle  $\Psi$ .

Le processus expérimental consiste à amener sous l'incidence de Bragg, par différentes rotations de l'échantillon, des grains dont l'orientation est bien repérée, à déterminer avec précision la position du pic de diffraction correspondant à l'angle  $\theta_{hkl}$  pour en déduire la valeur de  $d_{hkl}$ . De façon générale, la méthode consiste à déterminer le tenseur des déformations  $\bar{\epsilon}$  en un point quelconque. Ceci ne fait appel à aucune hypothèse particulière mais nécessite une définition rigoureuse du repère dans lequel on a accès aux angles  $\phi$ ,  $\Psi$  et  $\theta$  (Figure 6).

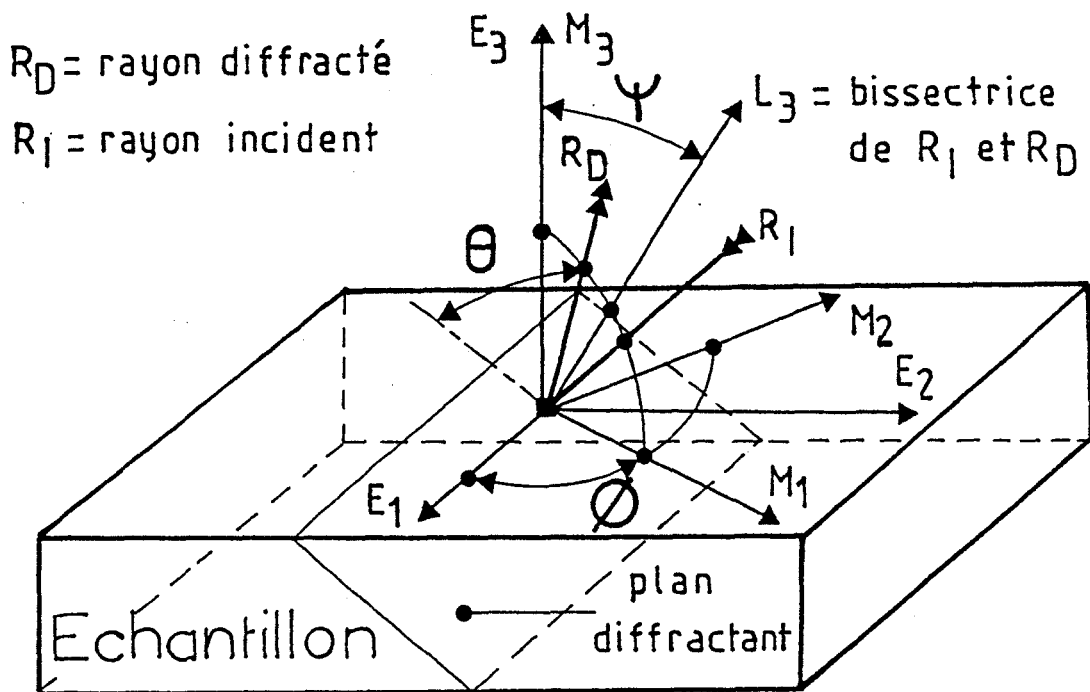


Figure 6 : Définition des repères et des différents angles.

Les mesures s'effectuent dans le repère de laboratoire ( $L_i$ ), la direction  $L_3$  correspondant à la bissectrice des rayons incident et diffractant. Le repère lié à l'échantillon se déduit du précédent par les relations (5) :

$$\begin{aligned} L_1 &= \cos \Psi \cos \phi E_1 + \cos \Psi \sin \phi E_2 - \sin \Psi E_3 \\ L_2 &= -\sin \phi E_1 + \cos \phi E_2 \\ L_3 &= \sin \Psi \cos \phi E_1 + \sin \Psi \sin \phi E_2 + \cos \Psi E_3 \end{aligned} \quad (5)$$

La direction de mesure est la normale aux plans  $(\vec{N}_{hkl})$  confondue avec  $L_3$ . Elle s'écrit dans le repère de l'échantillon.

$$N_{hkl} = \begin{bmatrix} \sin \Psi \cos \phi \\ \sin \Psi \sin \phi \\ \cos \Psi \end{bmatrix} L_3 \quad \text{notée } N_{\phi\Psi} \quad (6)$$

La valeur de la déformation mesurée dans la direction  $N_{\phi\Psi}$ , notée  $\mathcal{E}_{\phi\Psi}$ , se déduit du tenseur des déformations toujours dans le repère  $E_i$  par :

$$\mathcal{E}_{\phi\Psi} = \{ [N_{\phi\Psi}]_{E_i} \cdot \bar{\bar{\mathcal{E}}}_{E_i} \cdot [N_{\phi\Psi}]_{E_i} \} \quad (7)$$

soit l'expression :

$$\mathcal{E}_{\phi\Psi} = [ \mathcal{E}_{11} \cos^2 \phi + \mathcal{E}_{12} \sin 2\phi + \mathcal{E}_{22} \sin^2 \phi - \mathcal{E}_{33} ] \sin^2 \Psi + [ \mathcal{E}_{13} \cos \phi + \mathcal{E}_{23} \sin \phi ] \sin 2\Psi + \mathcal{E}_{33} \quad (8)$$

Pour appliquer les relations contraintes-déformations déduites de la loi de Hooke généralisée, il est nécessaire de poser les hypothèses suivantes [4] :

- la cristallite doit posséder un comportement mécanique linéaire élastique (loi de Hooke),

- le matériau polycristallin doit être quasi isotrope ce qui impose une taille de cristallite suffisamment faible pour qu'un grand nombre d'entre eux diffracte et que leurs positions soient aléatoires.

- l'état microscopique des contraintes et des déformations doit être homogène dans le volume irradié.

Les composantes du tenseur des contraintes se déduisent alors de la relation (8) par l'intermédiaire de la loi de Hooke généralisée suivant la relation (9) :

$$\sigma_{ij} = 1/(1/2.S_2) \{ \mathcal{E}_{ij} - [\delta_{ij} \times S_1 \times (\mathcal{E}_{11} + \mathcal{E}_{22} + \mathcal{E}_{33}) / (1/2.S_2 + S_1)] \} \quad (9)$$

$$\text{où } 1/2 S_2 = (1+\nu)/E \quad \text{et } S_1 = -\nu/E$$

peut également s'écrire en fonction des  $\sigma_{ij}$  de la façon suivante :

$$\mathcal{E}_{\phi\Psi} = (1/2 S_2) [ \sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{12} \sin 2\phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi - \sigma_{33} ] \sin^2 \Psi + (1/2 S_2) [ \sigma_{13} \cos \phi + \sigma_{23} \sin \phi ] \sin 2\Psi + 1/2 S_2 \sigma_{33} + S_1 (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \quad (10)$$

## V.2 Détermination des constantes élastiques radiocristallographiques.

La détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X nécessite la connaissance des constantes élastiques  $S_1$  et  $S_2$  citées précédemment. Dans le cas d'un matériau élastique et isotrope, tant au niveau microscopique que macroscopique, ces constantes sont directement reliées au module d'Young  $E$  et au coefficient de Poisson  $\nu$  du matériau. Dans le cas où le cristal n'est pas isotrope, les caractéristiques mécaniques dépendent des directions cristallographiques considérées. Les coefficients  $S_1$  et  $S_2$  sont fonction du plan cristallographique sur lequel la mesure est effectuée, ils sont appelés Coefficients Élastiques Radiocristallographiques (C.E.R.).

### V.21 Détermination des C.E.R. par le calcul.

Les constantes  $E$  et  $\nu$  des relations 9 et 10 ont fait l'objet de nombreuses études qui diffèrent par les hypothèses posées. En 1928, Voigt [11] suppose que dans un matériau polycristallin, les déformations sont conservées aux limites des grains. Ceci consiste à négliger l'anisotropie élastique des domaines cohérents et conduit à dire que les déformations d'ordre II sont homogènes dans le matériau et égales aux déformations macroscopiques d'ordre I ( $\mathcal{E}^{II} = \mathcal{E}^I$ ). Pour Reuss [12] en 1929, ce sont les contraintes d'ordre II qui sont homogènes et identiques aux contraintes d'ordre I ( $\sigma^{II} = \sigma^I$ ).

Dans la plupart des cas, les constantes mesurées sont comprises entre les deux valeurs estimées par Voigt et Reuss. C'est ainsi que Neerfeld [13] en 1942 propose une moyenne pondérée de ces deux résultats. Le modèle qui est le plus généralement utilisé est le modèle dit "auto-cohérent" de Kröner (1958) [14] qui tient compte à la fois des remarques de Voigt et de Reuss.

Si on considère chaque cristallite du métal comme un milieu continu homogène, le comportement élastique d'un domaine cohérent de diffraction peut également être décrit par la loi de Hooke anisotrope du monocristal :  $\mathcal{E}^{II} = \bar{s} \sigma^{II}$  où  $\bar{s}$  représente le tenseur de complaisance. Quelque soit le modèle envisagé, les constantes élastiques  $S_1$  et  $S_2$  sont calculées à partir de ce tenseur dont les valeurs dépendent de la composition chimique, de la structure cristallographique et de l'état

d'écroissage du cristallite. Elles sont représentées suivant le même formalisme sous la forme [15].

$$\begin{aligned} 1/2 S_2 (hkl) &= 1/2 S_2 [ 1 + 3 (0.2 - \gamma') \Delta ] \\ S_1 (hkl) &= S_1 - 1/2 S_2 (0.2 - \gamma') \Delta \end{aligned} \quad (11)$$

où  $\gamma' = [h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2] / (h^2 + k^2 + l^2)^2$  ;  $S_1 = -\nu/E$  ;  $S_2 = 2(1+\nu)/E$   
 et  $\Delta = 5 (A_{RX} - 1) / (3 + 2 A_{RX})$

où  $\gamma'$  est le facteur d'orientation du plan (hkl),  $S_1$  et  $S_2$  les constantes élastiques du matériau et  $A_{RX}$  le facteur d'anisotropie radiocristallographique de l'agrégat polycristallin fonction des constantes élastiques du monocristal et du modèle utilisé (Tableau III).

	VOIGT	REUSS	KRONER
$A_{RX}$	1	$\frac{2(S_{11} - S_{12})}{S_{44}}$	$\frac{8G^2 + G(9A_1 + 12A_2) + 6A_1A_2}{8G_2 + G(9A_1 + 12A_2) + 6A_1A_3}$

**Tableau III** : Expression de  $A_{RX}$  suivant le modèle envisagé.

avec  $1/A_1 = 3(S_{11} + 2S_{12})$  ;  $1/A_2 = S_{44}$  ;  $1/A_3 = 2(S_{11} - S_{12})$

Le modèle de Kröner permet également de calculer les constantes élastiques macroscopiques  $E_\alpha$ ,  $\nu_\alpha$  et  $G_\alpha$  de la phase  $\alpha$  en résolvant l'équation :

$$G_\alpha^3 + a G_\alpha^2 + b G_\alpha + c = 0 \quad (12)$$

où  $a = (9A_1 + 4A_3) / 8$  ;  $b = -(3A_1 + 12A_3)A_2 / 8$  ;  $c = -3A_1A_2A_3 / 4$

et  $E_\alpha = 9A_1G_\alpha / (3A_1 + G_\alpha)$  ;  $\nu_\alpha = E_\alpha / 2G_\alpha - 1$

#### V.22 détermination expérimentale des C.E.R.

Dans certains cas, la détermination expérimentale peut s'avérer utile pour vérifier le calcul ou alors lorsque les paramètres nécessaires au calcul ne sont pas connus. Deux méthodes sont généralement employées, la première consiste à mesurer la déformation  $\epsilon_{\phi\psi}$  pour différentes valeurs de la contrainte appliquée en fixant les angles  $\phi$  et  $\psi$  (Figure 7a) et la seconde pour différentes valeurs de  $\psi$  en fixant la contrainte appliquée et l'angle  $\phi$  (Figure 7b).

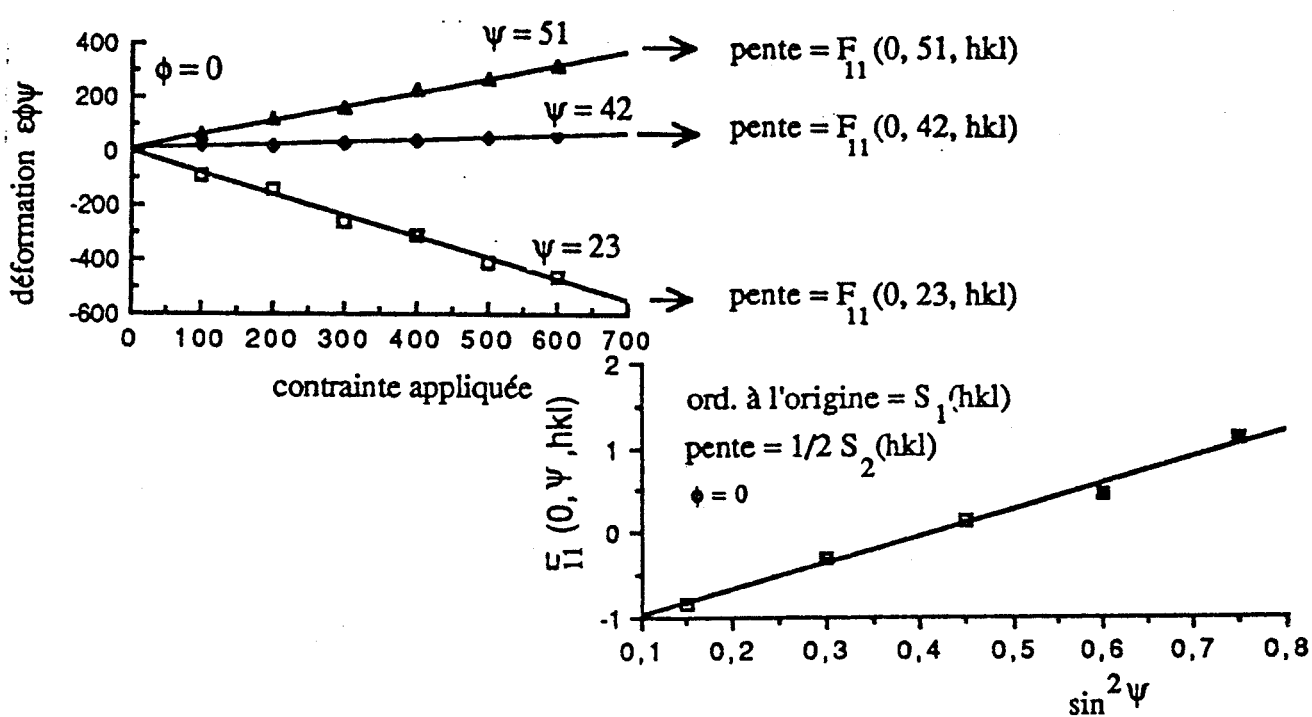


Figure 7a :  $\epsilon_{\phi\psi}$  en fonction de  $\sigma_a$  ( $\phi$  et  $\psi$  fixes).

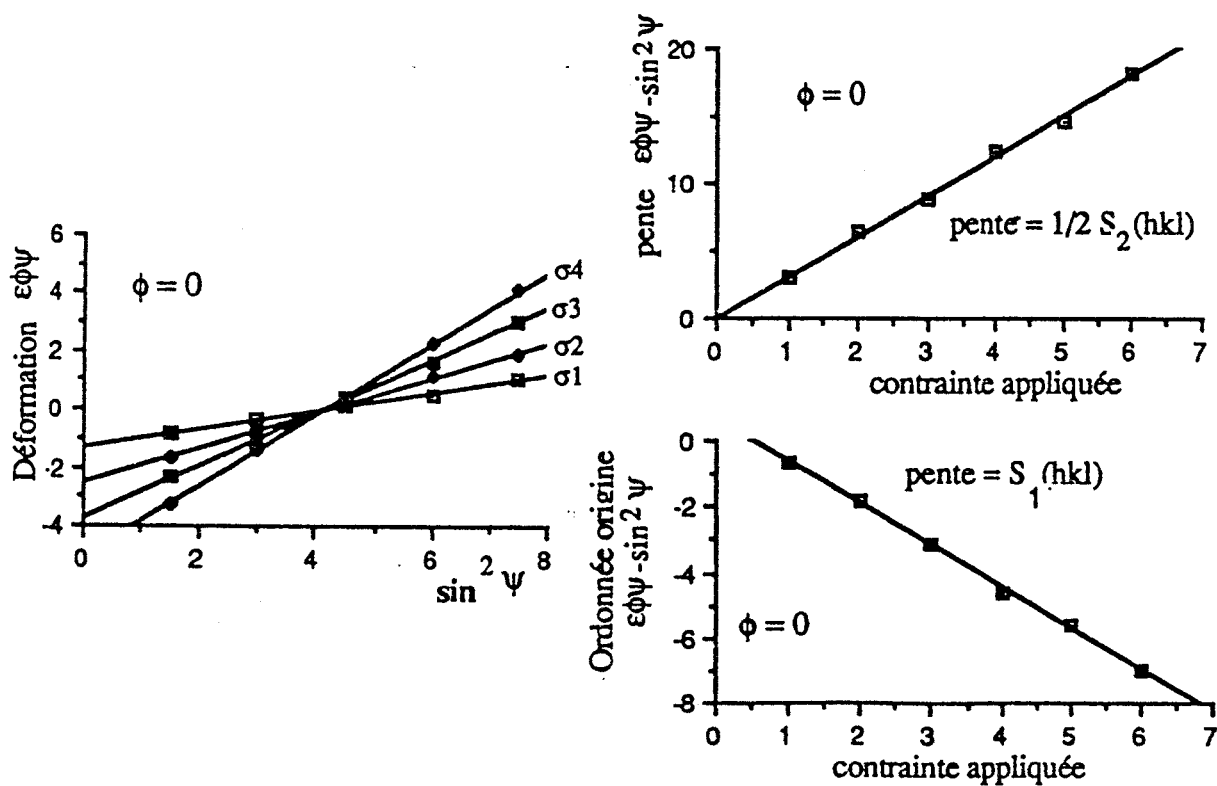


Figure 7b :  $\epsilon_{\phi\psi}$  en fonction de  $\psi$  ( $\sigma_a$  et  $\phi$  fixes).

Figure 7 : Détermination expérimentale des C.E.R. [15].

### V.23 constatations.

Nous avons vu que les constantes élastiques  $S_1$  et  $S_2$  peuvent être calculées ou mesurées. La détermination expérimentale présente cependant l'avantage d'être indépendante de tout modèle théorique. Elle permet de s'affranchir de l'erreur commise en retenant, pour les constantes élastiques macroscopiques, des valeurs tirées de la bibliographie et ne correspondant pas toujours parfaitement au matériau étudié. Jaoul [16] donne quelques valeurs des termes  $s_{ij}$  nécessaires pour le calcul des C.E.R..

### V.3 Etat de contrainte.

#### V.31 état de contrainte biaxial.

Dans un état de contrainte biaxial, les composantes du tenseur des déformations  $\epsilon_{i3}$  et  $\epsilon_{3i}$  (avec  $i \neq 3$ ) sont nulles. L'expression 8 devient :

$$\epsilon_{\phi\psi} = A \sin^2 \psi + B \quad (13)$$

Cette relation est représentée graphiquement par une droite en fonction de  $\sin^2 \psi$ . Par un choix judicieux des angles  $\phi$ , il est possible de remonter aux tenseurs des déformations puis au tenseur des contraintes par la relation 9.

Dans le cas où les axes de référence sont confondus avec les axes principaux, on peut écrire :

$$\epsilon_{\phi\psi} = (1 + \nu)/E \cdot \sigma_{\phi} \cdot \sin^2 \psi - \nu/E (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (14)$$

relation schématisée sur la figure 8.

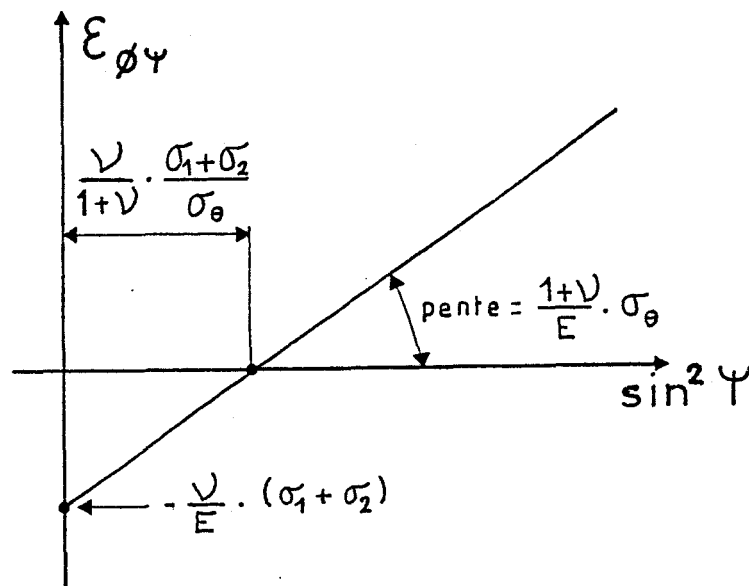


Figure 8 : Représentation schématisée de la loi dite des "sin<sup>2</sup>ψ".



V.32 état de contrainte triaxial.

V.321 méthode des  $\sin^2 \Psi$  et  $\sin 2\Psi$ .

Dans un état de contrainte triaxial, les déformations au cisaillement ( $\epsilon_{ij}$  avec  $i \neq j$ ) ne sont pas nulles. Un artifice mathématique utilisant les valeurs positives et négatives de l'angle  $\Psi$  permet d'accéder aux déformations. Dans ce cas, nous obtenons une ellipsoïde des déformations (Figure 9) que l'on peut linéariser par simple addition ou soustraction des  $\epsilon_{\phi\psi+}$  et  $\epsilon_{\phi\psi-}$ .

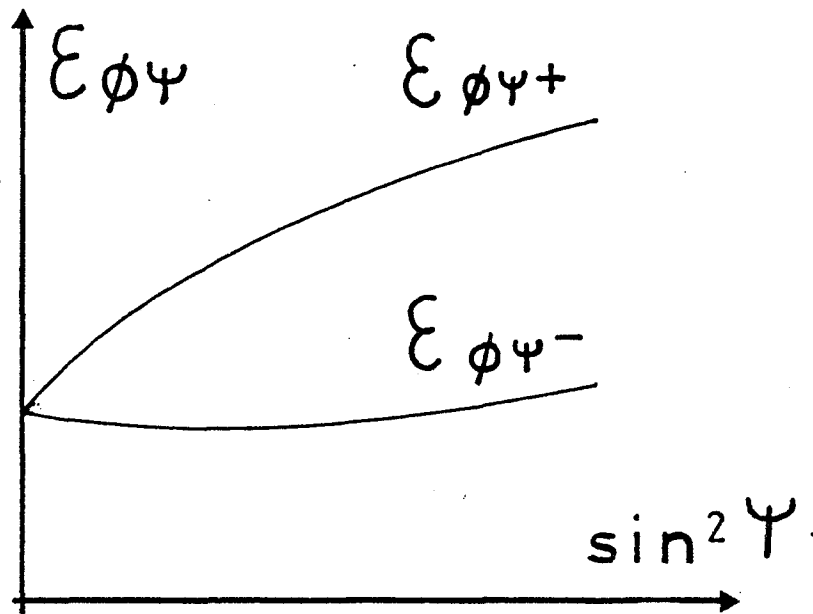


Figure 9 : Ellipsoïde des déformations.

Les composantes du tenseur des déformations peuvent ainsi être déterminées en considérant les relations suivantes :

$$1/2 (\epsilon_{\phi\psi+} + \epsilon_{\phi\psi-}) = [\epsilon_{11} \cos^2 \phi + \epsilon_{12} \sin 2\phi + \epsilon_{22} \sin^2 \phi - \epsilon_{33}] \sin^2 \Psi + \epsilon_{33}$$

$$1/2 (\epsilon_{\phi\psi+} - \epsilon_{\phi\psi-}) = [\epsilon_{13} \cos \phi + \epsilon_{23} \sin \phi] \sin |2\Psi| \quad (15)$$

(On retrouve l'état de contrainte biaxial en posant  $\epsilon_{13} = \epsilon_{23} = 0$  soit  $\epsilon_{\phi\psi+} = \epsilon_{\phi\psi-}$ ).

A partir des représentations graphiques des équations (15), pentes et ordonnées à l'origine permettent la définition complète du tenseur des contraintes.

V.322 par régression multiple [4,5].

Cette méthode permet une meilleure détermination de l'ellipsoïde des déformations (multiplication des angles  $\phi$  et  $\psi$ ) et prend mieux en compte l'anisotropie éventuelle du matériau liée, par exemple, à la présence d'une texture cristallographique. Pour cela, il est nécessaire d'écrire la relation (10) sous la forme plus générale :

$$\epsilon_{\phi\psi} = \sum (1/2 S_2 \cdot {}^tN_{\phi\psi} \cdot N_{\phi\psi} + S_1 \delta_{ij}) \sigma_{ij} \quad (16)$$

Si l'on considère symétrique le tenseur des contraintes, on peut écrire plus simplement :

$$\epsilon_{\phi\psi} = \sum F_{ij} \cdot \sigma_{ij} \quad (17)$$

où les termes  $F_{ij}$ , fonction des Constantes Elastiques Radiocristallographiques, apparaissent dans le tableau IV [17].

$\sigma_{ij}$	$F_{ij}$
$\sigma_{11}$	$F_{11} = 1/2 S_2 \cos^2 \phi \sin^2 \psi + S_1$
$\sigma_{22}$	$F_{22} = 1/2 S_2 \sin^2 \phi \sin^2 \psi + S_1$
$\sigma_{33}$	$F_{33} = 1/2 S_2 \cos^2 \psi + S_1$
$\sigma_{23} = \sigma_{32}$	$F_{23} = F_{32} = 1/4 S_2 \sin \phi \sin 2\psi$
$\sigma_{13} = \sigma_{31}$	$F_{13} = F_{31} = 1/4 S_2 \cos \phi \sin 2\psi$
$\sigma_{12} = \sigma_{21}$	$F_{12} = F_{21} = 1/4 S_2 \sin 2\phi \sin^2 \psi$

Tableau IV : Expression des termes  $F_{ij}$ .

Pour chaque direction  $N_{\phi\psi}$  choisie, on peut mesurer la déformation ( $\epsilon_{\phi\psi}^m$ ) et calculer la valeur donnée par la relation (17) ( $\epsilon_{\phi\psi}^c$ ).

Les contraintes peuvent alors être déterminées en minorant, par la méthode des moindres carrés, l'écart quadratique :

$$\Delta^2 = \sum_N (\epsilon_{\phi\psi}^m - \epsilon_{\phi\psi}^c)^2 \quad (18)$$

#### V.4 Interprétation des résultats.

Généralement, un matériau se compose de divers constituants dont les caractéristiques moyennes sont différentes des caractéristiques globales. Ceci est dû d'une part, à un phénomène de localisation des contraintes provenant de la différence

des constantes élastiques et d'autre part, à une différence de comportement en déformation. En se plaçant sur un pic de diffraction correspondant à une phase particulière, on recherche les contraintes présentes dans la phase correspondante. Pour déterminer la contrainte d'ordre I globale on utilise une loi des mélanges classiques :

$$\sigma^I = \sum v_i \cdot \sigma_i^I$$

où  $v_i$  représente les fractions volumiques et  $\sigma_i^I$  la contrainte relative à la phase i.

Néanmoins, dans le cas d'aciers ferrito-perlitiques, par exemple, lorsque la ferrite se présente simultanément sous forme proeutectoïde et eutectoïde et n'est donc pas dans le même état mécanique, la détermination des caractéristiques moyennes est délicate et demande à être prudent quant à l'interprétation des résultats des mesures.

## VI. Méthode de dosage semi-quantitatif.

### VI.1 Expression de l'intensité diffractée.

L'intensité de l'un des pics de diffraction d'une phase particulière d'un matériau polyphasé, par rapport à l'intensité des pics des autres phases, dépend de la concentration de cette phase dans le mélange. Cependant, la relation entre l'intensité et la concentration n'est généralement pas linéaire, elle dépend d'un certain nombre de paramètres liés aux conditions expérimentales ainsi qu'à la nature du cristal analysé.

Pour une phase pure et pour un plan (h,k,l) donné, l'intensité diffractée s'exprime suivant la relation [18] :

$$I = (A \lambda^3 / 32 \pi r) (I_0 e^4 / c^4 m^2) \times (1/v^2) [|F_{hkl}|^2 \cdot P \cdot \{(1 + \cos^2 2\theta) / (\sin^2 \theta \cdot \cos \theta)\} \cdot (\exp(-2m) / 2 \mu_L)]$$

*lié aux conditions expérimentales*

*lié à la nature du cristal analysé*

avec :

$I_0$  : intensité du faisceau diffracté,

$v$  : volume de la maille cristalline,

$A$  : section du faisceau incident,

$F$  : facteur de structure du cristal

$\lambda$  : lg. d'onde du faisceau incident,

pour le plan hkl considéré,

$r$  : rayon du cercle diffractant,

$P$  : facteur de multiplicité du plan hkl,

$e$  : charge de l'électron,

$\theta$  : angle de BRAGG,

$m$  : masse de l'électron,

$\exp(-2m)$  : facteur de température,

$c$  : vitesse de la lumière,

$\mu_L$  : coefficient linéaire d'absorption.

Expression pour laquelle on peut constater que l'intensité diffractée dépend de deux facteurs :

\* un facteur lié aux conditions expérimentales : **G**

$$G = (A \lambda^3 / 32 \pi r) (I_0 e^4 / c^4 m^2) \quad (21)$$

\* un facteur lié à la nature cristalline : **K**

$$K/2 \mu_L = (1/v^2) (|F_{hkl}|^2 \cdot P \cdot \{(1 + \cos^2 \theta) / (\sin^2 \theta \cdot \cos \theta)\} \cdot (\exp(-2m) / 2 \mu_L) \quad (22)$$

qui comprend les deux termes :

-  $(1 + \cos^2 \theta) / (\sin^2 \theta \cdot \cos \theta)$  appelé facteur de polarisation de Lorentz (noté LP) provenant de deux phénomènes physiques qui traduisent d'une part, la perte de polarisation de l'intensité du faisceau diffracté par rapport au faisceau incident, (cette perte dépend uniquement de l'angle de Bragg et vaut  $(1 + \cos^2 \theta) / 2$ ), et d'autre part, du fait que le faisceau incident n'est pas purement monochromatique (ce facteur a pour expression  $2 / (\sin^2 \theta \cdot \cos \theta)$ ).

$$- (1/v^2) (|F_{hkl}|^2 \cdot P \cdot (\exp(-2m) / 2 \mu_L)$$

où  $F_{hkl}$  est le facteur de structure tenant compte des interférences entre les faisceaux diffractés par une famille de plans {hkl}

$$F_{hkl} = \sum_{\text{sur } r} f_r \exp [-2\pi i (hx_r + ky_r + lz_r)]$$

et  $f_r$ , le facteur de diffusion atomique de l'atome r, {h,k,l} les indices de Miller de la famille de plans diffractants et  $(x_r, y_r, z_r)$  les coordonnées de la position de l'atome r dans la maille.

---> **P** est le facteur de multiplicité : c'est le nombre de plans qui ont la même distance interréticulaire et qui donnent lieu à une diffraction au même angle de Bragg.

--->  $\exp(-2m)$  correspond au facteur de température où  $m = B_r \sin^2 \theta / \lambda^2$

avec  $B_r$  le facteur de Debye de l'atome r et  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau incident.

## VI.2 Valeur de l'intensité diffractée par une phase i dans un mélange.

Si un échantillon contient n phases, l'intensité diffractée par une phase i dépend de la fraction volumique  $V_i$  de la phase considérée :

$$I_i = G \cdot K_i \cdot 1/2 \mu_i \cdot V_i \quad (23)$$

En faisant le rapport des intensités diffractées par les phases  $i$  sur celle diffractée par une phase  $j$  de référence présente dans l'échantillon, on s'affranchit des problèmes liés aux conditions expérimentales ainsi que du coefficient linéaire d'absorption du mélange qui dépend lui même des fractions volumiques.

On obtient ainsi 
$$I_i/I_j = K_i/K_j \cdot V_i/V_j \quad (24)$$

La connaissance des constantes  $K_i$  liées aux phases considérées et aux plans (hkl) diffractants permet de déterminer les fractions volumiques par l'équation :

$$\sum_{k=1 \text{ à } n} V_k = 1 \quad (25)$$

## VII. Détermination des microdéformations.

### VII.1 Principe de mesure.

La modification de la largeur du pic résulte de microdéformations intervenant à très petite échelle sur des cristallites appelés domaines cohérents de diffraction. On suppose que chaque domaine est constitué d'un ensemble de colonnes de mailles caractérisées par une longueur  $L$  prise perpendiculairement aux plans réflecteurs (Figure 10).

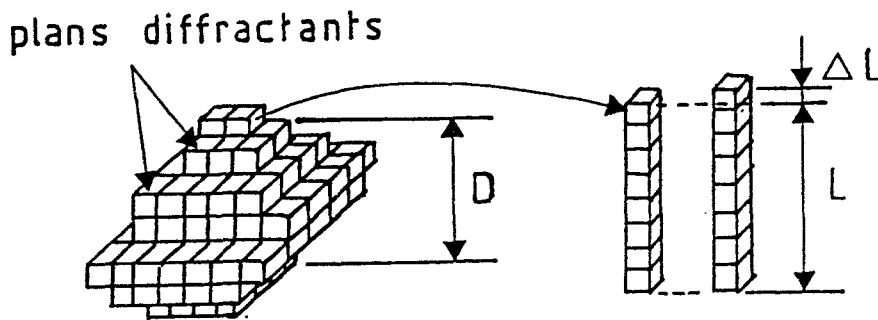


Figure 10 : *Domaine cohérent de diffraction.*

Chaque élément de colonne,  $L$ , peut être déformé d'une quantité  $\Delta L$  ce qui permet d'introduire un paramètre de distorsion  $\epsilon_L = \Delta L/L$ . Pour chaque cristallite, c'est à dire pour l'ensemble des colonnes, on peut définir  $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$  équivalent à la racine carrée de la moyenne quadratique de la distorsion ainsi qu'une taille de domaine cohérent de diffraction  $D$  représentée par la valeur moyenne des longueurs  $L$ .

Ce sont ces paramètres qui seront utilisés pour caractériser la microstructure et l'écroutissage du matériau.

L'élargissement du pic de diffraction, lié à la fois aux paramètres  $D$  et  $\langle \mathcal{E}^2 \rangle^{1/2}$ , peut être étudié par une analyse de Fourier sur un ou plusieurs ordres de diffraction, par la considération de la largeur intégrale et de la largeur à mi-hauteur.

Il faut également préciser que l'élargissement du pic peut être dû à un effet expérimental : divergence du faisceau, effet de taille des fentes, largeur spectrale... et que ce pic sera d'autant plus large que les domaines cohérents seront de petites tailles et plus déformés élastiquement.

## VII.2 Analyse de Fourier sur plusieurs ordres de diffraction.

Comme l'a montré Warren [19], le profil du pic de diffraction tenant compte de l'élargissement expérimental, peut être exprimé en terme de série de Fourier sous la forme :

$$P = \sum_{-\infty}^{+\infty} A_L \exp [-2 \pi i \cdot L (S - S_0)] \quad (26)$$

avec  $S = 2 \sin \theta / \lambda$        $S_0 = 2 \sin \theta_0 / \lambda$     et  $\theta_0$  centre de gravité du pic.

Le coefficient de Fourier  $A_L$  peut être considéré, pour des commodités de calcul, comme le produit d'un coefficient lié à l'effet de taille  $A_L^D$  et un coefficient lié à la déformation  $A_L^\mathcal{E}$  soit :

$$A_L = A_L^D \times A_L^\mathcal{E} \quad (27)$$

$$\text{avec } A_L^D = 1 - L/D \quad \text{et } A_L^\mathcal{E} = \langle \cos (2 \pi L \cdot \mathcal{E}_L \cdot S) \rangle$$

Si l'on suppose les déformations  $\mathcal{E}_L$  réparties suivant une distribution de Gauss, l'expression de  $A_L^\mathcal{E}$  devient :  $A_L^\mathcal{E} = \exp (-2 \pi^2 L^2 \langle \mathcal{E}_L^2 \rangle S^2)$  (28)

On constate que le coefficient de Fourier lié à la taille  $A_L^D$  est indépendant de la diffraction  $S$  au contraire de  $A_L^\mathcal{E}$ . L'équation 27 peut alors s'écrire :

$$\ln A_L = \ln A_L^D - 2 \pi^2 L^2 \langle \mathcal{E}_L^2 \rangle S^2 \quad (29)$$

Cette équation est le fondement de la séparation de l'effet de taille  $A_L^D$  et de l'effet de déformation  $\langle \mathcal{E}_L^2 \rangle$ . Ainsi le tracé de  $\ln A_L$  en fonction de  $S^2$  va donner une série de droites selon les valeurs de  $L$ . La pente de ces droites permet d'obtenir  $\langle \mathcal{E}^2 \rangle$  en fonction de  $L$  tandis que l'ordonnée à l'origine permet le tracé de  $A_L^D$  en fonction de  $L$ , la pente de cette dernière droite étant égale à  $-1/D$ .

### VII.3 Analyse de Fourier sur un seul ordre de diffraction.

En toute rigueur, la séparation de l'effet de taille et de l'effet de déformation nécessite l'analyse des pics de diffraction pour au moins deux ordres de réflexion. Toutefois, il n'est pas toujours possible d'effectuer l'enregistrement du profil correspondant à la réflexion d'ordre 2 à cause de la limitation liée aux longueurs d'ondes disponibles.

Mignot et Rondot [20], à partir de la méthode de Gangulée [21], admettent pour les coefficients  $A_L^D$  et  $\langle \mathcal{E}_L^2 \rangle$  une représentation mathématique simple à partir d'un seul profil de diffraction. En admettant ainsi une répartition hyperbolique de la déformation [20]:

$$\langle \mathcal{E}_L^2 \rangle = a_1 + a_2/L \quad (30)$$

On peut écrire l'équation (27) combinée avec un développement limité de (28):

$$A_L = 1 - (1/D + 2\pi^2 a_2 S^2)L + 2\pi^2 S^2 (a_2/D - a_1)L^2 + 2\pi^2 S^2 a_1 L^3/D \quad (31)$$

Un ajustement de la courbe expérimentale par une fonction du 3ème degré permet alors de remonter à  $a_1$ ,  $a_2$  et  $D$  donc à  $\langle \mathcal{E}_L^2 \rangle$  en fonction de  $L$ . Précisons que cette méthode sur un seul pic de diffraction fait l'objet d'études sur la précision des enregistrements et la validité des hypothèses. Pour une détermination correcte de ces paramètres, il est conseillé, dans la limite du possible, d'utiliser la méthode sur plusieurs ordres de diffraction.

### VII.4 Largeur intégrale.

La largeur intégrale est définie par l'expression :

$$b(S) = \left[ \int P(S) dS \right] / P(S)_{\max} \quad (32)$$

où  $P(S)$  correspond à la valeur prévue par l'équation (26).

Comme dans le cas de l'analyse de Fourier, on peut montrer que la largeur intégrale  $b(S)$  peut se décomposer en deux termes [5] relatifs à la déformation ( $b^E(S)$ ) et à l'effet de taille ( $b^D(S)$ ) dont les expressions mathématiques sont les suivantes :

$$b^E(S) = \sqrt{2\pi} \langle \mathcal{E}^2 \rangle^{1/2} \cdot S \quad \text{où } \langle \mathcal{E}^2 \rangle^{1/2} \text{ est une valeur moyenne constante.}$$

$$b^D(S) = 1/D \quad (33)$$

L'élargissement du pic rend compte des deux effets. Il est généralement admis que l'effet de taille sur le cristallite correspond à la contribution de Cauchy et l'effet de déformation à celle de Gauss. Warner et Aqua [22] établissent la relation (34) :

$$b^D / b = 1 - [b^\epsilon / b]^2 \quad (34)$$

qui permet d'accéder aux valeurs de D et  $\langle \epsilon^2 \rangle$ . Cependant, lorsqu'on considère que ces deux effets sont représentés par la seule distribution de Gauss, on peut écrire [20] :

$$\beta \cos \theta / \lambda = 1/D + 4 \langle \epsilon^2 \rangle^{1/2} \sin \theta / \lambda \quad (35)$$

où  $\beta$  représente la probabilité d'existence d'une double faute d'empilement à l'intérieur du cristallite considéré.

### VII.5 Largeur à mi-hauteur.

Par cette technique, les effets de taille et de déformation ne sont pas séparables, la mesure est seulement qualitative. La largeur à mi-hauteur est exprimée par l'écart en degré à mi-hauteur du pic de diffraction. Néanmoins, si les erreurs instrumentales d'élargissement sont négligeables, la largeur de corde à mi-hauteur permet d'accéder à la dimension moyenne des cristallites par la relation de Scherrer :  $D (\text{\AA}) = \lambda (\text{\AA}) / \text{LCMH} \cdot \cos \theta$  où LCMH est la largeur du pic de diffraction mesuré à mi-hauteur et exprimée en radians.

### VII.6 Utilisation des valeurs de D et $\langle \epsilon^2 \rangle$ .

Les méthodes citées précédemment permettent d'accéder aux paramètres microscopiques que sont la taille de cristallite D et la distorsion  $\epsilon_L$ . Ces quantités sont utilisées pour calculer l'énergie élastique emmagasinée suivant la relation de Stibitz :

$$V_{hkl} = 3/2 \cdot E / (1+2 \nu^2) \cdot \langle \epsilon_L^2 \rangle \quad (36)$$

où il est nécessaire de préciser la longueur du domaine cohérent car  $\epsilon_L$  est fonction de L.

La densité de dislocations peut être appréciée à partir de D soit à partir de  $\langle \epsilon^2 \rangle$  en utilisant le modèle décrit dans [23]. Dans le premier cas, on considère que les dislocations séparent des blocs cubiques d'arête D ayant n dislocations par face. La densité de dislocations vaut :

$$\rho = 3n / D^2 \quad (37)$$



Dans le second cas, il faut faire appel à la formule de Stibitz ainsi qu'à l'énergie autour d'une dislocation  $E_d$  pour écrire :

$$\rho = V_{hkl} / E_d \quad (38)$$

Une grande prudence dans l'utilisation des valeurs  $D$  et  $\langle \epsilon^2 \rangle$  est cependant nécessaire. En effet, suivant la méthode physique d'observation, ces valeurs peuvent être extrêmement différentes. Des recherches sont en cours afin de préciser la réalité physique des domaines cohérents liés aux valeurs de  $D$  et de  $\langle \epsilon^2 \rangle$  mesurées.

## VIII. Techniques expérimentales et choix des paramètres.

### VIII.1 Logiciel de calcul.

Le principe de calcul utilisé, dans le cas le plus simple, repose sur la loi des  $\sin^2 \Psi$  (relation 14 du paragraphe V.31). Cette équation de base permet de relier la déformation, calculée à partir de la distance interréticulaire, avec la contrainte mesurée dans une direction  $(\sigma_\phi)$ . Cette mesure de la distance interréticulaire d'un plan particulier d'indices  $(hkl)$  nécessite une mesure de la déformation dans la direction perpendiculaire à la surface ( $\Psi = 0$ ) et de quelques rotations autour de cette normale.

Si  $d_0$  est la distance interréticulaire correspondant à un échantillon libre de toute contrainte alors la déformation normale à la surface de l'échantillon s'écrit :

$$\epsilon_{\perp} = (d_{\perp} - d_0) / d_0 = \Delta d / d_0 \quad (39)$$

où  $d_{\perp}$  est la distance interréticulaire mesurée dans la direction normale à la surface.

Dans ces conditions, la loi des  $\sin^2 \Psi$  (pour  $\Psi = 0$ ) permet d'écrire :

$$\epsilon_{\perp} = -\nu / E (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (40)$$

où, pour un angle  $\Psi$  non nul :

$$\epsilon_{\phi\Psi} = (1 + \nu) / E \cdot \sigma_{\phi} \cdot \sin^2 \Psi + \epsilon_{\perp} \quad (41)$$

Il s'en suit l'expression suivante :

$$\sigma_{\phi} = (\epsilon_{\phi\Psi} - \epsilon_{\perp}) \cdot (E / [1 + \nu]) \cdot (1 / \sin^2 \Psi) \quad (42)$$

Pour déterminer complètement la contrainte calculée dans la direction  $\phi$ , il convient de connaître la quantité  $(\epsilon_{\phi\Psi} - \epsilon_{\perp})$  qui s'exprime en fonction des distances interréticulaires par :

$$\epsilon_{\phi\Psi} - \epsilon_{\perp} = (d_{\Psi} - d_{\perp}) / d_0 \quad (43)$$

où  $d_{\Psi}$  représente la distance interréticulaire mesurée suivant la direction  $\Psi$ . Cette expression est difficilement exploitable due à la présence de  $d_0$  qui n'est pas

toujours accessible. Pour contourner cette difficulté, il est admis de considérer  $d_{\perp}$  identique à  $d_{\parallel}$  ce qui introduit une erreur qui reste malgré tout négligeable.

Par différenciation de la loi de Bragg, l'expression (43) devient :

$$\epsilon_{\phi\psi} - \epsilon_{\perp} = - (2\theta_{\psi} - 2\theta_{\perp}) / 2 \operatorname{tg} \theta = - \Delta 2\theta / 2 \operatorname{tg} \theta \quad (44)$$

L'expression finalement utilisée pour le calcul de la contrainte est :

$$2\theta_{\perp} - 2\theta_{\psi} = \Delta 2\theta = \sigma_{\phi} \cdot 2 \operatorname{tg} \theta \cdot S_2 \cdot 180/\pi \cdot \sin^2 \psi \quad (45)$$

où  $\theta$  est exprimé en degré.

En considérant la pente de la variation linéaire de  $\Delta 2\theta$  en fonction de  $\sin^2 \psi$  et pour différentes valeurs de  $\psi$ , il est possible d'accéder à la contrainte mesurée dans la direction  $\phi$  soit  $\sigma_{\phi}$ .

### VIII.2 Rayonnement incident.

Dans les expériences de diffraction X, il faut éviter la fluorescence X du matériau étudié car elle amplifie le fond continu sur les enregistrements. Un fond continu important peut en effet masquer un certain nombre de phénomènes que l'on désire observer. Pour cela, la raie caractéristique  $K_{\alpha}$  de l'anticathode utilisée ne doit pas avoir une longueur d'onde plus faible que la discontinuité K du matériau étudié. La figure 11 illustre ce choix dans le cas du fer.

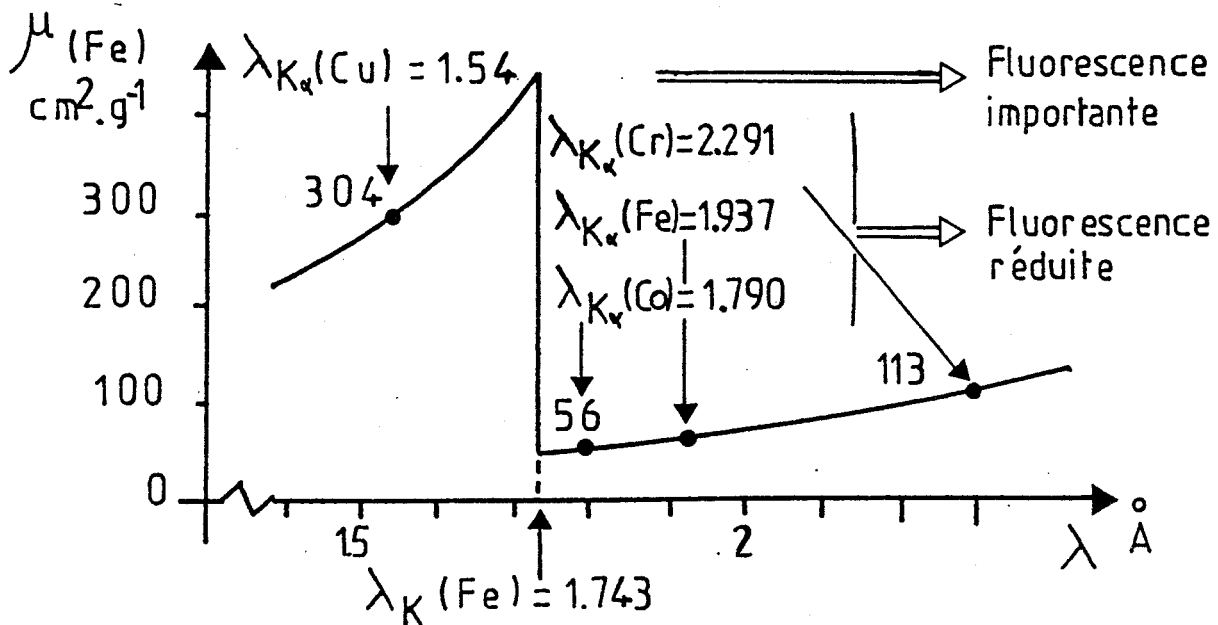


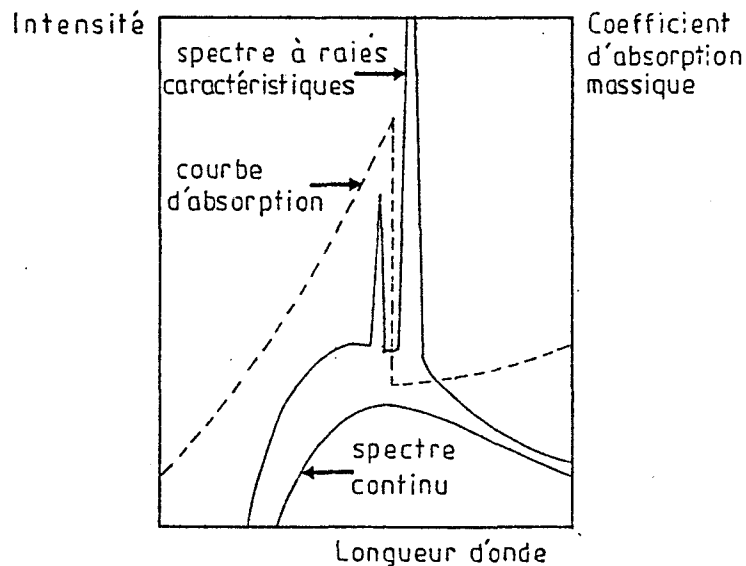
Figure 11 : Choix d'une longueur d'onde incidente pour éviter la fluorescence X du fer.

### VIII.3 Tension du générateur.

La dualité onde-particule permet d'associer à une onde électromagnétique de longueur d'onde  $\lambda$ , une particule appelée photon d'énergie  $E$  telle que :

$$E = h C / \lambda \quad (46) \quad \begin{array}{l} h : \text{constante de Planck} \\ c : \text{célérité de l'information électromagnétique.} \end{array}$$

L'émission de photons X, résultant d'une interaction électron-matière, nous donne deux caractéristiques spectrales dans la représentation de l'intensité  $I$  (cps/s) en fonction de  $\lambda$  (figure 12).



**Figure 12 :** Représentation schématique de l'intensité et de l'absorption du filtre en fonction de la longueur d'onde (spectre à raies caractéristiques et spectre continu).

L'apparition des raies caractéristiques K de l'anticathode utilisée est liée à une tension d'accélération minimum du tube (correspondant à la tension d'accélération minimale d'excitation de l'émission K) qui s'exprime à partir de la relation précédente par :

$$V_k \text{ (kV)} = 12.4 / \lambda \quad (\text{\AA}) \quad (47)$$

L'intensité d'une raie caractéristique est liée à la différence entre  $V$ , la tension d'accélération appliquée et  $V_k$ , la tension d'accélération minimum. Le rapport optimal entre l'intensité de la raie et le fond continu, dans le cas du rayonnement  $K_{\alpha}$  est obtenu pour une tension d'accélération  $V$  telle que :

$$V = 3 \text{ à } 4 V_k \quad (48)$$

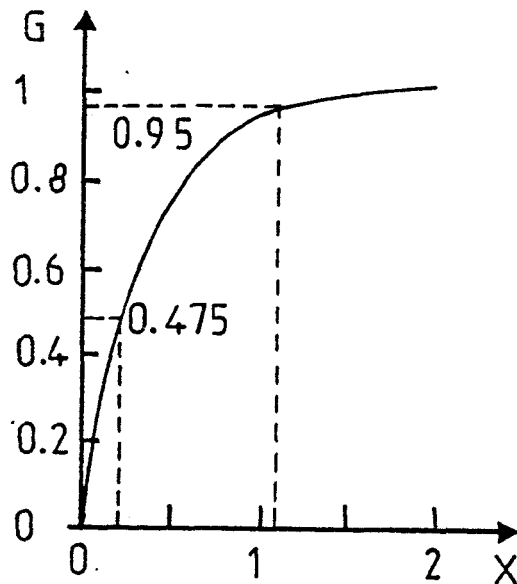
Afin d'optimiser les informations de diffraction, il est nécessaire d'éviter le rayonnement  $K\beta$  de l'anticathode de chrome. Pour ce faire, on utilise un filtre, placé devant le détecteur qui absorbe ce rayonnement. Les conditions d'utilisation du tube à rayons X dans le cas d'une anticathode au chrome sont mentionnées tableau V.

Anticathode	Vk en kV	V min / V max	I en mA	Filtre
Chrome	5.4	16.2 / 21.6	env. 5	vanadium

**Tableau V** : Condition d'utilisation du tube à rayons X.

#### VIII.4 Profondeur de pénétration des rayons X.

Lorsqu'on mesure une contrainte, il faut tenir compte de la profondeur de pénétration qui n'est pas une valeur figée. En réalité, la majeure partie de l'information est contenue dans une zone superficielle d'épaisseur non nulle.



**Figure 13** : Fraction de l'intensité diffractée  $G$  en fonction de la profondeur [24] (incidence normale,  $\mu = 473 \text{ cm}^{-1}$ ,  $2\theta = 136,7^\circ$ ).

Cette profondeur est fonction de deux paramètres  $\theta$  et  $\lambda$ .

$P$  est importante pour  $\theta$  grand et  $\lambda$  petit,

$P$  est faible pour  $\theta$  petit et  $\lambda$  grand.

Pour une meilleure précision de la mesure, on doit travailler à  $\theta$  grand et P faible suivant le type de renseignement souhaité, il conviendra donc d'optimiser le choix de ces paramètres.

## **IX. Limitations actuelles de la méthode.**

### **IX.1 Taille de grains.**

Une augmentation de la taille de grains entraîne une modification de la raie de diffraction ce qui rend les mesures difficiles, c'est la limitation principale à la méthode de diffraction X. Pour pallier cet inconvénient, on multiplie le nombre de cristallites diffractants en augmentant la surface irradiée et en agissant par oscillation autour des valeurs moyennes de  $\psi$ . A titre d'exemple, la limite actuelle de taille de grains est de 40  $\mu\text{m}$  pour le fer dans le cas d'un rayonnement chrome [4].

### **IX.2 Texture cristallographique.**

Dans le cas général, les grains d'un polycristal ne sont pas orientés au hasard. Les orientations préférentielles forment une texture cristallographique qui peut être provoquée par une déformation plastique ou par des traitements de revenu et de recristallisation. L'effet de la texture se traduit par une déviation soit de la droite, soit de l'ellipse (cas des courbes  $\bar{\epsilon}_{\phi\psi}$ ) et provient du fait que les coefficients  $S_1$  et  $1/2 S_2$  dépendent des angles  $\phi$  et  $\psi$ . Pour contourner cette difficulté, on peut appliquer l'analyse triaxiale des contraintes par régression multiple. Une autre voie possible est actuellement à l'étude, elle est basée sur une description de la texture suivant des orientations idéales (choix des angles  $\phi$  et  $\psi$ ) pour lesquelles le matériau texturé a le même comportement mécanique que le matériau isotrope.

### **IX.3 Gradient de contraintes.**

Les calculs précédents supposent une contrainte homogène ou variant très peu ( $\Delta\sigma < 2 \text{ MPa } \mu\text{m}^{-1}$ ) à l'intérieur de la zone de pénétration des rayons X. Cette zone varie de 10 à 50  $\mu\text{m}$  suivant le matériau et le rayonnement utilisé.

Dans certains cas pourtant, il peut exister des gradients de contrainte importants même sur des distances très faibles par exemple dans des couches d'aciers cémentés ou dans des aciers traités par grenailage.

Les gradients de contraintes se traduisent par une perte de linéarité dans la relation  $d = f(\sin^2 \Psi)$  mais Dölle [25] et Maeder [4] ont montré que ces non-linéarités sont relativement peu importantes.

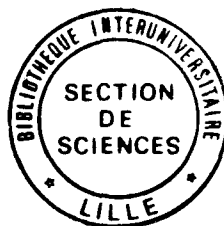
## X. Conclusions.

Nous avons décrit, dans ce chapitre, quelques unes des possibilités offertes par la diffraction des rayons X pour la mesure des déformations et contraintes, l'identification des phases et leur dosage semi-quantitatif.

Pour la détermination des contraintes, les progrès techniques réalisés ces dernières années associés à l'apport de l'informatique dans le traitement des données, en font une technique à la fois rapide et sûre permettant d'effectuer des mesures sur des surfaces très localisées.

Certaines difficultés existent pourtant encore pour la détermination des contraintes du second et du troisième ordre. Ces difficultés proviennent de la complexité du passage des microdéformations aux microcontraintes, du problème de la détermination des constantes élastiques en particulier pour les structures multiphasées ainsi que de l'interprétation des mesures de microdéformations.

Dans le chapitre suivant nous donnons les résultats de mesure de contraintes résiduelles par diffraction X pour des aciers carbonitrurés ou cémentés. A l'aide d'un modèle simplifié, nous montrons que l'on peut estimer ces contraintes par la seule considération de la microstructure obtenue après ce type de traitement thermo-chimique suivi de trempe.



## BIBLIOGRAPHIE

- [1] CHABENAT (A.), MARTIN (R.)  
*La mesure des contraintes résiduelles : méthode de Mathar et Soëte, méthode de Sacks. Mémoires et Techniques du CETIM, 24, (1975).*
- [2] FLAVENOT (J.F.), NIKU-LARI (A.)  
*La mesure des contraintes résiduelles : méthode de la flèche, méthode de la source des contraintes. Mémoires et Techniques du CETIM, 31, (1977).*
- [3] NIKU-LARI (A.)  
*Traitements mécaniques de surface : Technologie - Applications industrielles - Contrôles - Effets. La librairie des traitements de surface, Vol 1 et 2, (1984).*
- [4] MAEDER (G.)  
*Mesure des contraintes résiduelles par diffraction X - Applications. Revue Française de Mécanique, 82, (1982), p57.*
- [5] MAEDER (G.), LEBRUN (J.L.), SPRAUEL (J.M.)  
*Détermination par diffraction des rayons X des contraintes internes, aspects macro et microscopiques. Ecole d'été, (Juin - Septembre 1987), Ile d'Oléron.*
- [6] MAEDER (G.)  
*Interaction entre les contraintes résiduelles superficielles et le comportement des matériaux : apport de la diffraction des rayons X. Revue Française de Mécanique, 4, (1984), p223.*
- [7] KLOOS (K.H.)  
*Eigenstressungen, Deut. Ges. für Metallkunde, Oberursel, (1980), p1.*
- [8] MAEDER (G.), LEBRUN (J.L.), CORCAUD (L.)  
*La diffraction des rayons X et la mesure des contraintes résiduelles. Pub. Sci. et Tech., ENSAM, Paris, 10, (1977).*
- [9] TAIRA (S.)  
*X ray studies on mechanical behaviour of materials. édité par Soc. of Material Science, Kyoto, (1974).*
- [10] COUFFIN (P.)  
*Détermination des contraintes résiduelles par diffraction X. thèse 3ième cycle, (1984).*
- [11] VOIGT (W.)  
*Lehrbuch der Kristallphysik, Leipzig-Berlin Teubner-Verlag (1928), p962.*
- [12] REUSS (A.)  
*Z. Angew. Math. Mech., 9, (1929), p49.*
- [13] NEERFELD (H.)  
*The calculation of stress from X ray elongation measurements Mitt. Kaiser. Wilhelm Inst. Eisenforsch. - Dusseldorf, (1942), p61.*

- [14] KRONER (E.)  
*Berechnung der elastischen Konstanten der Vielkristalls aus den Konstanten des ein Kristalls. Z. Physik, 151, (1958), p504.*
- [15] FRANCOIS (M.)  
*Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X - Constantes Elastiques Radiocristallographiques. Formation continue ENSAM, (Paris 1990).*
- [16] JAOUL (B.)  
*Etude de la plasticité et application aux métaux. Chapt. 3, Structure des métaux, DUNOD (1965), p76.*
- [17] MAEDER (G.)  
*Développements actuels de la détermination des contraintes par diffraction des rayons X. Matériaux et Techniques, (sept. Oct. 1988), p5.*
- [18] BALL (C.J.), KELLY (P.M.)  
*X ray method for determination of retained austenite in steels with pronounced texture. Metal Science, 16, (1982), p332.*
- [19] WARREN (B.E.)  
*Progress in Metals Physics, Pergamon Press, New York, 8, (1958), p147.*
- [20] MIGNOT (J.), RONDOT (D.)  
*Méthode de séparation des dimensions de domaine et des microdéformations à partir des coefficients de Fourier d'un seul profil de raie de diffraction X. Acta Metallurgica, 23, (Nov. 1975), p1321.*
- [21] GANGULEE (A.)  
*Separation of particle size and microstrain components in the Fourier coefficients of a single diffraction profile. J. Appl. Cryst., 7, (1974), p434.*
- [22] WAGNER (C.N.J.), AQUA (E.N.)  
*Analysis of the broadening of powder pattern peaks from cold worked face centered and body centered cubic metals. Adv. in X ray analysis, 7, (1964), p46.*
- [23] WILLIAMSON (G.K.), SMALLMAN (R.E.)  
*Dislocation densities in some annealed and cold worked metals from measurements on the X ray Debye Scherrer spectrum. Phil. Mag., 1, (1956), p34.*
- [24] CULLITY (B.D.)  
*Elements of X ray diffraction. Addison Wesley publishing company Inc (1956).*
- [25] DOLLE (H.)  
*The influence of multiaxial stress states, stress gradients and elastic anisotropy on the evaluation of (residual) stresses by X rays. J. Appl. Cryst., 12, (1979), p489.*

