



HAL
open science

Contribution à l'analyse par diffractométrie X des déformations et des contraintes à l'échelle des grains

Wenjun Huang

► **To cite this version:**

Wenjun Huang. Contribution à l'analyse par diffractométrie X des déformations et des contraintes à l'échelle des grains. Sciences de l'ingénieur [physics]. Arts et Métiers ParisTech, 2007. Français. NNT : 2007ENAM0003 . pastel-00002480

HAL Id: pastel-00002480

<https://pastel.hal.science/pastel-00002480>

Submitted on 5 Jun 2007

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

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



École doctorale n°432 : Sciences de Métiers de l'Ingénieur

THÈSE

pour obtenir le grade de

Docteur

de

L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE D'ARTS ET MÉTIERS

Spécialité : Génie Mécanique et Matériaux

présentée et soutenue publiquement

par

Wenjun HUANG

le 06 mars 2007:

**CONTRIBUTION À L'ANALYSE PAR DIFFRACTOMÉTRIE X
DES DÉFORMATIONS ET DES CONTRAINTES
À L'ECHELLE DES GRAINS**

Directeur de thèse : Vincent JI

Jury :

Mr. Jacques PERRIERE , DR CNRS, Univ. Paris VI, INSP, Paris -----	Président
Mr. Albert TIDU , PU, LETAM, ENIM, Metz -----	Rapporteur
Mr. Manuel François , PU, UTT, LASMIS, Troyes -----	Rapporteur
Mr. Vincent JI , M _d C HDR, LIM, ENSAM, Paris -----	Examinateur

**Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux
ENSAM, CER de Paris**

L'ENSAM est un Grand Établissement dépendant du Ministère de l'Éducation Nationale, composé de huit centres :

AIX-EN-PROVENCE ANGERS BORDEAUX CHÂLONS-EN-CHAMPAGNE CLUNY LILLE METZ PARIS

DÉTERMINATION DES DÉFORMATIONS ET DES CONTRAINTES À L'ÉCHELLE DES GRAINS PAR DIFFRACTION DES RAYONS X

RÉSUMÉ

Une nouvelle méthodologie d'analyse monocristalline par diffraction des rayons X (DRX) a été développée pour combler une lacune de l'analyse des contraintes d'ordre II (à l'échelle du grain) dans un matériau cristallin à structure non cubique. Cette méthode est basée sur la méthode d'Ortner I en introduisant le tenseur métrique G qui lie le tenseur des déformations et les distances inter réticulaires mesurées par DRX. Avec cette nouvelle méthodologie, lorsque le repère cristallin direct n'est ni nécessairement orthogonal ni nécessairement normé, un repère orthonormé associé au repère cristallin direct est défini, où la majorité des calculs sont exécutés avec les règles de calcul usuelles. La méthode des moindres carrés nous permet de prise en compte de plus de 6 mesures minimum pour obtenir une meilleure estimation de G et déterminer les incertitudes statistiques.

L'application expérimentale dans un bi cristaux cuivre nous a permis d'avoir validé cette nouvelle méthode. Par cette méthode, des contraintes résiduelles d'ordre II dans une couche galvanisé à gros grains sur l'acier sont déterminées après un traitement thermique de recuit. Les 4 grains orientés différemment sont été aussi quantitativement caractérisés in situ sous une sollicitation extérieure. Les résultats ont bien démontré le mécanisme de déformation élastique et plastique à l'échelle des grains et entre les grains. Par conséquent, cette méthode développée est donc adaptable et significative pour détermination des déformations et des contraintes à l'échelle des grains dans un monocristaux ou multicristaux à cristalline structure quelconque.

Mots-clés : *diffraction des rayons x, contrainte, grain, tenseur métrique, hexagonal, galvanisation .recuit, traction.*

GRAIN SCALE STRESSES AND STRAINS DETERMINATION BY X-RAY DIFFRACTION

ABSTRACT

A new methodology for strain and stress analysis by X ray diffraction (XRD) in single crystal was developed. It can be applied to determine the second order stress (in grain scale) in single and multi-crystal material with non-cubic lattice. This method is based on the method Ortner I. It has introduced the metric tensor G which is deduced from the lattice space measured by XRD. In the developed method, when the crystal reference is non-orthonormal, an orthonormal reference associated with the crystal basis is defined, so all calculation could be done with usual calculation laws. The use of the least square method allows the acquisition of many more measurements than the six absolute necessary. Then a better metric tensor G is calculated and the statistical error is obtained.

This developed method was applied in a bi crystal copper. The experimental results have shown that this method is also effective. The second order residuals stresses for coarse Zn grains in a galvanized coating were determined after annealing. The four coarse grains with different orientations were also characterized and demonstrated the elastic and plastic deformation mechanism in a grain or between the grains during in situ tensile loading. So this method is well able to determine the strains and stresses in grain scale in a mono crystal or multi crystal with any crystalline structure.

Key-words: *X-ray diffraction, stress, grain, metric tensor, hexagonal, galvanization, annealing, tensile.*



Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire d'Ingénierie des matériaux (LIM, UMR CNRS 8006) de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Paris. Je tiens à remercier Mr. Thierry Bretheau, directeur du LIM, de m'avoir accueilli dans son laboratoire.

Je tiens à remercier, Monsieur Jacques Perrière, Directeur de recherche au CNRS, qui m'a fait l'honneur de présider ce jury.

Monsieur Albert Tidu, Professeur à l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz, et Monsieur Manuel François, Professeur à l'Université de Technologie de Troyes, ont accepté le dur travail d'être rapporteur. Je les en remercie vivement.

Je teins à remercier tout particulièrement Monsieur Vincent Ji, Maître de conférences HDR à l'ENSAM à Paris, directeur de thèse, qui m'a chaleureusement fait don de ses compétences, de ses connaissances scientifiques et de son temps tout au long de ce travail.

Je voudrais remercier vivement Monsieur Wilfrid Seiler, Ingénieur de recherches au LIM, de m'avoir enrichi les connaissances en diffraction des rayons X au cours de ce travail, d'avoir été toujours disponible de donner ses suggestions constructives.

J'adresse également mes sincères remerciements à tous les membres du laboratoire pour leur soutien, leur enthousiasme et pour tous les moments agréables passés ensembles.

Je tiens, enfin, à remercier tous ceux qui m'ont soutenu et aidé de tous les jours.

Table des matières

Introduction	7
CHAPITRE 1. : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	11
1.1. Définition et origine des contraintes résiduelles	12
1.1.1. Origine des contraintes résiduelles	12
1.1.2. Contraintes résiduelles aux différentes échelles	13
1.2. Diffraction des rayons X par les cristaux	15
1.2.1. Loi de Bragg	16
1.2.2. Déformation macroscopique mesurée par DRX	18
1.3. Méthode d'analyse des contraintes dans les matériaux polycristallins.	19
1.3.1. Limites des méthodes polycristallines	21
1.4. Méthode monocristalline d'analyse des déformations par la DRX.....	22
1.4.1. Rappel d'analyse monocristalline des déformations et des contraintes par DRX.....	23
1.4.2. Diffraction de Lauë.....	24
1.4.3. Principes établis par IMURA et ses collaborateurs.....	25
1.4.4. Méthodes d'Ortner.....	26
1.4.5. Travaux au sein du laboratoire.....	27
1.5. Conclusions	29
CHAPITRE 2. : METHODOLOGIE D'ANALYSE MONOCRISTALLINE DES CONTRAINTES.....	31
2.1. Les différents repères.....	31
2.1.1. Le goniomètre à quatre cercles	31
2.1.2. Définition des repères géométriques.....	33
2.1.3. Définition des repères du réseau cristallin et du tenseur métrique.....	35
2.2. Orientation d'un cristal	39
2.2.1. Définition des coordonnées du vecteur de diffraction $\vec{\Gamma}^*$	41
2.2.2. Passage entre les 4 repères liés à la base cristalline.....	41
2.2.3. Matrice de passage $M_{(A_G \rightarrow A_P)}$ du repère de l'échantillon au repère du goniomètre	43
2.2.4. Matrice de passage $M_{(A_C \rightarrow A_P)}$ du repère A_C au repère A_P	43
2.2.5. Calcul des positions de diffraction.....	44

2.3. Détermination du tenseur des déformations et des contraintes	45
2.3.1. Principe théorique du calcul de tenseur de déformation	46
2.3.2. Cas du cristal cubique	48
2.3.3. Cas d'une maille quelconque	50
2.3.4. Des déformations aux contraintes	52
2.4. Démarches expérimentales	53
2.5. Hypothèse liée au $\sigma_{33}=0$.....	53
2.6. Conclusions	55
CHAPITRE 3. : OPTIMISATION ET TRAITEMENT DU SIGNAL	
 DIFFRACTE	57
3.1. Optimisation du signal diffracté	57
3.1.1. Choix des plans diffractants.....	57
3.1.2. Morphologie des tâches de diffraction.....	59
3.1.3. Optimisation en φ , ψ et ω	60
3.2. Acquisition et lissage des raies de diffraction	65
3.2.1. Acquisition des raies de diffraction	65
3.2.2. Définition du lissage	65
3.2.3. Optimisation du lissage.....	66
3.3. Calibrage du goniomètre.	67
3.4. Etude expérimentale de structure cubique et comparaison entre les deux méthodes.....	68
3.4.1. Epruvette de bi cristaux de cuivre.....	69
3.4.2. Analyse des contraintes sous compression	70
3.4.3. Validation de la nouvelle méthode de DRX	73
3.5. Analyse des incertitudes des résultats	76
3.5.1. Sources des erreurs	77
3.5.2. Erreurs liées à l'évaluation des contraintes.....	77
3.6. Conclusions	79
CHAPITRE 4. : APPLICATION DE L'ETUDE D'UNE COUCHE	
 GALVALISEE.....	81
4.1. Cristallographie du zinc.....	81
4.1.1. Structure cristalline.....	81

4.1.2.	Indexation cristallographique	82
4.2.	Comportement mécanique du zinc	83
4.2.1.	Mode de déformation.....	83
4.2.2.	Anisotropie élastique du zinc.....	85
4.2.3.	Le facteur de Schmid	85
4.3.	Les revêtements de zinc sur tôles galvanisées	87
4.3.1.	Galvanisation à chaud.....	87
4.4.	Matériau étudié	88
4.4.1.	Substrat 88	
4.4.2.	Revêtements de zinc	89
4.5.	Moyens expérimentaux mis en œuvre.....	91
4.6.	Contraintes résiduelles de la couche galvanisée avant et après recuit.....	93
4.6.1.	Préparation d'échantillon.....	93
4.6.2.	Orientation des grains	94
4.6.3.	Recuit de l'échantillon	95
4.6.4.	Evolution des raies de diffraction	95
4.6.5.	Contraintes résiduelles et leur évolution.....	96
4.7.	Comportement du revêtement de zinc en traction simple.	99
4.7.1.	Usinage et préparation des éprouvettes.....	99
4.7.2.	Orientation du monocristal	100
4.7.3.	Moyens expérimentaux.....	103
4.7.4.	Analyse macroscopique de la traction	105
4.7.5.	Analyse des contraintes	107
4.8.	Conclusions	116
CHAPITRE 5. :	CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....	119
	Références bibliographiques	123
	Annexe 1	
	Métallurgie du Zinc	129
	Annexe 2	

Feuille de calcul de contraintes et de facteur de Schmid	133
Annexe 3	
Plans diffractants utilisés	135
Annexe 4	
Contraintes dans les 4 grains à chaque étape de chargements .	139
Annexe 5	
Liste de publications dans le cadre de la thèse de doctorat	141

Introduction

La méthode de diffractométrie X (diffraction des rayons X) est largement utilisée pour caractériser la structure cristallographique des matériaux cristallins, ainsi que la texture et la microstructure associée grâce à cette technique non destructive, locale, sélective et quantitative [1-4]. En parallèle, la diffraction des rayons X permet d'analyser l'état mécanique par la détermination des contraintes internes à différents échelles : macroscopique (déformations et contraintes résiduelles de la pièce mécanique), mésoscopique (contraintes dans la phase métallurgique ou dans un grain) et/ou microscopique (champs de déformations et contraintes à l'échelle du réseau cristallin).

Dans l'intérêt des applications industrielles, les concentrations de contraintes et les hétérogénéités de déformation doivent être évitées afin d'augmenter la durée de vie des pièces mécaniques. Généralement, il est impossible de prendre en compte le comportement de chaque grain ce qui explique la nécessité de développer des modèles macroscopiques qui déterminent le comportement moyen de l'ensemble des grains. L'analyse des contraintes résiduelles par DRX peut être qualifiée de standard lorsque le matériau est homogène, macroscopiquement isotrope, composé de grains fins et que la pièce est localement plane et ne présente aucun gradient dans l'épaisseur de mesure [5-7]. Lorsque la taille de grain augmente (>200 μm par exemple), les comportements mécaniques présentent largement un caractère hétérogène à cause de l'anisotropie des grains et de la variation de leurs orientations [8]. Des grains avec la même orientation cristallographique peuvent avoir, à cause de l'effet de voisinage, des comportements très différents [9]. Les méthodes classiques de l'analyse des déformations et des contraintes dans les matériaux polycristallins ne sont plus applicables dans le cas cité auparavant. Aujourd'hui, il est possible de prendre en compte le comportement mécanique des matériaux à l'échelle des grains et l'interaction entre les grains. Depuis quelques années, les développements méthodologiques de l'analyse monocristalline ont été remarquables dans leur application aux monocristaux et aux multicristaux de structure cubique. En revanche, il y a peu d'études publiées à ce jour sur de telles méthodes d'analyse appliquées aux monocristaux et aux multicristaux de structure non cubique.

Un nombre important de matériaux monocristallins et multicristallins utilisés dans l'industrie mécanique, nucléaire ou électronique sont de structure non cubique, par exemple, les alliages métalliques (Mg, Zn, Zr, Ti) ou intermétalliques (TiAl), les céramiques (Al_2O_3 , ZrO_2) ou les semi-conducteurs sous forme de dépôt ou massif. Aussi dans l'industrie automobile, les tôles d'acier galvanisées sont largement utilisées. Dans notre étude expérimentale, le revêtement de zinc possède de gros grains qui ont d'une taille variant de 2 mm à 5 mm dans le plan de la tôle avec une épaisseur de $10\mu\text{m}$ [10].

La détermination des déformations et des contraintes dans les matériaux monocristallins a été initiée par IMURA, SLADE Jr et al au début des années 60 [11-13]. Du point de vue théorique, l'introduction du tenseur métrique par Ortner [14] ouvre une voie à l'étude de la déformation et des contraintes sur un monocristal dans les années 80 par la diffraction des rayons X. L'application de la détermination des contraintes dans des matériaux à gros grains est d'un grand intérêt scientifique puisqu'elle ouvre de nouvelles perspectives pour la caractérisation mécanique à l'échelle des grains et les interactions entre les grains. Elle a été détaillée par W. Reimers [15], puis appliquée par P. Gergaud [16] au cas d'un matériau à gros grains en silicium. Toutefois, par rapport aux cristaux cubiques, la détermination des déformations et des contraintes dans les matériaux monocristallins non cubiques reste encore peu étudiée. L'inconvénient est que la base de travail n'est pas orthonormée lorsque la maille cristalline est de symétrie moindre, c'est à dire lorsque le repère cristallin direct n'est ni nécessairement orthogonal ni nécessairement normé.

Le présent travail de thèse consiste à développer d'une nouvelle méthodologie pour déterminer des déformations et des contraintes dans les matériaux monocristallins ou multicristallins à structure non cubique par la DRX.

Dans le premier chapitre, certaines connaissances sur la caractérisation de l'état mécanique des matériaux cristallins par la DRX sont présentées. Après un rappel général du principe de la DRX, nous présenterons la méthode classique pour déterminer des déformations et des contraintes par la DRX dans les matériaux polycristallins afin d'avoir une vue d'ensemble.

Le deuxième chapitre est consacré à la présentation du développement de la nouvelle méthodologie pour déterminer des déformations et des contraintes à l'échelle de grain

de structure non cubique par la technique de la diffraction des rayons X. Une étude bibliographique de la méthode monocristalline a été synthétisée qui présente la théorie existante de l'étude des déformation et des contraintes dans les matériaux monocristallins.

Au cours du troisième chapitre nous nous attacherons à la mise en œuvre de cette nouvelle méthode et pour la validation expérimentale de la méthode étudiée, un bicristal de cuivre sous chargement de compression a été étudié. Les procédures expérimentales commencent par l'orientation d'un cristal. Puis l'acquisition et l'optimisation des raies sont détaillées conformément à la théorie. Enfin l'incertitude sur le résultat de contrainte venant de cette méthodologie sera évaluée et discutée.

Une application expérimentale de cette méthode dans un revêtement Zinc à gros grains est exposée dans le quatrième chapitre. Dans un premier temps, l'aspect de la métallurgie de Zinc et la microstructure des revêtements de zinc sur les tôles galvanisées sont rappelés brièvement. Les contraintes résiduelles sur ce revêtement à l'échelle des grains sont quantifiées avant et après un recuit à différentes températures. Par la suite les comportements mécaniques des grains sous un chargement de traction sont exploités par cette méthode en considérant la morphologie du revêtement, l'effet mécanique dans les grains, et l'interaction entre les grains.

Enfin, nous proposerons, en conclusion, un bilan de travail basé sur cette nouvelle méthode monocristalline dans sa capacité à déterminer des déformations et des contraintes et présentons les aspects à approfondir comme perspectives.

CHAPITRE 1. : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

En général, les matériaux cristallisés sont constitués d'une multitude de petits volumes appelés grains dont la taille varie selon la microstructure. Chaque grain est en fait un monocristal constitué d'un empilement régulier d'atomes métalliques dont la cohésion est due à des attractions inter atomiques. Souvent deux cristaux voisins n'ont pas de relation d'orientation particulière. Le joint de grain étant la surface limite de deux éléments anisotropes et d'orientation différente, il fait l'interface entre autre pour la transmission de déformation et de contrainte de chacun des cristaux. De même, il constitue une barrière quasi infranchissable pour les dislocations de chacun des grains.

Dans un cristal, il existe souvent la déformation élastique et plastique. La déformation élastique des matériaux cristallins est inhomogène à l'échelle des grains car elle se produit par le déplacement simultané d'atomes de différentes régions du cristal par rapport aux autres.

Les déplacements par cisaillement se font suivant certains plans et directions cristallographiques, par le mouvement de dislocations. La déformation plastique est toujours associée au mouvement de dislocation.

Dans un monocristal, la courbe effort/déformation dépend fortement de l'orientation de l'axe de sollicitation par rapport aux directions cristallographiques de l'échantillon. Dans le cas le plus simple de la déformation plastique, l'orientation doit être telle qu'une seule famille de plans de glissements soit active. Il faut pour cela que la scission résolue sur cette famille de plans dans une direction de glissement soit nettement plus élevée que sur les autres familles et qu'elle soit plus importante que la scission critique. Pour chaque orientation du cristal, il y a généralement au moins un système de glissement activé, c'est à dire un plan et une direction, suivant lesquels se produit le glissement.

Dans les cristaux réels l'assemblage tri périodique et infini, des mailles cristallines décrivant les cristaux idéaux sont perturbé par un grand nombre de défauts cristallins (ponctuel, linéaire et planaire) [3-5].

1.1. Définition et origine des contraintes résiduelles

1.1.1. Origine des contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles sont des contraintes multiaxiales statiques autoéquilibrées existant dans un système isolé de température uniforme et en l'absence de tout chargement extérieur.

Toute hétérogénéité de déformation introduite à toute échelle de la structure entraîne la génération de contraintes résiduelles. De manière générale, les macrocontraintes résiduelles sont le résultat de l'activité des sources fondamentales suivantes agissant seules ou en combinaison [17] :

- déformation plastique hétérogène entre différentes zones d'une pièce soumise à des sollicitations mécanique externes à charge imposée ou à déformation imposée ;
- déformation plastique hétérogène entre différentes zones d'une pièce soumise à des sollicitations thermiques ;
- différence entre les coefficients de dilatation thermique des différentes zones d'une pièce.
- variation de volume hétérogène et/ ou phénomènes de pseudoplasticité dus à des transformations de phase à l'état solide ;

Cette incompatibilité de déformation qui ne vérifie pas les équations de compatibilité est compensée par des déformations élastiques irréversibles et est à l'origine des contraintes internes au point de vue mécanique.

Des phénomènes physico-mécaniques, tels que le changement de phase ou le refroidissement d'un échantillon, sont souvent couplés et induisent des incompatibilités de déformation. Le changement de phase s'accompagne systématiquement d'un changement de volume (modification de structure cristalline), l'apparition de la nouvelle phase provoque une déformation par rapport au reste du matériau non transformé (au niveau de la phase ou de l'échantillon). Cette déformation locale ne sera pas compatible avec le reste du matériau et figurera en partie cette déformation en déformation plastique incompatible. Dans le cas de refroidissement inhomogène, le gradient thermique induit un gradient de déformation

et génère des interactions entre les différentes parties, et donc des incompatibilités de déformation.

1.1.2. Contraintes résiduelles aux différentes échelles

La diffraction des rayons X est sensible aux déformations élastiques du réseau cristallin. C'est une échelle très fine. Cependant, selon les conditions expérimentales et le matériau étudié, l'information recueillie peut aller d'une déformation très locale au sein d'un réseau cristallin jusqu'à une déformation moyenne d'un ensemble de réseaux cristallins. Les déformations à l'origine des contraintes résiduelles peuvent intéresser des domaines de taille macroscopique, microscopique ou submicroscopique. Différentes échelles sont ainsi définies [18] auxquelles sont associées différents ordres de contrainte. La figure ci-dessous illustre la variation de la contrainte sur une distance traversant plusieurs grains.

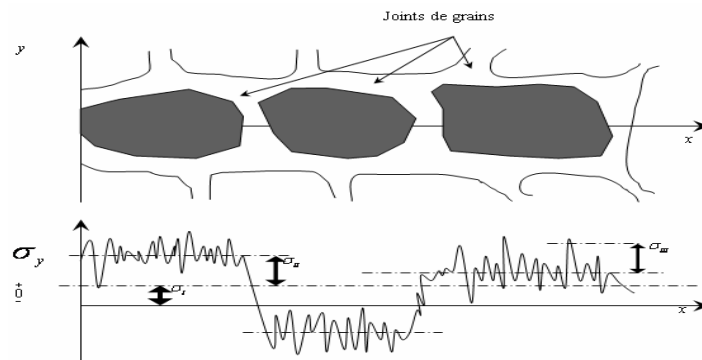


Figure 1-1 : Présentation schématique des 3 ordres des contraintes internes.

La description précise du comportement mécanique d'un matériau cristallin nécessite une définition précise des échelles observées. Les phénomènes observés à chaque échelle peuvent être classifiés, et sont associés aux différents types de discontinuité. On introduit un volume qui intègre toutes les discontinuités définies dans la figure ci-dessous. Suivant le modèle choisi, différents types de discontinuités vont être prises en compte avant de calculer la moyenne pour déterminer le comportement macroscopique.

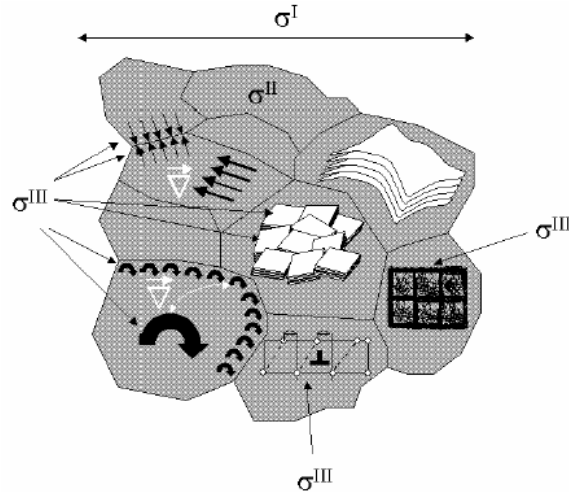


Figure 1-2 : Definition de differents ordres de contraintes résiduelles dans le polycrystal

A une échelle correspondant à un volume de l'ordre du mm^3 ou d'une surface de quelque mm^2 , on définit les caractéristiques mécaniques macroscopiques du matériau. A cette échelle, les contraintes macroscopiques (contraintes d'ordre I) sont la contrainte moyenne sur un grand nombre de grains. Macroscopiquement, des zones d'une même pièce peuvent se trouver dans un état de contrainte différent. Ces contraintes sont nulles en moyenne si les pièces ne sont pas chargées mais elles peuvent atteindre localement une grande intensité.

A une échelle plus fine, le matériau se subdivise en grains qui sont analysés comme des éléments de volume continus pour lesquels on définit des caractéristiques mécaniques locales. Les contraintes correspondantes appelées contraintes mésoscopiques (contraintes d'ordre II) sont présentes à l'échelle du grain. Du fait des désorientations cristallines entre les grains et du caractère cristallographique du glissement plastique, la déformation plastique que l'on peut, à cette échelle, considérer comme uniforme dans chaque grain, est incompatible de grain à grain et responsable des contraintes internes. Toutefois les contraintes d'ordre I sont la moyenne des contraintes d'ordre II sur le volume d'analyse. Dans le cas d'un matériau bi-phasé, les contraintes internes d'ordre II sont relatives à l'échelle de la phase métallurgique.

A une échelle encore plus fine, de nouvelles discontinuités apparaissent à l'intérieur des grains, telles que les sous joints, les joints de macle, les arrangements de dislocations, les dislocations isolées, les atomes interstitiels ou substitutionnels, les

lacunes ... Toutes ces sources de discontinuités de déformations créeront des champs de contraintes très variables localement. Pour cette raison, on définit à l'échelle du réseau cristallin des caractéristiques mécaniques particulières. Les contraintes internes à ce niveau sont appelées contraintes microscopiques (contraintes d'ordre III), leur moyenne sur les volumes d'analyse nous donne les contraintes internes d'ordre II [5].

1.2. Diffraction des rayons X par les cristaux

Bien que les rayons X aient été découverts en 1895 par W.K.Röntgen à l'Université de Würzburg [3], il faut attendre l'expérience de Lauë en 1912 pour voir apparaître le premier cliché de diffraction d'un petit cristal de Blende [19]. W.L.Bragg utilisa et développa la diffraction des Rayons X pour identifier les structures cristallines des matériaux [2]. Depuis, de nombreuses applications ont été développées dans les domaines de la cristallographie, de la physique et de la métallurgie. Aujourd'hui la diffraction des rayons X (DRX) est une méthode très utilisée pour caractériser et comprendre la microstructure et l'état mécanique des matériaux cristallins.

Bol'SHAKOV et ses collaborateurs [20] en 1975 ont appliqué des rayons x à des matériaux monocristallins en utilisant un goniomètre 3 cercles avec un détecteur ponctuel. Ceci a ouvert une nouvelle voie d'analyse. La poursuite de ce genre de recherche depuis 1980 a été facilitée par l'arrivée d'une nouvelle génération de goniomètres à 4 cercles totalement automatisés, le pilotage des goniomètres, l'acquisition et le traitement des données ont été assistés par ordinateur.

Les méthodes de diffraction utilisent soit le spectre continu, soit les raies caractéristiques $\kappa\alpha$ ou $\kappa\beta$. La diffraction apparaît quand la loi de Bragg est vérifiée. Il en résulte deux types de méthodes représentées dans le tableau 1-1 :

Tableau 1-1: Comparaison des méthodes de diffractions

	Longueur d'onde λ	Angle d'incidence θ	Méthode
Spectre continu	Variable	Fixe	de LAUE
Raie caractéristique	Fixe	Variable	des POUDRES

La méthode LAUE, s'applique aux monocristaux (ou gros grains), qui est la plus ancienne méthode de diffraction des rayons X [21]. L'échantillon est fixe et les plans cristallins ont une orientation fixe par rapport au faisceau de rayons X incident. La

longueur d'onde étant variable, chaque plan cristallin (h k l) correspondant à un facteur de structure qui n'est pas nul donnera un faisceau diffracté si la longueur d'onde qui satisfait la loi de Bragg est contenue dans le spectre continu. Cette méthode sert principalement à la détermination de l'orientation cristallographique des monocristaux.

La méthode des poudres tire son nom du fait que l'échantillon polycristallin examiné est réduit en une poudre fine constituée de particules orientées au hasard. Le faisceau de rayons X est monochromatique et il n'y aura diffraction que lorsque ce faisceau fait un angle θ (solution de la loi de BRAGG) avec une famille de plans cristallins dont le facteur de structure n'est pas nul. Cette méthode pourra s'appliquer également à un échantillon massif polycristallin formé de petits grains, qui sont équivalents aux particules de la poudre. Il n'y a pas dans ce cas de faisceau transmis. C'est la méthode principale utilisée en métallurgie.

Pour investiguer le comportement des matériaux monocristallins, différentes méthodes sont développées et appliquées depuis quelques années. Cependant elles sont incapables de modéliser au cas de cristal non cubique. Une nouvelle méthode pour déterminer des déformations et des contraintes par DRX constitue l'essentiel des investigations menées au cours de cette étude. Il s'agit ici de rappeler brièvement quelques notions importantes de DRX afin de faciliter la compréhension de la suite.

1.2.1. Loi de Bragg

Le rayonnement X est un rayonnement électromagnétique ayant des propriétés très proches de celles de la lumière (il peut être réfléchi, réfracté et polarisé). La longueur d'onde est de l'ordre du grandeur des distances inter réticulaires rencontrées dans la plupart des métaux. La diffraction a pour origine un phénomène de diffusion élastique par un très grand nombre d'atomes. Ces atomes étant arrangés de façon périodique en un réseau, les rayons X diffusés ont des relations de phase entre eux, relations qui peuvent être destructives ou constructives suivant les directions. Les directions constructives correspondant aux faisceaux diffractés sont définies par la loi de Bragg. La figure montre cette relation fondamentale de la diffraction des rayons X.

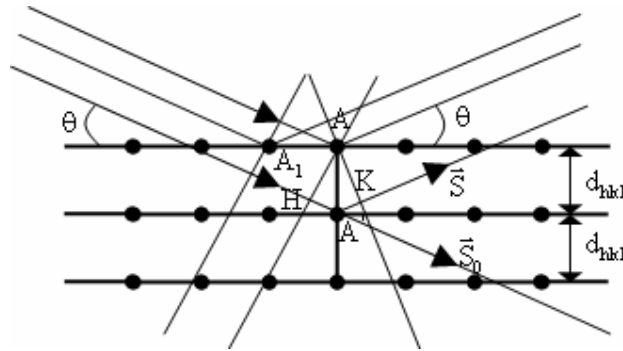


Figure 1-3: Démonstration de la loi de Bragg.

Considérons une famille de plan $\{hkl\}$ quelconque caractérisée par la distance inter réticulaire $d_{\{hkl\}}$ et irradiée sous un angle θ par un faisceau de rayons X monochromatique. Si le cristal est relativement petit, chaque atome de ce cristal est baigné dans un faisceau d'intensité constante et diffuse de façon cohérente une onde dont nous pouvons calculer l'amplitude et l'intensité [22]. Si toutes ces ondes diffusées sont en phase, elles interfèrent et donnent lieu à une onde diffractée de forte intensité dans cette direction. Cette condition nécessite que la différence ($\delta = \overline{HA'} + \overline{A'K} = 2d_{hkl} \sin \theta$) de marche de l'onde diffusée par l'atome situé en A' par rapport à l'onde diffusée par l'atome situé en A est égale à la longueur d'onde ou à un nombre entier de fois la longueur d'onde, soit :

$$(1-1) \quad n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$$

Cette relation est appelée loi de Bragg, elle constitue la base de la radiocristallographie et montre comment à partir de la mesure des angles de diffraction, on peut calculer les distances inter réticulaires caractéristiques d'un cristal donné.

Pour qu'il puisse y avoir diffraction d'un faisceau de rayons X de longueur d'onde λ donnée, il faut que la loi de Bragg soit vérifiée et donc il faut :

$$(1-2) \quad \frac{n\lambda}{2d} \leq 1 \Rightarrow d \geq \frac{\lambda}{2}$$

Cette relation donne pour une distance inter réticulaire fixée, la valeur maximale de la longueur d'onde utilisable et donc limite les familles de plans qui peuvent être caractérisées par un faisceau de longueur d'onde donnée.

1.2.2. Déformation macroscopique mesurée par DRX

L'application qui nous intéresse concerne essentiellement la détermination des contraintes résiduelles d'ordre I définie dans le paragraphe 1.1.2. Celles-ci sont obtenues en mesurant les déformations élastiques du réseau cristallin à partir des déplacements des pics de diffraction (θ) par rapport à ceux du matériau non contraint (θ_0). En effet, les déformations du réseau cristallin sont liées aux angles de diffraction par la relation de Bragg (figure 1-4)

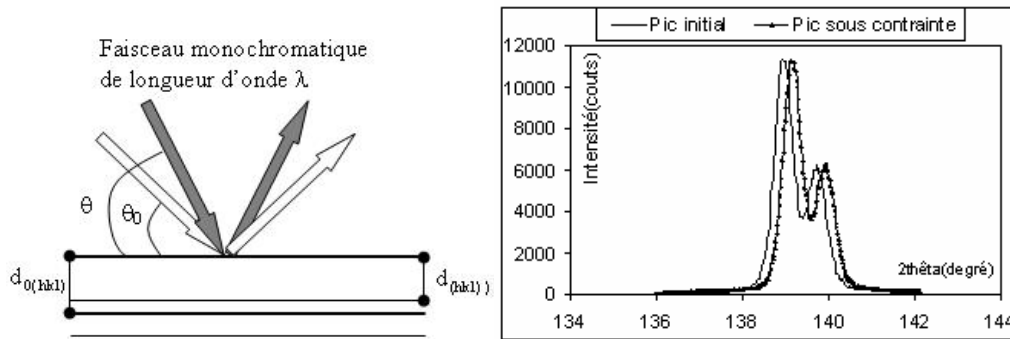


Figure 1-4: Déplacement du pic de diffraction sous l'effet d'une contrainte

La déformation conventionnelle $\epsilon_{(hkl)}$ des plans diffractants (hkl) s'écrit :

$$(1-3) \quad \epsilon_{(hkl)} = \frac{d_{(hkl)} - d_{0(hkl)}}{d_{0(hkl)}}$$

En appliquant la loi de Bragg, on obtient :

$$(1-4) \quad \epsilon = \frac{\sin \theta_0}{\sin \theta} - 1$$

La déformation élastique du cristal peut donc être obtenue par mesure de la position des pics de diffraction avant et après déformation.

Posons $\theta = \theta_0 + \Delta\theta$ et introduisons cette valeur dans l'expression de la déformation (1-4). Les variations de position de pics étant faibles on peut développer et tronquer au premier ordre en $\Delta\theta$, on obtient :

$$(1-5) \quad \epsilon = -\cot \theta_0 \cdot \Delta\theta$$

Cette expression présente l'avantage d'exprimer la déformation du cristal comme une fonction linéaire de la position du pic de diffraction.

1.3. Méthode d'analyse des contraintes dans les matériaux polycristallins.

La synthèse des travaux effectués dans ce domaine avant les années 60 a été faite par GREENOUGH (jusqu'à 1951) [23], ISENBURGER (jusqu'à 1952) [24], VASI'LEV et SMIRNOV (jusqu'à 1961) [25].

L'application du diffractomètre pour déterminer les contraintes résiduelles dans les aciers de haute résistance, a suscité les intérêts pour sa précision de l'ordre de centimétrique ou mieux [26-27].

C'est dans les années 60 que la méthode dite de « $\sin^2 \psi$ » est devenue une méthode standard en théorie et en pratique [28], malgré les difficultés qui sont apparues lors de l'étude des matériaux anisotropes [29], ou texturés [30]. L'angle ψ est formé par la normale à l'échantillon et la bisectrice du faisceau incident et du faisceau diffracté.

Dans le cas d'un état triaxial de contraintes, les relations entre les contraintes et déformations s'écrivent d'une manière générale :

$$(1-6) \quad \varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1}{2}S_2(\sigma_{\phi} - \sigma_{33})\sin^2 \psi + \frac{1}{2}S_2\sigma_{33} + S_1\text{Tr}(\sigma) + \frac{1}{2}S_2\tau_{\phi} \sin^2 \psi$$

Avec $\frac{1}{2}S_2 = (1 + \nu)/E$ et $S_1 = -\nu/E$.

La figure ci-dessous présente une interprétation possible de l'équation (1-6) ou de la courbe des $\sin^2 \psi$ dans le cas général d'une analyse de contraintes triaxiales dans une direction ϕ .

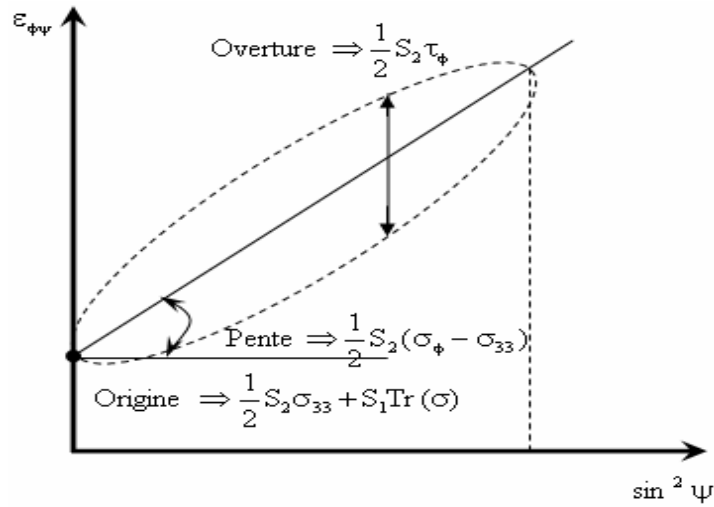


Figure 1-5 : Interprétation graphique de la courbe des $\sin^2 \psi$ dans le cas triaxial.

Généralement, pour des matériaux polycristallins, le principe de la détermination d'une contrainte dans une direction ϕ est alors le suivant : on trace la déformation mesurée $\varepsilon_{\phi\psi}$ en fonction de $\sin^2 \psi$, la pente est proportionnelle à σ_ϕ et l'ordonnée à l'origine est proportionnelle à la trace du tenseur des contraintes. C'est cette équation qui donne le nom de « méthode des $\sin^2 \psi$ ».

L'approfondissement de la connaissance de la nature des déformations mesurées par la DRX a conduit à la notion de Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques (CER) qui lient les déformations mesurées et les contraintes appliquées (contraintes externes) ou dans le matériau (contraintes résiduelles) [28] [31-36].

Les CER peuvent être obtenues par un calcul à partir du tenseur de rigidité d'un monocristal ou par des mesures expérimentales. Le calcul théorique rigoureux exige la prise en compte de l'anisotropie élastique de tous les grains, ainsi que l'interaction entre les grains. La base de la démarche théorique est de lier les déformations macroscopiques et microscopiques par des modèles de couplage micro-macro :

Modèle de VOIGT, qui suppose que les déformations sont homogènes dans toutes les cristallites [37];

Modèle de REUSS, qui suppose que les contraintes sont homogènes dans toutes les cristallites [38];

Modèles de KRONER : ou modèle auto-cohérent qui donne des valeurs intermédiaires entre les bornes fixées par les deux modèles précédents [39] et qui tient compte d'une interaction entre les cristallites.

Le problème que l'on rencontre dans l'évaluation des CER à priori touche les bases de la méthode de la détermination des contraintes dans les matériaux par la DRX. La synthèse de l'évolution du calcul des CER jusqu'à 1991 a été rappelée dans la thèse de doctorat de FRANCOIS [40].

L'autre avancée théorique importante vient du fait que la linéarité entre les distances interréticulaires et les valeurs de $\sin^2 \psi$ n'est qu'un cas particulier simple correspondant à un état de contrainte plane [41-44]. En fait les déformations et les contraintes sont tensorielles, autrement dit, elles sont triaxiales de nature. Le traitement tensoriel de WERN [45] (RIM ; X-Ray Integral Method en anglais) généralise de façon élégante l'analyse du problème.

Au niveau des appareillages, après le passage des méthodes à films aux méthodes à compteurs, l'introduction du montage ψ [46-47] a été un pas très important dans la diffractométrie pour faciliter la mesure des déformations par suite de la symétrie du montage qui évite les corrections d'absorption, nécessaires dans le montage non symétrique.

D'autres progrès des appareillages telles que l'utilisation des détecteurs linéaires ou bidimensionnels [48-54] et l'automatisation des procédures de pilotage des goniomètres, d'acquisition et de traitement des données ont permis l'acquisition des données nécessaires pour obtenir un tenseur complet qui se réalise dans un délai de quelques minutes à quelques heures selon les matériaux étudiés.

1.3.1. Limites des méthodes polycristallines

Les développements précédents sont valables pour tous les matériaux polycristallins à condition qu'ils soient : homogènes ; macroscopiquement isotropes ; composés de grains fins ; sans gradient de contrainte ou de composition chimique ; de surface analysée localement plane. Ces hypothèses sont vérifiées dans beaucoup de cas rencontrés en pratique, toutefois, si elles ne sont pas vérifiées, il est nécessaire d'étendre la théorie. Par ailleurs, d'un point de vue expérimental, pour obtenir un signal diffracté facilement exploitable, il est préférable de travailler sur des

échantillons massifs et présentant une symétrie cristalline élevée. Si ce n'est pas le cas ; des conditions expérimentales adaptées doivent être utilisées.

Dans la pratique, les différents problèmes rencontrés sont :

Problèmes de la grosse taille de grain

Problèmes de l'existence des gradients de contrainte et/ou de composition

Problèmes de l'existence de la texture cristallographique

Problèmes d'anisotropie plastique

Problèmes de matériaux bi-phasages ou de multi-phasages

Problèmes de la complexité géométrique de l'échantillon

Problème des couches minces

Problèmes liés à la symétrie cristalline du matériau

Ces problèmes sont bien expliqués dans les différentes littératures [5-7]. Mais si la pièce à mesurer présente des grains dont la taille est assez grande ($> 200 \mu\text{m}$ par exemple) par rapport au faisceau de rayons X, ce principe d'analyse n'est plus convenable. La méthodologie monocristalline établie sur les matériaux multicristallins ou monocristallins doit être appliquée.

1.4. Méthode monocristalline d'analyse des déformations par la DRX

La microstructure des matériaux monocristallins est plus simple que celle des matériaux polycristallins. Mais le développement de la méthode d'analyse de DRX pour déterminer les déformations dans les matériaux monocristallins a du retard par rapport au développement de la méthode polycristalline. D'une part, les techniques d'élaboration des matériaux monocristallins sont plus sophistiquées et plus exigeantes que celles des matériaux polycristallins, D'autre part, leurs applications sont encore très limitées à cause des prix peu abordables pour les applications conventionnelles. Toutefois, l'évolution des nouvelles technologies d'élaboration des matériaux monocristallins a permis de franchir les anciennes barrières. Les applications industrielles des matériaux monocristallins à grandes échelles rendent souhaitable la mise en œuvre d'une technologie originale pour déterminer les contraintes

(déformations) aussi maniable que celle appliquée aux matériaux polycristallins. Quelques applications de ce type de matériaux peuvent être citées :

- Ailettes de turbines de turboréacteur à alliage base nickel à gros grains ou monocristallin, obtenues par solidification orientée pour avoir une meilleure résistance au fluage.
- Capteurs de pression, capteurs des rayonnements tels que infrarouge, gamma, X..., semi-conducteurs comme le silicium, le germanium, etc..
- Les puces électroniques (SLSI, Super Large Scale Integration).

Dans un matériau polycristallin, le volume de matière irradiée contient une très grande quantité de grains (multicristaux) d'orientation aléatoire, donc lorsqu'un échantillon est irradié avec un faisceau de rayons X monochromatique, on obtient un cône de rayons diffractés. L'acquisition de la raie de diffraction, et la mesure de l'angle de Bragg se fait par un balayage d'un détecteur dans un plan qui contient l'axe du cône.

Dans le cas d'un monocristal il n'y a diffraction que pour des orientations bien déterminées et il n'y a qu'un seul pic de diffraction par plan cristallin. L'expérimentation doit faire face à deux impératifs :

- la connaissance de l'orientation du monocristal étudié ;
- Le repérage des « centres » de pics de diffraction dans l'espace étudié.

1.4.1. Rappel d'analyse monocristalline des déformations et des contraintes par DRX

A notre connaissance, les plus anciens travaux dans ce domaine ont été faits par IMURA, CLADE JR et al [12-14] dans les années soixante. Ils ont déterminé :

- les déformations et les contraintes résiduelles générées par les précipités et la matrice, d'un alliage monocristallin Al-3.85%Cu pendant le traitement de durcissement par vieillissement.

- les déformations et les contraintes résiduelles générées par la transition désordre-ordre d'un alliage monocristallin Cu-50%Au.

La méthode expérimentale exploitée dite « back-reflection divergent-beam method » est basée sur un montage de diffraction de Lauë à laquelle s'ajoute un autre montage

qui permet de tourner l'échantillon. Les faisceaux diffractés sont enregistrés par un film photographique. Une autre application de cette méthode a été réalisée par Iwasaki et Al [55]. Le même principe avec l'inclinaison de l'échantillon a été utilisé par Bollenrath et ses collaborateurs [56]

La sensibilité de la méthode « Imura et Slade » est limitée du fait de l'utilisation de films, ainsi cette méthode n'a pas eu beaucoup d'applications par la suite.

Bol'Shakov et ses collaborateurs [20] en 1975 ont travaillé à ce sujet en utilisant un goniomètre à 3 cercles avec un détecteur ponctuel. Ceci a ouvert une nouvelle voie d'analyse.

La poursuite de ce genre de recherche depuis 1980 a été facilitée par l'arrivée d'une nouvelle génération de goniomètres à 4 cercles totalement automatisés. Le pilotage du goniomètre, l'acquisition et le traitement des données ont été assistés par ordinateur.

L'orientation d'un monocristal constitue une phase délicate de la diffractométrie. La détection des faisceaux diffractés d'un monocristal nécessite donc une connaissance précise de l'orientation du cristal.

Le principe et la procédure de la détermination de l'orientation d'un monocristal à partir de deux observations des normales des plans cristallins ont été proposés dans un premier temps par Busing et Al [57] en 1967 et appliqués par la suite par Reimers [58] en 1991. La précision peut être améliorée par d'autres observations à l'aide de l'application des moindres carrés. Une autre procédure de raffinement a été proposée par Shoemaker et Bassi [59-60].

1.4.2. Diffraction de Lauë

Afin de pouvoir orienter un monocristal sur un goniomètre à l'aide de la procédure de Busing à partir de deux premières observations, on recourt à la diffraction de Lauë pour connaître l'orientation du monocristal.

La méthode de Lauë est la plus ancienne méthode de diffraction des rayons X [21]. Un faisceau diffracté est produit si la longueur d'onde qui satisfait la loi de Bragg et contenue dans le spectre continu.

Le dépouillement manuel des clichés de Lauë est une tâche difficile même dans les structures simples, comme les cubiques ou les hexagonales, voire quasi impossible dans les cas de structures cristallines plus complexes.

La première tentative d'une solution automatique assistée par ordinateur a été effectuée par Huang et ses collaborateurs pour le système cubique [61-62] en 1971. Cette méthode est basée sur la comparaison des angles interplanaires mesurés à l'aide des tâches du cliché Lauë et des angles interplanaires calculés à partir des indices de Miller (h, k, l). Des améliorations ont été apportées par différents auteurs [63-67].

Ce sont Riquet, Laugier et ses collaborateurs [50] [68-69] qui ont réalisé une autre démarche intéressante. L'intérêt de leur travail est l'introduction de la matrice d'orientation, qui est le passage du repère de l'échantillon au repère cristallin réciproque. Elle lie les coordonnées des normales aux plans cristallins issues des tâches dont l'enregistrement est produit par les faisceaux diffractés sur le cliché Lauë dans le repère de l'échantillon aux coordonnées des normales des plans cristallins sous forme des indices de Miller dans le repère cristallin réciproque. C'est une solution très adéquate, en effet, la solution correcte est théoriquement unique, car la relation entre le repère de l'échantillon et le repère cristallin réciproque est biunivoque. Le dispositif proposé est également très intéressant, surtout le détecteur bidimensionnel qui apporte beaucoup d'avantages dans la poursuite de l'automatisation de l'analyse de diffraction des rayons X.

1.4.3. Principes établis par IMURA et ses collaborateurs

Le travail d'IMURA est le résultat de la combinaison de la théorie générale de l'élasticité et de la diffraction des rayons X. Autrement dit, un tenseur de déformations ϵ a trois composantes diagonales ($\epsilon_{11}, \epsilon_{22}, \epsilon_{33}$) et trois composantes non-diagonales ($\epsilon_{23}, \epsilon_{31}, \epsilon_{12}$), soit au total six inconnues. Par la DRX, la variation de la distance interréticulaire d'un plan cristallin dans une direction peut être mesurée et utilisée par la suite pour former une série d'équations dont six composantes du tenseur des déformations sont les inconnues à déterminer. Six équations ainsi formées avec six plans cristallins indépendants suffisent pour trouver toutes les composantes du tenseur des déformations [12-14].

Les auteurs ont également montré que la DRX permet aussi de déterminer l'angle entre deux normales des plans cristallins. Toutefois ils ont ignoré cette relation en supposant que les cisaillements ne sont pas observables. Cette imprécision, partiellement corrigée par Ortner [11], sera discutée dans le paragraphe suivant.

Le tenseur des contraintes et le tenseur des déformations sont liés par la loi généralisée de Hook :

$$(1-7) \quad \bar{\sigma} = \bar{C} : \bar{\varepsilon}$$

Où $\bar{\sigma} = (\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}, \sigma_{23}, \sigma_{31}, \sigma_{12})$, $\bar{\varepsilon} = (\varepsilon_{11}, \varepsilon_{22}, \varepsilon_{33}, \varepsilon_{23}, \varepsilon_{31}, \varepsilon_{12})$ et \bar{C} est la matrice (6×6) de constantes d'élasticité.

Une application récente de la méthode Imura a été obtenue par Vreeland [70]. Il a déterminé les contraintes dans une couche mince de silicium déposée sur un disque en saphir : -0,92±0,16 GPa dans la direction [1 0 0] et -0,98±0,17 GPa dans la direction [010]

1.4.4. Méthodes d'Ortner

Méthode d'Ortner I

La méthode proposée par Imura et ses collaborateurs a été améliorée par Ortner [11] [71-72] par l'introduction du tenseur métrique qui lie le tenseur des déformations et les distances interréticulaires mesurées. Notons bien que, il s'agit de déterminer le tenseur complet des déformations dont six inconnues sont à identifier. Il faut donc extraire six informations du cristal déformé, soit six distorsions de distance interréticulaire dans ce cas de la méthode d'Ortner I. C'est la raison pour laquelle cette méthode a été appelée la première méthode d'Ortner et a été utilisée par d'autres auteurs [73-76].

Méthode d'Ortner II

Ortner [11] a également prouvé qu'au moins six cosinus entre deux normales des plans de diffraction peuvent être exploités pour déterminer le tenseur métrique. Elle exploite les distorsions angulaires au lieu des distorsions en longueur. Ce n'est plus la distance interréticulaire qui est mesurée (Méthode d'Ortner I) mais le déplacement angulaire des normales (variation de phi et psi) aux plans cristallins. Ceci est le principe de sa méthode II. Toutefois cette méthode présente des inconvénients ; il n'a pu formuler correctement cette méthode, jugeant qu'elle ne fournit pas des équations linéaires. Dans le pratique, les mesures basées sur les variations en phi (ϕ) et psi (ψ) sont beaucoup moins précises que celles en 2θ et Ω . Cette méthode n'a donc pas eu d'application jusqu'à nos jours.

Par l'analyse des incertitudes, Ortner [71-72] a introduit un paramètre Q afin de définir la qualité des directions choisies :

$$(1-8) \quad Q = \frac{\Delta\epsilon^2}{\Delta\epsilon_M^2}$$

Où $\Delta\epsilon^2$ est la moyenne des variances des déformations calculées, et $\Delta\epsilon_M^2$ est la moyenne des variances des déformations mesurées.

A travers la minimisation du paramètre Q, Ortner a proposé des configurations de directions (symétrie cyclique d'ordre 5) qui donnent des incertitudes proches de la valeur minimale déterminée par des calculs analytiques. Toutefois nous constatons que ce résultat n'est pas satisfaisant, car cette symétrie cyclique d'ordre 5 n'existe pas dans la plupart de matériaux cristallins [71].

1.4.5. Travaux au sein du laboratoire

Les travaux sur les monocristaux ont commencé au milieu des années 80 à l'ENSAM. A la suite des travaux de deux PFE (projet de Fin d'Etude) [73-74] [86], et de deux stages de DEA (Diplôme d'Etude Approfondie), une procédure expérimentale a été établie en 1987. Une synthèse a été faite par Barral [75].

Le point particulier des travaux effectués à l'ENSAM vient du début de la réflexion sur la distribution spatiale (3D) des pics de diffraction, une représentation des pics de diffraction en fonction de deux variables angulaires a été mise en place pour étudier le phénomène de diffraction des matériaux monocristallins. Un ajustement numérique de l'angle de Bragg en fonction des angles (ϕ, ψ) a été proposé [74] ψ est l'angle entre la normale de l'échantillon et la normale au plan de diffraction ; ϕ peut être considéré comme une rotation autour de la normale de l'échantillon.

Les grandes lignes des procédures établies à l'ENSAM sont schématisées dans la figure ci-dessous.

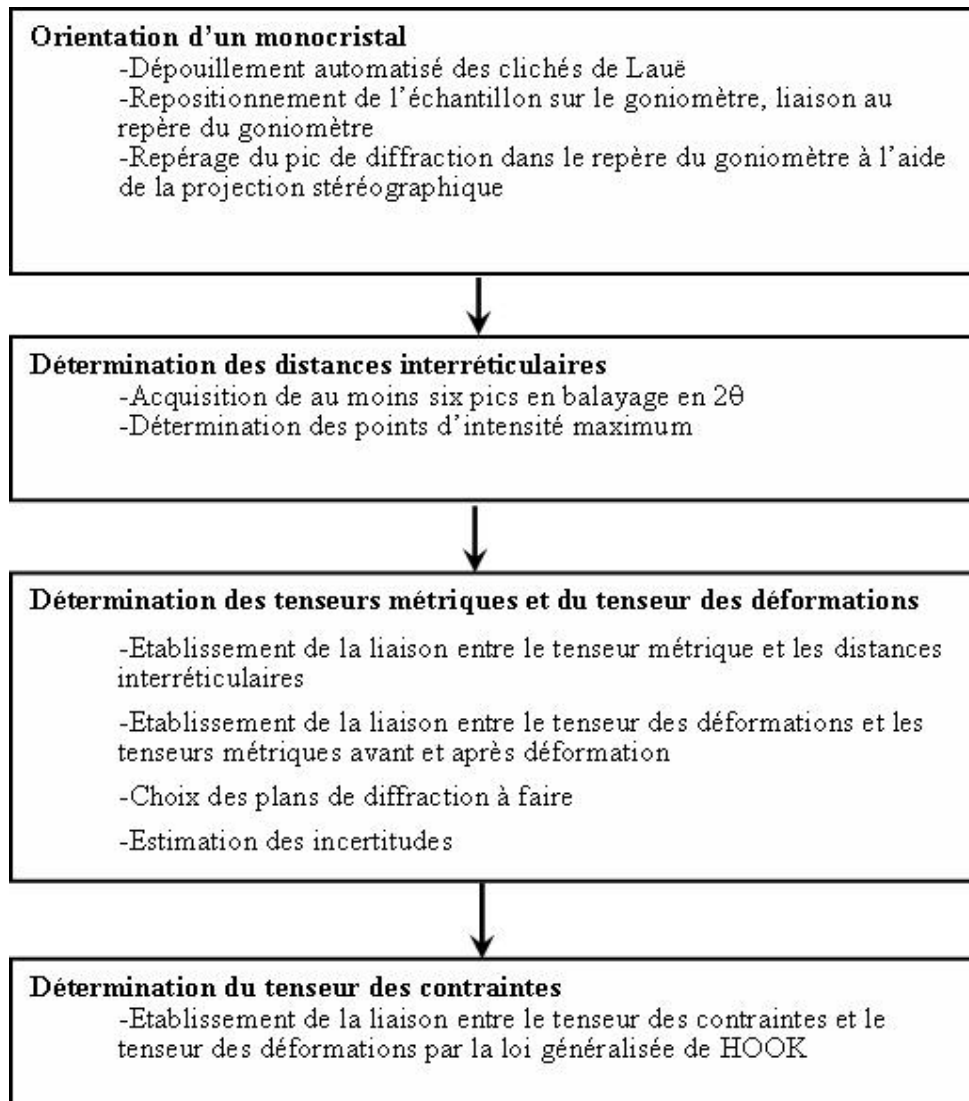


Figure 1-6 : Schéma des procédures établies à l'ENSAM

Cependant, dans ces grandes lignes de procédures, il manque certaines précisions (le problème de repérage, intervention manuelle, temps d'acquisition très long, choix des plans de diffraction...).

Dans ce cadre, Zhou [76] a proposé une nouvelle méthode. Dans cette méthode, les composantes du tenseur métrique sont constituées de deux groupes de termes :

La combinaison linéaire des distances interréticulaires de trois mesures essentielles. Ces termes sont uniquement fonction de l'angle de Bragg ($2\theta_i$) ($i=1..3$) ;

La combinaison linéaire des produits scalaires entre les trois vecteurs essentiels mesurés. Ces termes sont fonction des triplets angulaires $(2\theta_i, \phi_i, \psi_i)$ ($i=1..3$).

Cette méthode pour chaque mesure prend en compte le déplacement de la normale (autrement dit la position en φ, ψ, Ω) ainsi que la distorsion interréticulaire, via le déplacement du pic en 2θ . Le nombre de mesures est alors réduit de 6 dans les méthodes traditionnelles à 3 dans la nouvelle méthode. Pour la même raison que la méthode d'Ortner II, celle de Zhou avait donné des résultats peu convaincants sur des goniomètres quatre cercles dont la précision en φ, ψ n'est pas le point fort. Cette méthode, avec l'évolution de la technologie de diffraction en haute résolution, semble toutefois promise à un bel avenir être prometteuse.

Une application des procédures établies à l'ENSAM a été donnée par Gergaud [77]. Il s'agit de la détermination des contraintes dans des couches minces de dépôts de molybdène très texturés sur des substrats en acier inoxydable austénitique.

Le groupe de Reimers et al. a réalisé différents travaux [73-76] en utilisant plusieurs types de rayonnements : rayons X (classiques et synchrotron), et neutrons. Leurs recherches ont surtout porté sur l'alliage base nickel [55] [58] [73-78]. Ils ont étudié : une structure à très gros grains (zone fondue d'une soudure plasma) ; le blocage des déformations issues des désorientations entre grains voisins, le comportement mécanique à haute température. Par rapport aux procédures établies à l'ENSAM, ils ont adopté la procédure d'orientation du monocristal proposé par Busing [57] sur un goniomètre à 4 cercles.

1.5. Conclusions

La mécanique des matériaux cristallins, le principe de DRX et le principe d'analyse des contraintes internes par la DRX ont été brièvement rappelés au début de ce premier chapitre. Il s'agit de mesurer le premier ordre de contrainte (contraintes macroscopiques) dans les matériaux polycristallins. Contrairement à la méthode appliquée à la détermination des déformations dans les matériaux polycristallins, la méthodologie monocristalline d'analyse des déformations et des contraintes par la DRX consiste à déterminer les tenseurs des déformations et des contraintes. Les différents anciens travaux sont donc résumés et analysés dans la deuxième partie de ce chapitre. Ces connaissances nous permettent de comprendre la nécessité de développer une nouvelle méthodologie par DRX d'analyse des contraintes internes à

l'échelle du grain, et de caractériser aussi bien qualitativement que quantitativement, le comportement mécanique des monocristaux ou multi-cristaux.

CHAPITRE 2. : METHODOLOGIE D'ANALYSE

MONOCRISTALLINE DES CONTRAINTES

La méthode de détermination des contraintes dans le cas des monocristaux a été développée en vue de caractériser l'état de contrainte à l'échelle des grains. Cette application de la détermination des contraintes dans un monocristal aux matériaux à gros grains est d'un grand intérêt scientifique puisqu'elle ouvre de nouvelles perspectives pour la caractérisation mécanique de ce type de matériaux. Elle a été précisée par Reimers [15], puis appliquée par Gergaud [16] au cas d'un matériau à gros grains en silicium. Cependant tous les travaux récents sont réalisés sur des matériaux cubiques. Dans le cas des monocristaux non cubiques, c'est à dire que le repère cristallin direct n'est ni nécessairement orthogonal ni nécessairement normé, la méthode précédente n'est plus adaptable. Dans ce chapitre, une nouvelle méthodologie d'analyse des déformations et des contraintes dans les matériaux à structure quelconque est développée. Cette méthodologie consiste à la variation du tenseur métrique du cristal avant et après déformé, en se basant sur la méthode proposée par ORTNER [11].

2.1. Les différents repères

2.1.1. Le goniomètre à quatre cercles

A la différence du polycristal où l'ensemble des grains participe à la diffraction, dans le cas du matériau monocristallin, un seul cristal participe à la diffraction. Il va donc être nécessaire, pour un plan cristallin (h k l) donc un 2θ donné, d'amener ce plan en position de diffraction, c'est à dire de placer sa normale dans le plan faisceau incident et faisceau diffracté, afin de le rendre accessible par un balayage horizontal type $\theta - 2\theta$. Cette opération va nécessiter un goniomètre plus évolué que dans le cas d'une mesure polycristalline.

Un goniomètre à 4 cercles a 4 axes de rotations indépendants appelés 2θ (l'axe 2θ), θ (l'axe θ), Ψ (l'axe Ψ) et Φ (l'axe Φ). La figure 2-1 montre un schéma du goniomètre à 4 cercles.

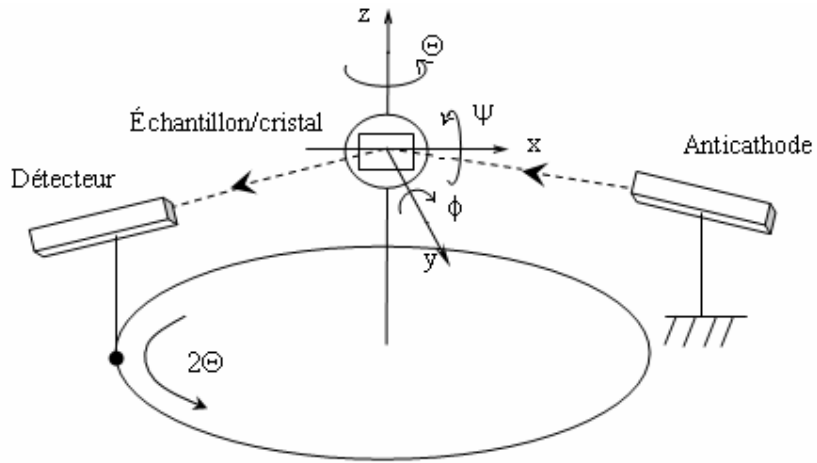


Figure 2-1 : Schéma d'un goniomètre à 4 cercles

Ce goniomètre à 4 cercles comprend les 2 éléments suivants :

L'axe 2θ et l'axe θ sont dans le même axe;

Lorsque $2\theta=0$, l'anticathode et le détecteur sont alignés

Pour ramener un plan dans une position de diffraction par rapport au goniomètre à 4 cercles, il y a généralement trois mouvements angulaires (Θ , ϕ , Ψ) autour des axes.

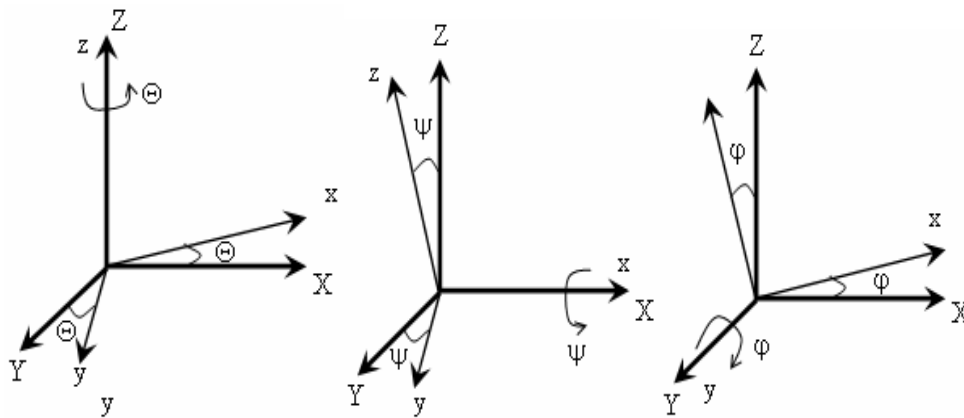


Figure 2-2 : Les trois mouvements angulaires (Θ , ϕ , Ψ) autour des axes correspondants

Les trois mouvements angulaires (Θ , ϕ , Ψ) autour des axes correspondants sont définis par les trois matrices de rotations respectivement :

$$(2-1) \quad R_{\Theta} = \begin{pmatrix} \cos \Theta & 0 & -\sin \Theta \\ 0 & 1 & 0 \\ \sin \Theta & 0 & \cos \Theta \end{pmatrix}$$

$$(2-2) \quad R_{\psi} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \psi & -\sin \psi \\ 0 & \sin \psi & \cos \psi \end{pmatrix}$$

$$(2-3) \quad R_{\varphi} = \begin{pmatrix} \cos \varphi & -\sin \varphi & 0 \\ \sin \varphi & \cos \varphi & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

Ces trois matrices de rotation permettent d'amener la normale aux plans diffractants à la position de diffraction par rapport au goniomètre.

2.1.2. Définition des repères géométriques

Selon notre étude, on a besoin de définir certains repères géométriques (figure 2-3) :

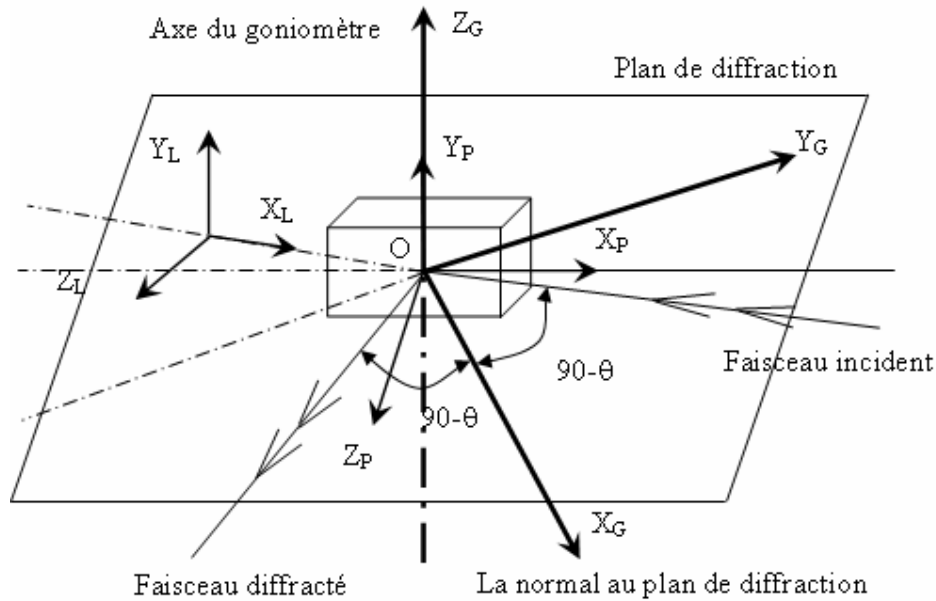


Figure 2-3 : Schéma du repère A_L , A_P , et A_G .

A_L : Repère du laboratoire

Ce repère est défini par une base orthonormée A_L avec trois composantes :

$$(2-4) \quad A_L = \begin{pmatrix} X_L \\ Y_L \\ Z_L \end{pmatrix}$$

Où X_L est orienté dans la direction inverse du faisceau incident des rayons ;

Y_L est confondu avec l'axe Θ ;

Z_L est perpendiculaire au plan formé par X_L et Y_L ($Z_L = X_L \wedge Y_L$).

A_P : Repère de la platine porte-échantillon orthonormé :

Ce repère est défini par une base orthonormée sur l'échantillon, il est fixé par rapport à la platine, il est défini par les axes X_P , Y_P , Z_P . Ce repère sera confondu avec celui de la platine porte-échantillon, pourvu que celui-ci y soit précisément positionné. Ses trois composantes sont :

$$(2-5) \quad A_P = \begin{pmatrix} X_P \\ Y_P \\ Z_P \end{pmatrix}$$

Où X_P est dans la direction longitudinale de l'échantillon ;

Y_P est dans la direction transverse de l'échantillon ;

Z_P est perpendiculaire à la surface de l'échantillon ;

A_G : Repère du goniomètre orthonormé.

Ce repère est indépendant des mouvement Ψ et Φ . Ce repère est confondu avec A_P lorsque $\Psi = \Phi = 0$. Ce repère est défini par une base orthonormée A_G avec ses trois composantes :

$$(2-6) \quad A_G = \begin{pmatrix} X_G \\ Y_G \\ Z_G \end{pmatrix}$$

Où Z_G est dans la direction de la normale de la famille des plans diffractants, et est confondu avec la bissectrice des faisceaux incident et diffracté, situé dans le plan diffractant ;

Y_G est confondu avec l'axe du diffractomètre ;

X_G est perpendiculaire au plan formé par Y_G et Z_G ($X_G = Y_G \wedge Z_G$).

Ce repère permet de bien exprimer les coordonnées des vecteurs de diffraction (les normales aux plans diffractants) sous une forme unique de $(0,0,d^*)$, ou d^* est la distance inter réticulaire de la famille de plans diffractants exprimée dans le réseau cristallin réciproque.

2.1.3. Définition des repères du réseau cristallin et du tenseur métrique

Repère du réseau cristallin direct A et son repère orthonormé associé A_c .

Une maille cristalline élémentaire est la plus petite unité représentative du réseau cristallin. Elle peut être caractérisée par six paramètres $(a, b, c, \alpha, \beta, \gamma)$, comme indiquée sur la figure 2-4 à gauche.

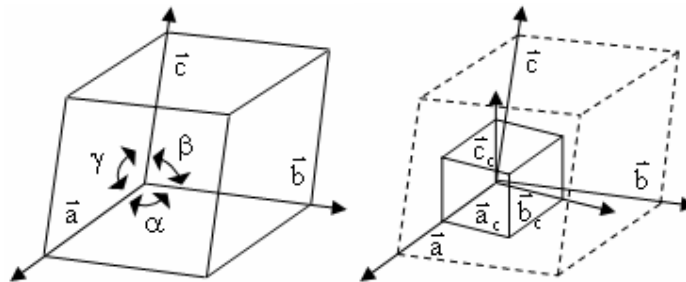


Figure 2-4 : Le repère du réseau cristallin direct A et son repère orthonormé associé A_c

Le repère du réseau cristallin direct est défini par une base A avec des composantes :

$$(2-7) \quad A = \begin{pmatrix} \vec{a} \\ \vec{b} \\ \vec{c} \end{pmatrix}$$

Où les vecteurs de base \bar{a} , \bar{b} et \bar{c} présentent respectivement les trois axes d'une maille.

Généralement, on introduit un tenseur métrique G qui définit les relations entre les vecteurs de base dans une maille cristalline élémentaire.

$$(2-8) \quad G = \begin{pmatrix} \bar{a} \cdot \bar{a} & \bar{a} \cdot \bar{b} & \bar{a} \cdot \bar{c} \\ \bar{a} \cdot \bar{b} & \bar{b} \cdot \bar{b} & \bar{b} \cdot \bar{c} \\ \bar{a} \cdot \bar{c} & \bar{b} \cdot \bar{c} & \bar{c} \cdot \bar{c} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a^2 & ab \cos \gamma & ac \cos \beta \\ ab \cos \gamma & b^2 & bc \cos \alpha \\ ac \cos \beta & bc \cos \alpha & c^2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{pmatrix}$$

Leurs composantes g^{ij} sont covariantes.

Pour une raison de simplicité mathématique, on définit également un repère orthonormé A_c associé au repère cristallin direct A . Ce repère est défini par une base orthonormée A_c , comme montré à droite dans la figure 2-4.

$$(2-9) \quad A_c = \begin{pmatrix} \bar{a}_c \\ \bar{b}_c \\ \bar{c}_c \end{pmatrix}$$

$$\text{Où} \begin{cases} \bar{a}_c = \frac{\bar{a}}{|\bar{a}|} \\ \bar{b}_c = \frac{\bar{c}_c \otimes \bar{a}_c}{|\bar{a} \otimes \bar{b}|} \\ \bar{c}_c = \frac{\bar{a} \otimes \bar{b}}{|\bar{a} \otimes \bar{b}|} = \frac{\bar{c}^*}{|\bar{c}^*|} \end{cases} \quad \text{et} \quad \bar{c}^* = \frac{\bar{a} \otimes \bar{b}}{\bar{c} \cdot (\bar{a} \otimes \bar{b})}$$

Son tenseur métrique est unitaire dans ce repère $G_c = I$.

Repère du réseau cristallin réciproque A^* et son repère orthonormé associé A_c^* .

Une maille cristalline directe est définie par trois vecteurs fondamentaux \bar{a} , \bar{b} et \bar{c} . De la même façon, on définira le repère réciproque du repère direct, à l'aide des vecteurs fondamentaux suivants : \bar{a}^* , \bar{b}^* et \bar{c}^* , tels que tous les produits scalaires homologues soient égaux à 1 et tous les autres soient nuls. D'où :

$$(2-10) \quad \bar{a}^* \bar{a} = 1, \bar{a}^* \bar{b} = 0, \bar{a}^* \bar{c} = 0$$

$$(2-11) \quad \bar{b}^* \bar{a} = 0, \bar{b}^* \bar{b} = 1, \bar{b}^* \bar{c} = 0$$

$$(2-12) \quad \vec{c}^* \cdot \vec{a} = 0, \vec{c}^* \cdot \vec{b} = 0, \vec{c}^* \cdot \vec{c} = 0$$

Le tenseur métrique réciproque est

$$(2-13) \quad G^* = \begin{pmatrix} \vec{a}^* \cdot \vec{a}^* & \vec{a}^* \cdot \vec{b}^* & \vec{a}^* \cdot \vec{c}^* \\ \vec{a}^* \cdot \vec{b}^* & \vec{b}^* \cdot \vec{b}^* & \vec{b}^* \cdot \vec{c}^* \\ \vec{a}^* \cdot \vec{c}^* & \vec{b}^* \cdot \vec{c}^* & \vec{c}^* \cdot \vec{c}^* \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} g^{11} & g^{12} & g^{13} \\ g^{21} & g^{22} & g^{23} \\ g^{31} & g^{32} & g^{33} \end{pmatrix} = G^{-1}$$

Un repère orthonormé A_c^* est également défini par une base orthonormée associée au repère cristallin réciproque, avec des composantes :

$$(2-14) \quad A_c^* = \begin{pmatrix} \vec{a}_c^* \\ \vec{b}_c^* \\ \vec{c}_c^* \end{pmatrix}$$

$$\text{Où } \begin{cases} \vec{a}_c^* = \frac{\vec{b}^* \otimes \vec{c}^*}{|\vec{b}^* \otimes \vec{c}^*|} = \frac{\vec{a}}{|\vec{a}|} \\ \vec{b}_c^* = \vec{c}_c \otimes \vec{a}_c \\ \vec{c}_c^* = \frac{\vec{c}^*}{|\vec{c}^*|} \end{cases}$$

D'après la définition des repères A_c et A_c^* , on trouve que ces deux repères orthonormés sont confondus.

$$(2-15) \quad A_c = A_c^*$$

Il découle de cette définition deux propriétés importantes :

Tout vecteur \vec{r}^* , de coordonnées h, k, l, dans le repère réciproque ($\vec{r}^* = (h \cdot \vec{a}^* + k \cdot \vec{b}^* + l \cdot \vec{c}^*)$), est perpendiculaire au plan \overline{ABC} d'indices de MILLER (h, k, l) dans le repère direct.

Le plan \overline{ABC} le plus proche de l'origine des axes coupe Ox en A, Oy en B et Oz en C, avec d'après la définition des indices de MILLER : OH = 1/h, OK = 1/k, OL = 1/l.

Pour qu'un vecteur soit perpendiculaire à un plan, il suffit qu'il soit perpendiculaire à deux vecteurs non parallèles de ce plan.

Or \overline{AB} est un vecteur du plan et $\overline{AB} = \overline{OA} + \overline{OB}$. Donc,

$$(2-16) \quad \vec{r}^* \cdot \overrightarrow{AB} = \vec{r}^* \cdot (\overrightarrow{OA} + \overrightarrow{OB}) = (h \cdot \vec{a}^* + k \cdot \vec{b}^* + l \cdot \vec{c}^*) \cdot \left(-\frac{1}{h} \cdot \vec{a} + \frac{1}{k} \cdot \vec{b}\right) = 0$$

On aura de même $\vec{r}^* \cdot \overrightarrow{BC} = 0$ et $\vec{r}^* \cdot \overrightarrow{CA} = 0$. Le plan \overline{ABC} est donc perpendiculaire au vecteur \vec{r}^* . De plus on a vu que par O passe un plan réticulaire d'indice h, k, l donc la distance entre O et N est égale à la distance entre deux plans successifs de cette famille: d.

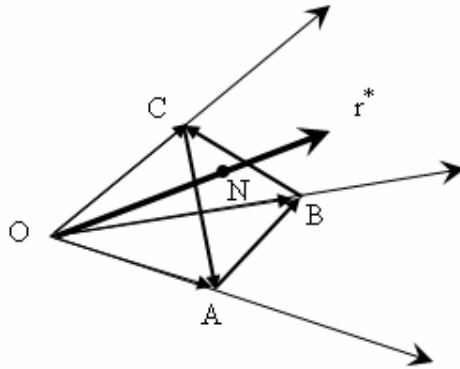


Figure 2-5 : Relation entre le vecteur \vec{r}^* et un plan du cristal.

Norme du vecteur \vec{r}^* , $|\vec{r}^*|$ est égale à l'inverse de la distance entre les plans réticulaires d'indices h, k, l.

Soit d la distance entre deux plans successifs d'indice de MILLER h, k, l donnés et N le point projeté de O sur le plan \overline{ABC} , $ON=d$.

Puisque \vec{r}^* est perpendiculaire à N, donc \overrightarrow{ON} et \vec{r}^* sont colinéaires et $\vec{r}^* \cdot \overrightarrow{ON} = |\vec{r}^*| \cdot d$.

On a vu que

$$(2-17) \quad \vec{r}^* \cdot \overrightarrow{OA} = (h \cdot \vec{a}^* + k \cdot \vec{b}^* + l \cdot \vec{c}^*) \cdot (1/h) \cdot \vec{a} = 1$$

Donc $|\vec{r}^*| \cdot d = 1$, soit

$$(2-18) \quad d = \frac{1}{|\vec{r}^*|}$$

2.2. Orientation d'un cristal

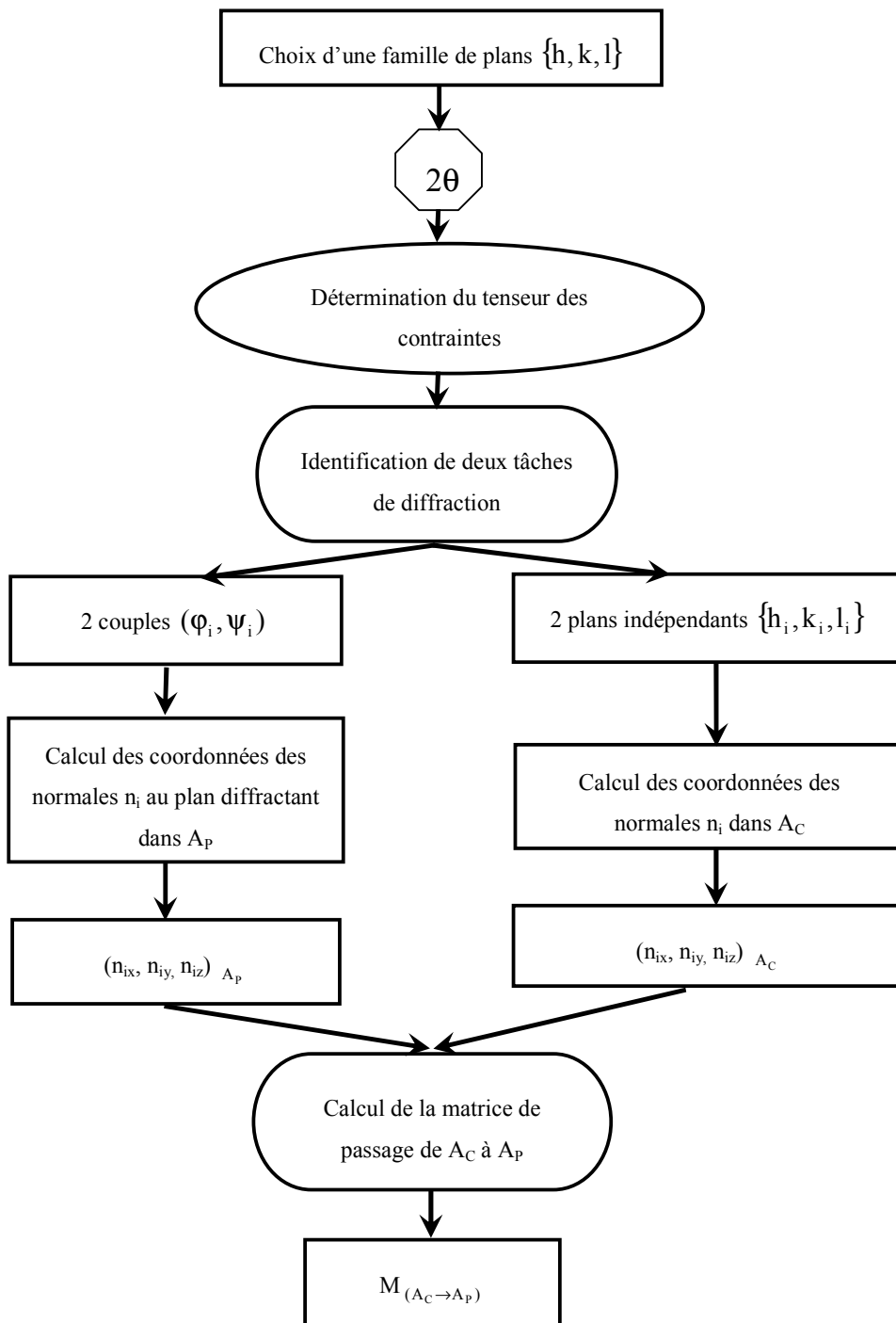
Le principe d'orientation d'un monocristal sur un goniomètre à 4 cercles a été proposé par Busing et Levy [57] et Hamilton [79]. Il s'agit de construire les passages entre différents repères. Dans ce travail, toutes les études sont basées sur les repères définis précédemment.

Généralement, deux passages essentiels entre les différents repères pour n'importe quel montage de diffraction sont :

- Le passage du repère cristallin au repère de l'échantillon ;
- Le passage du repère de l'échantillon au repère du goniomètre.

Le premier passage étant intrinsèque, il est défini lors de la définition du repère d'échantillon. Mais le deuxième passage peut varier selon le système de diffraction exploité. Ces matrices de passage assurent la transformation d'un vecteur d'un repère à l'autre.

Le diagramme suivant représente la procédure d'orientation d'un cristal;



2.2.1. Définition des coordonnées du vecteur de diffraction \vec{r}^*

La normale au plan diffractant, la bissectrice des faisceaux incident et diffracté et le vecteur de diffraction sont confondus dans les différents repères. On les nomme « le vecteur de diffraction ».

On écrit les coordonnées du vecteur de diffraction dans les différents repères (tableau 2-1)

Tableau 2-1 : Vecteur de diffraction dans les différents repères.

Repères	A^*	$A_C^* = A_C$	A_G	A_P
Vecteurs	\vec{r}^*	$\vec{r}^*(C) = \vec{r}_{(C)}$	$\vec{r}_{(G)}$	$\vec{r}_{(P)}$
Coordonnées	(h, k, l)	(x_C, y_C, z_C)	(0, 0, d)	(x_P, y_P, z_P)

Les relations entre toutes ces différentes coordonnées d'un même vecteur de diffraction dans les différents repères sont :

(2-19)

$$(h, k, l) \cdot A^* = (x_C, y_C, z_C) \cdot A_C^* = (x_C, y_C, z_C) \cdot A_C = (0, 0, d) \cdot A_G = (x_P, y_P, z_P) \cdot A_P$$

Lorsque les paramètres de maille cristalline sont connus, la longueur du vecteur de diffraction, soit la distance inter-réticulaire, peut être calculée d'après les indices de plan et la structure du cristal.

Lorsque l'angle de diffraction (2θ) et la longueur d'onde (λ) du faisceau incident sont connus, selon la loi de Bragg (1-1), la longueur du vecteur (d) peut aussi être calculée.

2.2.2. Passage entre les 4 repères liés à la base cristalline.

Le repère cristallin A et le repère cristallin réciproque A^* sont la base mathématique pour décrire la structure cristalline à partir d'une maille. Toutefois, lorsque la maille du cristal n'est pas orthogonale, et que ses axes ne sont pas normés, les démarches mathématiques sont très compliquées dans ces deux repères. Le repère orthonormé associé A_c et A_c^* peut nous aider à contourner ces inconvénients. Les relations ci-dessous peuvent transformer les repères cristallins dans leurs repères orthonormés associés [79].

$$(2-20) \quad \alpha A = A_C = A_C^* = \beta A^*$$

La figure 2-6 montre les passages entre ces quatre repères.

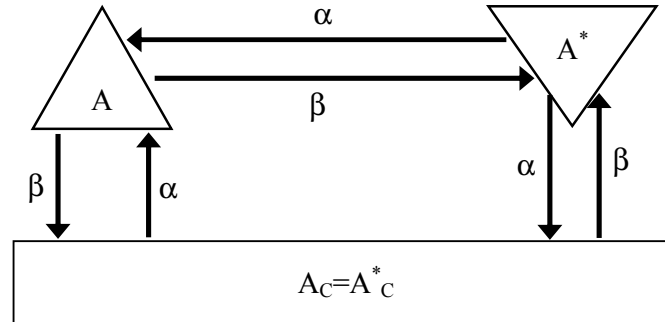


Figure 2-6 : Passages entre les repères cristallins, A et A^* , et leurs repères orthonormés associés, A_C et A_C^* .

Les matrices de passages α et β sont :

$$(2-21) \quad \alpha = \begin{pmatrix} 1/\sqrt{g_{11}} & 0 & 0 \\ -g_{12}/\sqrt{g_{11}g_{33}} & \sqrt{g_{11}/g_{33}} & 0 \\ g_{31}/\sqrt{g_{33}} & g_{23}/\sqrt{g_{33}} & \sqrt{g_{33}} \end{pmatrix}$$

$$(2-22) \quad \beta = \begin{pmatrix} \sqrt{g_{11}} & 0 & 0 \\ g_{12}/\sqrt{g_{11}} & \sqrt{g_0 g^{33}}/g_{11} & 0 \\ g_{13}/\sqrt{g_{11}} & -\sqrt{g_0 g^{23}}/\sqrt{g_{11}g^{33}} & 1/\sqrt{g^{33}} \end{pmatrix}$$

$$(2-23) \quad \alpha \cdot \beta = 1$$

Où g_{ij} sont les composantes du tenseur métrique G du repère cristallin, g^{ij} sont les composantes du tenseur métrique G^* du repère cristallin réciproque, g est le déterminant du tenseur métrique G du repère cristallin.

Donc, les relations (2-19) deviennent

$$(2-24) \quad (h, k, l) \cdot A^* = (x_C, y_C, z_C) \cdot A_C^* = (x_C, y_C, z_C) \cdot \beta A^*$$

$$(2-25) \quad (x_C, y_C, z_C) = (h, k, l) \cdot \beta^{-1} = (h, k, l) \cdot \alpha$$

Les coordonnées de la normale du plan diffractant dans le repère A_C sont donc issues de la normalisation des coordonnées du vecteur de diffraction du plan (h, k, l) :

$$(2-26) \quad (n_x, n_y, n_z)_{A_C} = \frac{(x_C, y_C, z_C)}{\sqrt{x_C^2 + y_C^2 + z_C^2}}$$

2.2.3. Matrice de passage $M_{(A_G \rightarrow A_P)}$ du repère de l'échantillon au repère du goniomètre

Notant $M_{(A_G \rightarrow A_P)}$ la matrice de passage du repère A_G au repère A_P , elle vient de deux mouvements angulaires (φ, ψ) :

$$(2-27) \quad M_{(A_G \rightarrow A_P)} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \psi & \sin \psi \\ 0 & -\sin \psi & \cos \psi \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \cos \varphi & \sin \varphi & 0 \\ -\sin \varphi & \cos \varphi & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos \varphi & \sin \varphi & 0 \\ -\cos \psi \sin \varphi & \cos \psi \cos \varphi & \sin \psi \\ \sin \psi \sin \varphi & -\sin \psi \cos \varphi & \cos \varphi \end{pmatrix}$$

Dans la définition du repère du goniomètre A_G , lorsque ce plan est effectivement en position de diffraction, la normale au plan diffractant a toujours pour coordonnées :

$$(2-28) \quad (n_x, n_y, n_z)_{A_G} = \frac{(0, 0, d)}{d} = (0, 0, 1)$$

Les coordonnées de la normale au plan diffractant dans le repère A_P sont donc calculées :

$$(2-29) \quad (n_x, n_y, n_z)_{A_P} = M_{(A_G \rightarrow A_P)}^{-1} (n_x, n_y, n_z)_{A_G} = M_{A_G \rightarrow A_P}^{-1} \cdot (0, 0, 1)_{A_G}^T$$

2.2.4. Matrice de passage $M_{(A_C \rightarrow A_P)}$ du repère A_C au repère A_P

Les bases A_C et A_P étant orthonormées, la matrice de passage $M_{(A_C \rightarrow A_P)}$ sera une matrice de rotation, également une matrice orthogonale.

Les neuf termes de cette matrice sont tous inconnus. Il nous faut donc les expressions de trois normales indépendantes dans A_C et A_P pour ces termes. $M_{(A_C \rightarrow A_P)}$ étant une matrice orthogonale, $M_{A_C \rightarrow A_P}^T = M_{A_C \rightarrow A_P}^{-1}$, cela introduit des équations supplémentaires entre les termes de la matrice et réduit à deux le nombre de normales nécessaires. Le calcul est cependant mené sur la base de trois normales. En adoptant comme notations

$(n_{ix}, n_{iy}, n_{iz})_{A_C}$ et $(n_{ix}, n_{iy}, n_{iz})_{A_P}$, on calcule facilement les termes de la matrice $M_{A_C \rightarrow A_P}^{-1}$ (figure 2-7).

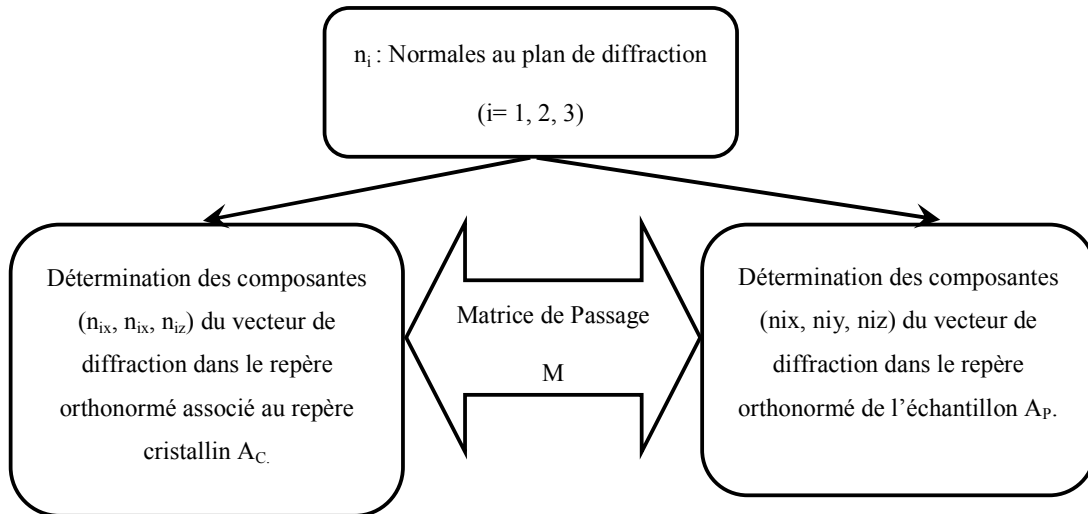


Figure 2-7: Démarches suivies pour la détermination de la matrice de passage.

A ce stade nous pouvons, calculer pour n'importe quel plan (h,k,l) les coordonnées de sa normale dans le repère de la platine porte-échantillon. Pour peu que l'échantillon ait été judicieusement positionné sur cette platine, nous connaissons les coordonnées de la normale dans le repère de l'échantillon, et ceci pour une maille cristalline quelconque. On dira que le cristal est orienté.

2.2.5. Calcul des positions de diffraction

Il reste maintenant, à partir des seuls indices (h,k,l) à prédire la position de la raie de diffraction dans l'espace (φ, ψ) . Il suffit, pour cela, de résoudre le système :

$$(2-30) \quad (n_x, n_y, n_z)_{A_G} = M_{A_G \rightarrow A_P} \cdot (n_x, n_y, n_z)_{A_P}$$

$(n_x, n_y, n_z)_{A_P}$ étant obtenue par le calcul précédent. Avec les notions explicitées ci-dessous :

$$(2-31) \quad \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos \varphi & \sin \varphi & 0 \\ -\cos \psi \sin \varphi & \cos \psi \cos \varphi & \sin \psi \\ \sin \psi \sin \varphi & -\sin \psi \cos \varphi & \cos \psi \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} n_{ix} \\ n_{iy} \\ n_{iz} \end{pmatrix}$$

$$(2-32) \quad \begin{cases} \tan(\varphi_i) = \frac{-n_{ix}}{n_{iy}} \\ \tan(\psi_i) = \frac{\sin(\varphi) \cdot n_{ix} - \cos(\varphi) \cdot n_{iy}}{n_{iz}} \end{cases}$$

On est maintenant capable d'associer, quelque soit la symétrie de la maille cristalline, une position de diffraction (φ, ψ) à tout plan (h, k, l) .

Ces calculs ont été transposés dans une feuille de calcul Excel, qui automatise l'ensemble des étapes. Certaines des résolutions ne donnant pas lieu à une solution unique, des tests permettent de contrôler après chaque résolution si les produits scalaires entre plans sont conservés (le produit scalaire étant invariant par changement de base). Le cas échéant, des corrections sont apportées.

2.3. Détermination du tenseur des déformations et des contraintes

La méthode Imura [12] [14] détermine le tenseur des déformations par au moins six mesures de changement des distances inter-réticulaires issues de diffraction des rayons X, avant et après la déformation. Dès que le tenseur métrique est introduit par Ortner [11], le tenseur des déformations est déterminé par changement du tenseur métrique avant et après la déformation. Celui-ci porte donc le nom de la première méthode Ortner. Dans cette méthode, le tenseur métrique est déterminé par les distances inter-réticulaires des plans diffractants. L'avantage de cette méthode est qu'elle s'adapte bien au concept actuel des goniomètres 4-cercles classiques en laboratoire. Le mouvement $\theta/2\theta$ a plus de précision et le pas des mouvements est plus fin que les mouvements ψ (ψ) et φ (φ). Notamment le couplage du mouvement $\theta/2\theta$ rassure la diffraction d'un même plan pendant le balayage en 2θ .

Une variante, dite méthode d'Ortner II, exploite les distorsions angulaires au lieu des distorsions de longueur. Ce n'est plus la distance inter réticulaire qui est mesurée mais le déplacement angulaire des normales aux plans diffractants pour déterminer le tenseur métrique. Etant donné que cette méthode ne conduit pas à un système linéaire, elle est assez compliquée à exploiter et donc peu utilisée.

Notre travail est basé sur la méthode d'Ortner I, c'est à dire qu'on détermine le tenseur métrique du réseau cristallin par la mesure des distances inter réticulaires uniquement.

2.3.1. Principe théorique du calcul de tenseur de déformation

Nous supposons que le matériau obéit aux hypothèses classiques en mécanique des milieux continus. Sous l'hypothèse de linéarité, on confondra la configuration déformée et la configuration initiale. (Hypothèse de petites déformations et hypothèse d'un comportement élastique linéaire)

Considérons un domaine matériel D dans un système de coordonnées $a_i (i = 1, 2, 3)$ et deux particules voisines M et N de coordonnées (a_1, a_2, a_3) et $(a_1 + da^1, a_2 + da^2, a_3 + da^3)$ à l'instant t . Ce solide est déformé dans une nouvelle configuration à l'instant t' . Les deux points M et N deviennent M' et N' dans un nouveau système de coordonnées $x_i (i = 1, 2, 3)$. Ses coordonnées s'expriment respectivement en (x_1, x_2, x_3) et $(x_1 + dx^1, x_2 + dx^2, x_3 + dx^3)$. Evidemment, les systèmes de coordonnées (a_1, a_2, a_3) et (x_1, x_2, x_3) peuvent être différents et curvilignes (figure 2-8).

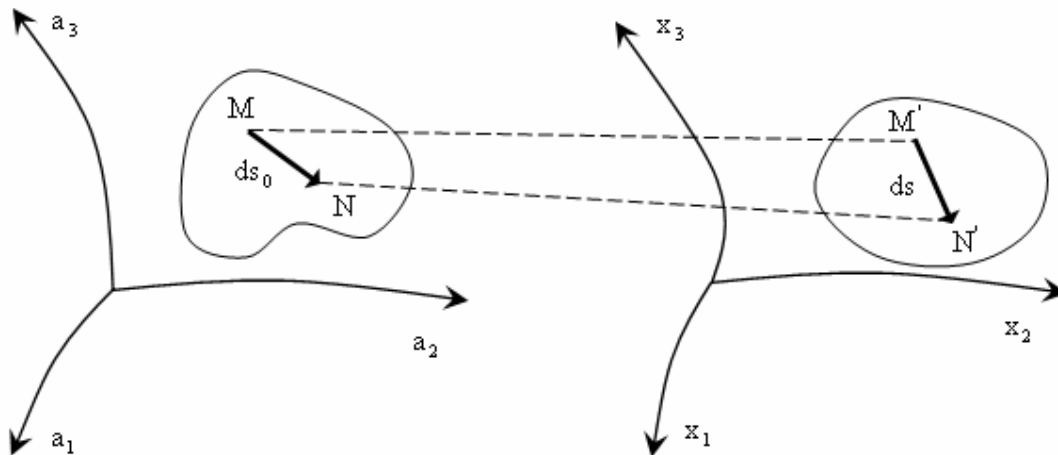


Figure 2-8 : Déformation d'un solide

Dans la configuration originale, la distance ds entre M et N a pour composantes $da^i (i = 1, 2, 3)$, on en déduit :

$$(2-33) \quad ds_0^2 = g_{ij}^0 da^i da^j$$

Où g_{ij}^0 est le tenseur métrique pour le système de coordonnées (a_1, a_2, a_3) .

Après déformation la nouvelle distance ds a pour composantes dx^i ($i = 1,2,3$). De même, on peut écrire la longueur entre M' et N' dans la nouvelle configuration déformée :

$$(2-34) \quad ds^2 = g_{ij} dx^i dx^j$$

Où g_{ij} est le tenseur métrique pour le système de coordonnées (x_1, x_2, x_3) .

Les équations (2-33) et (2-34) peuvent aussi s'écrire :

$$(2-35) \quad ds_0^2 = g_{ij}^0 \frac{\partial a_i}{\partial x_m} \frac{\partial a_j}{\partial x_n} dx^m dx^n$$

$$(2-36) \quad ds^2 = g_{ij} \frac{\partial x_i}{\partial a_m} \frac{\partial x_j}{\partial a_n} da^m da^n$$

Suivant la convention de sommation sur les indices muets, la différence entre ds et ds_0 s'écrit :

$$(2-37) \quad ds^2 - ds_0^2 = (g_{\alpha\beta} \frac{\partial x_\alpha}{\partial a_i} \frac{\partial x_\beta}{\partial a_j} - g_{ij}^0) da^i da^j$$

Ou bien

$$(2-38) \quad ds^2 - ds_0^2 = (g_{ij} - g_{\alpha\beta}^0 \frac{\partial a_\alpha}{\partial x_i} \frac{\partial a_\beta}{\partial x_j}) dx^i dx^j$$

Le tenseur de déformation est défini :

$$(2-39) \quad E_{ij} = \frac{1}{2} (g_{\alpha\beta} \frac{\partial x_\alpha}{\partial a_i} \frac{\partial x_\beta}{\partial a_j} - g_{ij}^0)$$

$$(2-40) \quad e_{ij} = \frac{1}{2} (g_{ij} - g_{\alpha\beta}^0 \frac{\partial a_\alpha}{\partial x_i} \frac{\partial a_\beta}{\partial x_j})$$

Donc,

$$(2-41) \quad ds^2 - ds_0^2 = 2E_{ij} da^i da^j$$

$$(2-42) \quad ds^2 - ds_0^2 = 2e_{ij} dx^i dx^j$$

Où E_{ij} est le tenseur des déformations de Green, défini dans le système de coordonnées $a_i (i=1,2,3)$, et e_{ij} est le tenseur des déformations de Almansi, défini dans le système de coordonnées $x_i (i=1,2,3)$.

Si on distord le système de coordonnées dans la configuration déformée, les coordonnées (x_1, x_2, x_3) de la particule M , ont les mêmes valeurs (a_1, a_2, a_3) que dans la configuration initiale. Dans ce cas, $x_i = a_i$, $\partial x_\alpha / \partial a_i = \delta_{\alpha i}$, $\partial a_\alpha / \partial x_i = \delta_{\alpha i}$, et les équations (2-39) et (2-40) deviennent :

$$(2-43) \quad E_{ij} = e_{ij} = \frac{1}{2}(g_{ij} - g_{ij}^0)$$

Jusqu'à présent, l'ensemble des informations sur le tenseur des déformations est inclu dans le changement des tenseurs métriques de la configuration initiale à la configuration déformée.

Si on applique cette théorie dans une base du réseau cristallin, cette dernière équation montre que le tenseur des déformations du cristal se déduit directement de la détermination du tenseur métrique du cristal déformé, c'est à dire des paramètres du réseau, cela nécessite, dans le cas général, la mesure d'au moins six distances interréticulaires.

2.3.2. Cas du cristal cubique

Le cas du cristal cubique est particulièrement simple. On considère dans le repère du réseau cristallin A , avec paramètre de la maille cubique a , le tenseur métrique g_{ij}^0

$$(2-44) \quad g_{ij}^0 = a^2 \delta_{ij} \quad (\delta_{ij} = 1, \text{ si } i = j; \delta_{ij} = 0, \text{ si } i \neq j)$$

La relation (2-43) s'écrit, pour un cristal cubique :

$$(2-45) \quad 2a^2 \epsilon_{ij} = g_{ij} - a^2 \delta_{ij}$$

Soit :

$$(2-46) \quad g_{ij} = a^2 (2\epsilon_{ij} + \delta_{ij})$$

A partir de la loi de Bragg, les positions angulaires des pics de diffraction fournissent les distances inter réticulaires du réseau réciproque $\frac{1}{d_{hkl}}$. Il est donc préférable d'écrire la relation (2-46) dans l'espace réciproque, évitant ainsi une opération d'inversion de matrice dans les programmes de calculs, ce qui peut se traduire par une perte de précision. Sachant que la matrice des composantes du tenseur métrique associé à la base réciproque s'obtient par inversion de la matrice des composantes du tenseur métrique associé à la base directe, et tenant compte du fait que les composantes du tenseur des déformations sont petites devant l'unité, l'équation (2-46) permet d'écrire :

$$(2-47) \quad g^{ij} = a^{-2}(\delta^{ij} - 2\varepsilon^{ij})$$

Soit :

$$(2-48) \quad \varepsilon^{ij} = (\delta^{ij} - a^2 g^{ij}) / 2$$

Il est rappelé qu'au sens de la multiplication contractée des tenseur $g^{ik} g_{kj} = \delta_j^i$, et $\varepsilon^{ij} = \varepsilon_{ij}$; le tenseur des déformations ε étant exprimé dans une base orthonormée, ses composantes covariantes et contrariantes sont égales.

Donc, dans le repère du cristal cubique, le tenseur des déformations ε est :

$$(2-49) \quad \varepsilon_{ij} = (\delta^{ij} - a^2 g^{ij}) / 2$$

La détermination du tenseur des déformations se réduit donc à celle du tenseur métrique associé à la base réciproque du cristal déformé à partir de la relation utilisée pour le calcul des distances inter réticulaires :

$$(2-50) \quad d_{hkl}^{-2} = \vec{r}^* \cdot \vec{r}^* = (h \cdot \vec{a}^* + k \cdot \vec{b}^* + l \cdot \vec{c}^*) \cdot (h \cdot \vec{a}^* + k \cdot \vec{b}^* + l \cdot \vec{c}^*) = g^{ij} a_i a_j$$

Dans laquelle : d_{hkl}^{-2} est la distance inter réticulaire de la famille de plans(h,k,l), les a_i (i=1 à 3) sont les coordonnées du nœud h k l du réseau réciproque.

Le calcul des composantes du tenseur métrique g^{ij} s'effectue donc par régression multilinéaire à partir du système d'équations représenté par l'égalité matricielle suivante :

$$(2-51) \quad \underbrace{\begin{pmatrix} d_1^{-2} \\ \vdots \\ \vdots \\ d_N^{-2} \end{pmatrix}}_{D_{(N \times 1)}^*} = \underbrace{\begin{pmatrix} h_1^2 & k_1^2 & l_1^2 & 2k_1l_1 & 2h_1l_1 & 2h_1k_1 \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ h_N^2 & k_N^2 & l_N^2 & 2k_Nl_N & 2h_Nl_N & 2h_Nk_N \end{pmatrix}}_{H_{(N \times 6)}} \underbrace{\begin{pmatrix} g^{11} \\ g^{22} \\ g^{33} \\ g^{23} \\ g^{31} \\ g^{12} \end{pmatrix}}_{G_{(6 \times 1)}^*}$$

Dans laquelle n, nombre de distances inter réticulaires mesurées, est supérieur ou égal à 6 ; les plans (h_i, k_i, l_i) étant choisis de manière à ce qu'au moins six des équations du système (2-51) soient linéairement indépendantes.

D'après l'équation (2-51), le tenseur métrique G^* est introduit :

$$(2-52) \quad G^* = (H^T \cdot H)^{-1} \cdot H^T \cdot D^*$$

Les valeurs du vecteur D^* sont déterminées par les angles mesurés en utilisant la loi de Bragg $\lambda = 2d \sin \theta$.

2.3.3. Cas d'une maille quelconque

Lorsque la maille cristalline est de symétrie moindre, c'est à dire lorsque le repère cristallin direct n'est pas nécessairement orthogonal ni normé, les équations du cas cubique ne sont plus vérifiées. On propose donc deux voies possibles :

Soit se placer dans l'espace réciproque, et y mener les calculs vectoriels et tensoriels. Les résultats seraient ensuite ramenés dans un repère orthonormé, qu'il soit à l'échelle du cristal (on parle de repère orthonormé associé au repère cristallin) ou à celle de l'échantillon. Inconvénient majeur, la base de travail n'étant pas orthonormée, les règles de calcul autant tensoriel que vectoriel classique doivent être transposées.

Soit à mener les calculs dans un repère orthonormé associé au repère cristallin direct. Il s'agira notamment de définir ce repère associé ainsi que la matrice de passage de la base cristalline vers la base associée. L'avantage est non négligeable : la majorité des calculs sont menés dans une base orthonormée, avec les règles de calcul usuelles.

Dans cette étude, c'est la deuxième voie qui est adoptée. C'est à dire qu'on travaille du début à la fin dans le repère orthonormé A_C associé au repère cristallin direct.

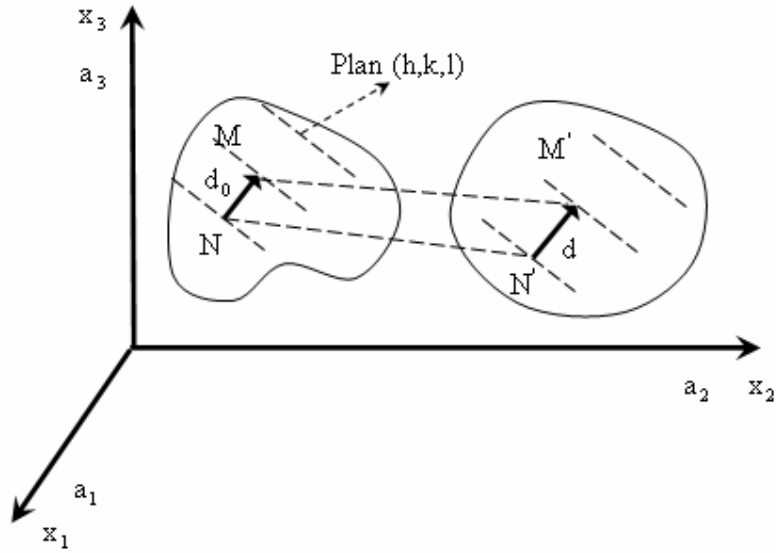


Figure 2-9 : Déformation d'un cristal

Si on considère le repère orthonormé A_c associé au repère cristallin direct comme nouveau système de coordonnées (x_1, x_2, x_3) , ainsi qu'une distance inter réticulaire $d_{(h,k,l)}$ d'un plan (h, k, l) comme la longueur ds (figure 2-9), l'équation (2-34) devient alors :

$$(2-53) \quad d_{(h,k,l)}^2 = g_{ij} dx^i dx^j$$

Cette équation peut donc être développée par régression multilinéaire par l'égalité matricielle suivant :

$$(2-54) \quad \underbrace{\begin{pmatrix} d_1^2 \\ \vdots \\ d_N^2 \end{pmatrix}}_{D_{(N \times 1)}} = \underbrace{\begin{pmatrix} dx_1^2 & dy_1^2 & dz_1^2 & 2dy_1dz_1 & 2dx_1dz_1 & 2dx_1dy_1 \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ dx_N^2 & dy_N^2 & dz_N^2 & 2dy_Ndz_N & 2dx_Ndz_N & 2dx_Ndy_N \end{pmatrix}}_{X_{(N \times 6)}} \underbrace{\begin{pmatrix} g^{11} \\ g^{22} \\ g^{33} \\ g^{23} \\ g^{31} \\ g^{12} \end{pmatrix}}_{G_{(6 \times 1)}}$$

Où les (dx_i, dy_i, dz_i) représentent les composantes de la distance inter réticulaire d_i du plan (h_i, k_i, l_i) dans le repère orthonormé A_c associé au repère cristallin direct. Le calcul des composantes (dx_i, dy_i, dz_i) a été présenté dans le chapitre prédédant.

Soit :

$$(2-55) \quad X^T D = X^T X G$$

$$(2-56) \quad G = (X^T X)^{-1} X^T D$$

En considérant l'équation (2-56), l'équation (2-43) s'écrit :

$$(2-57) \quad \varepsilon = \frac{1}{2} (X^T X)^{-1} X^T (D - D_0)$$

$$(2-58) \quad D - D_0 = \begin{pmatrix} d_{(i)}^2 - d_{0(i)}^2 \\ \vdots \\ \vdots \\ d_{(i)}^2 - d_{0(i)}^2 \end{pmatrix}$$

Où $d_{(i)}$ est la distance inter réticulaire mesurée par la loi de Bragg, et $d_{0(i)}$ est la distance inter réticulaire calculée théoriquement. Le tenseur de déformation ε s'exprime dans le repère orthonormé A_C associé au repère cristallin direct.

Le calcul des distances inter réticulaires fait intervenir les paramètres de maille. Ces paramètres théoriques représentent l'état initial de la structure cristalline.

2.3.4. Des déformations aux contraintes

Le passage des déformations aux contraintes dans le repère du cristal cubique ou dans le repère défini A_C , dans le contexte d'un matériau monocristallin, se fait sans difficulté à l'aide de la loi de Hooke :

$$(2-59) \quad \sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl}$$

Où C_{ijkl} est le tenseur des modules.

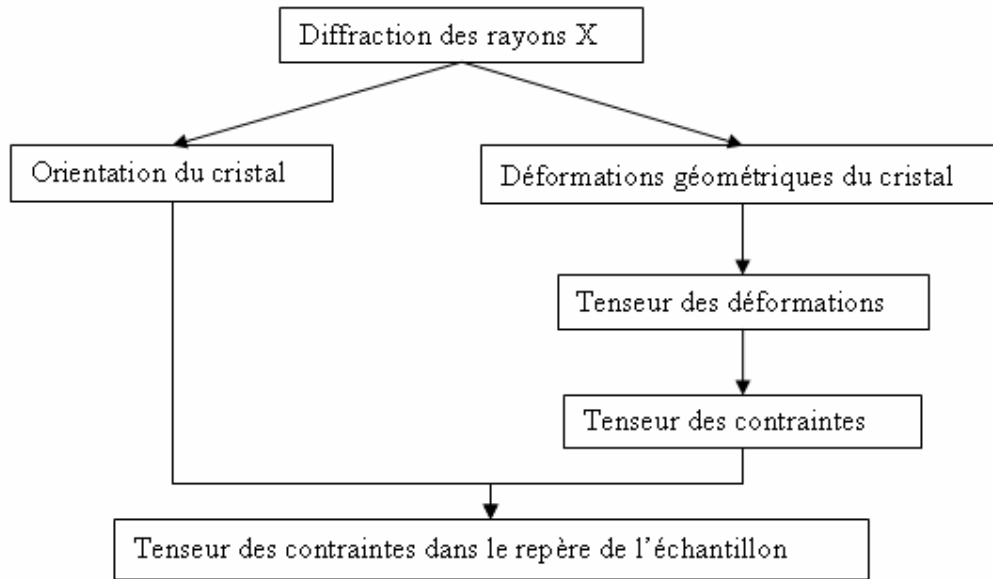
Le tenseur des modules étant généralement exprimé dans une base orthonormée associée au cristal, un éventuel passage vers la base A_C ne nécessitera que l'utilisation des formules usuelles de changement de base. Généralement, on s'intéresse aux résultats dans le repère de l'échantillon. On peut obtenir des déformations et des contraintes dans le repère de l'échantillon à l'aide de matrice de passage $M_{(A_C \rightarrow A_P)}$ du repère A_C au repère A_P :

$$(2-60) \quad \varepsilon_{A_P} = M_{A_C \rightarrow A_P}^{-1} \cdot \varepsilon_{A_C} \cdot M_{A_C \rightarrow A_P}$$

$$(2-61) \quad \sigma_{A_p} = M_{A_C \rightarrow A_p}^{-1} \cdot \sigma_{A_C} \cdot M_{A_C \rightarrow A_p}$$

2.4. Démarches expérimentales

Les principales démarches expérimentales sont présentées dans le diagramme ci-dessous.



On note que le tenseur métrique est introduit à partir de déformations géométriques du cristal observées par la diffraction rayons X sur le cristal.

2.5. Hypothèse liée au $\sigma_{33}=0$

Comme toutes les méthodes basées sur la diffraction, la méthodologie étudiée a une difficulté liée à la méconnaissance de l'état de référence qui intervient dans les équations précédentes sous la forme générale du tenseur métrique g_{ij}^0 . En effet, il est très difficile, voire impossible, de mesurer expérimentalement le paramètre des mailles du cristal considéré exempt de contraintes. Tout traitement destiné à provoquer une relaxation des contraintes du cristal est susceptible d'entraîner des modifications physico-chimiques et donc d'avoir des répercussions sur le paramètre cristallin.

Toutefois, la diffraction des rayons X ne concerne qu'un volume de matière localisé au voisinage de la surface libre du cristal. La profondeur moyenne de pénétration des rayons X peut être calculée par la formule

$$(2-62) \quad T = (1/\mu k)\{1 - [\exp(-\mu kt)\mu kt]/[1 - \exp(-\mu kt)]\}$$

Où μ est le coefficient d'absorption linéaire du matériau qui dépend à la fois de la composition atomique de la pièce et de la longueur d'onde du faisceau de rayons X.

t est l'épaisseur totale du matériau étudié.

k est déterminé par la géométrie de diffraction.

$$\text{Pour le montage } \Omega : k = 2 \sin \theta \cos \theta / (\sin^2 \theta - \sin^2 \omega)$$

$$\text{Pour le montage } \psi : k = 2 / (\sin \theta \cos \psi)$$

$$\text{Pour le montage } \Omega + \psi : k = 2 \sin \theta \cos \omega / [(\sin^2 \theta - \sin^2 \omega) \cos \psi]$$

Les valeurs de pénétration sont de l'ordre des quelques micromètres pour la plupart des cas étudiés. Dans ce cas, il est raisonnable d'admettre vérifiée la condition limite qui impose la nullité du vecteur de contrainte ($T_{ij} = \sigma_{ij} \cdot n_j$) sur une surface libre.

Ainsi dans le repère de l'échantillon A_P , on peut admettre l'hypothèse $\sigma_{33} = \sigma_{13} = \sigma_{23} = 0$. C'est à dire que la matière sous la pénétration des rayons X est dans un état contrainte plane, puisque la diffraction des rayons X ne révèle que des déformations superficielles.

Sous l'hypothèse d'isotropie, les formules simplificatrices en deux dimensions sont :

$$(2-63) \quad \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E} & -\frac{\nu}{E} & 0 \\ -\frac{\nu}{E} & \frac{1}{E} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1+\nu}{E} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix}$$

$$(2-64) \quad \varepsilon_{33} = -\frac{\nu}{1-\nu}(\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22})$$

$$(2-65) \quad \varepsilon_{13} = \varepsilon_{23} = 0$$

Où E est le module d'Young, ν est le coefficient de Poisson.

Dans le cas du cristal de symétrie cubique, l'hypothèse $\sigma_{33} = 0$ conduit alors à la résolution du problème sans ambiguïté et à la détermination de l'état de contraintes et de déformations ainsi que du paramètre du cristal cubique non contraint.

Dans le cas du cristal de symétrie non cubique, l'hypothèse $\sigma_{33} = \sigma_{13} = \sigma_{23} = 0$ conduit à contourner la difficulté que l'on rencontre dans la détermination de l'état initial de l'échantillon dans les études des contraintes résiduelles des matériaux monocristallins, car elle fournit trois équations supplémentaires pour déterminer trois paramètres de la maille à l'état initial. Si le nombre de paramètres de la maille à l'état initial est supérieur à trois, d'autres hypothèses doivent intervenir pour arriver au but.

Pratiquement, on peut bien obtenir les contraintes planes lorsque on considère $\sigma_{33} = \sigma_{13} = \sigma_{23} = 0$. A partir de cette hypothèse, la nouvelle méthode développée permet de calculer les contraintes planes sans connaître les paramètres de maille du cristal sans contrainte.

2.6. Conclusions

Au début de cette partie, on a défini les différents repères dans lesquels on développe la méthode ainsi que l'orientation d'un cristal. Avec l'hypothèse classique en mécanique des milieux continus, le principe théorique du calcul de tenseur de déformation est démontré. Il s'agit de calculer le tenseur métrique. La détermination du tenseur des déformations et des contraintes est développée dans le cas du cristal cubique comme dans le cas d'une maille quelconque. Un repère orthonormé associé au cristallin direct est défini afin que cette méthode mène tous les calculs dans un repère orthonormé.

De plus, la diffraction des rayons X ne concerne qu'un volume de matière localisé au voisinage de la surface libre du cristal. Les contraintes à la surface de l'éprouvette sont évaluées sous l'hypothèse de contraintes planes $\sigma_{33} = \sigma_{13} = \sigma_{23} = 0$. Un procédé d'optimisation et traitement du signal diffracté qui s'adapte à cette méthode sera exploité dans le prochain chapitre.

CHAPITRE 3. : OPTIMISATION ET TRAITEMENT DU SIGNAL DIFFRACTÉ

La méthode de diffraction des rayons X consiste à introduire la valeur 2θ selon le spectre de diffraction. Contrairement à la méthode polycristalline, selon la méthode monocristalline les faisceaux diffractés ne sont produits que par un seul cristal des monocristaux ou multi-cristaux. La position du plan diffractant étant très importante pour acquérir un bon profil de diffraction, cela nécessite une optimisation et un traitement du signal diffracté importants.

3.1. Optimisation du signal diffracté

3.1.1. Choix des plans diffractants

Pour acquérir un bon profil de diffraction, avec un dispositif de la diffractomètre, les familles de plans sélectionnées doivent répondre aux critères suivants :

- Il faut tout d'abord que le 2θ soit supérieur à 90° pour une meilleure précision de détermination des positions en 2θ qui est en relation directe avec la distance inter réticulaire de plan diffracté.
- Il faut ensuite que l'intensité des pics de diffraction correspondants à cette famille de plans soit importante pour une meilleure statistique de comptage.
- Il faut éviter les positions des plans où la diffractomètre ne peut pas atteindre (par exemple $\psi > 70^\circ$, $2\theta > 156^\circ$ ect.).

Avant tout, la première étape consiste en l'orientation d'un cristal sur le goniomètre quatre cercles ; pour cela nous commençons par effectuer les figures de pôle d'une famille de plans. L'orientation du grain se fait à l'aide d'un logiciel de cristallographie : Carine commercialisé par DIVERCENT S.A., qui permet à partir des figures des pôles expérimentales, de déterminer les couples (φ, ψ) correspondant aux orientations des différents plans que nous étudierons en diffraction. Les angles (φ, ψ) donnés par Carine correspondent à ceux d'une maille théorique du cristal.

La figure 3-1 (a) montre les figures des pôles expérimentales des familles de plans (0 0 4) et (1 0 4) d'un cristal de zinc, ainsi que les valeurs approximatives (φ, ψ) de

chaque plan. Ces deux figures de pôles expérimentales peuvent être identifiées à la figure 3-1(b). D'après les positions des tâches de diffraction, les positions relatives des plans peuvent être calculées avec les équations (2-32). La figure 3-1(c) montre la position de tous les plans du cristal.

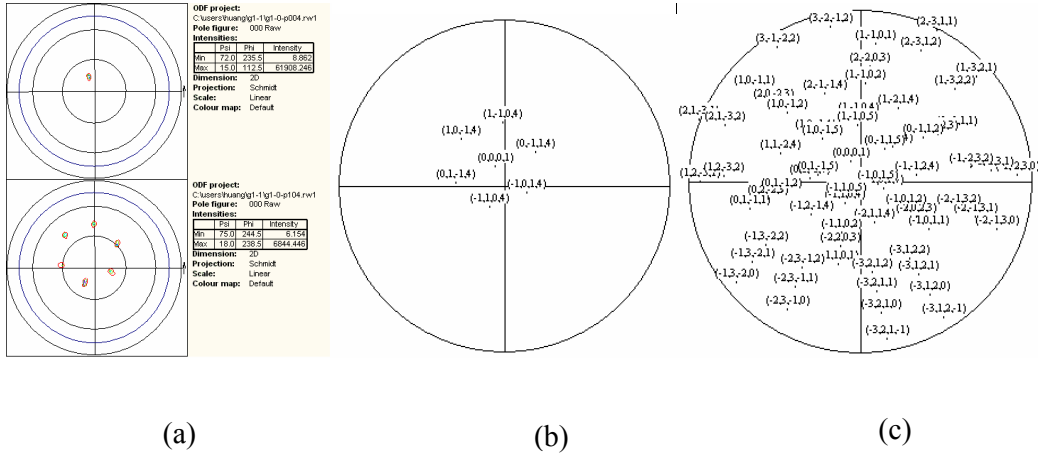


Figure 3-1 : Figures des pôles des plans d'un grain de Zinc

(a) les figures du pôle des plans (006) et (104) (b) les positions calculées des plans (006) et (104) (c) les positions calculées de tous les plans du cristal

Pour limiter les erreurs sur ces orientations, il faut que les positions angulaires (φ, ψ) des figures des pôles expérimentales soient suffisamment précises. Il nous faut vérifier que ces incertitudes en (φ, ψ) n'entraînent pas des erreurs sur les 2θ . Pour cela on effectue une cartographie de 2θ autour des positions 2θ obtenues par Carine en faisant varier (φ, ψ) de $\pm 0.5^\circ$.

On note que la variation du 2θ autour d'une position (φ, ψ) n'est pas négligeable (figure 3-2). Ceci implique qu'une erreur sur l'orientation $\varphi ; \psi$ d'un plan entraîne une erreur sur la détermination du 2θ , qui conduit à des erreurs sur le calcul des contraintes résiduelles

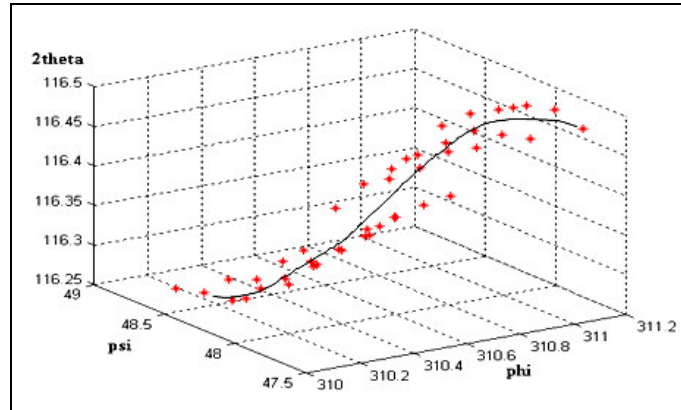


Figure 3-2 : Variation de 2θ autour d'une position (φ , ψ)

On a donc une grande sensibilité des résultats par rapport aux variations en φ et ψ , il est donc impératif de faire une optimisation de l'orientation (φ, ψ) des plans diffractants.

Il faut donc connaître précisément l'orientation (φ, ψ) d'un plan pour limiter les erreurs sur la détermination des contraintes résiduelles. On choisit pour cela d'optimiser des angles φ et ψ avant de réaliser le diffractogramme de chaque plan.

3.1.2. Morphologie des tâches de diffraction

La théorie voudrait qu'un monocristal parfait, c'est à dire exempt de défaut, de stoechiométrie homogène et siège de contraintes résiduelles uniformes, donne des raies de diffraction qui se réduiraient, dans le repère (φ, ψ) à un point, et dans le repère (2θ , intensité) à une fonction type Dirac. Un tel cristal n'étant qu'illusoire, on observe, dans le repère (φ, ψ) des tâches de diffraction construites sur des lignes d'iso intensité concentriques, et dans le repère (2θ , intensité) des courbes type gaussienne.

La première «non – ponctualité» est due à de légères désorientations des normales cristallines : on parle de mosaïcité du cristal, qui est divisé en domaines cohérents de diffraction.

La deuxième reflète la variation des distances inter réticulaires ; il s'agit alors :

De déterminer le centre de la tâche (φ, ψ), autrement dit la position réelle de l'échantillon qui assure la confusion de la normale au plan et de la bissectrice incident/diffracté et d'attribuer au pic de diffraction une valeur 2θ qui soit le reflet de la distance inter réticulaire réelle.

Ces opérations n'ont cependant rien d'évident, les paramètres ψ , ω et 2θ étant liés ; nous verrons pourquoi φ joue un rôle légèrement différent. Ainsi, une erreur sur 2θ engendrera une erreur sur ω et / ou ψ , et inversement.

On devra donc adopter une démarche itérative, jusqu'à obtenir la stabilisation des différentes valeurs.

3.1.3. Optimisation en φ , ψ et ω

Comme nous l'avons précédemment évoqué, le positionnement de la normale, pour un plan (h,k,l) donné, est relativement grossier au sortir de la première étape. Il est nécessaire d'affiner ce positionnement pour deux raisons :

D'une part, pour récupérer un maximum de signal diffracté, gage de qualité des mesures.

D'autre part, parce que le positionnement de la normale par rapport à la bissectrice incident / diffracté influe directement sur la position finale du pic en 2θ .

Il s'agit, dans un premier temps d'amener la normale n (h,k,l) dans le plan incident / diffracté. On ne connaît que des valeurs approchées des 2θ , φ et ψ , la première étant soit issue d'une table, soit calculée par la loi de Bragg, les deux autres étant obtenues par le calcul d'orientation ou par la lecture de figures de pôles. Dans un deuxième temps, un mouvement en ω permettra de confondre la normale.

Comme l'explique la figure 3-3, la rotation en ψ est difficilement maîtrisable car elle équivaut à deux rotations simultanées en ψ et en ω . On pourrait en fait parvenir à orienter l'échantillon à l'aide des seules rotations en ψ et en ω . Il est cependant plus aisé de faire intervenir le mouvement en ψ .

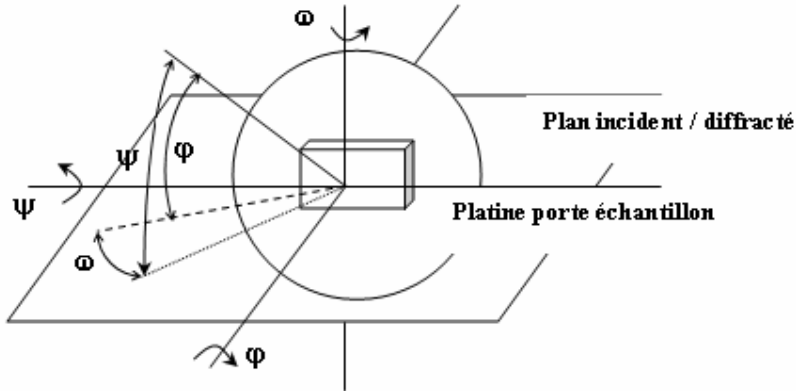


Figure 3-3 : Composition du mouvement ψ

- Influence des ϕ , ψ et ω sur la valeur 2θ finale :

Le mouvement en ψ , à l'instar de ceux en ϕ et ω , n'intervient pas directement sur la position 2θ du pic de diffraction : l'arc décrit par une rotation en ψ est en effet orthogonal à celui décrit par une rotation en 2θ ou ω . Mais bien qu'elle ne soit pas directe, l'influence de ψ sera bien réelle : d'un ψ à l'autre, ce seront des domaines cohérents orientés différemment vis à vis d'une sollicitation micro ou mésoscopique, de gradients de composition ou de refroidissement, donc susceptibles d'être déformés différemment, qui diffracteront à des 2θ différents.

Se placer au barycentre ψ de la tâche de diffraction permettra alors de ne pas favoriser les domaines cohérents situés aux confins du domaine de diffraction, et peu représentatifs car moins nombreux (l'iso ligne d'intensité la plus élevée est au centre de la tâche de diffraction, la ligne la plus extérieure se distinguant tout juste du bruit de fond).

Le mouvement en ϕ se ramène à une somme de rotations en ω et ψ : c'est la composante équivalente en ω qui va générer la dépendance directe du 2θ vis à vis de ω . On évitera donc de manipuler le mouvement ϕ lors d'une optimisation fine.

Le positionnement en ω , enfin, s'avère primordial : le schéma ci-dessous présente le cas de figure :

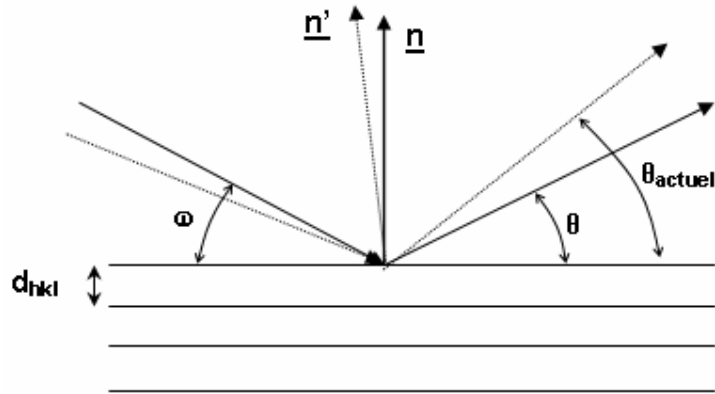


Figure 3-4: Désalignement en oméga.

Configuration 1 : La normale n (h,k,l) est dans le plan incident/diffracté ; le goniomètre est positionné tel que $\theta = \theta$ θ réel du plan (h,k,l). Si (h,k,l) est à la bissectrice incident/diffracté, le cristal est en position de diffraction. Mais ce n'est pas le cas, on a ici $\omega \neq \theta$ réel.

Configuration 2 : Lorsque, en faisant le balayage $\theta-2\theta$; le goniomètre atteindra la configuration $\omega = \theta$ réel, le cristal, et le détecteur, alors positionné à θ actuel, recevra un signal. La position absolue du pic sera alors entachée d'une erreur égale à $2(\theta \text{ actuel} - \theta \text{ réel})$.

- Optimisation en (φ, ψ) :

L'optimisation permet tout d'abord d'éviter des erreurs sur les 2θ comme décrit ci-dessus ; de plus, insérée dans le programme de diffraction avant chaque diffractogramme, elle permet de palier au problème de rotation du cristal.

En effet au cours de la traction, il peut se produire un phénomène de rotation du cristal. Car la traction peut amener les cristaux à tourner pour s'accommoder aux déformations qu'elle induit. Ceci se traduirait par une modification de l'orientation des grains au cours des différentes étapes de traction, ce qui obligerait à refaire une figure de pôles à chaque étape. L'optimisation nous permet donc d'éviter de faire plusieurs figures de pôles et de déterminer directement les orientations φ , ψ à chaque étape.

L'optimisation des angles φ et ψ peut être réalisée de deux manières.

La première consiste à optimiser successivement en φ puis en ψ avec le nombre d'itérations nécessaires, c'est-à-dire jusqu'à ce que l'on converge vers un couple (φ, ψ) . Il s'agit donc de scanner successivement autour de la position φ et autour de la position ψ pour chercher le maximum en terme d'intensité et de se placer à ce maximum à chaque itération. Le nombre d'itération est déterminé expérimentalement.

La deuxième méthode possible consiste à réaliser une figure de pôle locale autour des positions (φ, ψ) donnée par le logiciel Carinne et se placer au maximum d'intensité de cette figure de pôle.

L'inconvénient de cette deuxième méthode est que le logiciel X-Pert Data Collector qui est associé au goniomètre Philips ne permet pas de se placer directement aux angles (φ, ψ) correspondant à ce maximum d'intensité alors qu'il possède une fonction permettant de se placer au maximum d'un scanning.

Ceci nous amène donc à privilégier la première méthode d'optimisation, en effet celle ci peut être insérée dans le programme et réalisée automatiquement pour chaque pôle, avant le diffractogramme.

On valide cette optimisation, en vérifiant qu'elle nous donne des résultats similaires à ceux obtenus par la méthode de la figure de pôles locale, effectivement les écarts en φ, ψ entre les deux méthodes sont négligeables (de l'ordre du centième de degré).

Cependant les pics en ψ sont très larges ce qui empêche une optimisation précise en ψ . En revanche les pics en ω sont plus étroits, on choisit donc d'optimiser en φ et ω , sachant que le couplage des mouvements en φ et ω est équivalent à celui en φ et ψ .

De plus, pour affiner l'optimisation, on effectue un scanning en $2\theta - \omega$ et non en 2θ tout seul. En effet contrairement aux polycristaux où pour un plan diffractant on a des normales dans toutes les directions, il faut pour les monocristaux que la normale au plan soit confondue avec la bissectrice de l'angle entre le faisceau diffracté et le faisceau incident. Pour que cette normale et cette bissectrice soient confondues, donc pour qu'il y ait diffraction, il faut varier en ω quand on varie en 2θ .

Expérimentalement on obtient de bons résultats pour le programme d'optimisation suivant :

Successivement :

- un scanning en φ
- un scanning en ω
- un scanning en $2\theta - \omega$

Avec deux premières itérations sur de larges plages angulaires puis trois plus affinées.

Bien que cette optimisation améliore nettement les résultats, en limitant les erreurs sur les 2θ et en permettant d'avoir des pics en 2θ plus intenses donc plus exploitables, on remarque qu'on passe à côté de certains pics. C'est-à-dire que certains pics sont peu intenses, on commet donc une erreur sur les 2θ correspondants. En effectuant un scanning en ψ , on remarque que pour ces pics on ne se trouve pas du tout au sommet du pic en ψ . On en déduit que, même si le pic en ψ est très large, au moins un scanning en ψ est nécessaire. On modifie donc le programme d'optimisation de la manière suivante :

Successivement :

- un scanning en φ
- un scanning en ω
- un scanning en $2\theta - \omega$
- un scanning en ψ

Puis 3 itérations plus affinées de

- un scanning en φ
- un scanning en ω
- un scanning en $2\theta - \omega$

On peut démontrer la pertinence de l'optimisation en observant la différence entre un pic de diffraction non optimisé et un pic optimisé. On voit en effet que le pic optimisé est plus exploitable, et le rapport des intensités est d'environ 10 (figure 3-5).

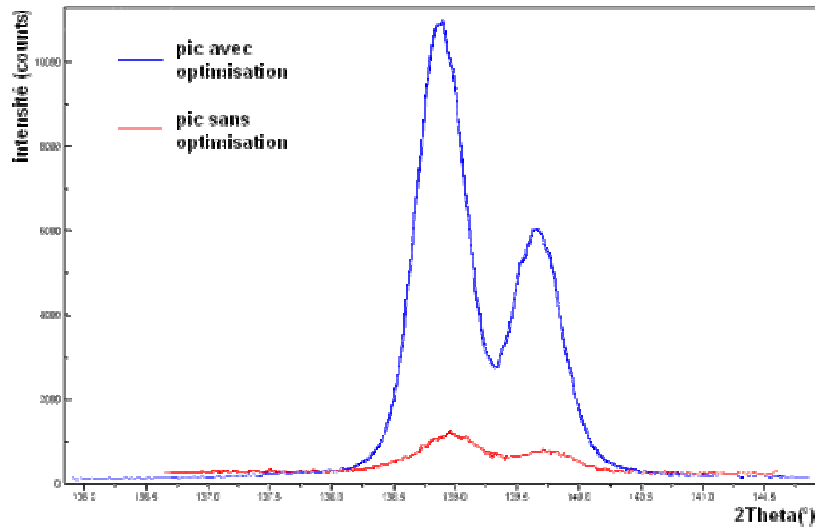


Figure 3-5: Intensité de pics avec ou sans optimisation.

3.2. Acquisition et lissage des raies de diffraction

3.2.1. Acquisition des raies de diffraction

Les paramètres déterminant la qualité de l'acquisition sont essentiellement le temps de comptage et le pas.

En mode «balayage continu», le pas représente l'intervalle d'intégration du signal reçu, un point étant émis à chaque fin d'intervalle. Pour une durée d'acquisition fixée, un pas fin signifiera des temps d'intégration courts, donc des points de mesure proches mais dont l'intensité comptée est incertaine. A l'opposé, un pas large se traduira par des pas plus éloignés mais dont l'incertitude sur l'intensité est plus faible.

Si la position du pic était déterminée par une méthode de maximum absolu, l'utilisation du pas large risquerait de conduire à des positions de pic erronées. Il faut alors préférer un pas fin. Mais en général, la raie de diffraction est lissée par un logiciel dédié. Il est alors plus intéressant d'avoir un nombre réduit de points, mais dont l'incertitude sur la position est faible. Il s'agit finalement de trouver un compromis adapté à chaque situation : intensité faible ou importante, durée de l'acquisition limitée....

3.2.2. Définition du lissage

Le logiciel dédié à l'analyse des raies de diffraction lié au goniomètre 4 cercles Philips repère la position des raies en effectuant au préalable un lissage de la courbe

expérimentale. Ce dernier consiste en fait en une approximation par la fonction Pseudo-Voigt définie comme suit :

$$(3-1) \quad PV(x) = I(x) = I_0[L(x) + G(x)]$$

$L(x)$ représente la fonction Lorentzienne et $G(x)$ est la fonction gaussienne. Cette approximation est représentative du couple faisceau incident et se justifie qualitativement par le fait que les courbes obtenues possèdent d'une part un pic dû à la raie $K\alpha_1$ et un autre dû à la raie $K\alpha_2$. En ce sens elles semblent similaires à la somme de deux fonctions Lorentzienne ; et elles se caractérisent par un évasement à leur base ce qui peut s'approximer par des gaussiennes.

Cependant le but de l'analyse est ici de déterminer les positions des raies, l'important n'est donc pas le lissage en soi mais sa reproductibilité suivant les différentes raies à étudier afin d'observer l'évolution des contraintes au cours des différentes étapes de la traction.

3.2.3. Optimisation du lissage

L'optimisation du lissage dépend de plusieurs paramètres liés à la raie elle même et au bruit de fond. Ceux liés au bruit sont imposés tandis que les autres sont laissés libres de s'affiner au fur et à mesure des lissages (La position du pic 2θ , L'intensité maximum du pic (en counts), Le FWHM du pic (en degrés), Asym : le paramètre d'asymétrie du pic, μ et ξ : le paramètre de forme du pic, a_2/a_1 : le rapport $K\alpha_1/ K\alpha_2$ du pic) [80]. Le bruit de fond ou fond continu considéré en général comme linéaire se modélise comme une droite que l'on détermine graphiquement. Les deux paramètres fixés sont la constante du bruit ou l'ordonnée à l'origine de celui-ci et la pente du bruit. L'optimisation est considérée comme achevée lorsque la valeur de 2θ ne varie plus avec les lissages.

Une fois ce lissage effectué et optimisé par l'expérimentateur, le logiciel nous donne la position du pic en 2θ .

On constate lors de l'étude des pics la présence de deux types de courbe, les courbes correspondant à de faibles angles 2θ se rapprochant d'une gaussienne et les courbes correspondant à de grands angles 2θ se rapprochant de la somme de deux Lorentziennes. En effet pour de petits 2θ les deux raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ tendent à se

confondre pour ne former qu'un seul pic, alors que pour de grands 2θ elles sont bien disjointes.

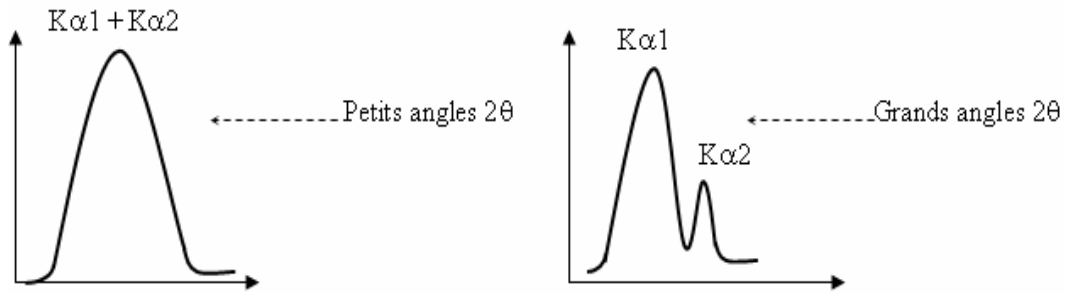


Figure 3-6 : Différente morphologie du doublet $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$.

Ces premières considérations permettent d'expliquer le fait que pour les 2θ faibles le logiciel positionne le pic à un endroit différent de celui perçu par l'examineur. Le décalage observé est dû à la présence de la raie $K\alpha_2$ au sein du pic. Au contraire dans le cas des 2θ élevés, le logiciel repérant la raie $K\alpha_1$, la position du pic donnée correspond bien à celle perçue par l'examineur.

Pour valider l'optimisation du lissage effectué, on étudie sa reproductibilité en changeant d'opérateur et en changeant la position initiale de la raie rentrée dans le logiciel. On remarque qu'on obtient alors des écarts négligeables de l'ordre de quelques millièmes de degrés.

3.3. Calibrage du goniomètre.

Le calibrage du goniomètre permet de déterminer le décalage dû à l'instrumentation lors de la mesure de l'angle de diffraction 2θ . Cette opération consiste en la mesure d'angles de diffraction sur une poudre dont on connaît les 2θ théoriques et d'en déduire ensuite les décalages entre l'expérimentation et la théorie.

Ces écarts par rapport à la théorie dépendant des plans que l'on fait diffracter, il faut choisir un matériau en poudre dont les plans diffractants possèdent des 2θ théoriques proches de ceux du matériau étudié.

De plus les décalages dûs à l'instrumentation dépendent des orientations en ψ de l'échantillon, c'est pourquoi les mesures de 2θ se font pour plusieurs ψ donnés.

Les raies de diffraction du silicium correspondent à des angles 2θ se situant dans la même plage que ceux de notre échantillon. On réalise donc le calibrage du goniomètre à l'aide d'une poudre de silicium, pour cela on effectue, pour différents ψ , les diffractogrammes des plans proches en 2θ de ceux étudiés. Après lissage des raies en 2θ obtenus, on modélise l'écart entre les positions en 2θ théoriques et expérimentales du silicium. On choisit une modélisation linéaire car dans notre cas celle-ci donne de bons résultats et de plus on obtient la même modélisation quelque soit le ψ (figure 3-7).

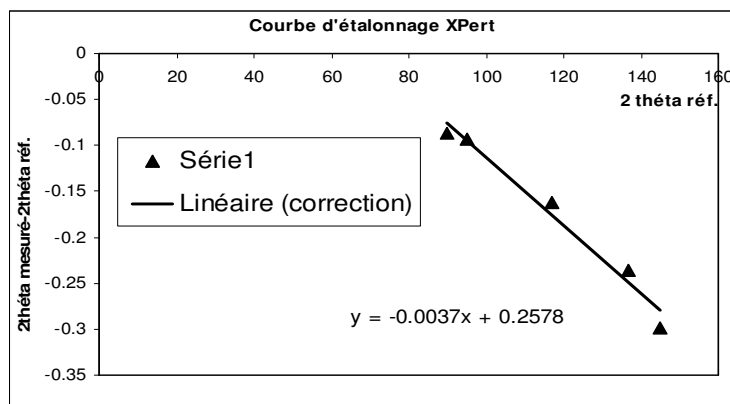


Figure 3-7: Calibrage du goniomètre, modélisation de la correction.

Cette modélisation linéaire nous servira lors des calculs de contraintes à amener des coefficients de correction (a, b, c), dûs au calibrage du goniomètre, sur les valeurs expérimentales.

3.4. Etude expérimentale de structure cubique et comparaison entre les deux méthodes

Avant toute application de cette nouvelle méthode (la méthode pour le cristal en cas d'une maille quelconque), on applique les méthodes cubique (la méthode sur le cristal à structure cubique) et non cubique (la méthode sur le cristal en cas d'une maille quelconque) sur un bi cristal de cuivre. Il a pour but de valider cette nouvelle méthode.

3.4.1. Epreuve de bi cristaux de cuivre

Le bi-cristaux de cuivre a été obtenu suivant une technique de solidification horizontale, effectuée à l'école des Mines de Saint Etienne, à partir de monocristaux purs à 99.99% prés orientés suivant les directions $\langle 132 \rangle$. La désorientation est de 15° .

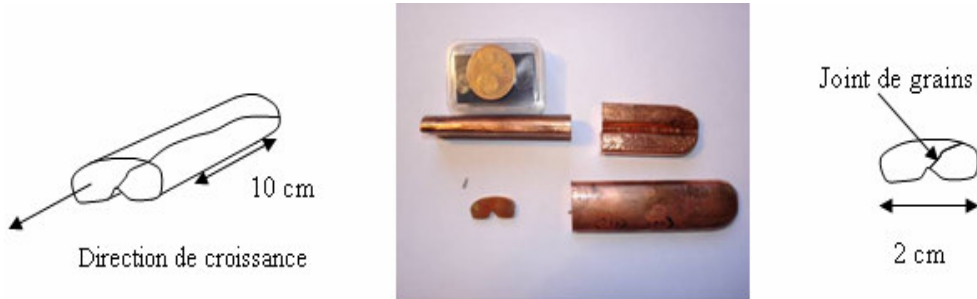


Figure 3-8 : Description des barreaux bi-cristallin

Le joint de grains n'a jamais pu être obtenu perpendiculaire au plan de base au cours de l'élaboration. Il a donc fallu réorienter notre échantillon pendant la découpe.

L'éprouvette de compression est découpée à la tronçonneuse dans ce barreau de façon à rester orthogonale au joint de grains. Les dimensions obtenues sont :

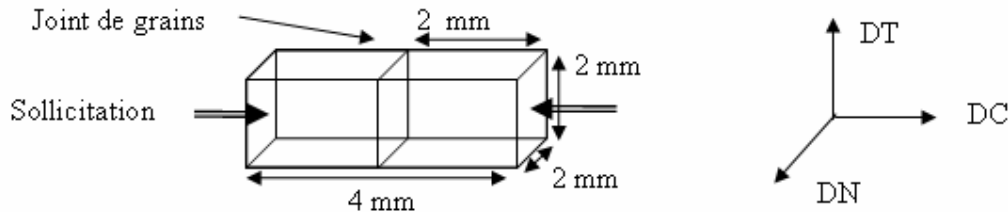


Figure 3-9 : Dimensions des éprouvettes

Nous avons préparé cette éprouvette comme celle de la figure précédente. Cette éprouvette a subi une opération de recuit. Celui-ci est composé de trois étapes :

Une montée en température jusqu'à 750°C

Un maintien en température pendant 2h à 750°C

Un temps de descente de 16 h garantissant une vitesse de refroidissement de $50^\circ\text{C}/\text{heure}$ jusqu'à la température ambiante.

La phase de recuit a provoqué une recristallisation en surface des échantillons. Afin d'obtenir le bi cristal nous avons effectué un nouveau polissage électrolytique pour enlever cette couche superficielle poly cristalline.

Les orientations et désorientations ont été remesurées par diffraction des rayons X :

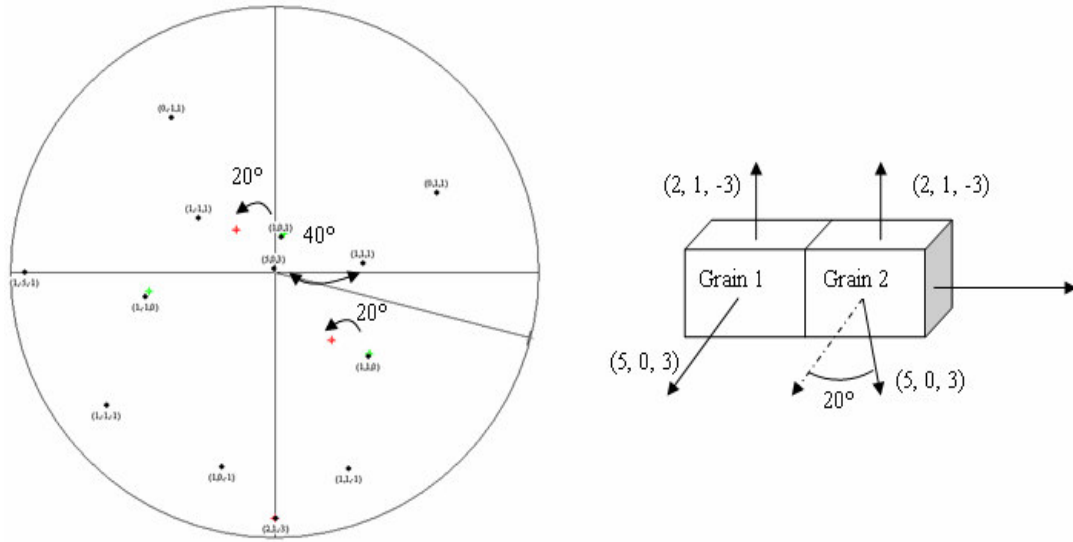


Figure 3-10 : Orientations cristallographiques et désorientations

Pour ce bi cristal la mesure donne bien une désorientation de 20° entre les deux grains.

3.4.2. Analyse des contraintes sous compression

Pour étudier les contraintes dans l'éprouvette sous charge, nous mettons l'éprouvette en compression (figure 3-11).

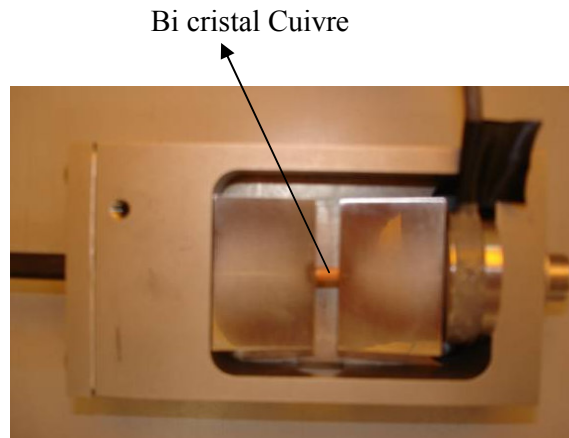


Figure 3-11 : Machine de compression

Nous avons comprimé les bi cristaux à 3% et 6% ainsi que des relevés sans chargement comme référence pour l'état initial.

Nous avons choisi une machine de compression permettant à la fois une souplesse dans les déformations et un accès libre au faisceau de diffraction. L'angle minimum d'incidence est alors de 15° suffisant pour obtenir un nombre de raie de diffraction au moins égale à 12 ; 12 étant le nombre minimal de raie pour que la mesure soit statistiquement valable.

Les mors ont été enduits de graisse mécanique afin de limiter les frottements et un flambement supplémentaire.

Et afin de relever la force macroscopique sur l'éprouvette, nous avons doté un des mors d'un capteur piézoélectrique.

Entre chaque étape nous avons pris des clichés au microscope électronique. Pour cela il a fallu décharger la pièce.

Nous avons mesuré pour chacun des grains les déformations à cœur puis au voisinage du joint de grains. L'intérêt de la méthode monocristalline est de pouvoir analyser séparément chacune des raies de diffraction. Cela nous a permis d'effectuer une mesure automatique simultanée au niveau du joint pour les deux grains.

Le domaine de diffraction est une demi ellipsoïde de diamètre 0.5 mm.

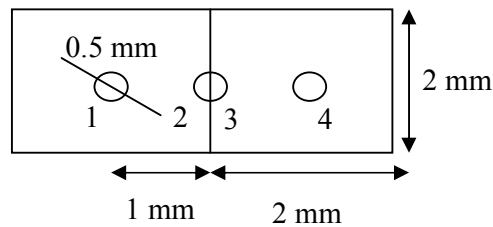


Figure 3-12 : Quatre positions des domaines de diffraction

La largeur du collimateur est 0.1 mm, il est à équidistance de la source de rayon X et de la pièce. Il arrive donc avec un diamètre de 0.2 mm. Enfin la pièce est inclinée pour accéder aux pics de diffraction. La surface moyenne sur l'ensemble des inclinaisons est circulaire avec un diamètre de 0.5 mm :

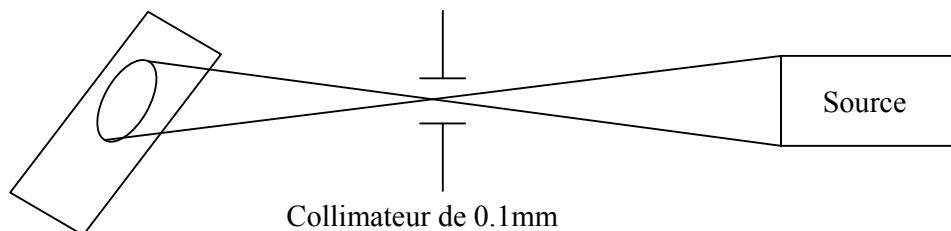


Figure 3-13 : Taille du domaine de diffraction et collimateur

Habituellement on masque les zones que l'on ne veut pas étudier. Avec un scotch opaque aux rayons X et si possible biseauté ou mince pour éviter la perte d'information en grandes incidences.

Courbes déformations/contraintes macroscopiques :

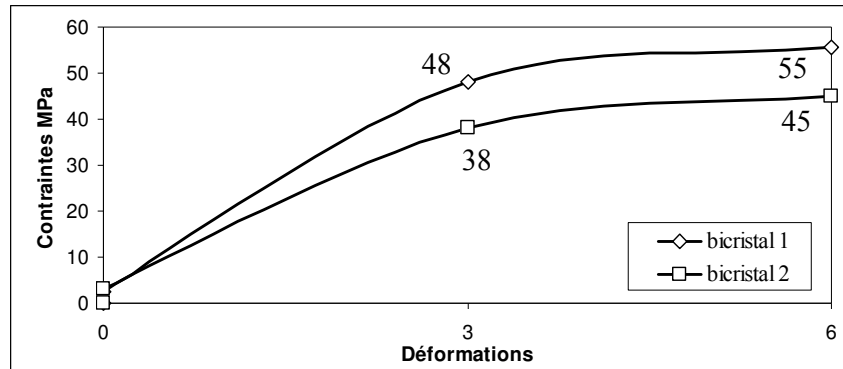


Figure 3-14 : Courbse déformations/contraintes macroscopiques

Les contraintes et déformations sont ici présentées en valeur absolue. La limite d'élasticité ne peut être obtenue avec de telles courbes.

Problème de centrage de la pièce :

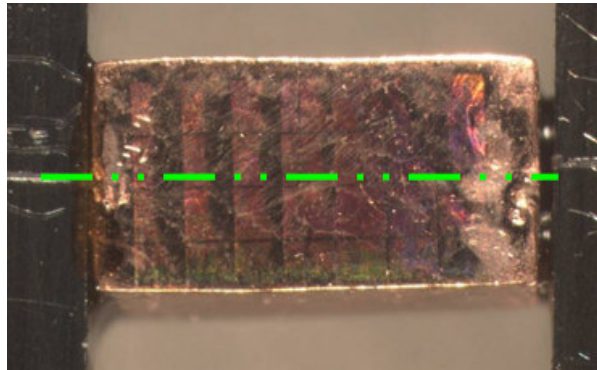


Figure 3-15 : Défaut de centrage

Comme on peut le voir ici, la pièce n'est pas centrée par rapport à l'axe de compression. Ce décentrage va apporter de la flexion, accentuer par le degré de liberté d'un des mors.

3.4.3. Validation de la nouvelle méthode de DRX

Le but de cette partie est de valider la nouvelle méthode en comparant les résultats venant de la nouvelle méthode (la méthode pour le cristal en cas d'une maille quelconque) et la méthode cubique (la méthode pour le cristal à structure cubique).

Les valeurs des contraintes sont obtenues sous formes tensorielles. Les familles des plans qui ont contribué aux calculs sont : (2 0 0), (2 2 0), (2 2 2), (3 1 1). L'anticathode utilisée est Fe et a longueur d'onde est 0,19373nm.

Tableau 3-1 : Contraintes calculées par la méthode Cubique de DRX

Méthode Cubique de DRX									
Déformations Contraintes (MPa)	0			3%			6%		
cœur 1	7±10	-13±5	-2±5	-49±20	-22±10	8±10	7±20	-11±10	-7±10
	-16±5	-2±10	0±5	-23±10	-54±20	-3±10	-11±10	-26±20	5±10
	-1±5	1±5	0±10	9±10	-4±10	0±20	10±10	5±10	0±20
joint 1	-38±10	12±5	7±5	-64±20	64±20	45±20	15±20	-34±20	36±20
	15±5	-33±10	17±5	65±20	-70±30	-64±20	-35±20	-12±20	-1±20
	7±5	16±5	0±10	47±20	-65±20	0±30	37±20	-1±20	0±20
joint 2	23±10	10±5	-12±5	-20±10	8±10	34±10	-6±20	13±20	-17±20
	10±5	9±10	0±5	8±10	-8±10	-8±10	14±20	-25±20	-3±20
	-13±5	0±5	0±10	36±10	-11±10	0±10	-18±20	-3±20	0±20
cœur 2	8±10	-11±5	5±5	-3±10	-19±10	-2±10	-19±20	-12±20	7±20
	-11±5	-11±5	7±5	-18±10	-18±10	8±10	-14±20	-7±20	-2±20
	5±5	8±5	0±5	-3±10	8±10	0±10	7±20	-2±20	0±20

Tableau 3-2 : Contraintes calculées par la nouvelle méthode non cubique de DRX

Méthode non cubique de DRX									
Déformations Contraintes (MPa)	0			3%			6%		
cœur 1	9±20	-17±10	1±10	-48±20	-27±10	10±10	5±25	-9±10	-4±10
	-17±10	2±20	-2±10	-28±10	-35±20	-5±10	-8±10	-16±25	5±10
joint 1	1±10	-2±10	0±20	11±10	-5±10	0±20	-5±10	5±10	0±25
	-41±20	20±10	0±10	-106±30	86±20	47±20	36±20	-41±10	33±10
	20±10	-29±20	22±10	88±20	-114±30	-82±20	-41±10	19±20	3±10
	0±10	22±10	0±20	49±20	-84±20	0±30	34±10	3±10	0±20
joint 2	12±15	-13±10	7±10	-1±20	-20±10	-1±10	-27±20	-5±10	4±10
	-13±10	-10±15	13±10	-20±10	-11±20	2±10	-6±10	-20±20	2±10
	7±10	13±10	0±15	-1±10	2±10	0±20	4±10	2±10	0±20
cœur 2	21±20	12±10	-7±10	-44±30	6±20	32±20	-9±25	10±20	-13±20
	12±10	9±20	-4±10	6±20	-19±30	-4±20	10±20	-15±25	-6±20
	-7±10	-4±10	0±20	33±20	-6±20	0±30	-13±20	-5±20	0±25

Selon les résultats obtenus par les deux méthodes, on constate que les contraintes calculées sont identiques lors des différentes étapes de compression. On observe aussi que les incertitudes obtenues par la méthode non cubique sont plus grandes que les incertitudes obtenues par la méthode cubique. Cela est dû au nombre de plans diffractants. On souligne que l'on a besoin d'au moins 6 plans diffractants pour

calculer une contrainte tensorielle. Par contre, par la méthode non cubique, 12 plans diffractants sont nécessaires pour diminuer les incertitudes. Par l'expérience, on calcule souvent le résultat avec 18 à 24 plans diffractants.

On montre aussi que les évolutions de contraintes sous différentes compressions par les deux méthodes donnent des résultats différents.

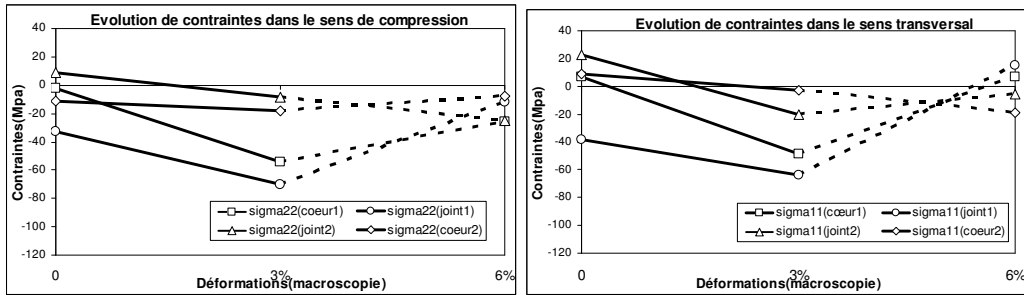


Figure 3-16 : Evolution de contraintes dans le sens de compression et transversal par la méthode cubique de DRX

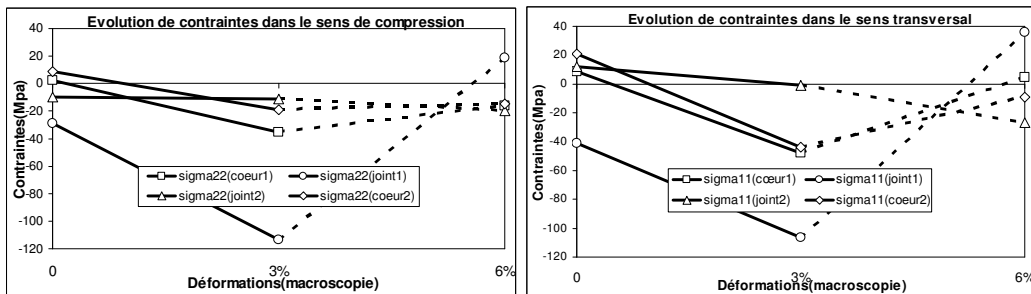


Figure 3-17 : Evolution de contraintes dans le sens de compression et transversal par la méthode non cubique de DRX

Dans le sens de compression, on voit qu'il existe initialement des contraintes compressives dans ce bi cristal, sauf qu'il existe une légère tension au cœur n°2 du cristal. À 3% de déformation de compression, les contraintes compressives dans les 4 points sont augmentées. Mais elles sont très relaxées à 6% de déformation. Cela peut être causé par le problème de centrage de la pièce et un système de glissement activé dans ce bi cristal.

Les résultats identiques obtenus par ces deux méthodes de DRX permettent de conclure que la nouvelle méthode de DRX est bien validée. Cette méthode peut nous aider à trouver les contraintes à l'échelle de grains dans un cristal en cas d'une maille quelconque.

3.5. Analyse des incertitudes des résultats

L'expression de l'incertitude d'une mesure est une donnée fondamentale et de plus en plus demandée car elle permet de quantifier la pertinence d'un résultat voire même dans certains cas d'optimiser le processus de mesure. La plupart des logiciels commerciaux d'analyse des contraintes par diffraction proposent aujourd'hui des valeurs d'incertitude accompagnant le résultat de mesure. Toutefois, le mode d'obtention de cette incertitude est rarement expliqué de façon clairement et il est difficile de savoir à quoi elle correspond (écart-type simple, écart-type étendu et quels sont les paramètres pris en compte) [81].

En effet, deux modes d'évaluation sont généralement proposés. Le premier repose sur l'évaluation de la variance sur les positions des pics de diffraction à partir du résidu des moindres carrés ; cette variance est ensuite propagée jusqu'aux valeurs de contraintes à l'aide de formules classiques données dans les travaux traitant de la régression linéaire [82-83]. Dans le deuxième cas on ne considère que la variance due à la statistique de comptage que l'on propage de la même manière.

Il y a une dizaine d'années, est paru un guide ISO intitulé « Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure » (GUM) [84]. Même si elles ne font pas l'unanimité [85-86], les propositions avancées dans cet ouvrage sont très bien acceptées par la communauté des métrologues et sont à la base de nombreux travaux qui ont permis de mieux comprendre et de mieux définir la notion d'incertitude de mesure. Elles fournissent également un cadre global et cohérent pour analyser toutes les sources d'incertitude.

Les propositions du GUM peuvent se résumer ainsi :

L'incertitude sur une mesure x est exprimée par son écart-type $u(x)$ appelé incertitude-type et qui peut être calculée selon deux types de méthode :

Les méthodes de type A pour lesquelles l'incertitude-type est évaluée à partir de séries d'observations répétées. Les méthodes reposent sur l'évaluation de la variance sur les positions des pics de diffraction à partir du résidu des moindres carrés. Cette variance est ensuite propagée jusqu'aux valeurs de contraintes à l'aide de formules classiques données dans les travaux traitant de la régression linéaire [82-83].

Les méthodes de type B pour lesquelles l'incertitude-type est évaluée à partir de connaissances disponibles (informations constructeur, modélisations de l'appareillage...).

Les méthodes pour analyser l'incertitude utilisées dans notre travail se retrouvent sur l'ouvrage de Saporta [87] qui est basé sur les méthodes de type A.

Dans les paragraphes précédents, nous avons étudié la détermination du tenseur des contraintes σ et du tenseur des déformations ϵ par l'intermédiaire de la détermination du tenseur métrique de réseau réciproque G^* à l'état initial et final de déformation du réseau cristallin par des observations de diffraction des rayons X. Les incertitudes statistiques sont donc venues des données expérimentales autour du tenseur métrique de réseau réciproque G^* à deux états. Le but de ce travail est de donner un intervalle des incertitudes statistiques aux composantes du tenseur des contraintes et des déformations.

3.5.1. Sources des erreurs

Les sources d'erreurs dans notre procédure sont principalement :

Les erreurs systématiques : le goniomètre mal réglé, l'optique mal centré, l'échantillon mal centré... ;

Les erreurs de calcul (d'arrondi) ;

Les erreurs statistiques ;

Les erreurs issues de la première source doivent de préférence être éliminées avant la collection des données expérimentales. Sinon elles peuvent être éliminées par l'étalonnage dans le traitement des données.

Les erreurs issues de la deuxième source ne peuvent être éliminées que par un bon choix des plans diffractants. Le modèle de cette source des erreurs statistiques est détaillé dans la référence [87].

3.5.2. Erreurs liées à l'évaluation des contraintes

Les incertitudes sont analysées en fonction du nombre de plans au calcul et de la variation de $\Delta 2\theta$. Les données ci-dessous sont les contraintes de la position de Joint 1 des bi-cristaux cuivre à l'état initial. Les contraintes sont calculées par les 24 plans de diffraction. Les familles des plans qui ont contribué au calcul sont : (2 0 0), (2 2 0),

(2 2 2), (3 1 1). N est le nombre de plans pour lesquelles les positions de pics 2θ varient $\pm 0.02^\circ$ ou $\pm 0.1^\circ$ par rapport les positions des pics acquis. Quand $N=0$, le tenseur de contraintes est calculé à partir de toutes les positions de pics optimisés.

- Les contraintes et les incertitudes en fonction du $\Delta 2\theta$

Tableau 3-3: Les contraintes et l'incertitudes en fonction du $\Delta 2\theta$

N	$\Delta 2\theta = -0.02^\circ$			$\Delta 2\theta = +0.02^\circ$			$\Delta 2\theta = -0.1^\circ$			$\Delta 2\theta = +0.1^\circ$		
	Tenseur de contraintes (Mpa)			Tenseur de contraintes (Mpa)			Tenseur de contraintes (Mpa)			Tenseur de contraintes (Mpa)		
0				-48±40	-27±15	10±10						
				-28±15	-35±35	-5±10						
				11±10	-5±10	0±30						
1	-55±35	-23±15	7±10	-55±35	-23±15	7±10	-82±55	-11±15	-3±10	-13±60	-43±20	23±10
	-24±15	-47±35	-4±10	-24±15	-47±35	-4±10	-11±20	-90±45	-1±10	-45±20	20±50	-9±10
	8±10	-5±10	0±30	8±10	-5±10	0±30	-3±10	-1±10	0±40	10±10	-9±10	0±45
5	-56±40	-20±15	9±10	-56±40	-20±15	9±10	-89±90	9±30	3±15	-7±90	-62±30	16±15
	-20±15	-48±35	-4±10	-20±15	-48±35	-4±10	9±30	-96±80	0±20	-64±30	-26±80	-10±20
	10±10	-4±10	0±35	10±10	-4±10	0±35	4±15	-1±20	0±70	17±15	-10±20	0±70
10	-51±40	-24±15	8±10	-45±45	-29±15	12±10	-62±90	-15±30	-1±15	-34±95	-38±30	21±20
	-25±15	-42±35	-6±10	-30±15	-29±40	-4±10	-15±30	-68±75	-8±20	-40±30	-3±80	-2±20
	9±10	-6±10	0±30	13±10	-5±10	0±35	0±15	-8±20	0±65	22±20	-2±20	0±75
15	-49±40	-24±15	8±10	-46±40	-29±15	12±10	-57±60	-14±20	0±10	-39±60	-40±20	19±10
	-25±15	-41±35	-4±10	-30±15	-29±35	-6±10	-14±20	-66±50	-1±15	-42±10	-4±50	-9±15
	9±10	-5±10	0±30	13±10	-6±10	0±30	1±10	-2±15	0±45	21±10	-9±15	0±45

Si $\Delta 2\theta$ est $\pm 0.02^\circ$, les contraintes et les incertitudes ne changent pas beaucoup par rapport aux contraintes calculées issues des pics optimisés. Mais si $\Delta 2\theta$ est $\pm 0.1^\circ$, les contraintes et les incertitudes changent de façon très importantes par rapport aux contraintes calculées issues des pics optimisés. On prévoit que les variations de contraintes sont très petites lorsque $\Delta 2\theta$ est inférieur à $\pm 0.02^\circ$. On peut donc dire que la précision de la valeur 2θ doit être mieux que 0.02° pour calculer les contraintes dans notre méthode d'analyse cristalline. La précision de la machine Philips remplit cette condition car elle est inférieure à $0,02^\circ$.

- Les contraintes et les incertitudes en fonction du nombre de plans

Dans le tableau ci-dessous, on calcule les contraintes et les incertitudes en fonction de différentes familles de plans (2 0 0), (2 2 0), (2 2 2), (3 1 1) où les pics qui ont contribués aux calculs sont optimisées

Tableau 3-4: Les contraintes et les incertitudes en fonction du nombre de plans

Nombre de plans	Contraintes et Incertitudes (Mpa)		
12	-54±35	-30±10	11±10
	-32±10	-37±30	-5±10
	12±10	-6±10	0±30
18	-51±30	-30±15	11±10
	-31±10	-37±30	-6±10
	12±10	-7±10	0±30
24	-40±30	-20±10	10±10
	-28±10	-28±30	-5±10
	11±10	-5±10	0±30

Il est important de choisir le nombre de plans qu'on utilise pour le calcul. On constate que les valeurs des contraintes sont plus stables si le nombre de plans est supérieur à 18. Ceci nous dit que le nombre de plans à mesurer doit être égale à 24 ou plus pour obtenir une valeur plus précise.

3.6. Conclusions

Ce chapitre était consacré à l'optimisation et au traitement des raies de diffraction X pour introduire les contraintes dans les matériaux analysés. Une procédure d'optimisation en φ , ψ et ω est proposée. A l'aide de la procédure de lissage de pic de diffraction, on trouve la valeur 2θ de façon précise pour calculer la contrainte. Les déterminations des contraintes sur une éprouvette de bi cristaux de cuivre sont expérimentalement réalisées. Les résultats nous permettent de valider cette nouvelle méthode pour déterminer des déformations et des contraintes à l'échelle du grain sur le matériau cristallin à structure quelconque. Enfin, l'anayse des incertitudes est discutée à la fin de ce chapitre. Les résultats démontrent que une résolution de 0.02° en 2θ est exigée pour avoir moins de 20MPa de variation sur les valeurs de contraintes. Un minimum de 18 plans à mesurer est proposé pour avoir un meilleur précision et stabilité de résultats.

Suivant cette méthodologie, une expérimentation permettant d'analyser des contraintes à l'échelle des grains sur une couche galvanisée sera réalisée dans le chapitre suivant.

CHAPITRE 4. : APPLICATION DE L'ETUDE D'UNE COUCHE GALVALISEE

4.1. Cristallographie du zinc

4.1.1. Structure cristalline

Lorsqu'il est solide, le zinc (Annexe 1) est de structure hexagonale compacte qui se présente de la manière suivante : au sein d'une maille hexagonale, composée de six sous-prismes droits dont la base est un triangle équilatéral, trois atomes occupent le centre de trois sous-prismes séparés d'un sous-prisme vide, empilement de plans de sphères jointives comme indiqué sur la figure (figure 4-1).

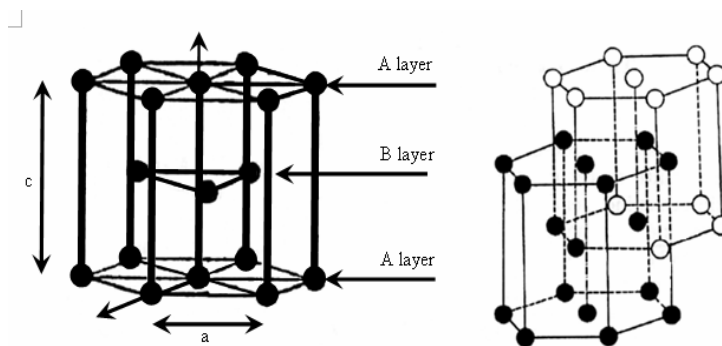


Figure 4-1 : Structure hexagonale compacte

L'empilement est dit de type AB par opposition à la structure cubique à faces centrées, qui est un empilement de type ABC. La maille cristalline conventionnelle peut donc se décomposer en deux mailles élémentaires décalées (figure 4-1).

Dans sa structure idéale, chaque atome de la maille hexagonale compacte a 12 plus proches voisins, à une distance notée a . Ainsi la maille hexagonale compacte va être

décrite par le rapport $\left(\frac{c}{a}\right)$ qui traduit l'élancement de la maille. Une structure

hexagonale de compacité maximale possède un rapport $\frac{c}{a} = \sqrt{\frac{8}{3}} \approx 1.633$. Les

matériaux hexagonaux se divisent donc en deux grandes familles : ceux pour lesquels

le rapport $\frac{c}{a}$ est inférieur à 1.633 et ceux pour lesquels il est supérieur. Le zinc

appartient à cette dernière catégorie puisque son rapport $\frac{c}{a}$ vaut 1.856 ($a = 2.6648 \text{ \AA}$ et $c = 4.9467 \text{ \AA}$). Chaque atome de zinc possède donc six plus proches voisins inclus dans le plan basal. Dans le zinc, le plan le plus dense, donc celui sur lequel on prévoit, a priori, le glissement le plus facile est le plan basal.

Les sites interstitiels se situent, comme dans le cas de la structure CFC, au centre d'octaèdres (un site par atome de Zn) et de tétraèdres (deux sites par atome). Dans le cas d'une structure idéale, le rayon maximal des interstitiels admis est de $0.41r$ pour les sites octaédriques et de $0.22r$ pour les sites tétraédriques, si r est le rayon des sphères dures servant à modéliser la structure.

4.1.2. Indexation cristallographique

Il existe plusieurs indexations en vigueur pour décrire la maille hexagonale. La plus ancienne est celle issue de la maille primitive, appelée notation de Miller ou notation à trois axes notée suivant la base $(\underline{a}_1, \underline{a}_2, \underline{a}_3)$. La notation de Miller-Bravais, ou notation à quatre indices est très proche de celle de Miller mais largement plus utilisée car elle permet de bien rendre compte les symétries le long de l'axe sénaire. Elle est décrite par les vecteurs $(\underline{a}_1, \underline{a}_2, \underline{a}_3, \underline{c})$. Pour les calculs, nous utiliserons la notation qui s'appuie sur la base dite orthohexagonale où chacun des vecteurs \underline{e}_i est de norme $|\underline{e}_i|$. Ces deux systèmes de coordonnées sont schématisés sur la figure (figure 4-2).

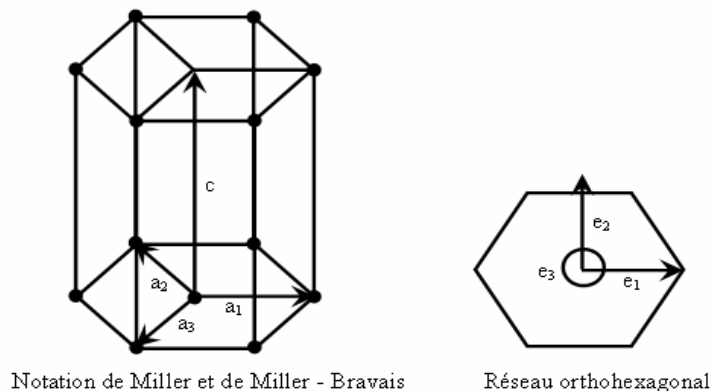


Figure 4-2 : Systèmes de coordonnées de la maille hexagonale

Le passage du système de Miller-Bravais au système orthohexagonal s'effectue par la matrice de passage suivante :

$$(4-1) \quad [UVW] = \begin{pmatrix} \frac{3a}{2} & 0 & 0 & 0 \\ a\sqrt{3} & a\sqrt{3} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u \\ v \\ t \\ w \end{pmatrix}$$

D'où réciproquement :

$$(4-2) \quad [uvw] = \begin{pmatrix} 2 & 0 & 0 \\ -1 & \sqrt{3} & 0 \\ -1 & -\sqrt{3} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{3a}{c} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} U \\ V \\ W \end{pmatrix}$$

Ces deux systèmes de coordonnées sont résumés sur la figure ci-dessous (figure 4-2).

Dans notre travail, les indices des plans du système hexagonal sont définis à partir de 4 vecteurs de base $\underline{a}_1, \underline{a}_2, \underline{a}_3, \underline{c}$. Dans la notation à quatre indices, les plans $\{h, k, i, l\}$ et les directions $\langle uvw \rangle$ vérifient les relations :

$$(4-3) \quad \begin{cases} i = -(h + k) \\ t = -(u + v) \end{cases}$$

Il est important de noter pour le système hexagonal qu'en règle générale, une direction donnée n'est pas orthogonale au plan de mêmes indices sauf pour les directions de type $[0001]$ et $\langle khi0 \rangle$. Un plan d'indices $\{h, k, i, l\}$ possèdera une normale d'indices :

$$(4-4) \quad \left\langle h \quad k \quad i \quad \frac{3l}{2C^2} \right\rangle \text{ avec } C = \left(\frac{c}{a}\right)$$

4.2. Comportement mécanique du zinc

4.2.1. Mode de déformation

D'après l'analyse faite par Taylor [88], un matériau a besoin de cinq modes de déformation indépendants pour pouvoir s'écouler plastiquement sans produire de fissure. Nous allons voir que cela peut impliquer pour tous les hexagonaux compacts la nécessité d'un mode de déformation autre que le glissement cristallographique, ou le maillage.

Il existe principalement deux types de dislocations au sein du zinc qui sont les dislocations dont les vecteurs de Burgers sont de type \underline{a} et de type $(\underline{c}+\underline{a})$. Dans le système hexagonal, les glissements observés sont, le glissement basal $\{0001\}$, le glissement prismatique $\{\bar{1}\bar{1}00\}$ et les glissements pyramidaux $\{\bar{1}\bar{1}01\}$ et $\{11\bar{2}\bar{2}\}$. Les quatre types de glissement possibles sont résumés dans le tableau 4-1 illustrés par la figure 4-3 [89-90].

Tableau 4-1 : Modes de déformation indépendants du Zinc

Direction	Plan	Éléments Cristallographiques	Nombre de systèmes
\underline{a}	Basal	$(0001) \langle 11\bar{2}0 \rangle$	3
\underline{a}	Prismatique	$\{\bar{1}\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	3
\underline{a}	Pyramidal π_1	$\{\bar{1}\bar{1}01\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	6
$\underline{a} + \underline{c}$	Pyramidal π_2	$\{11\bar{2}\bar{2}\} \langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$	6

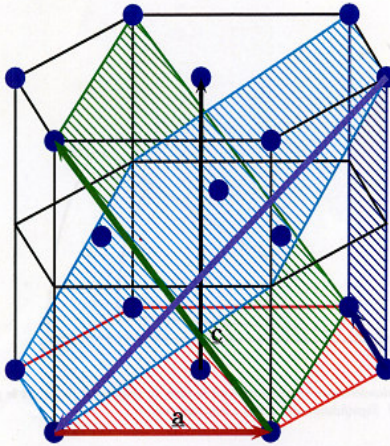


Figure 4-3 : Principaux plans et directions de la maille h.c.p.

Rouge : glissement basal, bleu : glissement prismatique, vert : glissement pyramidal π_2 , cyan : maclage

Le glissement basal et le glissement prismatique qui sont les modes de glissement suivant \underline{a} n'offrent que 4 modes indépendants, cristallographiquement équivalents aux quatre systèmes indépendants du glissement pyramidal de vecteur \underline{a} .

Le maclage est un processus de déformation qui amène le réseau déformé symétriquement au réseau non déformé (figure 4-4). Comme le glissement, il est défini par un plan, une direction de maclage et une contrainte de cisaillement de maclage. Le mode de déformation est très facilement observé dans le réseau hexagonal

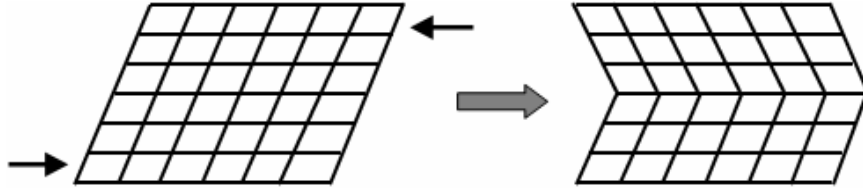


Figure 4-4: Schéma du maclage dans le cas d'un réseau bidimensionnel.

Le maclage est un mode de déformation primordial pour l'ensemble des hexagonaux compacts. On appelle macle, non pas comme en minéralogie, l'ensemble de deux cristaux liés par des relations d'orientation simples, mais la partie de métal ayant cette relation d'orientation par rapport au cristal parent. La description physique du maclage se fait généralement par le biais d'une déformation homogène s'appliquant sur une région d'un cristal et dont le produit final, la partie maclée, conserve une structure identique mais orientée différemment. Cela implique donc une invariance volumique et, de ce fait, une description en terme de cisaillement est possible.

4.2.2. Anisotropie élastique du zinc

Le zinc est un matériau fortement anisotrope. Le tenseur \underline{E} des raideurs isotrope transverse (dans le repère orthoexagonal), pris en compte dans les calculs, est de la forme :

$$E_{1111} = 165 \text{ GPa} \quad , \quad E_{2222} = 165 \text{ GPa} \quad , \quad E_{3333} = 61.8 \text{ GPa} \quad , \quad E_{1212} = 33.5 \text{ GPa} \quad , \\ E_{2323} = 19.8 \text{ GPa} \quad , \quad E_{3131} = 19.8 \text{ GPa} \quad , \quad E_{1122} = 31.1 \text{ GPa} \quad , \quad E_{2233} = 50 \text{ GPa} \quad , \quad E_{3311} = 50 \text{ GPa} \quad .$$

Ces valeurs sont issues de Handbook [91].

4.2.3. Le facteur de Schmid

Lorsqu'un métal monocristallin est sollicité par un effort mécanique quelconque, la déformation plastique est déclenchée quand la contrainte de cisaillement sur un des systèmes de glissement dépasse la cission critique. En traction uniaxiale, par exemple,

la contrainte de cisaillement appliquée sur un système de glissement est donnée par la relation :

$$(4-5) \quad \tau = \frac{F}{A} \cos \phi \cos \lambda$$

Avec F effort de traction

ϕ angle que fait la normale du plan de glissement avec l'axe de glissement

λ angle entre la direction de glissement et l'axe de traction (figure 4-5)

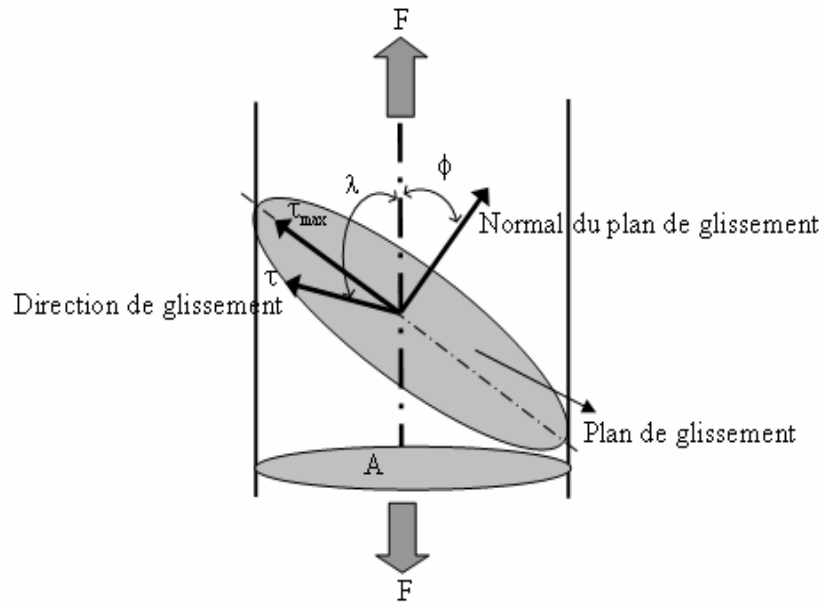


Figure 4-5 : Relation entre la contrainte de traction uniaxiale et la contrainte de cisaillement sur un plan de glissement

Le produit $(\cos \phi \cos \lambda)$, appelé facteur de Schmid, a une valeur maximale de 0.5 lorsque ϕ et λ sont tous les deux égaux à 45° et tend vers zéro lorsque ϕ ou λ tend vers zéro. Ainsi la contrainte de cisaillement sur les différents systèmes de glissement dans le cristal dépend de l'orientation des axes cristallographiques du cristal par rapport à l'axe de traction et, pour une orientation donnée, le système de glissement qui est activé en premier lieu est celui pour lequel le facteur de Schmid est le plus grand. En traction uniaxiale, la limite d'élasticité d'un monocristal est anisotrope et sa valeur pour une orientation donnée du monocristal est donnée par la relation suivante :

$$(4-6) \quad \sigma_e = \frac{\tau_0}{(\cos \phi \cos \lambda)^*} = \frac{1}{m^*} \tau_0$$

m^* est la plus grande valeur du facteur de Schmid dans le cristal pour l'orientation considérée.

Pour les monocristaux la contrainte appliquée pour le glissement facile dépend de l'orientation, mais la cisssion résolue (CR) calculée n'en dépend plus. Pour simplifier, la CR critique correspond à la contrainte nécessaire à la multiplication des dislocations dans leur plan de glissement. Mais les dislocations peuvent glisser pour des contraintes plus petites : une observation minutieuse révèle, avant le glissement facile, une partie d'allure parabolique qui débute à la limité d'élasticité du monocristal τ_0 [89].

4.3. Les revêtements de zinc sur tôles galvanisées

4.3.1. Galvanisation à chaud

L'acier est un matériau d'utilisation courante en raison de sa longévité et de ses caractéristiques mécaniques et économiques. Mais sans protection efficace, il rouille et entraîne en plus du préjudice esthétique, des coûts de maintenance élevés. C'est pour quoi il est indispensable de trouver un moyen durable de le protéger contre la corrosion. La galvanisation à chaud est le procédé efficace. Elle consiste à immerger dans le zinc fondu à 450°C, l'acier qui a subi préalablement une préparation par voie chimique. Les propriétés électrochimiques du zinc au contact de l'acier vont alors le protéger longuement contre la corrosion. Contrairement à la peinture, le revêtement de galvanisation ne peut pas se détacher. Il est allié à la surface de l'acier, recouvrant toute la surface de la pièce, à l'intérieur comme à l'extérieur.

Pour ce faire, la surface des pièces à recouvrir doit être soigneusement préparée afin de permettre la réaction du zinc et de l'acier. C'est pourquoi avant l'immersion dans le bain de zinc, les pièces à galvaniser doivent passer par trois stades : dégraissage, décapage et fluxage.

Après ces étapes préparatoires, l'acier est plongé dans un bain de zinc en fusion (température comprise entre 440° et 460°). La durée de cette immersion est fonction du volume de la pièce à galvaniser.

Voici la composition de la microstructure d'un revêtement de zinc après immersion (figure 4-7)

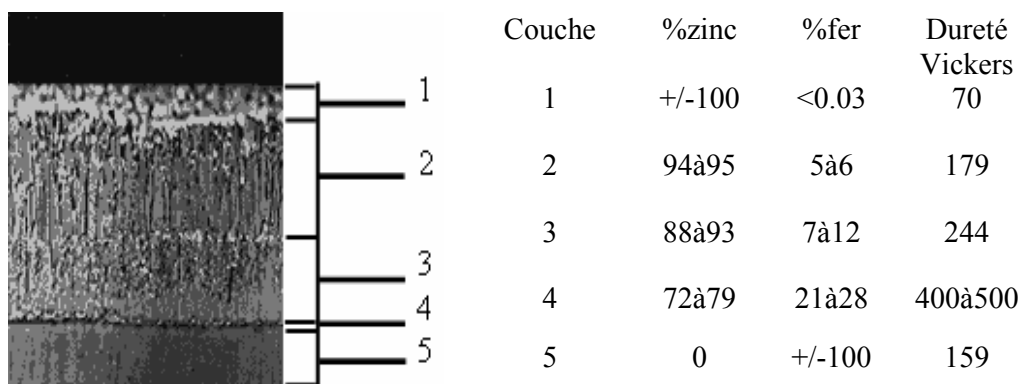


Figure 4-7 : Illustration de composition de la microstructure d'un revêtement de zinc après immersion. (Source : Association française pour le développement de la galvanisation à chaud)

4.4. Matériau étudié

Nous allons à présent passer en revue le matériau étudié pour ce travail. Dans la tôle revêtue, les gros grains de Zinc sont bien visibles (figure 4-8 (a)). On les appelle ici multi cristaux. On peut aussi découvrir d'après l'analyse en microscopie électronique à balayage que l'épaisseur de cette couche Zinc est de l'ordre de 10 μm (figure 4-8 (b)).

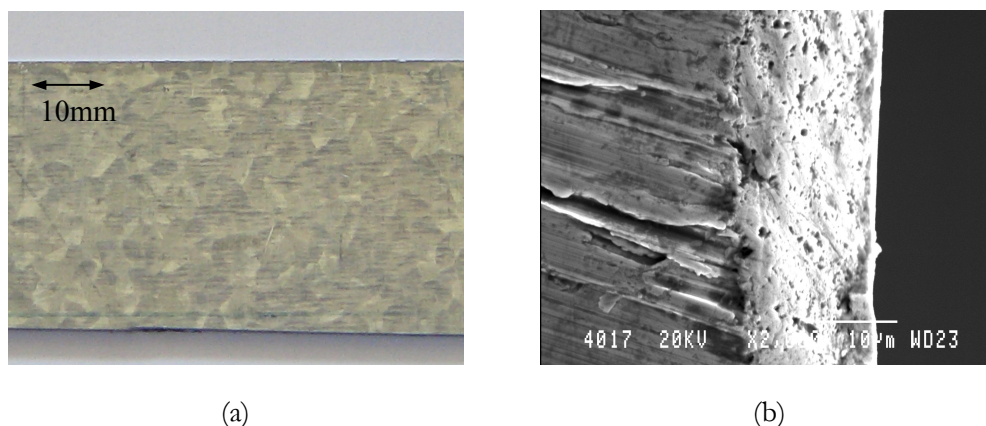


Figure 4-8 : Plaque galvanisée (a) ; épaisseur de revêtement après l'analyse au microscopie électronique à balayage (b)

4.4.1. Substrat

Pour bien connaître les éléments chimiques dans le substrat, on a fait une analyse rayon X sur le substrat d'acier. D'après le spectrogramme (figure 4-9), l'élément dans le substrat est bien Fer.

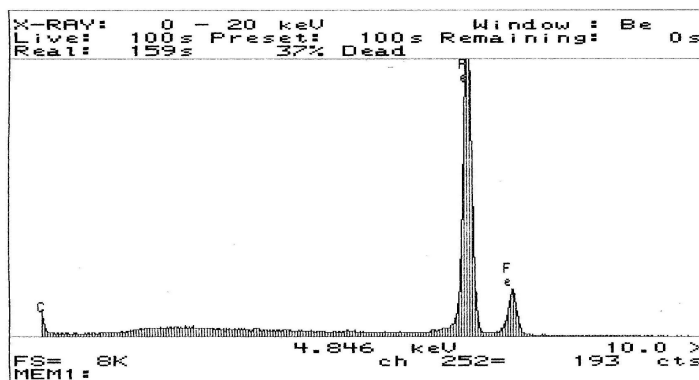


Figure 4-9 : Analyse rayons X sur le substrat de l'échantillon.

4.4.2. Revêtements de zinc

En vue de l'examen microscopique, les principaux éléments du process sont les suivants :

Les trois échantillons 25mm×10mm font parti d'une grande plaque acier galvanisé.

Enrobage d'échantillons

Pour bien observer la section de revêtement de zinc sur l'acier, on enrobe les trois échantillons. On dégraisse préalablement l'échantillon à l'acétone. On emploie l'enrobage à chaud dans une résine phénolique contenant des fibres de carbone, car il ne laisse pas de retrait entre la résine et le revêtement et la résine a la bonne dureté permettant de maintenir les échantillons en plat.

Pré polissage et polissage

Les échantillons d'acier galvanisés ont été polies sur des papiers de carbure de silicium de granulométrie variée (800, 1200, alumine).

Nettoyage

Le zinc réagit à l'eau, ce qui rend difficile le nettoyage des échantillons. On rince les échantillons à l'alcool pur et on les laisse sécher dans l'air.

Attaque

Le réactif d'attaque le plus commun pour les revêtements de zinc est un acide nitrique à l'alcool de 0,5 à 1%. Les temps d'attaque sont très courts (secondes) et le phénomène de sur-attaque survient très facilement car chaque revêtement réagit différemment.

La morphologie de ce revêtement de Zinc est observée avec un microscope optique. D'après la figure 4-10 (a), la taille de grains de zinc est de 800 à 1000 μm . La morphologie du revêtement de zinc présente une structure dendritique comme le montre la figure 4-10(b).

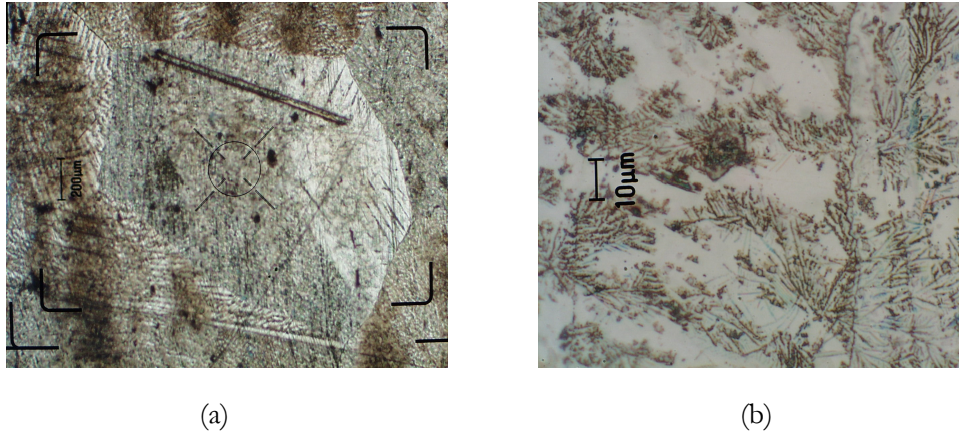


Figure 4-10 : Un grain observé avec microscope (a) et microstructure du revêtement du zinc (b).

Après l'attaque chimique, on observe que l'épaisseur du zinc d'échantillon est de l'ordre de 10 μm et que le revêtement de zinc et le substrat ne sont pas dans le même plan en raison des différentes réactions vis à vis à l'attaque chimique du revêtement de zinc et du substrat.

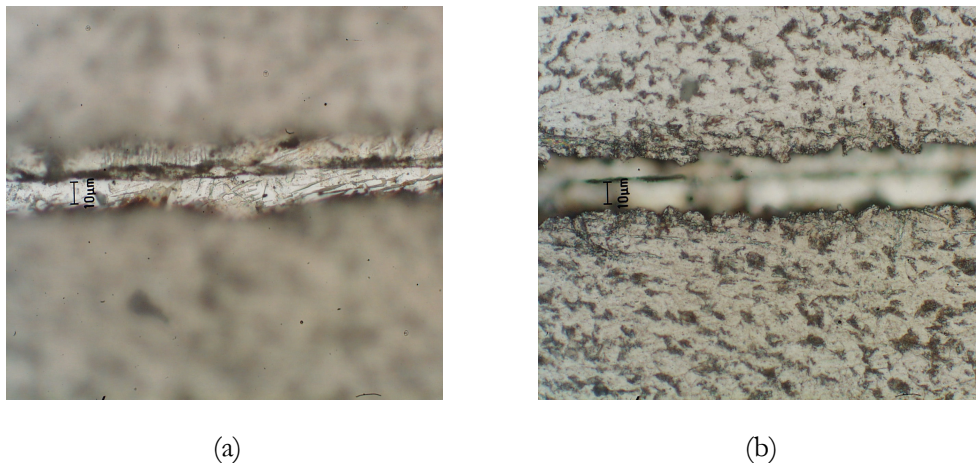


Figure 4-11 : L'épaisseur du revêtement (a) et aspect de la section pour le substrat (b).

Ce revêtement est principalement constitué de zinc. Il est donc ductile, ce qui lui permet d'avoir un taux de déformation important. Les figures montrent que

l'évolution de la dureté en fonction de la force appliquée et de la profondeur respectivement (figure 4-12).

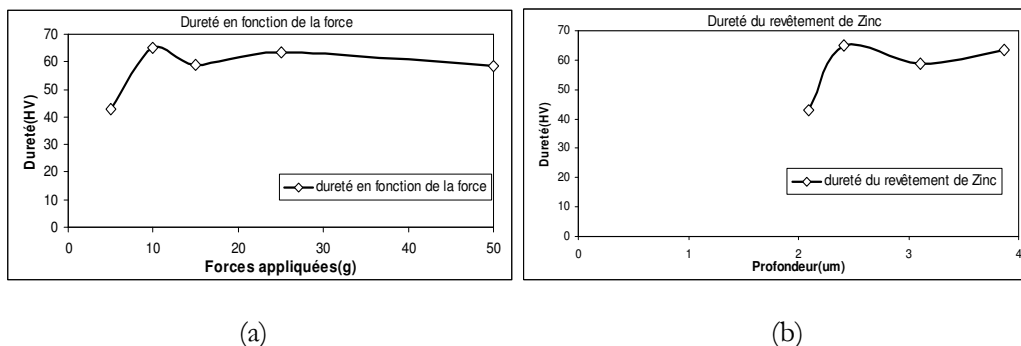


Figure 4-12 : Micro dureté en fonction de la profondeur (a) et micro dureté en fonction de la force (b)

On trouve que la dureté de ce revêtement de zinc est de l'ordre de 60 HV.

On fait également l'analyse qualitative par rayon X sur le revêtement de zinc. Le résultat obtenu est présenté dans la figure ci-dessous (figure 4-13). On observe que les éléments dans le revêtement sont : Na, Zn, Fe, Cu.

On peut expliquer que l'élément Na survient lors de la préparation du revêtement de zinc.

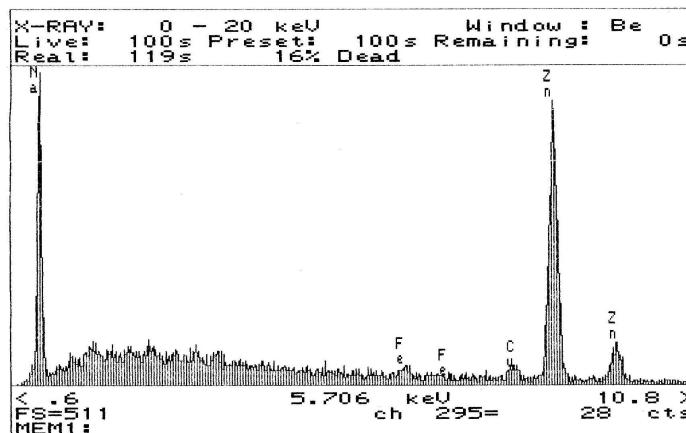


Figure 4-13 : Analyse qualitative sur le revêtement de zinc

4.5. Moyens expérimentaux mis en œuvre

Les mesures ont été menées sur le diffractomètre Philips X'Pert équipé d'un goniomètre quatre cercles et d'une platine porte-échantillon entièrement motorisée.

De conception récente, le goniomètre affiche une précision mécanique au millième de degré sur les axes 2théta et oméga, au centième sur les axes phi et psi. L'optique avant est constituée verticalement de fentes réglables. Le goniomètre a été utilisé en configuration à fentes parallèles, avec un monochromateur et un détecteur ponctuel, et monté en tube cuivre.

Un ordinateur pilote ce goniomètre. Un logiciel x'Pert Data Collector nous permet rapidement d'acquérir le spectre de diffraction. Le logiciel Profit permet également de traiter les raies de diffraction afin de déterminer la position précise du pic de diffraction.

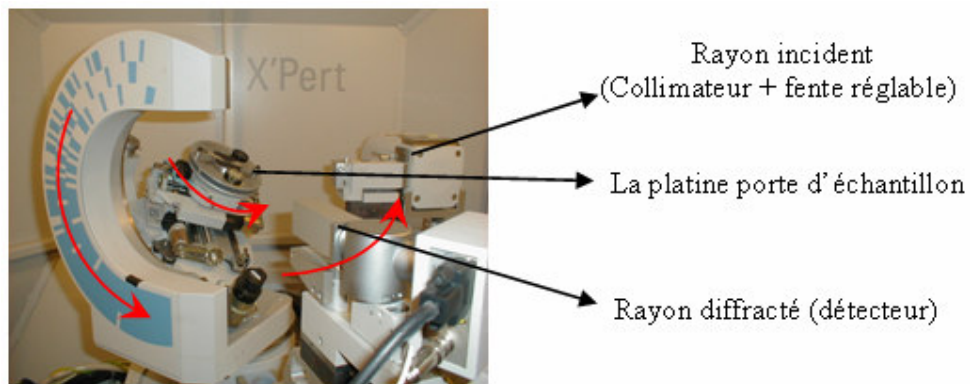


Figure 4-14 : Diffractomètre Philips X'Pert



Figure 4-15 : L'ensemble de dispositif.

4.6. Contraintes résiduelles de la couche galvanisée avant et après recuit.

4.6.1. Préparation d'échantillon

L'échantillon utilisé est de petite taille 20 x 10 x 2 mm. Il est découpé dans une plaque d'acier galvanisé. Grâce à l'observation du revêtement de zinc par microscopie, on distingue que la taille de grain est identique à la division qu'on pourra observer visuellement.

Pour connaître la distribution des orientations de grains, quatre grains voisins sont localisés et analysés. Les figures ci-dessous présente la morphologie des 4 grains et les dimensions de l'échantillon étudié.

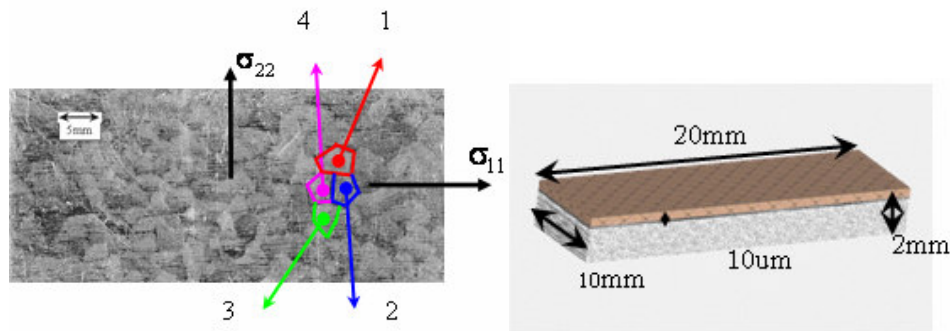


Figure 4-16 : Quatre grains étudiés et la dimension de l'échantillon étudié.

A l'échelle d'un grain, le domaine cohérent de diffraction est assimilable au grain, qu'il est nécessaire d'isoler :

Soit en limitant physiquement la zone ; en pratique, il s'agirait de focaliser le faisceau incident sur le grain étudié ; mais un phénomène d'étalement du faisceau perturberait la mesure aux faibles incidences. On recourt alors à un masquage qui ne laissera apparaître que la zone désirée. La taille de faisceau est de l'ordre de 2 millimètre dans cette étude.

Soit en identifiant l'origine de chacun des signaux diffractés, pour ne conserver que ceux provenant du même grain ; cette opération peut conduire à des confusions si les grains sont trop nombreux.

Dans notre expérimentation, nous avons opté pour une combinaison des deux méthodes, qui s'avèrent à l'expérience complémentaire.

4.6.2. Orientation des grains

Pour connaître l'orientation de ces 4 grains, les plans (006) et (104) sont analysés par DRX. Les figures de pôles sont affichées ci-dessous.

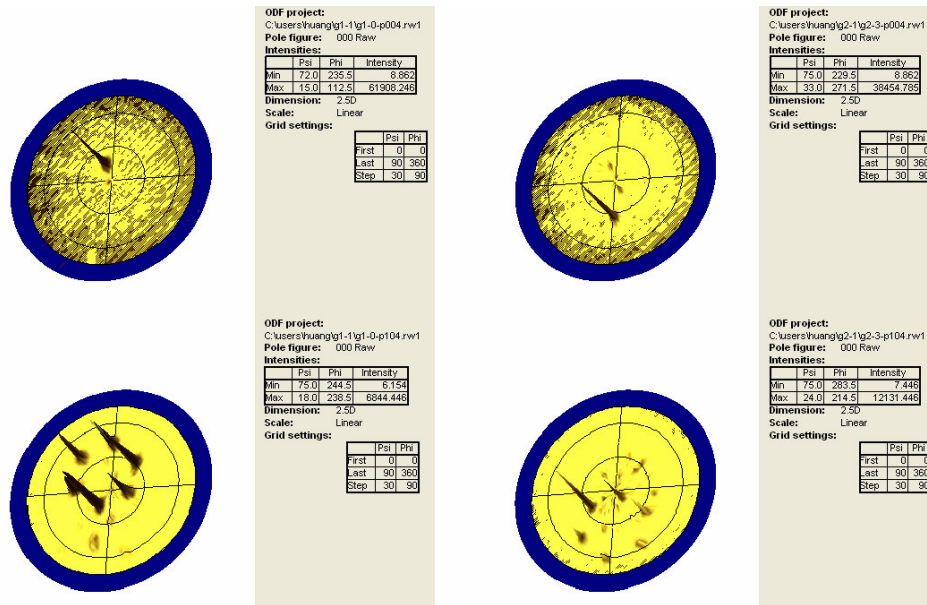


Figure 4-17 : Figures de pôles autour des plans (006) (haut) et (104) (bas) pour le grain n°1 (gauche) et le grain n°2 (droite)

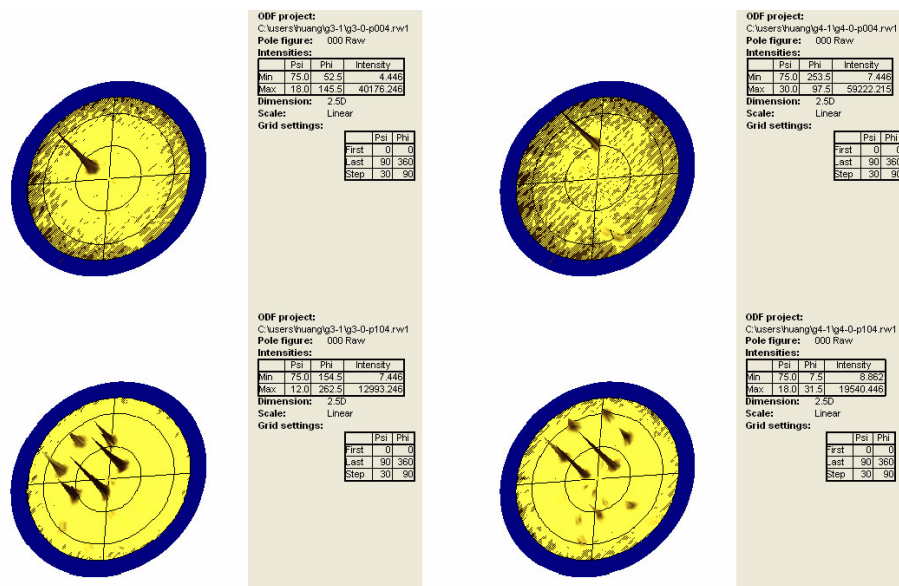


Figure 4-18 : Figures de pôles autour des plans (006) (haut) et (104) (bas) pour le grain n°3 (gauche) et le grain n°4 (droite)

Selon ces figures de pôles, on trouve que dans le grain n°2 l'intensité de diffraction n'est pas assez grande sur certaines tâches de diffraction. On peut dire qu'il y a de petites cristallites dans ce grain ou près du joint de grain.

L'orientation analysée de chaque grain localisé a été déterminée à partir des acquisitions des figures de pôles (tableau 4-2).

Tableau 4-2 : Les positions géométriques de 4 grains étudiés dans l'échantillon

Grain Plan (0 0 6)	1	2	3	4
$\psi(^{\circ})$	14.4	33.37	19.17	31
$\varphi(^{\circ})$	112.44	273.52	144.05	96.08

Selon la famille des plans {006}, on peut constater que chaque grain de Zinc est orienté différemment malgré le fait que ces 4 grains se trouvent côte à côte.

4.6.3. Recuit de l'échantillon

Dans cette expérimentation, les 4 grains étudiés sont recuits dans un four sous vide à différentes températures. Les conditions de recuit sont affichées dans le tableau 4-3.

Tableau 4-3 : Différents étapes de recuit

État	Température de recuit sous vide T (°C)	Temps de recuit t (h)	
1	Etat initial	-	Refroidissement dans le four sous vide
2	150	2	
3	200	2	

4.6.4. Evolution des raies de diffraction

Dans les grains étudiés, les contraintes résiduelles sont relaxées après chaque recuit. les positions des raies de diffraction sont déplacées. Du point de vue microscopique, les distances des plans sont changées dues à la relaxation de contraintes. On prend l'exemple de plan (006) (figure 4-19). Les raies sont déplacées vers la droite, c'est à dire que 2θ augmente. Aussi on peut dire que la distance inter réticulaire du plan (006) diminue. Ce changement démontre que la contrainte résiduelle existe en compression dans ce grain.

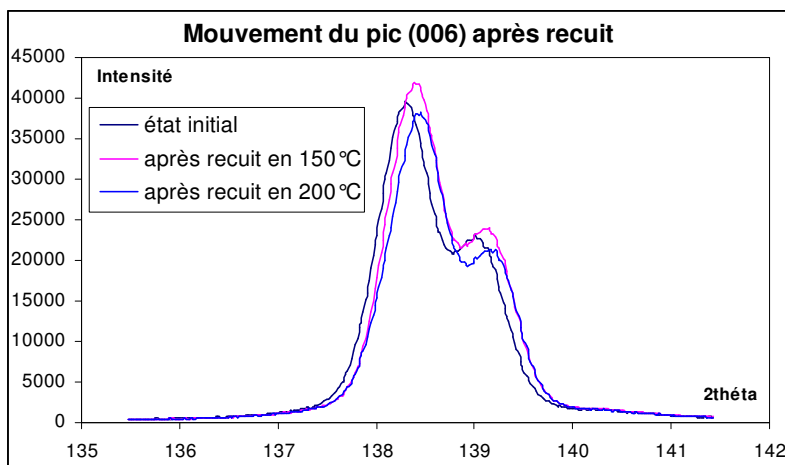


Figure 4-19 : Déplacement des raies de diffraction après les recuits

4.6.5. Contraintes résiduelles et leur évolution

L'objectif étant de quantifier les contraintes internes, il faut d'abord mesurer les déformations, et qui dit déformation dit état initial ou état de référence.

Dans un premier temps, nous avons pris comme état de référence, et à défaut d'autre chose, les paramètres de maille tabulés. Ces paramètres doivent être ceux des grains pris isolément, c'est à dire dans une configuration monolithique et non lamellaire. En effet, les écarts observés sur les paramètres de maille a et c selon les plans choisis sont de l'ordre du millième de nanomètre, or l'écart avec les paramètres théoriques du zinc pur utilisés dans notre étude est du même ordre de grandeur.

Les familles des plans qui ont été utilisé pour les calculs sont affichées dans le tableau ci-dessous.

Tableau 4-4: Familles de plans contribuées aux calculs

Familles des plans	{006}	{104}	{202}	{203}	{105}	{114}	{212}
2théta	138,48°	90,01°	94,98°	109,25°	115,93°	116,53°	139,13°
Parts	1/24	2/24	4/24	6/24	6/24	3/24	2/24

L'anticathode utilisée est le cuivre et le longueur d'onde est 0.1540nm. Les contraintes résiduelles initiales dans ces quatre grains calculées par la méthode développée sont affichées dans le tableau 4-5.

Tableau 4-5 : Contraintes initiales dans les 4 grains

Sigma MPa (grain 1)			Sigma MPa (grain 2)		
-52	-1	-7	-62	-4	-16
-1	-58	-13	-4	-91	-23
-7	-13	-29	-16	-23	-48
Incertitude MPa			Incertitude MPa		
48	14	8	41	9	7
14	41	4	9	47	19
8	4	23	7	19	34
Sigma MPa (grain 3)			Sigma MPa (grain 4)		
-43	-9	0	-70	26	-14
-9	-29	-5	26	-146	-25
0	-5	-24	-14	-25	-33
Incertitude MPa			Incertitude MPa		
44	18	8	152	42	51
18	38	6	42	173	17
8	6	23	51	17	107

L'ensemble des calculs est réalisé dans la feuille de calcul (annexe 1). Les (ϕ , ψ) des trois premiers plans sont issus de la ou des figures de pôles d'orientation optimisées, puis reportés sur la feuille de calcul; celle-ci fournit les (ϕ , ψ) des plans suivants. Les (ϕ , ψ) initiaux sont soit calculés, soit issus des mesures.

Les entrées dans cette feuille de calcul sont, pour chaque grain, à chaque étape de recuit, les angles 2θ expérimentaux associés aux plans (hkl), et les orientations (ϕ , ψ) servent à déterminer la matrice de passage du repère cristallin au repère de l'échantillon, donc seuls trois couples (ϕ , ψ) sont nécessaires.

Nous avons fait vingt quatre mesures sur les grains 1, 2 et 4, et vingt six mesures sur le grain 3. La méthode monocristalline est fondée sur une mesure absolue de distances inter réticulaires, qui nous renseignent sur l'état présent de la maille cristalline. On a vu que l'on pouvait remonter au tenseur métrique complet de la maille. En supposant que la contrainte perpendiculaire à la surface de l'échantillon est nulle, on obtiendrait toutes les contraintes à chaque étape de recuit.

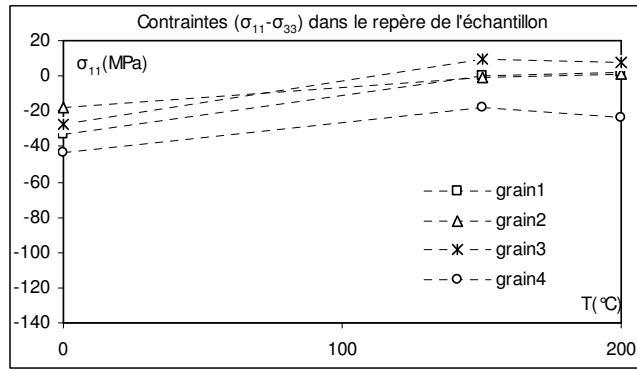


Figure 4-20 : Evolution des contraintes $\sigma_{11} - \sigma_{33}$ d'après différents recuits

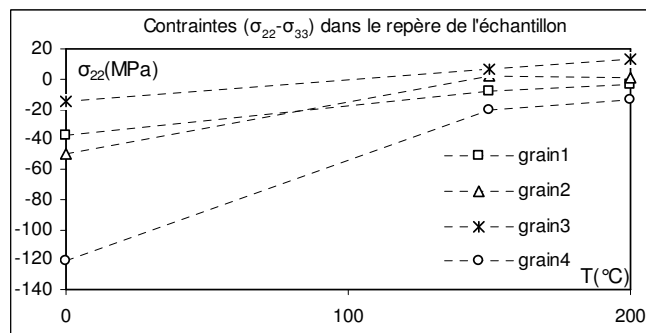


Figure 4-21 : Evolution des contraintes $\sigma_{22} - \sigma_{33}$ d'après différents recuits

Les figures précédentes montrent l'évolution des contraintes résiduelles dans le sens longitudinal et dans le sens transversal respectivement pour les 3 états microstructuraux étudiés : l'état initial, revenu à 150°C et revenu à 200°C. Nous pouvons constater qu'à l'état initial, les contraintes résiduelles sont toutes en compression dans les 4 grains étudiés ; leur niveau et leur répartition sont très différents selon les grains et selon les directions analysées. Cela signifie qu'à l'état initial, les contraintes résiduelles sont distribuées de façon assez hétérogène dans la couche galvanisée.

Après un revenu, les contraintes résiduelles de compression diminuent fortement dans les 4 grains étudiés et dans les deux directions analysées. Pour certains grains, les contraintes restent en légère compression (le grain n°4 par exemple) et pour d'autres grains, les contraintes passent en traction, notamment le grain n°3. Cela pourrait être le résultat de redistribution des contraintes à l'échelle des grains, conséquence du

phénomène de restauration, lors du revenu, de la microstructure initialement très hétérogène entre les grains.

4.7. Comportement du revêtement de zinc en traction simple.

4.7.1. Usinage et préparation des éprouvettes

Les éprouvettes sont réalisées dans des tôles d'acier galvanisé de 2mm d'épaisseur (l'épaisseur du dépôt galvanisé est de 10 μ m).

Les usinages mécaniques tel que le fraisage amènent des contraintes très importantes dans la pièce usinée. Pour éviter de modifier les contraintes résiduelles de notre échantillon, on choisit donc d'usiner les éprouvettes par électroérosion.

L'électroérosion est un procédé qui met en œuvre l'énergie électrique pour enlever du métal de la surface d'une pièce, sans établir de contact avec cette pièce. Un courant électrique de haute fréquence est appliqué entre l'électrode de l'outil et la pièce, créant des étincelles qui franchissent cet intervalle et vaporisent de petites zones de la pièce. Comme aucun effort de coupe n'est développé, il est possible, par ce procédé, d'exécuter des opérations très délicates sur des pièces minces, sans introduire de contraintes trop importantes dans la pièce.

Avant d'usiner les éprouvettes, la tôle doit être parfaitement nettoyée, sans qu'il subsiste de taches de graisse.

Le centre ENSAM de Paris ne disposant pas de machine d'électroérosion il nous a fallu envoyer les tôles au centre de Lille accompagnées du plan de fabrication suivant :

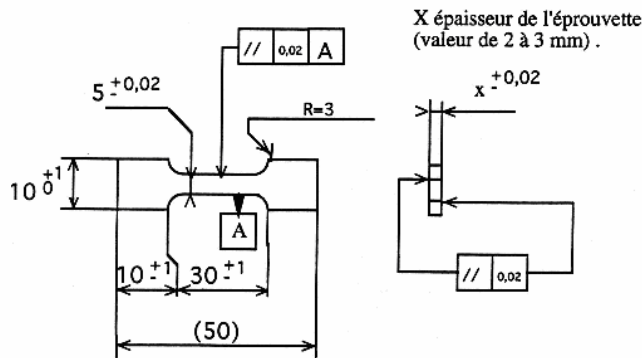


Figure 4-22 : Plan des éprouvettes

4.7.2. Orientation du monocristal

Choix des grains

On réalise notre étude sur quatre grains. Pour étudier les comportements de 4 grains étudiés, les facteurs de Schmid (annexe 2) est calculés suivant les différentes de directions dans les plans du glissement. La figure 4-23 montre l'éprouvette étudiée et les 4 grains choisis :

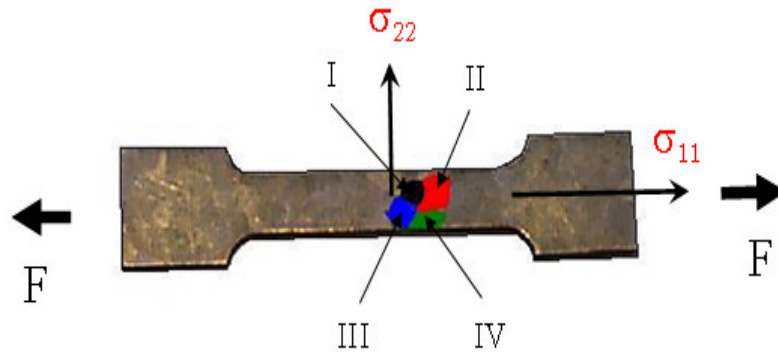


Figure 4-23 : Quatre grains choisis

Orientation des monocristaux

Après avoir sélectionné quatre grains sur l'éprouvette, la première étape consiste en l'orientation de ces grains sur le diffractomètre Philips X'Pert du LIM/ENSAM; pour cela nous commençons par effectuer les figures de pôles (FDP) de deux familles de plans (familles {104} et {006}) pour chaque grain. Ceci en isolant tour à tour chaque grain à étudier à l'aide de ruban adhésif noir.

La famille de plans {006} correspond au plan de la structure hexagonale compacte (HC), la connaissance de son orientation ne suffit donc pas pour bien orienter le grain car il reste encore un degré de liberté en rotation autour de la normale au plan basal, c'est pourquoi on étudie aussi l'orientation de la famille {104}.

L'orientation des grains se fait à l'aide d'un logiciel de cristallographie : Carine, qui permet à partir des FDP expérimentales, de déterminer les couples (φ, ψ) correspondant aux orientations des différents plans que nous étudierons en diffraction. Les angles (φ, ψ) donnés par Carine correspondent à ceux d'une maille théorique de

Zinc pur, en effet nous nous plaçons dans l'hypothèse que les grains étudiés sont des monocristaux de Zinc.

Pour limiter les erreurs sur ces orientations, il faut que les positions angulaires (φ, ψ) des pôles des FDP expérimentales soient suffisamment précises. Pour cela il est nécessaire d'optimiser les positions angulaires des FDP par la première méthode d'optimisation du signal. C'est-à-dire qu'on optimise successivement en φ puis en ψ avec le nombre d'itérations nécessaires.

Les positions de plans (006) et (104) sont présentées par les figures de pôles dans la figure 4 - 24 et la figure 4-25.

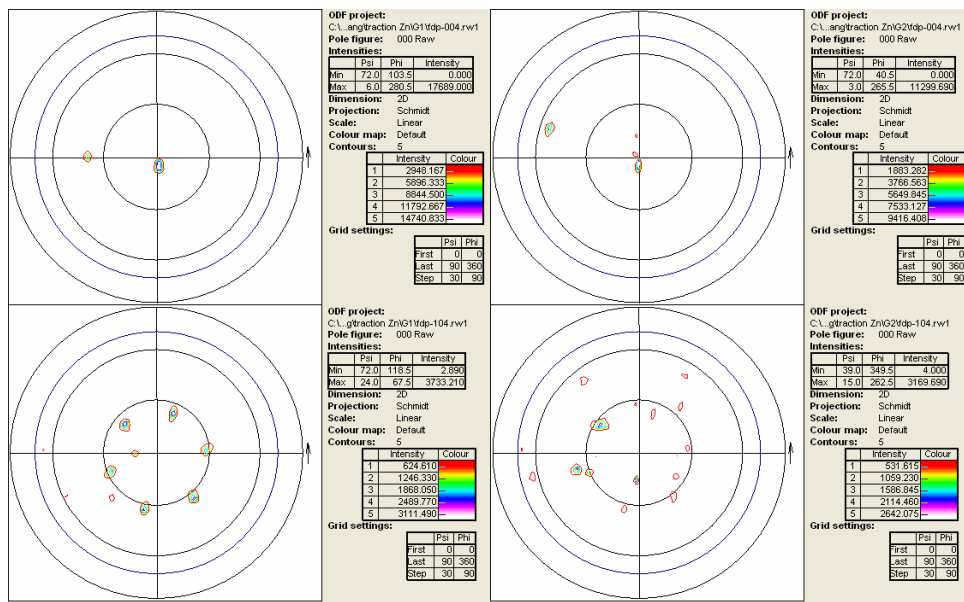


Figure 4-24 : Figures de pôles de deux familles de plans {006} et {104} pour les grains I et II

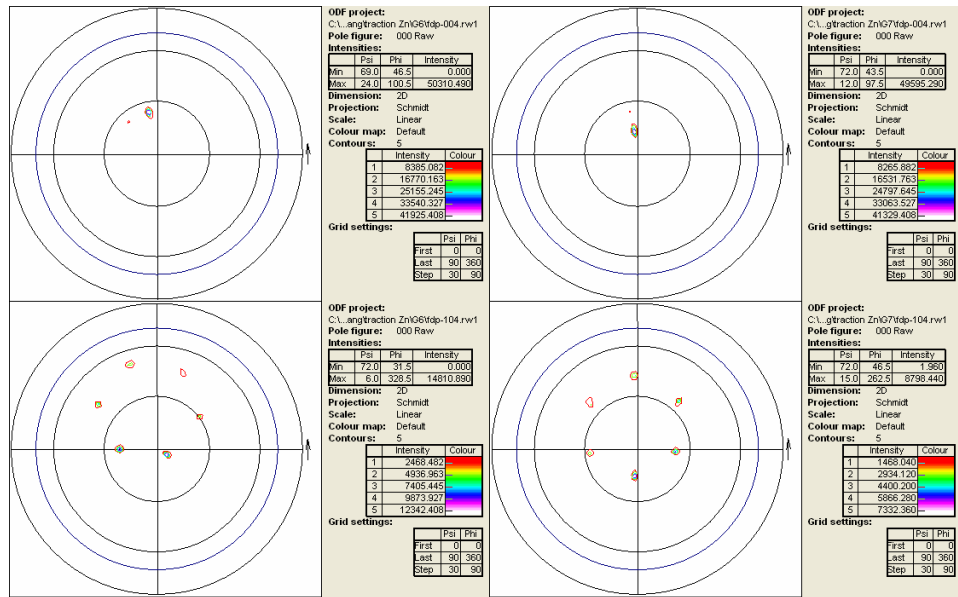


Figure 4-25 : Figures de pôles de deux familles de plans {006} et {104} pour les grains III et IV

On extrait les positions en degré dans le tableau 4-6.

Tableau 4-6 : Les positions géométrique de 4 grains analysés dans l'échantillon

Plan (006)	$\psi(^{\circ})$	$\varphi(^{\circ})$
N° de grain		
I	4.84	282.5
II	53.4	161.75
III	23.09	102.44
IV	13.04	97.75

Selon la famille des plans {006}, les orientations cristallines de chacun des 4 grains étudiés montrent que chaque grain de Zinc est orienté différemment malgré le fait que ces 4 grains se trouvent côte à côte.

Choix des familles de plans diffractés

Cette étape consiste alors à choisir les différentes familles de plans que nous ferons diffracter. La sélection de ses familles de plans doit répondre à deux critères :

Il faut tout d'abord que le 2θ soit supérieur à 90° (la précision en déformation étant liée à 2θ , plus le θ sera grand plus la précision sera bonne). De plus on choisit des

plans correspondant à des grands 2θ car une erreur de mesure aura un impact moins significatif sur un grand 2θ , que sur un petit.

Il faut ensuite que l'intensité des pics de diffraction correspondants à cette famille de plans soit importante.

Dans cette expérimentation, l'anticathode utilisée est le cuivre, d'après le spectre de diffraction sur le zinc, Les familles de plans contribuées aux calculs sont présentées dans le tableau 4-4.

4.7.3. Moyens expérimentaux

On réalise toujours les essais de diffraction sur le diffractomètre Philips X'Pert (figure 4-26).



Figure 4-26 : Ensemble de dispositifs.

Les mesures sont faites tout d'abord sur une éprouvette à l'état initial, c'est-à-dire libre de contraintes, puis à différentes étapes de la traction, tout en restant dans son domaine élastique.

Pour cela il faut munir notre éprouvette de jauges de déformation et la placer sur une machine de traction in situ (adaptée au goniomètre) avec un capteur de force.

Le montage de traction

Le laboratoire LIM dispose d'une machine de traction (figure 4-27) pouvant être montée sur la porte échantillon du goniomètre quatre cercles.

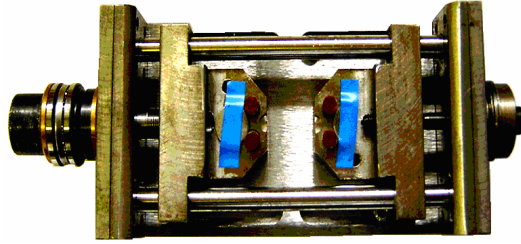


Figure 4-27 : Montage de traction

Afin d'éviter tout effet de flexion, il est impératif que l'axe central de l'éprouvette de traction soit confondu avec l'axe de traction. La solution technologique adoptée pour vérifier cette condition est d'intercaler une cale entre l'éprouvette et le support de la machine.

Les jauges de déformation

Les jauges de déformation doivent être placées sur le substrat et non sur le dépôt de zinc. En effet celui-ci étant formé de gros grains, le risque en collant les jauges dessus, est d'observer les déformations d'un ou plusieurs grains et non de l'éprouvette entière.

Pour cela, on polit mécaniquement la face arrière de l'éprouvette (celle que l'on ne fait pas diffracter) afin d'enlever la couche de dépôt galvanisé. On nettoie soigneusement et on y place une jauge bi dimensionnelle de la manière suivante :

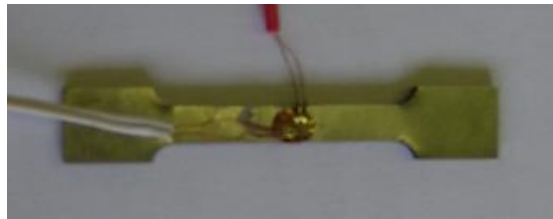


Figure 4-28 : Jauge de déformation

On aura ainsi les déformations longitudinales et transversales. Pour cela il faut veiller à coller la jauge parfaitement parallèle et perpendiculaire à l'éprouvette selon les directions longitudinales et transversales de l'éprouvette.

Montage en $\frac{1}{4}$ de pont

On choisit un montage en $\frac{1}{4}$ de pont car il a l'avantage de ne pas nécessiter de jauge de compensation. Deux fils alimentent le pont ainsi formé, et deux autres servent à resituer le déséquilibre du pont lorsque la résistance de la jauge varie.

Ce montage est le plus simple et le moins cher, cependant il présente quelques inconvénients (pertes en lignes, influence de la température sur la jauge et les câbles, etc.).

4.7.4. Analyse macroscopique de la traction

Les courbes de traction

On choisit de réaliser 6 étapes de traction tout en restant dans le domaine élastique de l'échantillon. Le zinc représentant moins de 1% en terme de volume totale on suppose que la courbe de traction de l'éprouvette sera semblable à celle de l'acier.

A chaque étape de la traction, on mesure les contraintes appliquées et les déformations juste après la traction puis après un temps de relaxation ; une demi heure.

On observe en effet une relaxation importante au bout de 30 minutes (de l'ordre d'une vingtaine de Newton pour la force et de plusieurs centièmes micromètres pour les déformations). On réalise donc les essais de diffraction une demi heure après avoir appliqué le chargement sur l'éprouvette. Dans le tableau 4-7, ϵ_{11} et ϵ_{22} sont lus respectivement les déformations longitudinales et transversales. On lit les déformations par la boîte de jauge et les chargés par le capteur de force. Les coefficients de Poisson sont également calculés à chaque étape de chargement.

Tableau 4-7 : Efforts de traction et les déformations d'après la jauge.

Etape	ϵ_{11} (avant)	ϵ_{11} (après)	ϵ_{11} (moyenne)	ϵ_{22} (avant)	ϵ_{22} (avant)	ϵ_{22} (moyenne)	Chargé (N) (avant)	Chargé (N) (après)	Chargé (N) (Moyenne)	Coefficient de Poisson (τ)
1	0	0	0	0	0	0	40	22	31	
2	0.06%	0.06%	0.06%	- 0.02%	- 0.01%	-0.01%	754	706	730	0.208
3	0.12%	0.11%	0.11%	- 0.02%	- 0.02%	-0.02%	1520	1484	1502	0.206
4	0.15%	0.15%	0.15%	- 0.03%	- 0.03%	-0.03%	2276	2236	2256	0.219
5	0.16%	0.16%	0.16%	- 0.04%	- 0.04%	-0.04%	3040	2974	3007	0.244
6	1.64%	1.61%	1.62%	- 0.78%	- 0.77%	-0.78%	3772	3710	3741	0.478

Dans l'hypothèse que le dépôt reste dans le domaine élastique pendant le chargement, les courbes de traction (obtenues à l'aides des jauges de déformation et du capteur de force) devraient être des droites de coefficient directeur égal au module d'élasticité du matériau (substrat acier + dépôt galvanisé). Le dépôt galvanisé ne représentant que 10

μm sur les 2mm d'épaisseur de l'éprouvette, on suppose que sous une sollicitation simple, les deux matériaux ont en principe d'avoir une déformation longitudinale identique et une liberté suivant vertical sur l'interface entre les deux matériaux (Matériaux composites).

On peut donc calculer le module d'Young d'après cette loi de composition :

$$(4-6) \quad E_1 = E_{\text{acier}} V_{\text{acier}} + E_{\text{zinc}} V_{\text{zinc}}$$

Ici, le module d'Young d'acier est 210GPa et celui de zinc est 78GPa. Les taux de volume de l'acier et zinc sont respectivement environ 0.95% et 0.05%. On obtient que le module d'Young de cette éprouvette est 209GPa.

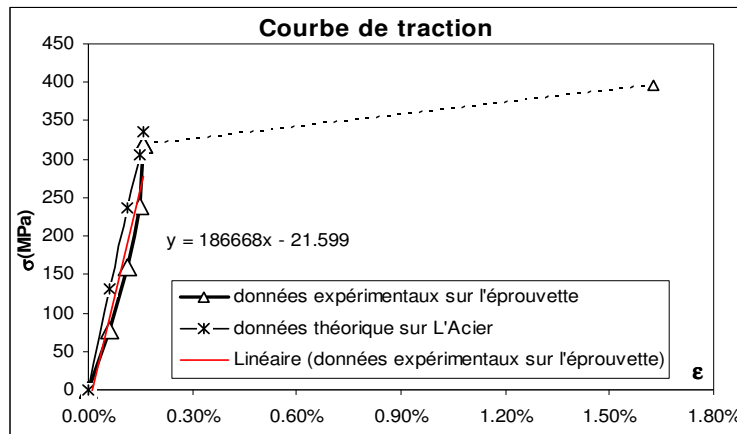


Figure 4-29 : Courbe de traction

Les courbes de traction (figure 4-29) obtenues en considérant les mesures faites juste après chaque chargement et celles obtenues une demi-heure après le chargement donnent le module d'élasticité de 186.7GPa qui est inférieur à celui calculé. Cela peut provenir d'erreurs liées au réglage avec le capteur de forces ou de la mesure des déformations avec les jauges de d'extensométrie. On observe également que les 5 premiers points restent quasiment dans le domaine d'élasticité. Selon la courbe de traction le module d'Young de cette éprouvette est environ 186.6GPa qui est inférieur à celui de l'acier.

Coefficient de Poisson

Ce coefficient représente l'aptitude d'un matériau à se comprimer lors d'un essai de traction uniaxiale, il traduit le rapport entre le retrait relatif transversal et l'allongement relatif longitudinal, il est noté ν . Dans le cas d'une traction uni axiale,

la relation intervient entre la direction de sollicitation (L) et la direction transverse (T), ici entre ϵ_{11} et ϵ_{22}

$$(4-7) \quad \epsilon_{22} = -\nu\epsilon_{11}$$

Cette relation n'est valable qu'en élasticité, un matériau vérifiant cette propriété aura donc un comportement élastique. Le coefficient de poisson de notre matériau est supposé être entre celui de l'acier 0.33 et du zinc 0.25. D'après le tableau 4-7, on trouve une moyenne de 0.22 en comptant les 5 première étapes. Cette valeur est proche de celle du zinc et de l'acier, le matériau reste bien en élasticité pendant le 5 premiers chargements. Par contre, un comportement plastique correspondrait à un coefficient de poisson de 0.478 au dernier chargement.

4.7.5. Analyse des contraintes

Les quatre grains étudiés sont représentés sur la figure 4-23, et nommés par la suite : grain I, grain II, grain III et grain IV.

Les facteurs de Schmid des grains ont été calculés suivant différentes directions dans les différents plans de glissement. Le mode de glissement le plus facile en hexagonal est le glissement basal ; en considérant les matériaux hexagonaux il n'y a qu'un seul plan basal (0001). (figure 4-30).

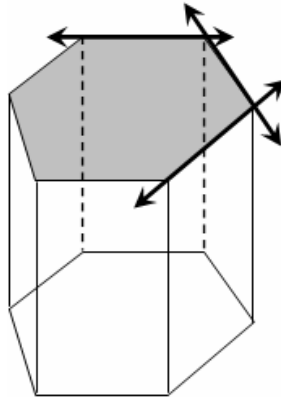


Figure 4-30 : les trois directions dans le plan de glissement basal.

Les facteurs de Schmid des grains analysés (tableau 4-8) sont calculés pour les trois différentes directions de glissement dans les plans de glissement basal, prismatique, pyramidal π_1 et pyramidal π_2 (annexe 1).

Tableau 4-8 : Facteurs de Schmid des grains analysés.

Plan de glissement (h k l)	Basal (0 0 0 6)			Prismatique (1-1 0 0)			Pyramidal π_1 (1-101)			Pyramidal π_2 (11-2-2)		
Direction de glissement [u v w]	[11-20]	[1-210]	[-2110]	[11-20]	[1-210]	[-2110]	[11-20]	[1-210]	[-2110]	[-1-123]	[2-1-13]	[-12-13]
Facteur de Schmid												
Grain 1	0.01	0.00	-0.02	0.51	0.15	-0.65	0.46	0.13	-0.60	-0.37	0.49	-0.10
Grain 2	0.09	0.37	-0.48	0.08	0.31	-0.40	0.11	0.43	-0.56	-0.09	-0.24	-0.02
Grain 3	0.08	-0.01	-0.07	0.34	-0.05	-0.28	0.34	-0.05	-0.28	-0.52	0.51	0.13
Grain 4	0.03	-0.02	-0.02	0.00	0.00	0.00	0.01	-0.01	-0.01	-0.66	0.35	0.35

On remarque que pour le système de glissement basal, les facteurs de Schmid sont plus grands dans le grain II que dans les autres grains. C'est à dire que le plan principal de glissement basal est plutôt perpendiculaire à la force de traction. Sous la même sollicitation, le système de glissement basal est activé en premier dans le grain II puis dans les autres grains. Cependant pour le système de glissement prismatique, on voit les plus grands facteurs de Schmid dans le grain I. Pour le système de glissement pyramidal, on découvre que les facteurs de Schmid dans tous les grains sont beaucoup plus grands que ceux dans les systèmes de glissement basal et prismatique.

Tableau 4-9: Cisaillements suivant les directions du glissement à 0.16% de déformation et les valeurs des cissions critiques de cisaillement retenues.

Déformation/Acier=0.16%				
Plan de glissement	Basal (0 0 0 6)	Prismatique (1 -1 0 0)	Pyramidal π_1 (1 -1 0 1)	Pyramidal π_2 (1 1 -2 -2)
Direction de glissement	<1 1- 2 0>			<-1 -1 2 3>
N° du grain	Cisaillements (Mpa)/suivant la direction de glissement			
I	-1.06	-39.76	-36.42	29.59
II	-8.57	-7.21	-10.10	-4.29
III	3.15	13.47	13.56	-20.94
IV	1.89	0.09	0.89	-40.72
Cissions critiques de cisaillement (Mpa)	1.5*	22.5*	—	15*

* : données issues de la thèse (Page 42) de Rodolphe PARISOT à l'école des mines de paris (2001)

Dans le tableau ci-dessus, dans chaque grain on donne le plus grand cisaillement pour chaque group de direction de glissement.

Dans la courbe de effort/déformation de la figure 4-30 ci-dessus on constate que jusqu'à 0.16% de déformation dans le substrat en acier, la déformation dépasse la limite d'élasticité. D'après le tableau 4-9, à 0.16% de déformation dans le substrat en acier, les cisaillements sont différents suivant les différentes directions de glissements dans ces quatre grains étudiés de la uche de zinc. Suivant les directions de glissement $\langle 11-20 \rangle$ dans le plan de glissement (0 0 6) le cisaillement dans le grain I est inférieur à la cission critique de cisaillement alors que dans les grains II , III et IV ils sont supérieurs à la cission critique de cisaillement 1.5MPa. C'est à dire que il y a des systèmes de glissement activés dans les grains II , III et IV. Dans le plan prismatique (1-100), il n'y a que dans le grain I que le glissement est activé parce que le cisaillement dépasse la cission critique 22.5MPa. Dans le système de glissement pyramidal π_2 (11-2-2), on constate que les cisaillements dépassent la cission critique dans les grains I, II et IV. On trouve que à 0.16% de déformation le système de glissement pyramidal π_2 est activé avant les autres systèmes de glissement.

On observe aussi dans le grain I, le système de glissement basal n'est pas activé alors que les autres systèmes de glissement sont activés. Par contre pour les grains II, III et IV, le système de glissement basal est activé alors que les autres systèmes de glissement sont activés.

On présente les valeurs trouvées pour les contraintes dans le sens longitudinal (traction) et le sens transversal. Dans ce calcul, 24 plans sont utilisés pour chaque grain et présenté dans l'annexe 2. Toutes les valeurs de contraintes sont affichées dans l'annexe 3.

Analyse du grain I

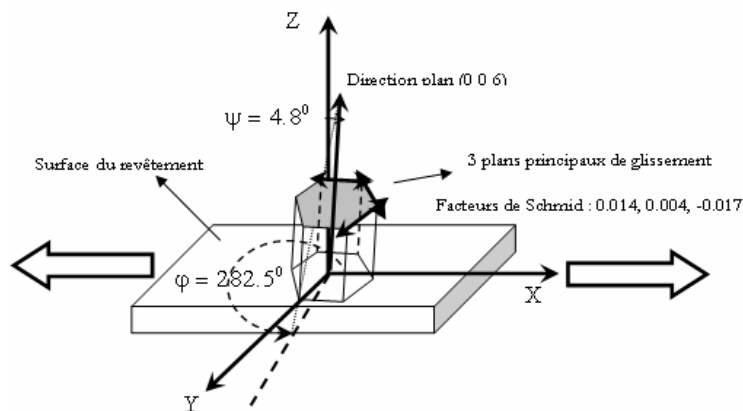


Figure 4-31 : Orientation du grain I et les facteurs de Schmid associés.

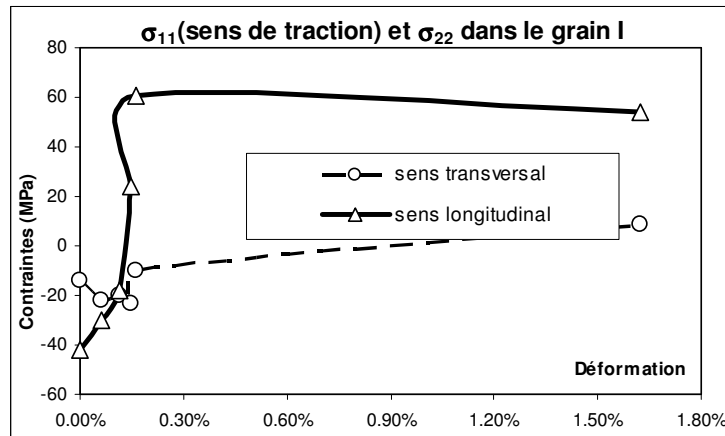


Figure 4-32 : Courbes contraintes/déformations dans le grain I au cours de la traction

D'après l'orientation du cristal, pour le grain I, le plan (006) est plutôt perpendiculaire à la surface de l'éprouvette. La figure ci-dessus montre l'évolution de contraintes dans les deux sens durant le chargement dans le grain I.

Avant la traction, le niveau de contraintes résiduelles est de -42MPa dans les sens de traction. Par contre il est beaucoup plus faible dans le sens transversal.

Avec l'essai de la traction, la contrainte résiduelle dans le sens de traction est complètement relaxée. Elle arrive au maximum de 61MPa à 0.16% de déformation. Mais elle diminue légèrement à 1.64% de déformation à cause d'une déformation plastique. Dans le sens transversal, la contrainte en compression est d'abord augmentée, puis elle diminue à 0.16% de déformation, et elle passe en traction à 1.64% de déformation.

On observe que les 5 premières déformations restent dans le domaine de l'élasticité. A 0.12% de déformation, les contraintes dans les sens de traction et transversal sont du même niveau. Le coefficient de Poisson est compris entre 0.21 et 0.24 pendant la déformation élastique. D'après le tableau 4-9 ci-dessus, on voit que le cisaillement dans le plan du glissement prismatique et pyramidal dépasse la cission critique, donc ces deux systèmes de glissement sont activés à 0.16% de déformation.

Analyse du grain II

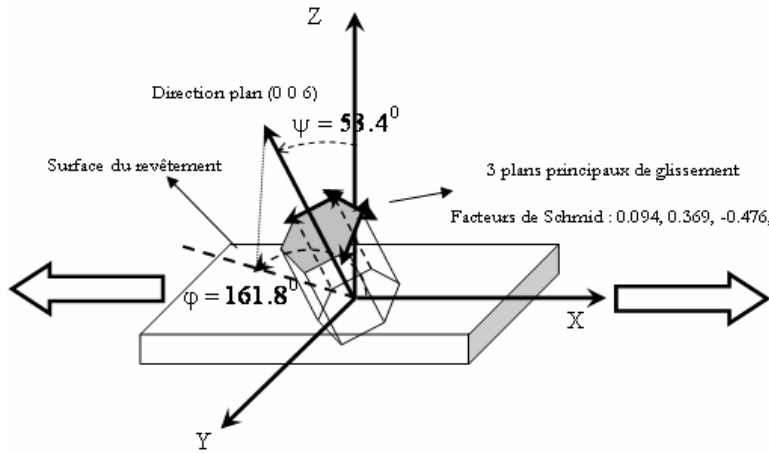


Figure 4-33 : Orientation du grain II et les facteurs de Schmid associés

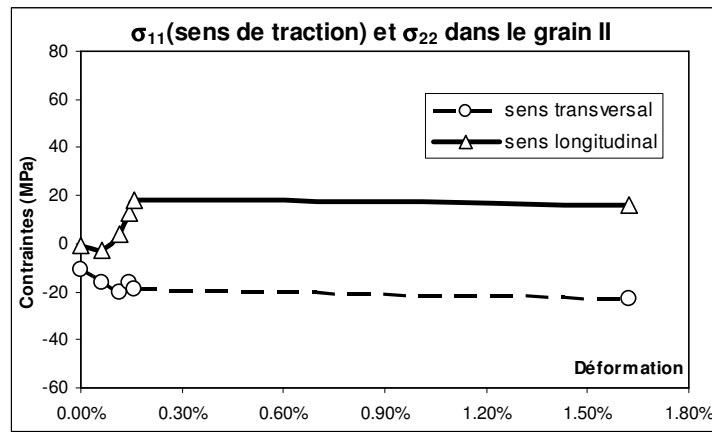


Figure 4-34 : Courbes contraintes/déformations dans le grain II au cours de la traction

Pour le grain II, le plan (006) est incliné de 53.4 degrés par rapport à la surface de la couche. Les trois facteurs de Schmid sont plus importants comparés à ceux des grain I, III, IV. C'est à dire que le système de glissement est plus facilement activé par rapport aux autres grains au cours de la traction. Dans le tableau 4-9, on voit aussi que dans le plan du glissement basal le cisaillement est supérieur à la cission critique 1.5Mpa.

La figure précédente montre l'évolution des contraintes dans les deux sens au cours de la traction. On observe dans ce grain que les contraintes résiduelles dans les deux sens sont relativement faibles et qu'elle est quasi nulle dans le sens de traction.

Au cours de la traction, dans le sens de traction la contrainte augmente légèrement au début de traction. Elle revient à zéro et augmente jusqu'à 0.16% de déformation.

Comme le grain I, elle diminue légèrement à 1.64% de déformation. Dans le sens transversal, la contrainte compressive augmente au cours de traction.

Ces courbes nous montrent que les déformations sont en dessous de la limite de l'élasticité avant 0.16% de déformation.

Analyse du grain III

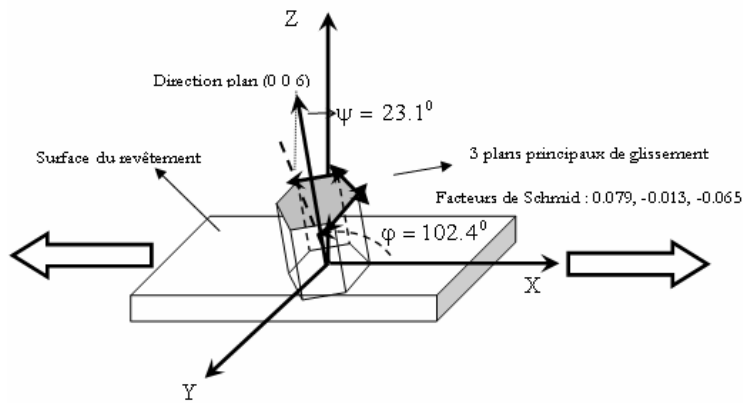


Figure 4-35 : Orientation du grain III et les facteurs de Schmid associés

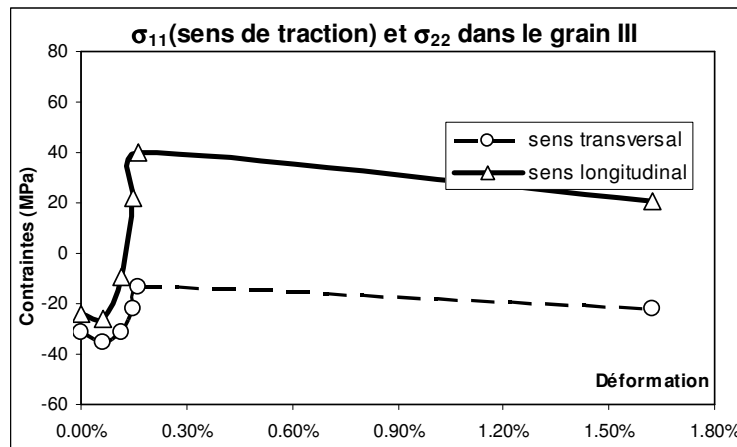


Figure 4-36 : Courbes contraintes/déformations dans le grain III au cours de la traction

Pour le grain III, les facteurs de Schmid sont inférieurs à ceux du grain II, mais ils sont plus grands que les deux autres. Le système de glissement est moins sensible que dans le grain II. D'après le tableau 4-9, on voit que le plan du glissement basal est activé dans ce grain à 0.16% de déformation.

Dans cette figure, au cours de la traction, les tendances d'évolution des contraintes dans les deux sens sont les similaires. Les contraintes sont en compression avant d'être en traction.

Durant la traction, les contraintes compressives dans les deux sens augmentent d'abord à 0.06% de déformation, et ensuite elles sont relaxées. Dans le sens de la traction, elle monte à 40MPa à 0.16% de déformation. Mais dans le sens transversal, elle reste en compression.

Durant la déformation plastique, la contrainte dans le sens de la traction est légèrement relaxée, alors que la contrainte dans le sens transversal est augmentée.

Analyse du grain IV

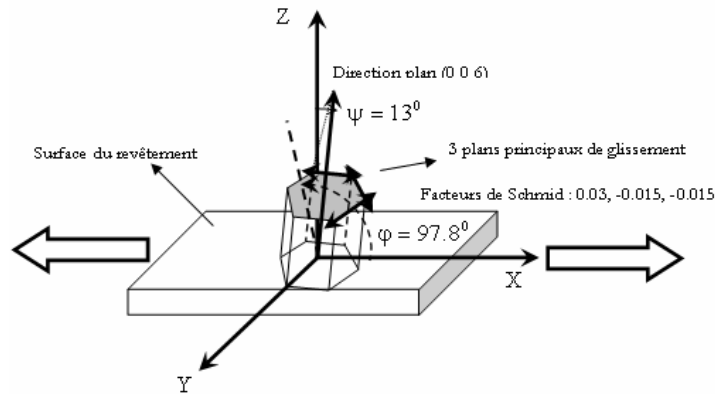


Figure 4-37 : Orientation du grain IV et les facteurs de Schmid associés

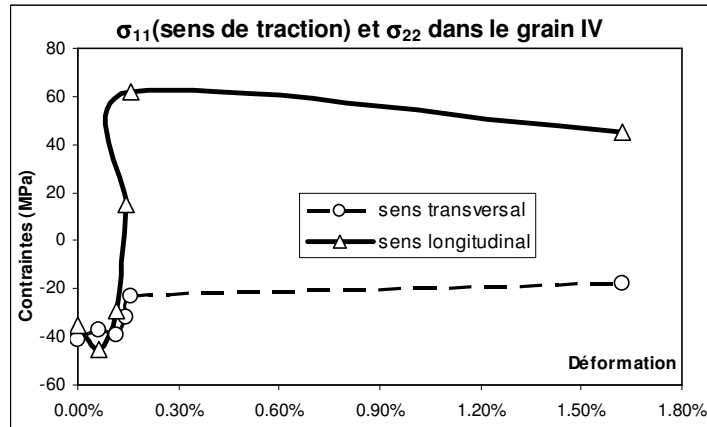


Figure 4-38 : Courbes contraintes/déformations dans le grain IV au cours de la traction

Dans le grain IV, les facteurs de Schmid dans le plan prismatique et pyramidal π_1 sont très faibles. A 0.16% de déformation, le système de glissement basal est activé. Le cisaillement dans le plan prismatique et pyramidal π_1 est très faible. Mais le système de glissement est bien activé dans le plan pyramidal π_2 .

Avant la sollicitation de traction, il existe aussi des contraintes résiduelles de compression dans les deux directions. Comme pour les grains II et III, les contraintes de compression dans le sens transversal est plus grande que celle dans la direction de traction.

Le comportement durant la traction est similaire à celui du grain III. Dans le sens de traction, la contrainte de compression est relaxée et diminuée jusqu'à être en traction. Comme dans le grain I, elle arrive à la valeur de 62MPa.

D'après l'analyse dans ces 4 grains, on trouve que les déformations restent en dessous de la limite d'élasticité au cours des 5 premières étapes de traction et que le comportement de chaque grain est différent. On trouve que la résistance maximum est environ 60 MPa dans les grain I et IV qui ont les plus petits de facteurs de Schmid. La résistance maximum est plus petite, 20MPa dans le grain II, 40 Mpa dans le grain III, qui ont les plus grands de facteurs de Schmid.

Comparaison des états de contraintes dans les 4 grains en dessous de la limite d'élasticité.

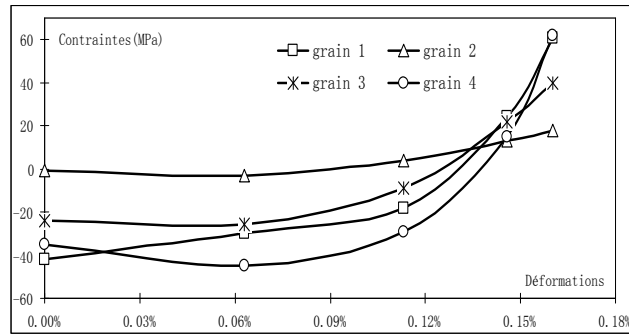


Figure 4-39 : Evolution de contraintes dans les 4 grains dans la direction de traction au cours de la traction.

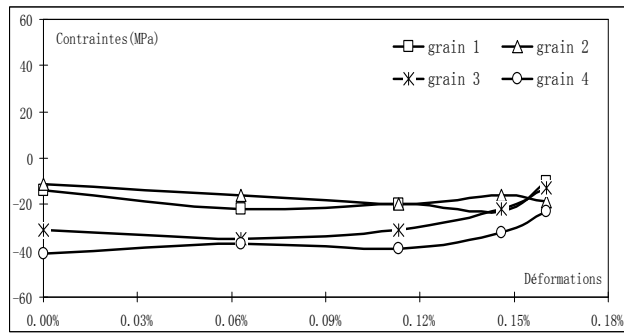


Figure 4-40 : Evolution de contraintes dans les 4 grains dans la direction transversale au cours de la traction.

Sur les figures ci-dessus, on ne considère que les 5 premières mesures, autrement dit les déformations élastiques.

Les deux figures montrent l'évolution des contraintes dans le sens longitudinal et dans le sens transversal respectivement pour les 5 états de déformations étudiées : l'état initial, aux déformations de 0.06%, 0.12%, 0.15%, 0.16%. Nous pouvons constater qu'à l'état initial, les contraintes résiduelles sont toutes en compression dans les 4 grains étudiés ; leur niveau et leur répartition sont très différents selon les grains et selon les directions analysées. Cela signifie qu'à l'état initial, les contraintes résiduelles sont distribuées de façon hétérogène dans la couche galvanisée.

Dans la direction de traction, à la déformation de 0.15%, les contraintes en compression dans les 4 grains étudiés se sont relaxées et sont devenues en tension. On voit que les contraintes dans le grains I et IV atteignent le même niveau.

Dans la direction transversale, les contraintes se sont légèrement relaxées. Elles sont toujours en compression avec les mêmes niveaux à la déformation de 0.16%.

Incertitudes sur les 4 grains

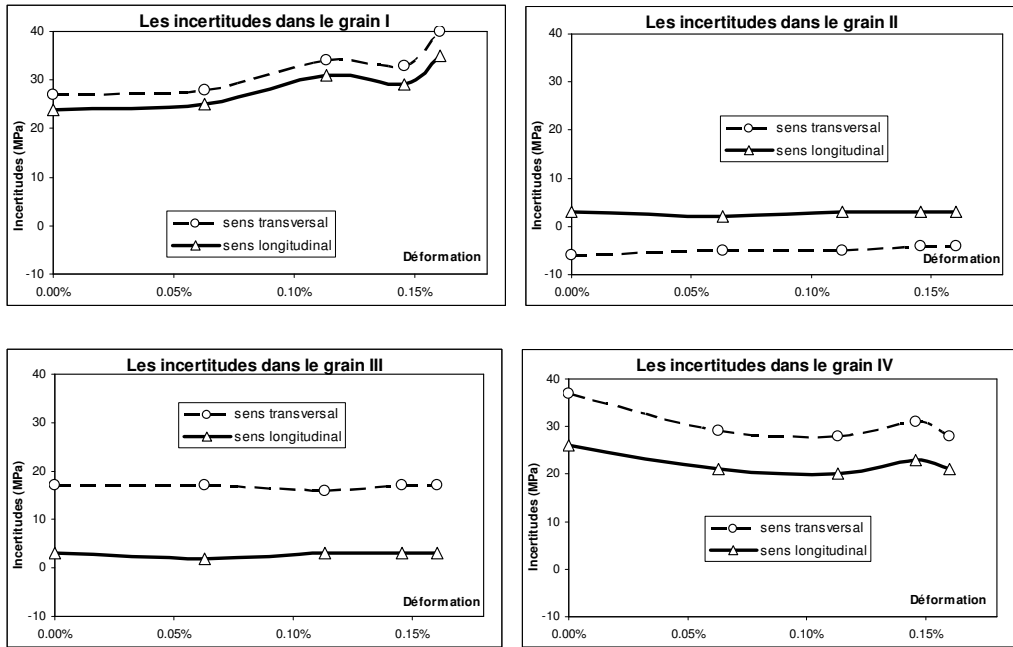


Figure 4-41: Evaluation des incertitudes dans les 4 grains étudiés

On constate que les valeurs absolues d'incertitudes de contraintes dans les grains I et IV sont plus grandes que dans les grain II et III. Elles ont presque gardé les mêmes valeurs pour une déformation quelconque dans les grains II et III. Dans le grain I, elles ont légèrement augmentées au cours de la traction. Par contre, dans le gain IV, elles sont légèrement diminuées.

4.8. Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons mis en oeuvre une nouvelle méthode sur une couche galvanisée dont l'épaisseur est environ 10 μm . Deux types de mesures par la DRX ont été réalisés à l'échelle des grains.

L'une consiste à analyser des contraintes dans les 4 grains choisis après un traitement de recuit. On constate que les différentes contraintes résiduelles en compression existent dans cette couche galvanisée. Cela signifie qu'à l'état initial, les contraintes résiduelles sont distribuées de façon assez hétérogène dans la couche galvanisée. Elles relaxent presque totalement après un revenu à 150°.

L'autre, à caractériser aussi bien qualitativement que quantitativement, le comportement mécanique des 4 grains choisis avec leur orientation cristallographique différente en traction in situ. Cela a permis de mettre en évidence les différences de comportement dans un grain et entre grains, ainsi que les différences de

comportement liés aux orientations cristallographiques. A l'état initial, les contraintes résiduelles sont en compression dans les 4 grains étudiés et leur niveau et leur répartition sont très différents selon les grains et selon les directions analysées. Dans le grain I les facteurs de Schmid sont plus petits suivant la direction de glissement $\langle 11-20 \rangle$ dans le plan de glissement basal. En revanche, ils sont plus grands suivant la même direction dans le plan de glissement prismatique. Les cisaillements suivant les directions de glissement dans les différents systèmes de glissement sont très différents. A 0.16% de déformation, l'éprouvette a une déformation plastique d'après la courbe d'effort/déformation. Mais en comparant les cisaillements calculés avec les cission critiques, pour le grain I il y a pas de glissement dans le plan de glissement basal, par contre le système de glissement prismatique est activé. On a aussi découvert que le système de glissement pyramidal π_2 est activé dans les grain I, II et IV à 0.16% de déformation de l'éprouvette

CHAPITRE 5. : CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

La méthode de DRX est une technique non-déstructive, locale, sélective et quantitative pour déterminer des déformations et des contraintes (résiduelles ou sous chargement imposé) des matériaux cristallins. Elle permet d'analyser le comportement mécanique à l'échelle des grains qui joue un rôle très important dans les matériaux polycristallins.

Cette étude est portée sur la détermination des déformations et des contraintes dans les matériaux monocristallins ou multicristallins à structure cristalline non cubique par DRX.

Méthodologie monocristalline à structure non cubique

Suivie dans différents repères définis, l'orientation d'un monocristal de structure cristalline quelconque est étudiée. Il s'agit notamment de déterminer une matrice de passage $M_{(A_c \rightarrow A_p)}$ du repère A_c (repère orthonormé associé au repère du réseau cristallin direct) au repère A_p (repère orthonormé de l'échantillon) à partir de 3 normales aux plans diffractants acquis sur un goniomètre à 4 cercles. Cette matrice nous permet de calculer des positions de plans de diffraction étudiés.

Dans le cas d'une maille quelconque, la méthode d'analyse monocristalline de déformation et contrainte par DRX est développée à l'aide de la matrice de passage $M_{(A_c \rightarrow A_p)}$. Dans cette méthodologie, on mène tous les calculs dans un repère orthonormé associé au repère cristallin direct. La majorité des calculs dans cette méthode sont menés dans une base orthonormée, avec les règles de calcul usuelles.

Comme toutes les méthodes basées sur la diffraction, elle a la difficulté d'être liée à la méconnaissance de l'état de référence. Toutefois, la DRX ne concerne qu'un volume de matière localisé au voisinage de la surface libre du cristal. La profondeur moyenne de pénétration est de l'ordre de quelques micromètres pour la plus part des cas étudiés. Dans ce cas, il est raisonnable d'admettre la nullité du vecteur contrainte perpendiculaire à la surface ($T_{ij} = \sigma_{ij} \cdot n_j$). Dans le repère de l'échantillon A_p , on en déduit l'hypothèse $\sigma_{33} = \sigma_{13} = \sigma_{23} = 0$. C'est à dire que sous la pénétration des rayons

X la matière est dans un état de contrainte plane, puisque la diffraction des rayons X ne révèle que des déformations superficielles. A partir de cette hypothèse, cette méthode permet de déterminer les contraintes planes sans connaître les paramètres de maille sans contrainte.

La méthode de DRX consiste à introduire la valeur 2θ d'après le profil de diffraction. Contrairement à la méthode polycristalline, selon la méthode monocristalline les faisceaux diffractés sont produits que par un seul grain. La position du plan diffractant étant très importante pour acquérir un bon profil de diffraction, cela nécessite une optimisation et un traitement du signal diffracté importants.

Dans notre travail, l'optimisation des angles φ et ψ est réalisée de manière à optimiser successivement en φ puis en ψ avec le nombre d'itérations nécessaires, c'est-à-dire jusqu'à ce que l'on converge vers un couple (φ, ψ) . Il s'agit donc de scanner successivement autour de la position φ et autour de la position ψ pour chercher le maximum en terme d'intensité et de se placer à ce maximum à chaque itération. Le nombre d'itération est déterminé expérimentalement.

De plus, pour affiner l'optimisation, on effectue un scanning en $2\theta - \omega$ et non en 2θ tout seul. En effet contrairement aux polycristaux où pour un plan diffractant on a des normales dans toutes les directions, il faut pour les monocristaux que la normale au plan soit confondue avec la bissectrice de l'angle entre le faisceau diffracté et le faisceau incident. Pour que cette normale et cette bissectrice soient confondues, donc pour qu'il y ait diffraction, il faut varier en ω quand on varie en 2θ .

Validation expérimentale et comparaison

Avant toute application de cette méthode monocristalline, on applique la méthode 'cubique' (la méthode sur un monocristal à structure cubique) et la méthode 'non cubique' (la méthode sur un monocristal en cas d'une maille quelconque) sur un bi cristal de cuivre. Il a pour but de valider cette méthodologie.

Pour étudier les contraintes dans l'éprouvette sous charge, nous avons comprimé les bi cristaux à 3% et 6%. Les résultats obtenus par ces deux méthodes sont identiques, ce qui nous permet de valider cette nouvelle méthode monocristalline pour déterminer

des déformations et des contraintes à l'échelle du grain sur le matériau cristallin à structure quelconque.

Application expérimentale

Cette méthode est appliquée sur un revêtement de zinc à structure hexagonale déposé sur une tôle d'acier. La taille des grains de Zinc est centimétrique voir millimétrique au surface. La méthode classique d'analyse des contraintes par DRX, dite la méthode des $\sin^2\psi$, ne peut plus être appliquée. Nous avons utilisé, dans ce cas bien précis, la méthode développée afin d'évaluer l'état des déformations et des contraintes à l'échelle de chaque grain. L'analyse par DRX a donc été réalisée sur cette couche galvanisée de Zinc à très gros grains (de l'ordre de 2~5mm de diamètre). L'épaisseur de cette couche est de l'ordre de 10 μ m.

Dans un premier temps, afin d'étudier l'évolution du niveau de contraintes résiduelles dûes à l'effet d'un revenu, le même échantillon a été revenu à deux différentes températures (150°C et 200°C) de durée de deux heures sous vide après avoir été étudié à l'état initial. Les résultats nous montrent que les contraintes résiduelles dans les différents grains étudiés sont distribuées de façon assez hétérogène à l'état initial. Nous avons aussi observé que les contraintes sont relaxées après un revenu à 150°C de durée de deux heures.

Quatre grains est étudié dans le même type de revêtement de zinc avec la présence du substrat en acier au cours de la traction. Les contraintes dans deux sens de l'échantillon sont analysées à 0,06%, 0,12%, 0,15%, 0,16% de déformation macroscopique.

Les glissements suivant les différents systèmes du glissement sont étudiés en fonction des facteurs de Schmit. Cela nous sert d'avoir étudié les différences de comportement mécanique dans un grain et entre des grains lors de déformation de l'échantillon.

Perspectives

Cette étude nous a ouvert une voie sur l'analyse des déformations et des contraintes à l'échelle des grains.

Par la suite, au niveau de la méthode développée, nous souhaitons de continuer d'étudier :

- l'incertitude d'analyse numérique et d'acquisition expérimentale sous différentes conditions.
- l'influence du nombre de mesures et des plans choisis sur le calcul du tenseur de métrique.
- la détermination des paramètres de maille sans contraintes.
- l'automatisation des procédures d'acquisition des raies de diffraction.

Au niveau de l'application de la méthode, nous souhaitons élargir les matériaux à étudier, notamment sur des monocristaux ou multicristaux à structure non cubique. En particulier nous pensons que les méthodes développées dans ce travail peuvent contribuer à :

- appliquer cette méthode pour l'identification de la loi de comportement du monocristal.
- étudier le comportement mécanique local dans un seul grain.

Ceci nous permettra d'analyser le comportement mécanique des matériaux à l'échelle des grains et l'interaction entre les grains

- mettre en oeuvre avec la méthode de diffraction de neutron.

Par la méthode de diffraction de neutron, cette méthodologie nous permettra d'étudier les contraintes dans la profondeur de l'échantillon.

- le passage de micro-, méso- et macro-mécanique.

Particulièrement, cette méthode nous permettra d'introduire un passage entre la micro-mécanique et la macro-mécanique selon les échelles observations dans les matériaux cristallins.

Références bibliographiques

- [1] M.Von.Laue, Z.Kristallogr. (1926) (6), pp.115.
- [2] W.L. Bragg, Macmillan, New York (1934) (1), pp.18.
- [3] C.S. Barrett, Structure des métaux, Dunod, Paris (1957), pp.397.
- [4] V. Hauk & Ch. Genzel, Structural and Residual Stress Analysis by Non destructive Methods, Elsevier (1997), pp.435.
- [5] JI.Vincent, Habilitation à Diriger des Recherches (2003).
- [6] J.M. Sprauel, thèse de doctorat d'état, Université paris VII (1988).
- [7] F. Convert, Mesure des déplacements des pics de diffraction très larges dans l'analyse des contraintes par diffractométrie x. Revue Française de Mécanique (1993) (1), pp.81-92
- [8] Frank. EBERL, Second Order Heterogeneities in a multicrystal, Thèse de Doctorat de l'ENSAM (1999).
- [9] V. Barbe, Decker, L., L., Jeulin, D. & Cailletaud, G, Intergranular and Transgranular Behaviour of Polycrystalline Aregate. Part 1: Generation of the F.E. Model. Int.J.of Plasticity (2000).
- [10] B R. Parisot., S. Forest., F. Samuel. F., P. André., Deformation and damage mechanisms of zinc coatings on hot-dip galvanized steel sheets. Metallurgical and materials transactions (2004) (25A), pp.797-823.
- [11] Imura, T., S. Weissmann, and J.J.J. Slade, Acta Cryst (1962) (15), pp. 786-793.
- [12] T. Ellis, E. Al., J. Appl. Phys (1964) (35), pp. 3364.
- [13] J.J.Slade, et al, J.Appl. Phys (1964) (35), pp. 3373-3385.
- [14] B.Ortner, Eigenspannungen, Karlsruhe (1983) (2), pp. 49-68.
- [15] W. Reimers, Entw. Eines Einkornmess-und-Auswertungsverfahrens unter Antw.Von Beugungsmethoden zur Analyse von Def. Und eigenspannungen im Mikrobereich, Habilitationsschrift an der universität Dortmund (1989).

- [16] P. Gergaud, G. Dour, K. Inal, J.L. Lebrun, X- ray determination of stresses distribution in a coarse grained silicon billet. *Advances in x-ray analysis*, (1996) (39).
- [17] G.Maeder, J.L. Lebrun & J.M. Sprauel, Chapitre 4, « Physique et Mécanique de la Mise en Forme des Métaux », Ecole d'Eté d'Oléron, ed. F.Moussy et P.Franciosi, Presse du CNRS (1991), pp. 135.
- [18] E. Macherauch, H. Wohlfahrt, U. Wolfstieg. Zur Zweckmässigen Definition von Eigenspannungen. *HTM* (1973) (28), pp. 201-302.
- [19] M.Von.Laue, *Reproduction des articles originaux de M.Von.laune et ses collaborateurs dans : Die Naturwissenschaften* (1952) (16), pp. 361.
- [20] BOL'SHAKOV, P.P., D.M.VASIL'EV, and Y.F.TITIVETS, *Z.LAB.*, (1975) (41), pp. 1099-1102.
- [21] B.E. Warren, *X Ray Diffraction*, Addison Wesley Publishing Company (1969).
- [22] Guinebretière, René. *Diffraction des rayons X sur échantillons polycristallins*. LAVOISIER (2002), pp. 27-37.
- [23] G. B. GREENOUGH, *Prog. Met. Phys* (1952) (3), pp. 176.
- [24] H.R. ISENBURGER, "Bibliography on X-Ray stress analysis" 2nd ed., Califon, New Jersey: St. John X-Ray laboratory (1953).
- [25] D.M. Vasi'Lev and B.J.SMIRNOV, *Usp. FIZ. Nauk* (1961) (73), pp. 503.
- [26] A.L. Christenson, et al., ed. Vol. TR-182. Society of Automotives Engineers Information Rept (1960).
- [27] C.J. Newton, *J. Research Nat. Bur. Stand* (1963), [C] (67) pp. 101.
- [28] E. Macherauch, *Exp. Mech.*, (1966) (3), pp. 140-153.
- [29] Stickfoth, J., *Techn. Mitt. Krupp. Forsch. Ber.*, (1996) (24), pp.89.
- [30] Weidemann, W., *Technische Hochschule, Aachen*(1966).
- [31] Glocker, R., *Zeits Für Tech. Phts.*, (1938), pp. 289.
- [32] Möller, H. and G. Martin, *Mitt. Kwi Eisenforsch.*, (1939) (21), pp. 261.

- [33] Bollenrath, F., V. Hauk, and E.H. Müller, *Z. Metallkunde.*, (1967) (58), pp. 76-82.
- [34] Prümmer, R. and E. Macherauch, *Z. Naturforschg.*, (1966) (21A), pp. 661-662.
- [35] Taira, S., K. Hayashi, and Z. Watase.. In *Proc. 12th Japan Cong. On Materials Reserch.*, (1969), pp. 1-7.
- [36] Evenschor, P.D. and V. Hauk, *Z. Metallkunde* (1975) (66), pp. 210-213.
- [37] E. Voigt, *Lehrbuch der Kristallphysik*, Ed. Teunbner, Berlin/Leipzig, (1928) (1).
- [38] A.Reuss, *Z. Angew. Mathem. Mechan*, (1929) (9), pp. 49-58.
- [39] E. Kroner, *Z. Für Physik*, (1958) (151), pp. 504-508.
- [40] François, M., ENSAM 0011, Thèse de Doctorat, Paris (1991).
- [41] Hauk, V., D. Herlach, and H. Sessmann, *Z. Metallkunde*, (1975) (66), pp. 734-737.
- [42] Evenschor, P.D. and A. Troost, *Z. Metallkunde*, (1977) (68), pp. 793-794.
- [43] Dölle, H., *J. Appl. Cryst*, (1979) (12), pp. 489-501.
- [44] Honda, K., T. Sarai, and T. Yano, *Bulletin of Jsme*, (1985) (28), pp 784-791.
- [45] Wern, H., *Strain*, (1991) (9), pp. 127-136.
- [46] Wolfstieg, U.. in *Comptes Rendus du Colloque Rayons X et Matinée*. Monaco : Siemens(1973).
- [47] Macherach, E. and U. Wolfstieg.. In *Adv. In X-Ray*. (1977) (20), pp.369-377.
- [48] Mochiki, K. and K. Hasegawa., in *Nuclear Instruments and Methods in Physics Reseach*. North-Holland Physics Publishing Division. (1985), pp. 560-593.
- [49] Miyahara, J. and K. Takahashi., in *Nuclear Instruments and Methods in Physics Reseach*. North-Holland Physics Publishing Division (1986), pp. 572-578.

- [50] Laugier, J., *J. Appl. Cryst.*, (1989) (22), pp. 431-434.
- [51] Yoshioka, Y., T. Shinkai, and S. Ohya.. in *ADV. In X-Ray Analysis*. (1990) (33), pp. 389-396.
- [52] Landes, B.G., R.A. Newman, and P.R. Rudolf. in *ADV. In X-Ray Analysis.. Plenum Press, New York* (1991), pp. 363-368.
- [53] Yoshioka, Y. and S. Ohya. In *ADV. In X-Ray Analysis*. (1992) (35A), pp.537-543.
- [54] McIntyre, G.J., *Neutron News* (1992), 3(2), pp. 15-19.
- [55] Iwasaki, I. and Y. Murakami, *J. Soc. Mat. Sci.*, (1970) (19), pp. 58-64.
- [56] Bollenrath, F., V. Hauk, and E.H. Müller, *Metall.*, (1968) (22), pp. 442-449.
- [57] Busing, W. and H.A. Levy, *Acta Cryst.* (1967) (22), pp. 457-464.
- [58] Reimers, W. In *NATO Adv. Reseach Workshop Arw-900814*. (1991), Oxford, England.
- [59] Shoemaker, P.D., *J. Appl. Cryst.*, (1970) (3), pp. 179-180.
- [60] Shoemaker, P.D. and G. Bassi, *Acta Cryst.* (1970) (A26), pp. 97-101.
- [61] Huang, W.H., J.H. Christensen, and B.R.J., *Metall. Trans.*, (1971) (2), pp. 2295-2296.
- [62] Huang, W.H., J.H. Christensen, and B.R.J., *Metall. Trans.*, (1971) (2), pp. 1367-1370.
- [63] Krahl-Urban, B., R. Butz, and E. Preuss, *Acta. Cryst.* (1973) (A29), pp. 86-88.
- [64] Lisboa, J. and D.F. Edwards, *Rev? Sci. Instrum.*, (1973), 44(8), pp. 1095-1096.
- [65] Anazia, C., et al., *Metall. Trans.*, (1975) (6A), pp. 1751-1753.
- [66] L'amoros, J., M.J. Buerger, and M. Canut-Amoros, "The Lauë Method" New York Academic Press (1975).
- [67] Ploc, R.A., *Journal of Materials Science*, (1983) (18), pp. 1083-1088.

- [68] Riquet, J.P. and R. Bonnet, *J. Appl. Cryst.*, (1979) (12), pp. 39-41.
- [69] Laugier, J., *J. Appl. Cryst.*, 1983, 16: p. 281-283.
- [70] Vreeland, J.T., *Journal Material Research*, (1986), 1(5), pp. 712-716.
- [71] B. Ortner, in *Adv. In X-Ray Analysis*. (1986) (29), pp. 387-394, Denver, U.S.A.
- [72] B. Ortner, in *Adv. In X-Ray Analysis*. (1986) (29), pp.113-118, Denver, U.S.A.
- [73] De Braeckelaer, G., *ENSAM : Rapport de P.F.E* (1984).
- [74] Disson, J.Y. and M. François, *ENSAM : Rapport de P.F.E*. (1985).
- [75] Barral, M. and J.M.Sprauel., in *Residual Stresses in Science and Technology* (1987).
- [76] Zhou Zhengyan. Détermination des déformations et des contraintes dans les matériaux monocristallins par diffraction des rayons x. mémoire de thèse, ENSAM (1994).
- [77] Gergaud, P., *ENSAM 0031, thèse de Doctorat* (1992).
- [78] Duple, R. and W. Reimers., in *Awt-Fa Eigenspannungen. Sitwung in Freiberg* (1993).
- [79] Patterson A.L., *International tables for crystallography, Chapter 2*, Birmingham/England: The international union of crystallography (1967).
- [80] *User's Guide, ProFit for Windows, First Edition, July 1996, Vol. II*.
- [81] François M, Ferreira C. et Guillén R., *Expression de l'incertitude lors de la mesure de contraintes résiduelles par diffraction. J. Phys. IV France* 118, (2004), pp.99-108.
- [82] Rabinovich S.G., *Measurement errors and uncertainties, theory and practice*, Springer Verlag, New York (2000).
- [83] Lira I., *Evaluating the measurement uncertainty: fundamentals and practical guidance*, Institute of Physics Publishing, Bristol (2002).
- [84] ISO, *Guide to the expression of uncertainty in measurement*, Geneva, Switzerland: International Organisation for Standardization (1993).

- [85] Kirkup L., A guide to Gum, Eur. J. Phys (2002) (23), pp. 483-487.
- [86] Kuznetsov V.P., error of measurement and uncertainty: comparison, Measurement Techniques, vol 46, n°8, (2003), pp. 751-760.
- [87] Saporta, G., “Probabilités Analyse des Données et Statistique”. EDITIONS TECHNIP ed. Paris : TECHNIP (1990).
- [88] Taylor G., Plastic strain in etals. J. Inst. Metals, (1938) (62), pp. 307-324.
- [89] Bénard J., A.Michel, J.Philibert et J.Talbot, Métallurgie générale. 2ème édition, (1984), pp. 170-173.
- [90] Yoo M., Slip, twinning, and fracture in hexagonal closed-packed metals. Met. Trans. A, (1981) (12), pp. 409-418.
- [91] Handbook of Physics and Chemistry. CSC Press, 70th edition. (1989).
- [92] Xu Zhuyao 1964, Métallurgie, Editions de Science et Technologie à ShangHai (1964), pp. 382-383.

Annexe 1

Métallurgie du Zinc

Le zinc fait partie du groupe II B de la classification périodique :

Numéro atomique	30
Masse atomique	65.38
Température de fusion	419°C
Température d'ébullition	907°C
Système cristallin hexagonal compact	a=0.267 nm c=0.495 nm
Densité à 20°C	7.14g/cc
Densité à l'état liquide à 419°C	6.92g/cc
Capacité thermique massique	
Entre 20 et 100°C	389 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
Enthalpie de fusion	108.8 kJ.kg ⁻¹
Enthalpie de vaporisation	1799.8 kJ.kg ⁻¹
Viscosité	3.17 × 10 ⁻³ Pa.s à 450°C
Tension superficielle	7.8 mN.cm ⁻¹
Potentiel électrochimique normal	-0.763 V/ENH à 25°C

Le zinc n'est pas stable en présence d'eau. Il faut cependant ajouter que la cinétique de corrosion d'un zinc très pur est lente à cause de la très forte surtension de l'hydrogène sur ce métal. Il existe un étroit domaine de passivation, entre pH 8.5 et 10.5, dans lequel le zinc se recouvre d'un film d'hydroxyde.

Ces considérations peuvent surprendre quand on connaît la résistance du zinc à la corrosion atmosphérique. Dans ce cas, grâce à la présence de gaz carbonique, il se forme une couche étanche d'hydrocarbonate qui protège le métal. En revanche, en milieu humide confiné, il se forme effectivement une couche d'hydroxyde : c'est la « rouille blanche ».

Si l'on veut utiliser le caractère réducteur du zinc pour assurer une protection cathodique de l'acier, il faudra, si l'on se situe dans la plage de pH de formation de l'hydroxyde, faire en sorte que la couche formée ne soit pas du tout protectrice pour éviter toute passivation. On atteint ce but en contrôlant sévèrement certaines impuretés dans le métal, le fer en particulier, et en introduisant certains éléments.

On utilise également ce potentiel électrochimique normal relativement bas du zinc dans les générateurs électrochimiques, en se plaçant soit dans la zone acide, soit dans la zone très alcaline.

Matières premières

Le zinc se trouve à l'état naturel le plus souvent sous forme de sulfure ou bien sous forme de composés oxydés, carbonates ou silicates, qui résultent de l'altération des sulfures.

Les principaux minéraux concernés sont les suivants :

Blende	ZnS
Smithsonite	ZnCO ₃
Willémite	Zn ₂ SiO ₄
Hémimorphite	Zn ₄ Si ₂ O ₇ (OH) ₂ , H ₂ O

La métallurgie du zinc à ses débuts a surtout utilisé les minerais carbonatés contenant souvent des silicates et surtout de l'hémimorphite, que l'on désignait sous le nom de calamine. Quelques gisements sont encore en exploitation, mais ils ne représentent pas une importance économique significative (Maroc, Turquie, Australie).

Généralement, ces minerais sont calcinés sur place dans le but d'augmenter la teneur en zinc : le carbonate se décompose dès 300°C. Puisque, géologiquement parlant, ils résultent de l'altération des sulfures, ils contiennent les mêmes éléments secondaires que les blendes.

Les minerais silicatés ont été longtemps négligés à cause de leur faible teneur en zinc et de l'impossibilité de les concentrer. Une exception est la mise en exploitation récente, selon un procédé de la société Vieille Montagne, d'un important gisement en Thaïlande, dont le faible coût d'extraction a justifié la construction sur place d'une

unité de 60 000 t/an. Le zinc est obtenu par hydrométallurgie, ce qui a nécessité la maîtrise de la filtration de silice et celle de la purge magnésium.

Utilisation du zinc et de ses composés

Protection de l'acier

C'est la principale utilisation du zinc. Elle absorbe environ 40% de la production mondiale ; on ne connaît pas jusqu'à présent de matériau de substitution qui présenterait les mêmes avantages : température de fusion basse, bonnes propriétés électrochimiques, et bonne tenue à l'atmosphère.

Le domaine qui présent actuellement le plus fort développement est celui de la protection de la tôle, en particulier pour l'industrie automobile. Le dépôt de zinc à la surface de l'acier se fait le plus souvent en continu, soit par immersion dans le métal fondu, c'est la galvanisation, soit par électrolyse, sur une ou deux faces. Ces procédés sont applicables aux objets finis, mais il faut penser également à trois autres possibilités : la métallisation qui est une projection au pistolet du métal fondu, la peinture à base de poussière de zinc (diamètre des particules de l'ordre d'une dizaine de micromètres, et la cémentation (shérardisation).

Pour tous les cas, un traitement de surface préalable (décapage ou sablage) doit être soigneusement réalisé. En fin, tout particulièrement en milieu marin, des anodes sacrificielles en zinc ou mieux, en alliages de zinc, répondant à certaines normes, assurent à distance une protection cathodique de l'acier.

Couverture et accessoires de bâtiment (laminé)

L'utilisation du zinc laminé dans le bâtiment (couvertures, bardages, évacuations d'eau pluviales) s'est tout particulièrement développée en France où elle constitue, encore actuellement, une part de la consommation comparable à celle de la protection de l'acier. La remarquable tenue à l'atmosphère du zinc est à l'origine de cette application.

Moulage sous pression

C'est l'eutectique Zn-Al à 4% d'aluminium – dit Zamak – qui est mis en œuvre pour la réalisation directe de pièces de formes complexes (industrie automobile, quincaillerie, articles ménages, habillement). L'évolution de la conception des moules

permet de réaliser des pièces très fines supportant la concurrence de matériaux tels que les matières plastiques.

Stockage d'énergie (réducteur)

Même si les tonnages correspondants sont relativement modestes (de l'ordre de 250 00 t/an), il s'agit d'une utilisation pour laquelle les propriétés du zinc constituent un remarquable compromis. En ce qui concerne les générateurs primaires, le zinc est l'élément actif des piles Leclanché et des piles alcalines de développement plus récent.

L'utilisation de poudre de zinc comme réducteur s'appuie aussi sur la position de cet élément dans l'échelle du potentiel électrochimique.

Laiton

Cet alliage à base de cuivre (teneur 60 à 70 %) doit être cité car il consomme encore des quantités importantes de zinc.

Sels de zinc

Ils constituent une plage économique relativement à part. les applications et les sels mis en œuvre sont extrêmement variés (caoutchouc, peinture, plastiques, agriculture, reprographie, céramique).

Annexe 2

Feuille de calcul de contraintes et de facteur de Schmid

Feuille de calcul de contraintes

DONNÉES PRÉLIMINAIRES:											
Maille:	3	Choix:	2.6648	a	2.6648	Lambda (nm)	1.540598				
		1- cubique		b	2.6648	Machine :	1	Choix:			
		2- quadratique	4.9467	c	4.9467			1 - Philips			
		3- hexagonale		alpha	90			2 - Seifert			
				beta	90	Loi d'étalonnage :					
				gamma	120	sous la forme : 2th mesuré - 2th théorique = a * 2thm ² + b * 2thm + c					
DONNÉES MATÉRIAU:						DONNÉES DRX:					
Matrice des raideurs C:						a					
165000	31100	50000	0	0	0	b	0	défait = 0			
31100	165000	50000	0	0	0	c	0.0014	défait = 0			
50000	50000	61800	0	0	0	Nombre de plans		21			
0	0	0	19800	0	0	6 à 24 plans					
0	0	0	0	19800	0	CALCUL INCERTITUDES:					
0	0	0	0	0	33500	coeff student		2			
DONNÉES MESURÉES: Résultats:(dans le repère de l'échantillon)											
n°plan	h	k	l	2Théta	Psi (deg)	Phi (deg)	Nombre	Grain	state		
1	-3	2	1	127.4861	37.84	280.09	21	4	6		
2	-3	1	1	127.4394	32.24	316.8	sigma	sigma(dans le repère orthonormé associé au repère cristallin)			
3	-2	-1	-1	127.4703	66.86	361.34	-33	-9	12	-40	12
4	-2	-1	0	123.9175	56.60	278.32	-8	-15	-7	12	-10
5	-3	1	0	124.0001	56.43	303.00	14	-7	-28	0	-4
6	-2	-1	1	127.3428	45.13	14.71	incertitude		incertitude		
7	-2	3	1	127.5082	61.32	240.63	20	13	8	23	4
8	-3	2	-1	127.4643	60.48	293.79	13	19	10	4	32
9	-1	2	4	116.4258	45.83	196.64	8	10	13	2	2
10	-2	-2	2	131.824	47.10	82.54	gma11-sigma33	sigma11-sigma33			
11	-2	-1	2	138.8093	36.02	24.39	-4	-9	12	-13	12
12	-3	2	2	138.9528	28.93	269.22	-8	13	-7	12	16
13	-2	3	2	138.9557	53.96	231.60	14	-7	0	0	-4
14	-3	1	2	138.8844	21.51	313.86					
15	-1	-2	0	123.923	68.64	26.38					
16	-2	3	0	124.0762	70.26	249.40	gma=?gij/?g0ij-1	G s tenseurs métrique			
17	-3	2	0	124.037	48.72	287.99	-51	5	1	7.099179336	-3.546489233
18	-1	2	4	127.357	58.96	34.54	6	-51	4	-3.546489233	7.098380553
19	-3	1	-1	127.4242	56.90	319.67	2	4	-45	0.000570926	-0.003220354
20	0	2	4	131.8716	63.19	188.81					
21	-3	2	-2	138.91	71.84	298.15					
#					90.00	90.00					
#	-1	3	2	138.9897	90.00	90.00					
#	-1	-2	2	139.1665	90.00	90.00					
							G ₆		7.10115904		-3.55057952
									-3.55057952		7.10115904
									-4.60243E-14		-4.60243E-14

Feuille de calcul de facteur de schmid

Grain analysé par rapport au plan basal (001)							
dans le repère de l'échantillon							
$P^{(1)}$ (acon->apon)			h	k	l	Psi (deg)	Phi (deg)
-0.28524372	0.92153984	-0.08237051	0	0	6	4.84	282.5
-0.93999961	-0.30106031	-0.01826106	1	0	4	28.2	3.44
-0.0416137	0.08487482	0.99643893	0	1	4	23.31	66.42
norme du plan de glissement							
$n_{(cristal)}$	$n_{(con)}$	$n_{(pon)}$	$F_{(pon)}$				
0	0	-0.08237051	0	géométrique			
0	0	-0.01826106	1	cos(phi)			
6	1	0.99643893	0	0.12351559			
psi	4.84	cos(phi)=produit scalaire du normal de glissement avec de la direction du force					
phi	282.50	-0.01826098					
direction du glissement							
$n_{(cristal)}$	$n_{(con)}$	$n_{(pon)}$	direction de la force				
1	0.5	0.65545505	0				
1	0.8660254	-0.73072568	1				
0	6.9829E-15	0.0526969	0				
cos(lambda)=produit scalaire de la direction du force avec direction du glissement							
-0.74333619							
Facteur de Schmid							
=cos(phi)x cos(lambda)							
0.01357405							
			<div style="background-color: red; width: 20px; height: 10px; display: inline-block;"></div> importe <div style="background-color: green; width: 20px; height: 10px; display: inline-block;"></div> exporte				

Annexe 3

Plans diffractants utilisés

Plans diffractants utilisés :

Grain I

N° plan	h	k	l	2Théta	Psi (deg)	Phi (deg)
1	0	0	6	138.2062	4.84	282.5
2	1	0	4	89.8834	28.2	3.44
3	0	1	4	89.8949	23.31	66.42
4	2	-2	2	94.933	68.96	312.01
5	-2	2	2	94.8904	59.88	134.38
6	0	-2	2	94.9371	69.26	253.05
7	-2	0	2	94.9737	65.12	194.78
8	2	0	3	109.1124	54.59	9.07
9	0	2	3	109.1036	49.6	70.03
10	2	-2	3	109.1873	58.79	311.46
11	-2	2	3	109.1191	49.86	135.03
12	0	-2	3	109.1696	59.04	253.6
13	-2	0	3	109.2054	55.08	195.91
14	1	0	5	115.7134	23.38	1.23
15	0	1	5	115.7323	18.5	64.77
16	1	-1	5	115.7711	26.99	308.12
17	-1	1	5	115.8084	18.57	140.29
18	0	-1	5	115.8504	27.04	256.93
19	-1	0	5	115.879	23.49	203.76
20	1	1	4	116.3399	39.86	37.06
21	1	-2	4	116.4238	47.12	282.54
22	-2	1	4	116.4448	40.16	167.95
23	2	1	2	138.8945	68.3	29.51
24	1	2	2	138.8953	66.43	51.34

Grain II

N°plan	h	k	l	2Théta	Psi (deg)	Phi (deg)
1	0	0	6	138.2491	53.4	161.75
2	1	0	4	89.9558	63.64	192.58
3	0	1	4	89.9496	36.46	195.69
4	-2	0	2	94.9351	65.79	85.82
5	0	2	3	109.1466	35.2	243.05
6	-2	2	3	109.1427	12.92	66.8
7	-2	0	3	109.1782	60.99	95.66
8	1	0	5	115.8121	61.32	187.64
9	0	1	5	115.8178	38.62	188.1
10	-1	1	5	115.8174	31.42	149.92
11	0	-1	5	115.8128	71.77	144.95
12	-1	0	5	115.8154	51.91	132.58
13	1	1	4	116.3979	53.2	216.7
14	-2	1	4	116.3503	35.63	103.95
15	1	2	0	124.0105	68.05	269.87
16	-2	3	0	124.0612	37.66	336.02
17	-3	2	0	124.0417	49.59	31.03
18	-1	3	0	124.0189	44	304.52
19	-3	1	0	124.0518	64.95	50.82
20	1	2	2	138.9256	56.66	252.45
21	-2	3	-2	139.1474	56.76	337.82
22	-3	2	2	138.9171	35.52	51.69
23	-1	3	-2	139.1361	61.12	314.91
24	-3	1	2	138.9354	53.1	69.22

Grain III

n°plan	h	k	l	2Théta	Psi (deg)	Phi (deg)
1	0	0	6	138.1527	23.09	102.44
2	1	0	4	89.9762	41.64	143.6
3	0	1	4	89.9488	21.44	180.46
4	-2	0	2	94.8565	58.98	3.58
5	2	0	3	109.2008	65.24	159.42
6	0	2	3	109.1648	42.17	213.85
7	-2	2	3	109.0891	32.06	297.58
8	0	-2	3	109.1617	71.05	60.61
9	-2	0	3	109.0944	50	9.17
10	1	0	5	115.8312	37.6	139.14
11	0	1	5	115.82	19.11	168.03
12	1	-1	5	115.8068	46.02	107.76
13	-1	1	5	115.7033	3.83	17.97
14	0	-1	5	115.7828	41.4	75.44
15	-1	0	5	115.7437	25.68	44.84
16	1	1	4	116.4219	43.66	176.27
17	1	-2	4	116.4175	64.76	87.48
18	-2	1	4	116.3011	28.2	348.16
19	-2	3	0	124.0421	66.8	272.4
20	-3	2	0	123.9746	69.76	313.19
21	-1	3	0	124.0934	69.86	249.05
22	1	2	2	139.0001	63.59	202.87
23	-3	2	2	138.8685	50.74	318.14
24	-3	1	2	138.8942	57.11	342.01

Grain IV

n°plan	h	k	l	2Théta	Psi (deg)	Phi (deg)
1	0	0	6	138.1073	13.04	97.75
2	1	0	4	89.966	37.46	135.71
3	0	1	4	89.9979	25.84	184.26
4	0	-2	2	94.8859	70.46	34.79
5	-2	0	2	94.7867	57.55	336.06
6	2	0	3	109.2238	63.51	144.23
7	0	2	3	109.2225	50.83	200.41
8	2	-2	3	109.1584	67.89	91.16
9	-2	2	3	109.1543	41.83	268.6
10	0	-2	3	109.111	60.7	37.33
11	-2	0	3	109.0589	47.83	338.9
12	1	0	5	115.7846	32.73	133.01
13	0	1	5	115.8457	21.62	177.81
14	1	-1	5	115.7546	36.06	92.79
15	-1	1	5	115.8008	10.25	261.15
16	0	-1	5	115.7197	30.39	51.81
17	-1	0	5	115.6744	18.26	2.85
18	1	1	4	116.4767	46.02	166.96
19	1	-2	4	116.4767	53.53	66.71
20	-2	1	4	116.33	31.04	308.1
21	1	2	2	139.1028	70.24	186.12
22	-3	2	2	138.9351	57.66	290.81
23	-3	1	2	138.9263	59.82	314.66
24	1	-1	4	89.921	41.03	92.41

Annexe 4

Contraintes dans les 4 grains à chaque étape de chargements

Les contraintes (Mpa) dans les 4 grains à chaque étape de chargements :

Grain I

Etats	0	1	2	3	4	5	6	7
σ_{11}	-39	-52	-47	-49	-31	-6	-32	-45
σ_{22}	-67	-60	-45	-2	40	39	44	6
σ_{33}	-25	-30	-27	-26	-21	-15	-20	-32
σ_{12}	-2	5	6	14	14	2	14	14
σ_{13}	8	5	5	4	4	-1	-5	-2
σ_{23}	-9	-8	-8	-6	-6	-3	-3	-4
$\sigma_{11}-\sigma_{33}(\sigma_{22})$	-14	-22	-20	-23	-10	9	-12	-13
$\sigma_{22}-\sigma_{33}(\sigma_{11})$	-42	-30	-18	24	61	54	64	38
	Incertitude							
(σ_{22})	27	28	34	33	40	38	30	20
(σ_{11})	24	25	31	29	35	34	27	17

(0 0 6): $\psi=4.84$ $\phi=282.5$ Facteur de schmidts: $\tau=0.0178$

Grain II

Etats	0	1	2	3	4	5	6	7
σ_{11}	-71	-73	-70	-58	-48	-70	-66	-68
σ_{22}	-61	-60	-46	-29	-11	-31	-20	-33
σ_{33}	-60	-57	-50	-42	-29	-47	-42	-44
σ_{12}	-2	-8	-5	-6	-7	-18	-22	2
σ_{13}	8	18	22	26	31	53	63	10
σ_{23}	16	11	10	6	4	2	-3	12
$\sigma_{11}-\sigma_{33}(\sigma_{22})$	-11	-16	-20	-16	-19	-23	-24	-24
$\sigma_{22}-\sigma_{33}(\sigma_{11})$	-1	-3	4	13	18	16	22	11
	Incertitude							
(σ_{22})	-6	-5	-5	-4	-4	-6	-5	-2
(σ_{11})	3	2	3	3	3	2	4	1

(0 0 6): $\psi=53.4$ $\phi=161.75$ Facteur de schmidts: $\tau=0.328$

Grain III

Etats	0	1	2	3	4	5	6	7
σ_{11}	-52	-54	-48	-43	-29	-46	-46	-49
σ_{22}	-45	-45	-26	1	24	-3	-3	-7
σ_{33}	-21	-19	-17	-21	-16	-24	-27	-23
σ_{12}	18	24	23	21	17	2	-8	42
σ_{13}	5	9	9	4	2	13	17	5
σ_{23}	-15	-17	-18	-20	-20	-14	-12	-17
Incertitude								
(σ_{22})	17	17	16	17	17	17	20	54
(σ_{11})	8	8	7	7	8	8	9	19

(0 0 6):

 $\psi=23.09$ $\phi=102.44$

Facteur de schmids:

 $\tau=0.083$

Grain IV

Etats	0	1	2	3	4	5	6	7
σ_{11}	-72	-62	-67	-59	-48	-53	-51	-61
σ_{22}	-66	-70	-57	-12	37	10	12	-4
σ_{33}	-31	-25	-28	-27	-25	-35	-34	-35
σ_{12}	28	35	30	16	2	0	-7	-4
σ_{13}	9	12	12	13	11	11	10	2
σ_{23}	-22	-24	-22	-21	-19	-16	-15	-14
Incertitude								
(σ_{22})	37	29	28	31	28	22	22	22
(σ_{11})	26	21	20	23	21	15	14	15

(0 0 6):

 $\psi=13.04$ $\phi=97.75$

Facteur de schmids:

 $\tau=0.0263$

Annexe 5

Liste de publications dans le cadre de la thèse de doctorat

Dans des revues :

1. Wen-jun HUANG and Vincent JI
Strain and stress analysis on Zn multocrystal film by XRD method
Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Volume 16, Supplement 2,
June 2006, Pages s735-s738
2. Wenjun.HUANG, Vincent JI and Wilfrid.SEILER
Stresses analysis on coarse grain Zn film during tensile loading
Materials Science Forum Vols.524-525 (2006) pp 723-728
3. G. Zhang, H. Liao, H. Yu, V. Ji, W. Huang, S.G. Mhaisalkar and C. Coddet
Correlation of crystallization behavior and mechanical properties of thermal
sprayed PEEK coating
Surface and Coatings Technology, Volume 200, Issue 24, 1 August 2006, Pages
6690-6695
4. Wenjun.HUANG, Vincent JI and Wilfrid.SEILER
Residual Stresses analysis in coarse grains of no-cubic structure
Submitted to Journal of applied Crystallography (2007)

Dans des conférences internationales :

5. Wenjun.Huang, V.Ji
Analyse des contraintes dans les matériaux à gros grains après un traitement
thermique de recuit
JSTMM2006-Journées Scientifiques et Techniques de Mécanique et Matériaux
13-14 Avril 2006, Hammamet-Tunisie
6. W.J.HUANG, V.JI, W.SEILER

Analyse par DRX des contraintes résiduelles à l'échelle des grains d'une couche galvanisée

Matériaux 2006

13-17 Novembre 2006, Dijon, France

7. Wen-jun HUANG and Vincent JI

Strain and stress analysis on Zn multocrystal film by XRD method

IFAMST 5-5th International Forum on Advanced Material Science and Technology (2006)

June 11-14, Xiangtan, China

8. Wenjun.HUANG, Vincent JI and Wilfrid.SEILER

Stresses analysis on coarse grain Zn film during tensile loading

ECRS7-7th European Conference on Residual Stresses

13-15 September 2006 Berlin, Germany