

---

---

**Essais non destructifs — Méthode  
normalisée de détermination des  
contraintes résiduelles par diffraction de  
neutrons**

*Non-destructive testing — Standard test method for determining  
residual stresses by neutron diffraction*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/TS 21432:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-222b52a9b772/iso-ts-21432-2005)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-  
222b52a9b772/iso-ts-21432-2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-222b52a9b772/iso-ts-21432-2005)



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/TS 21432:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-222b52a9b772/iso-ts-21432-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-222b52a9b772/iso-ts-21432-2005>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2005

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Version française parue en 2008

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
Introduction.....	vi
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	2
4 <b>Symboles et abréviations</b> .....	6
4.1 <b>Symboles</b> .....	6
4.2 <b>Indices</b> .....	7
4.3 <b>Abréviations</b> .....	7
5 <b>Résumé de la méthode</b> .....	7
5.1 <b>Introduction</b> .....	7
5.2 <b>Présentation du principe — loi de Bragg</b> .....	8
5.3 <b>Sources de neutrons</b> .....	8
5.4 <b>Mesurage de la déformation</b> .....	8
5.5 <b>Diffractomètres de neutrons</b> .....	9
5.6 <b>Détermination de la contrainte</b> .....	9
6 <b>Préparation pour les mesurages</b> .....	12
6.1 <b>Introduction</b> .....	12
6.2 <b>Alignement et étalonnage de l'appareil</b> .....	12
6.3 <b>Sélection des conditions de diffraction</b> .....	13
6.3.1 <b>Appareils monochromatiques</b> .....	13
6.3.2 <b>Appareils à temps de vol (TDV)</b> .....	15
6.4 <b>Opérations de positionnement</b> .....	16
6.5 <b>Volumes d'évaluation</b> .....	16
6.6 <b>Détermination d'une distance inter-réticulaire de référence ou sans déformation</b> .....	17
7 <b>Caractérisation du matériau</b> .....	19
7.1 <b>Introduction</b> .....	19
7.2 <b>Composition</b> .....	19
7.3 <b>Historique thermique/mécanique</b> .....	19
7.4 <b>Structures des phases et du cristal</b> .....	19
7.5 <b>Homogénéité</b> .....	19
7.6 <b>Structure micrographique</b> .....	19
7.7 <b>Texture</b> .....	19
8 <b>Exigences d'enregistrement et mode opératoire de mesure</b> .....	20
8.1 <b>Introduction</b> .....	20
8.2 <b>Exigences d'enregistrement</b> .....	20
8.2.1 <b>Informations générales — appareil</b> .....	20
8.2.2 <b>Informations générales — échantillon</b> .....	21
8.2.3 <b>Informations spécifiques requises pour chaque mesurage de déformation</b> .....	21
8.3 <b>Coordonnées de l'échantillon</b> .....	22
8.4 <b>Positionnement de l'échantillon</b> .....	22
8.5 <b>Directions de mesurage</b> .....	22
8.6 <b>Nombre et position des points de mesurage</b> .....	22
8.7 <b>Volume d'évaluation</b> .....	22
8.8 <b>À propos du centroïde du volume d'évaluation</b> .....	23
8.9 <b>Température</b> .....	23
9 <b>Calcul de la contrainte</b> .....	23

9.1	Introduction .....	23
9.2	Calcul des contraintes normales.....	23
9.3	Calcul de l'état de contrainte .....	24
9.3.1	La méthode du $\sin^2\psi$ .....	24
9.4	Sélection des constantes d'élasticité .....	24
9.5	Analyse des données .....	25
9.5.1	Fonction d'ajustement du pic .....	25
9.5.2	Fonction d'ajustement du bruit de fond .....	25
9.5.3	Rapport entre le pic et le bruit de fond .....	25
9.5.4	Profils de pic déformés .....	25
10	Fiabilité des résultats .....	26
11	Rapport.....	26
11.1	Introduction .....	26
11.2	Valeurs des déformations ou des contraintes .....	26
11.2.1	Distance inter-réticulaire de référence ou sans déformation .....	27
11.2.2	Conversion de la déformation en contrainte.....	27
11.2.3	Constantes d'élasticité .....	27
11.2.4	Positionnement .....	27
11.3	Source de neutrons et appareil de diffraction des neutrons.....	27
11.4	Modes opératoires de mesurage généraux.....	27
11.5	Propriétés des échantillons/du matériau.....	28
11.6	Données originales .....	28
Annexe A (informative) Modes opératoires de mesure .....		29
Annexe B (informative) Détermination des incertitudes dans un mesurande .....		38
Bibliographie .....		41

ITC STANDARD PREVIEW  
 (standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-222b52a9b772/iso-ts-21432-2005>

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

Dans d'autres circonstances, en particulier lorsqu'il existe une demande urgente du marché, un comité technique peut décider de publier d'autres types de documents:

- une Spécification publiquement disponible ISO (ISO/PAS) représente un accord entre les experts dans un groupe de travail ISO et est acceptée pour publication si elle est approuvée par plus de 50 % des membres votants du comité dont relève le groupe de travail;
- une Spécification technique ISO (ISO/TS) représente un accord entre les membres d'un comité technique et est acceptée pour publication si elle est approuvée par 2/3 des membres votants du comité.

Une ISO/PAS ou ISO/TS fait l'objet d'un examen après trois ans afin de décider si elle est confirmée pour trois nouvelles années, révisée pour devenir une Norme internationale, ou annulée. Lorsqu'une ISO/PAS ou ISO/TS a été confirmée, elle fait l'objet d'un nouvel examen après trois ans qui décidera soit de sa transformation en Norme internationale soit de son annulation.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO/TS 21432 a été élaborée par le comité technique CEN/TC 138, *Essais non destructifs*, du Comité européen de normalisation (CEN) en collaboration avec le comité technique ISO/TC 135, *Essais non destructifs*, sous-comité SC 5, *Moyens utilisant les rayonnements*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

La présente version française de l'ISO/TS 21432 incorpore le rectificatif technique ISO/TS 21432:2005/Cor 1:2008, publié en anglais.

## Introduction

La diffraction de neutrons est une méthode non destructive pouvant être employée pour déterminer les contraintes résiduelles dans les matériaux cristallins. Elle peut également être utilisée pour évaluer les contraintes appliquées. La méthode peut être employée pour déterminer les contraintes à l'intérieur des matériaux et à proximité des surfaces. Elle nécessite d'amener les échantillons ou les composants mécaniques à une source de neutrons. Des mesures de déformation élastique sont obtenues puis converties en contraintes. L'objet du présent document est de fournir la spécification technique pour déterminer de manière fiable les contraintes en rapport avec les applications industrielles.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/TS 21432:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-222b52a9b772/iso-ts-21432-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-222b52a9b772/iso-ts-21432-2005>

# Essais non destructifs — Méthode normalisée de détermination des contraintes résiduelles par diffraction de neutrons

**AVERTISSEMENT** — La présente Spécification technique n'a pas pour but de traiter des problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de mettre en place des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

## 1 Domaine d'application

La présente Spécification technique fournit la méthode d'essai normalisée permettant de déterminer les contraintes résiduelles dans les matériaux polycristallins par diffraction de neutrons. Elle s'applique aux matériaux homogènes et non homogènes, ainsi qu'aux échantillons contenant plusieurs phases.

Les principes de la technique de diffraction de neutrons sont exposés. Des conseils sont fournis concernant les plans réticulaires de diffraction qu'il convient d'utiliser pour effectuer les mesurages pour différentes catégories de matériaux. Des conseils sont aussi fournis au sujet des directions dans lesquelles il convient d'effectuer les mesurages et du volume de matériau qu'il convient d'examiner, lors des mesurages, en fonction de la grosseur du grain du matériau et de l'état de contrainte envisagé.

Des modes opératoires sont décrits concernant le positionnement et l'alignement corrects des échantillons dans un faisceau de neutrons ainsi que la définition précise du volume de matériau prélevé pour des mesurages individuels.

Les précautions à prendre lors de l'étalonnage des appareils de diffraction de neutrons sont décrites. Des techniques d'obtention de références sans contraintes sont présentées.

Les méthodes de réalisation de mesurages individuels de déformation élastique par diffraction de neutrons sont décrites en détail. Les méthodes d'analyse des résultats et de détermination de leur pertinence statistique sont présentées. Des conseils sont fournis en ce qui concerne l'obtention d'estimations fiables de la contrainte résiduelle (ou appliquée) à partir des données de déformation ainsi que l'estimation de l'incertitude des résultats.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

EN 13925-3<sup>1)</sup>, *Essais non destructifs — Diffraction des rayons X appliquée aux matériaux polycristallins et amorphes — Partie 3: Appareillage*

---

1) À publier.

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

#### 3.1

##### **absorption**

capture d'un neutron par un noyau atomique

NOTE Des tableaux de sections efficaces de capture nucléaire sont disponibles, par exemple sur <http://www.webelements.com> et les sites indiqués en lien.

#### 3.2

##### **alignement**

réglage de la position et de l'orientation de l'échantillon et de tous les composants de l'appareil, de sorte qu'un mesurage de déformation fiable par diffraction de neutrons puisse être effectué à l'endroit souhaité dans l'échantillon

#### 3.3

##### **anisotropie**

variation des propriétés du matériau selon la direction

#### 3.4

##### **atténuation**

réduction de l'intensité du faisceau de neutrons

NOTE L'atténuation peut se calculer en utilisant la «section efficace totale», qui comprend l'absorption et différents processus de diffusion nucléaire. La longueur d'atténuation est la distance, dans le matériau, pour laquelle l'intensité du faisceau de neutrons initiale est divisée par  $1/e$ .

#### 3.5

##### **bruit de fond**

intensité considérée comme n'appartenant pas au signal de diffraction

NOTE Il n'est pas rare que le bruit de fond dépende de l'angle de diffusion ou du temps de vol. Il peut également avoir une influence sur la position du pic découlant de l'analyse des données.

#### 3.6

##### **optique de définition du faisceau**

installation d'instruments utilisée pour déterminer les propriétés d'un faisceau de neutrons, telles que la distribution des longueurs d'onde et des intensités, la divergence et la forme

NOTE Des instruments tels que des diaphragmes, des fentes, des collimateurs, des monochromateurs et des miroirs peuvent être utilisés.

#### 3.7

##### **réflexion de Bragg**

modification subite de l'intensité du faisceau de neutrons en fonction de la longueur d'onde ou de l'angle de diffraction correspondant à  $\lambda = 2d_{h'k'l'}$ , où  $h'k'l'$  indiquent un plan réticulaire de diffraction

#### 3.8

##### **pic de Bragg**

distribution de l'intensité du faisceau diffracté pour un plan réticulaire spécifique  $hkl$

#### 3.9

##### **hauteur de pic**

intensité maximale du pic de Bragg au-dessus du bruit de fond

#### 3.10

##### **fonction du pic**

expression analytique décrivant la forme de la courbe de diffraction



**3.11****position du pic**

valeur unique décrivant la position d'un pic de Bragg

NOTE La position du pic est la grandeur déterminante pour le calcul de la déformation.

**3.12****diffraction**

diffusion s'appuyant sur des phénomènes d'interférence

**3.13****constantes d'élasticité de diffraction**

constantes élastiques associées à chaque plan réticulaire individuel ( $hkl$ ) pour un matériau polycristallin

NOTE Elles sont également souvent appelées constantes élastiques et peuvent être notées  $E_{hkl}$  (module élastique de diffraction) et  $\nu_{hkl}$  (coefficient de Poisson de diffraction).

**3.14****modèle de diffraction**

distribution des neutrons diffusés sur l'étendue disponible des longueurs d'onde, des temps de vol ou des angles de diffusion

**3.15****largeur à mi-hauteur****LMH**

largeur de la courbe de diffraction à mi-hauteur par rapport au bruit de fond

**3.16****analyse globale d'un modèle**

détermination de la structure cristallographique et/ou micrographique à partir d'un modèle de diffraction mesuré sur un matériau polycristallin

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-232b52a91772/iso-ts-21432-2005>

NOTE En général, l'analyse globale d'un modèle est nommée selon la méthode utilisée (par exemple, ajustement par la méthode de Rietveld). Voir également: analyse de pic unique (3.30).

**3.17****volume d'évaluation**

volume à partir duquel les données de diffraction sont obtenues

NOTE Ce volume est déterminé par l'intersection des faisceaux de neutrons incidents et diffractés.

**3.18****paramètres de réseau**

dimensions linéaire et angulaire de la cellule unité cristallographique

NOTE La plupart des matériaux industriels ont des structures de cristal cubiques ou hexagonales. Ainsi, les paramètres de réseau ne se rapportent généralement qu'aux longueurs des arêtes de la cellule unité.

**3.19****distance inter-réticulaire**

distance  $d$

distance entre deux plans réticulaires cristallographiques adjacents

**3.20****contrainte macrographique**

contrainte de type I

contrainte moyenne dans un volume contenant un grand nombre de grains

NOTE Également appelée contrainte de type I.

### 3.21

#### **contrainte micrographique**

écart de contrainte moyen dans un volume réduit, par rapport au niveau macrographique

NOTE Il existe deux classes de contraintes micrographiques:

- l'écart moyen par rapport à la contrainte macrographique déterminée sur la dimension d'un grain ou d'une phase (aussi appelée type II);
- l'écart moyen par rapport à la contrainte de type II déterminée sur un volume de plusieurs dimensions atomiques (aussi appelée type III).

### 3.22

#### **appareil monochromatique**

appareil de diffraction des neutrons employant une bande étroite d'énergies neutroniques (longueurs d'onde)

### 3.23

#### **faisceau de neutrons monochromatique**

faisceau de neutrons avec une bande étroite d'énergies neutroniques (longueurs d'onde)

### 3.24

#### **fonction de distribution d'orientation**

description quantitative de la texture cristallographique

NOTE La fonction de distribution d'orientation est nécessaire au calcul des constantes d'élasticité des matériaux texturés.

**iTeh STANDARD PREVIEW**

### 3.25

#### **faisceau de neutrons polychromatique (standards.iteh.ai)**

faisceau de neutrons contenant une plage continue d'énergies neutroniques (longueurs d'onde)

[ISO/TS 21432:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-222b52a9b772/iso-ts-21432-2005)

### 3.26

#### **point de référence**

centroïde du volume d'évaluation instrumental

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-222b52a9b772/iso-ts-21432-2005>

NOTE Voir 6.5.

### 3.27

#### **reproductibilité**

étroitesse de l'accord entre les résultats de mesurages du même mesurande sous différentes conditions de mesurage

[VIM:1993]

NOTE 1 Une déclaration de reproductibilité valide nécessite la spécification des conditions modifiées. Celles-ci peuvent comprendre le principe des mesurages, la méthode des mesurages, l'observateur, l'appareil de mesure, l'étalon de référence, le lieu, les conditions d'utilisation et la durée.

NOTE 2 La reproductibilité peut être exprimée quantitativement en termes de caractéristique de dispersion des résultats.

NOTE 3 Ici, les résultats sont généralement compris comme étant corrigés.

### 3.28

#### **diffusion**

diffusion cohérente

diffusion de neutrons depuis des centres de diffusion de Bragg, produisant des interférences constructives et destructives des ondes de particules

**3.29****diffusion incohérente**

diffusion de neutrons dans une direction sans corrélation

**3.30****analyse de pic unique**

procédure statistique permettant de déterminer les caractéristiques d'un pic et du bruit de fond à partir des données de diffraction mesurées

**3.31****texture**

orientation préférentielle des cristallites (texture cristallographique) ou des renforts (texture morphologique) dans un échantillon

**3.32****balayage de surface**

méthode permettant de déterminer la position de la surface ou de l'interface d'un échantillon

NOTE Parfois appelé balayage d'intensité, son résultat étant souvent nommé courbe de pénétration.

**3.33****temps de vol**

durée nécessaire à un neutron de vitesse (c'est-à-dire d'énergie ou de longueur d'onde) donnée pour couvrir la distance d'un point de départ défini au détecteur

**3.34****incertitude de mesure**

paramètre, associé au résultat d'un mesurage, caractérisant la dispersion des valeurs qui pourraient raisonnablement être attribuées au mesurande

[VIM:1993]

[ISO/TS 21432:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-222b52a9b772/iso-ts-21432-2005)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-222b52a9b772/iso-ts-21432-2005)

NOTE 1 Le paramètre peut, par exemple, être un écart-type (ou un multiple donné de celui-ci), ou la demi-largeur d'un intervalle dont le niveau de confiance a été établi.

NOTE 2 L'incertitude de mesure comprend, en général, de nombreux composants. Certains de ces composants peuvent être évalués à partir de la distribution statistique des résultats d'une série de mesures et peuvent être caractérisés par des écarts types d'essai. Les autres composants, qui peuvent aussi être caractérisés par des écarts-types, sont évalués à partir de distributions de probabilité supposées, basées sur l'expérience ou sur d'autres informations.

NOTE 3 Il est entendu que le résultat du mesurage est la meilleure estimation de la valeur mesurée et que tous les composants de l'incertitude, y compris ceux provenant d'effets systématiques, tels que les composants associés aux corrections et aux étalons de référence, contribuent à la dispersion.

NOTE 4 L'incertitude doit être distinguée de la précision d'un mesurage, qui peut être influencée par une erreur systématique.

**3.35****balayage de la paroi**

balayage permettant de voir à travers la surface

## 4 Symboles et abréviations

### 4.1 Symboles

$a, b, c$	Longueurs des arêtes d'une cellule unité, dénommées ici paramètres de réseau	nm
$B$	Bruit de fond à la position du pic	—
$d$	Distance inter-réticulaire	nm
$e$	Énergie	
$E$	Module d'élasticité	GPa
$E_{hkl}$	Module d'élasticité associé aux plans réticulaires de diffraction (hkl)	GPa
$g$	Gradient de déformation	mm <sup>-1</sup>
$h$	Constante de Planck	Js
$hkl$	Indices d'un plan réticulaire cristallographique	
$hkil$	Indices d'un plan réticulaire cristallographique pour les structures hexagonales	
$H$	Hauteur de pic	—
$I$	Intensité intégrée du faisceau de neutrons d'un pic de Bragg au-dessus du bruit de fond	
$k_i, k_f$	Vecteur d'onde des neutrons incidents et diffusés	nm <sup>-1</sup>
$L$	Distance de parcours entre la source neutronique et le détecteur	m
$l$	Longueur d'atténuation des neutrons	mm
$m_n$	Masse d'un neutron ( $1,67 \times 10^{-27}$ kg)	kg
$N_n$	Nombre total de neutrons comptés	
$Q$	Vecteur de diffusion ( $k_f - k_i$ )	nm <sup>-1</sup>
$t$	Temps de vol des neutrons entre la source et les détecteurs	
$T$	Température	°C ou K
$u$	Incertitude de l'étalon	—
$x, y, z$	Axes du système de coordonnées de l'échantillon	
$\alpha$	Coefficient de dilatation thermique	K <sup>-1</sup>
$\Delta$	Variation ou modification du paramètre qui suit	
$\varepsilon$	Déformation élastique	—
$\varepsilon_{ij}$	Composantes du tenseur des déformations élastiques	—
$\varepsilon_{hkl}$	Déformation élastique normale associée aux plans réticulaires de diffraction (hkl)	—

$\lambda$	Longueur d'onde des neutrons	nm
$\nu$	Coefficient de Poisson	
$\nu_{hkl}$	Coefficient de Poisson associé aux plans réticulaires de diffraction (hkl)	
$\sigma$	Contrainte	MPa
$\sigma_{ij}$	Composantes du tenseur de contrainte	MPa
$\sigma_Y$	Contrainte à la limite élastique	MPa
$2\theta$	Angle de diffraction	degrés
$\phi, \psi, \omega$	Angles d'orientation	degrés

## 4.2 Indices

hkl, hkil	Indiquent le rapport aux plans réticulaires cristallographiques
x, y, z	Indiquent les composantes suivant les axes x, y et z de la grandeur concernée
$\phi, \psi$	Indiquent les composantes normales, dans la direction ( $\phi\psi$ ) de la grandeur concernée
0 (zéro)	Indique la valeur sans déformation de la grandeur concernée
ref	Indique la valeur de référence de la grandeur concernée

## 4.3 Abréviations

DSP	Détecteur sensible à la position
TDV	Temps de vol
VEI	Volume d'évaluation instrumental
VEN	Volume d'évaluation nominal
VEE	Volume d'évaluation échantillonné

## 5 Résumé de la méthode

### 5.1 Introduction

La présente Spécification technique traite de la détermination des contraintes résiduelles et/ou appliquées nécessaires en analyse technologique. Ces contraintes sont déterminées grâce à des mesurages du pas d'un réseau cristallographique par diffraction de neutrons. Les déformations élastiques permettant de calculer les contraintes peuvent être obtenues à partir de ce pas. En déplaçant en translation un échantillon ou un composant devant un faisceau de neutrons, les contraintes peuvent être déterminées à différents endroits, si des mesures de déformation sont obtenues en quantité suffisante. Le processus de mesurage des déformations est résumé dans le présent article.

## 5.2 Présentation du principe — loi de Bragg

Les rayonnements de longueur d'onde similaire à la distance inter-réticulaire sont diffractés par les matériaux cristallins de sorte qu'apparaissent des pics de Bragg. La loi de Bragg permet de déterminer l'angle d'une courbe de diffraction:

$$2d_{hkl} \cdot \sin \theta_{hkl} = \lambda \quad (1)$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde du rayonnement,  $d_{hkl}$  est le pas des plans réticulaires  $hkl$  responsables du pic de Bragg et  $\theta_{hkl}$  est l'angle de Bragg. Le pic sera observable sous un angle de  $2\theta_{hkl}$  par rapport au faisceau incident, comme le montre schématiquement la Figure 1.

## 5.3 Sources de neutrons

La diffraction de neutrons utilise des neutrons engendrés par la fission ou la spallation; la première est principalement employée dans les réacteurs nucléaires en régime permanent et la seconde dans les sources impulsives. Dans les deux cas, les neutrons produits sont modérés, pour amener leurs énergies à la gamme thermique, c'est-à-dire  $\lambda \geq 0,09$  nm. Avec les réacteurs, un faisceau de neutrons monochromatique est généralement produit en utilisant un monochromateur cristallin, pour sélectionner une longueur d'onde précise à partir du faisceau polychromatique. Avec les sources à impulsion, le faisceau de neutrons consiste généralement en une série de courtes impulsions contenant chacune un spectre de longueurs d'onde. L'énergie (et donc la longueur d'onde) de chaque neutron peut être déterminée par la mesure de la distance qu'il a parcourue jusqu'au détecteur et du temps que cela lui a pris, appelé temps de vol (TDV). Ainsi, les mesurages de TDV dépendent de la longueur d'onde (parfois dite dispersive d'énergie), le modèle de diffraction entier étant enregistré à un angle de diffusion particulier. Les courtes impulsions de neutrons polychromatiques peuvent aussi être produites par un ou plusieurs hacheurs pour les sources continues ou à partir d'impulsions longues.

## 5.4 Mesurage de la déformation

ISO/TS 21432:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c277cc4-e3a0-4c1a-8330-220149012801/iso-ts-21432-2005>

Lorsqu'un échantillon est bombardé par un faisceau de neutrons monochromatique parallèle de longueur d'onde connue, le pas de son réseau peut être déterminé à partir de l'angle de Bragg observé, en utilisant la loi de Bragg (1). Si l'échantillon n'est pas déformé, la distance inter-réticulaire correspond aux valeurs sans déformation (sans contrainte) du matériau et est notée  $d_{0,hkl}$ . Dans un échantillon contraint, la distance inter-réticulaire est modifiée et un glissement de chaque pic de Bragg se produit, permettant d'obtenir les déformations élastiques avec:

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_{0,hkl}}{d_{0,hkl}} = \frac{\Delta d_{hkl}}{d_{0,hkl}} = \frac{\sin \theta_{0,hkl}}{\sin \theta_{hkl}} - 1 \quad (2)$$

Un appareil à temps de vol (TDV) dirige les impulsions contenant des neutrons dont les vitesses, et donc les longueurs d'onde, s'étendent sur une certaine plage, vers l'échantillon. À partir du temps de vol mesuré  $t$  des neutrons détectés, leur longueur d'onde est calculée à l'aide de la relation de Broglie pour donner:

$$\lambda = \frac{h}{m_n \cdot L} \cdot t \quad (3)$$

En substituant (3) dans la loi de Bragg (1), le temps de vol pour une longueur d'onde particulière et un plan cristallin devient:

$$t_{hkl} = 2 \frac{m_n}{h} \cdot L \cdot \sin \theta \cdot d_{hkl} \quad (4)$$

pour un détecteur positionné dans un angle de  $2\theta$ .

Le faisceau de neutrons incident étant polychromatique, les réflexions de tous les plans réticulaires normales à la direction de mesure de la déformation sont enregistrées. Chaque réflexion est produite à partir d'une famille différente de grains orientés de sorte qu'un plan  $hkl$  spécifique diffracte vers le détecteur. La déformation élastique peut alors être calculée à partir des glissements de temps de vol dans n'importe quelle réflexion observée d'une manière analogue à celle décrite dans l'Équation (2) de sorte que, pour un angle fixe de  $2\theta$ .

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{\Delta d_{hkl}}{d_{0,hkl}} = \frac{t_{hkl} - t_{0,hkl}}{t_{0,hkl}} = \frac{\lambda_{hkl} - \lambda_{0,hkl}}{\lambda_{0,hkl}} \quad (5)$$

Il convient de noter que l'enregistrement simultané des réflexions de divers plans réticulaires peut faciliter l'analyse des données par l'ajustement de plusieurs pics ou l'analyse globale d'un modèle (voir 6.3.2).

Pour les appareils monochromatiques et les appareils à temps de vol (TDV), la direction de mesurage de la déformation suit le vecteur de diffusion,  $Q = k_f - k_i$ , bissectrice de l'angle entre les faisceaux incident et diffracté, en étant perpendiculaire aux plans de diffraction, comme le montre la Figure 1.

## 5.5 Diffractomètres de neutrons

Un appareil monochromatique fréquemment utilisé pour le mesurage de déformations, avec une source en régime permanent, est représenté à la Figure 2. Le faisceau de neutrons polychromatique est d'abord transformé en faisceau monochromatique à la longueur d'onde choisie, par diffraction à l'aide d'un monochromateur approprié. La résolution spatiale de ce faisceau monochromatique est alors obtenue grâce à une optique de résolution du faisceau appropriée, pour produire un faisceau de dimension maîtrisée. Ce faisceau est alors diffracté par l'échantillon et capturé par un détecteur de neutrons. Un exemple de pic de diffraction provenant d'un appareil monochromatique est représenté à la Figure 3.

Pour les diffractomètres à TDV généralement utilisés avec les sources à impulsion, chaque impulsion fournit un profil de diffraction à travers une plage étendue de distances inter-réticulaires. Un diffractomètre à TDV type, utilisé pour le mesurage des déformations simultanément dans deux directions, avec une source à impulsion, est représenté à la Figure 4. Un angle de diffusion fixe étant employé, la plupart des appareils des sources à impulsion utilisent une collimation radiale (focalisation). Cela permet aux neutrons d'être détectés sur un angle solide plus large qu'en utilisant une fente, tout en assurant que la plupart des neutrons détectés viennent d'un volume d'évaluation défini (voir 6.5). Les signaux provenant des éléments individuels de l'ensemble de détection sont combinés en tenant compte de leurs différentes positions angulaires. Deux détecteurs ou plus avec des collimateurs radiaux peuvent être utilisés pour permettre le mesurage simultané de plus d'une direction  $Q$  (de déformation). Un modèle de diffraction type d'un tel appareil est représenté à la Figure 5, qui montre également le résultat d'un ajustement par la méthode de Rietveld où un modèle cristallographique de la structure est ajusté aux données de diffraction à l'aide d'une analyse par la méthode des moindres carrés (voir 6.3.2).

## 5.6 Détermination de la contrainte

La contrainte et la déformation élastique sont des tenseurs du second ordre liés par les constantes d'élasticité d'un solide. La diffraction de neutrons pouvant mesurer la déformation élastique dans un volume défini d'un solide cristallin, il est possible de calculer la contrainte moyenne dans ce volume, à condition de connaître les constantes d'élasticité appropriées du matériau. La détermination complète du tenseur des déformations nécessite des mesurages de la déformation élastique dans au moins six directions. Si les directions principales de déformation dans le solide sont connues, les mesurages dans ces trois directions suffisent. Dans des conditions de contrainte ou de déformation planaires, une réduction supplémentaire à deux directions est possible. Dans le cas d'un chargement uniaxial, des mesurages selon une seule direction suffisent.

Les contraintes et les déformations dans un échantillon dépendent en général de la direction et de la position, d'où la nécessité de mesurer les déformations à un certain nombre de positions, dans plusieurs directions. Cela exige également un positionnement précis de l'échantillon par rapport au faisceau de neutrons focalisé et aux détecteurs. Ce positionnement est généralement réalisé à l'aide de tables de translation et de rotation, sur lesquelles l'échantillon est fixé.