

UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA

Faculté de Technologie
Département de mécanique

MEMOIRE DE MAGISTER

Spécialité : Science des matériaux

**CARACTERISATION DE LA GROSSEUR DES GRAINS DANS
LES MATERIAUX SOLIDES PAR ONDES ACOUSTIQUES**

Par

Ahmed MEBTOUCHE

Devant le jury composé de :

M. HADJI	Professeur, U. Blida	Président
M.ZERGOUG	Directeur de recherche C.S.C	Examineur
A. BADIDI-BOUDA	Maître de recherche C.S.C	Promoteur
Y. BENKEDDA	Professeur, U. Blida	Co-Promoteur

Blida, Mai 2013

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier en premier lieu, ALLAH, le Tout Puissant, de m'avoir donné autant de courage, de patience et de volonté pour atteindre ce but. Je remercie tout particulièrement ma Mère, pour sa précieuse affection et assistance sans faille et je lui témoigne toute ma reconnaissance, ma femme pour sa patience et tous ses encouragements. Je dédie ce modeste travail à mes enfants Yacine et Abderaouf.

D'autre part, ce travail ne pouvait aboutir sans l'aide et de l'encouragement que j'avais reçu de la part de plusieurs personnes. J'exprime mes remerciements à mon Directeur de thèse, A. BADIDI-BOUDA, Maître de recherches au CSC Chéraga et Mr Y. BENKEDDA, co-Directeur de thèse, Professeur à l'Université de Blida, pour avoir accepté d'encadrer mon travail. Je remercie Messieurs M. HADJI, Professeur à l'Université de Blida, Chargé de cours à l'Université de Blida et M. ZERGOUG, Chargé de recherches au CSC Chéraga, d'avoir accepté de faire partie du jury de cette thèse.

Je ne saurais oublier tous les membres de la division de caractérisation et instrumentation, mes remerciements vont aussi à tous ceux qui ont aidé de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail, qui m'a beaucoup enrichi sur le plan scientifique, pédagogique et humain.

Résumé

Dans les matériaux à structure cristalline, la frontière séparant deux grains voisins constitue une discontinuité acoustique. Ce travail s'inscrit précisément dans l'importance de la caractérisation par la technique ultrasonore, adaptée aux structures homogènes des matériaux isotrope et très faiblement dispersifs (acier E24, aluminium série1000). Nous avons abordé ce sujet de façon originale en profitant, du point de vue expérimental, de l'utilisation du décalage du maximum du spectre de fréquence après parcours de l'onde dans le matériau. L'étude de ce décalage dû à la diffusion et à l'absorption du matériau a montré que le maximum de la fréquence de l'onde ultrasonore change durant son parcours dans le matériau. Ceci a donc permis de caractériser d'une manière qualitative la grosseur des grains par l'analyse spectrale.

ملخص

في المواد ذات البنية البلورية، والحدود بين الاثنين من الحبوب المجاورة هو الانقطاعات الصوتية. هذا العمل هو على وجه التحديد أهمية التشخيص بواسطة تقنية الموجات فوق الصوتية لتكييف هياكل متجانسة من المواد الموحد الخواص والتشتت ضعيف (E24 الصلب والألومنيوم. série1000). تناولنا هذه المسألة بطريقة الأصلي من خلال الاستفادة من وجهة نظر تجريبية، واستخدام الزحزحة من الحد الأقصى للطيف الترددي بعد مسار الموجة في هذه المادة. وأظهرت دراسة هذا الزحزحة نتيجة لتشتت وامتصاص المواد التي تردد وسط موجة التغييرات بالموجات فوق الصوتية خلال مرور من خلال هذه المادة. وقد سمح لنا هذا لتشخيص بطريقة نوعية حجم الحبوب التحليل لطيفي

abstract

In materials with crystalline structure, the boundary between two neighboring grains is an acoustic discontinuity. This work is precisely the characterization by ultrasonic technique adapted to homogeneous structures of isotropic materials and weakly dispersive (E24 steel, aluminum série1000). We addressed this issue in an original way by taking advantage of the experimental point of view, the use of the shift of the maximum of the frequency spectrum after course of the wave in the material.

The study of this shift due to the scattering and absorption of the material showed that the maximum frequency of the ultrasonic wave changes during its passage through the material. This has allowed us to characterize in a qualitative way the grain size by spectral analysis.

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	- 6 -
-----------------------------	-------

CHAPITRE

ÉLÉMENTS DE MÉTALLURGIE

I.1. Structures des aciers	- 10 -
I.2. Caractéristiques des constituants métallographiques des aciers.....	- 11 -
I.3. Caractéristiques des constituants métallographiques des alliages d'aluminium	- 12 -
I.3.1. Les principales propriétés de l'aluminium.....	- 12 -
I.3.2. Principaux alliages d'aluminium.....	- 13 -
I.4. Caractéristiques mécaniques.....	- 14 -
I.4.1. Propriétés mécaniques.....	- 14 -
I.4.2. Comportement élastique.....	- 14 -
I.4.3. Comportement plastique.....	- 14 -
I.5. Les traitements thermiques.....	- 15 -
I.6 Comportement des alliages lors de traitements thermomécaniques.....	- 16 -
I.6.1 Écrouissage de l'Aluminium.....	- 17 -
I.6.2 La restauration et la recristallisation	- 19 -
I.6.2.1. La restauration	- 19 -
I.6.2.2 Recristallisation primaire et secondaire.....	- 21 -
I.6.2.3. Cinétique de la recristallisation	- 23 -

CHAPITRE I

ÉLÉMENTS FONDAMENTAUX DE L'ACOUSTOELASTIQUE

II.1. Introduction	- 25 -
II.2. Relation entre déformations et contraintes dans un milieu anisotrope	- 25 -
II.3. Cas particulier du solide isotrope	- 27 -

II.3.1. Equation de propagation dans un milieu élastique	- 28 -
II.3.2. Conclusion.....	- 30 -
II.4. Grandeurs intervenant dans la propagation	- 31 -
II.4.1. Pression acoustique	- 32 -
II.4.2. Energie transposée et intensité acoustique	- 32 -
II.4.3. Dissipation d'énergie pendant la propagation.....	- 33 -
II.4.4. Atténuation des ondes ultrasonores	- 33 -
II.4.5. Vitesses de propagation et atténuation des ondes acoustiques dans les matériaux-	34 -
II.5. Élasticité non linéaire	- 36 -
II.6. Diffraction des ondes ultrasonores.....	- 39 -
II.6.1. Propagation d'une onde sphérique longitudinale	- 39 -
II.7. Faisceau acoustique d'un transducteur plan.....	- 41 -
II.7.1. Répartition de la pression acoustique le long de l'axe du transducteur-	42 -
II.7.2. Répartition de la pression acoustique dans des plans perpendiculaires à l'axe du faisceau	- 43 -

CHAPITRE III

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III.1. Matériaux étudiés.....	- 46 -
Figure III-1 Présentation des échantillons des alliages étudiés.....	- 46 -
III.2. Déformation plastique à froid par laminage.....	- 46 -
III.3. Traitements Thermiques	- 47 -
Températures (°C)	- 47 -
Temps de maintien (minutes).....	- 47 -
Tableau III.1 Traitements thermiques effectués sur les échantillons.....	- 47 -
III.4. Caractérisation des échantillons	- 47 -
III.4.1. Examen métallographique des échantillons	- 48 -
III.4.2. Analyse physico-chimique par fluorescence X	- 49 -

III.4.3. Mesure de résistivité	- 49 -
III.4.4. Mesure de microdureté	- 49 -
III.4.5. Mesures ultrasonores	- 50 -
III-4-6. Analyse par microscopie optique (MO)	- 51 -

CHAPITRE IV

RESULTATS ET DISCUSSION

IV.1 Analyse chimique par fluorescence X des matériaux étudiés	- 52 -
IV.2 Caractérisation métallographique des échantillons d'acier E24.....	- 52 -
IV.3 Détermination de la taille des grains par la méthode de comptage	- 54 -
IV.4 Détermination de la taille des grains par traitement d'image (méthode des interceptes)	- 56 -
IV.5 Mesure de microdureté des échantillons d'alliage d'aluminium	- 57 -
IV.6. Mesure de résistivité par la méthode des quatre pointes.....	- 58 -
IV.7 Mesures Ultrasonores.....	- 59 -
IV.7.1 Mesure des coefficients de transmission.....	- 59 -
IV.7.2 Détermination du champ proche :	- 60 -
IV.7.3. Étude du décalage des fréquences ultrasonores longitudinales en fonction des traitements thermomécaniques subis par les échantillons.	- 61 -
IV.8.Conclusion.....	- 75 -
CONCLUSION GÉNÉRALE.....	- 76 -

LISTE DES FIGURES

Figure I.1: diagramme d'équilibre Fe – C[18]	5
Figure I.2: traitement thermique des aciers	10
Figure I.3: Effet de l'érouissage sur la limite élastique ($R_{p0.2}$), la résistance à la rupture (R_m) et l'allongement à la rupture	11
Figure I.4: La déformation plastique par laminage	12
Figure I.5: Courbe de restauration et recristallisation (schématique). Les sauts indiquent que la restauration et la recristallisation procèdent par des mécanismes ayant besoin d'une activation thermique distincte	13
Figure I.6: (a) Annihilation d'une lacune. Un atome sur un site interstitiel saute dans une lacune. Deux dislocations de signe opposé s'annihilent, (b) Structure d'un sous joint ; l'angle de désalignement est donné par $\tan a = b/h$.	14
Figure I.7: Schéma de la recristallisation	16
Figure I.11: Evolution des grains lors de la recristallisation secondaire	16
Figure I.8: Croissance anormale du grain	17
Figure I.9: Diagramme de recristallisation pour l'Al 99.6%. Durée de recuit 2 h	18
Figure I.10: Schéma illustrant la grosseur des grains après érouissage et recristallisation	18
Figure II.1: Contraintes mécaniques dans un milieu	19
Figure II.2: Variation de la pression en fonction de la distance	28
Figure II.3: Plans de l'isotropie P_{\perp} et de l'anisotropie $P_{//}$	31
Figure II.4: Coordonnées sphériques	33
Figure II.5: Champ acoustique théorique d'un transducteur	36
Figure II.6: Répartition de la pression acoustique le long de l'axe	37
Figure II.7: Répartition de la pression acoustique dans un plan perpendiculaire à l'axe du faisceau	37
Figure II.8 : Profil du champ acoustique théorique en émission / réception d'un transducteur plan	38
Figure III.1: Présentation des échantillons des alliages étudiés	39

Figure III.2: Schéma du dispositif expérimental de la mesure de résistivité à quatre pointes	42
Figure III.3: Dispositif expérimental (caractérisation ultrasonore)	44
Figure IV.1: Microstructure de l'alliage E24 à l'état initial	46
Figure IV.2: Microstructure de l'alliage E24 traité a 850°C pendant 15 min	46
Figure IV.3: Microstructure de l'alliage E24 traité a 950°C pendant 40 min	46
Figure IV.4: Microstructure de l'alliage E24 traité a 1050°C pendant 60 min	46
Figure IV.5 : Microstructure de l'alliage E24 traité a 1200°C pendant 90 min	46
Figure IV.6: Schéma illustrant le domaine de comptage des grains	47
Figure IV.7: Cas considéré pour le calcul de la taille des grains	48
Figure IV.8: Évolution de la microdureté en fonction du taux de déformation par laminage	50
Figure IV.9: Evolution de la résistivité électrique en fonction du taux de déformation par laminage	51
Figure IV.10: Signal temporel de l'aluminium laminé (sonde 2.25 MHz)	54
Figure IV.11: Spectres de fréquence pour les différents échantillons d'aluminium laminé (sonde 2.25 MHz)	54
Figure IV.12: Fréquence moyenne en fonction de la taille moyenne des grains de l'acier E24 pour les sondes de fréquence 2.25, 5 et 10 MHz	56
Figure VI.13: Graphes du décalage en fréquence en fonction de la taille moyenne des grains pour les échantillons d'aciers E24	59
Figure VI.14: Fréquence moyenne en fonction du taux de déformation	61
Figure VI.15: Décalage en fréquence en fonction du taux de déformation	62
Figure VI.16: Fréquences en fonction du taux de déformation	64
Figure VI.17: Décalage des fréquences en fonction des taux de déformation	66

LISTE DES TABLEAUX

Tableau III.1: Traitements thermiques effectués sur les échantillons	40
Tableau VI. 1: Concentration des éléments présents dans les deux alliages	45
Tableau IV.2: Diamètres moyens des grains pour les échantillons en acier E24 en fonction du traitement subi.	48
Tableau IV.3: Récapitulatif des tailles moyennes des grains estimées par la méthode des interceptes linéaires selon la norme ASTM 112	49
Tableau IV.4: Récapitulatif des résultats de microdureté en fonction du taux de déformation par laminage pour l'alliage Al-1.4Fe	50
Tableau IV.5: Récapitulatif des résultats de la résistivité électrique en fonction du taux de déformation par laminage pour l'alliage Al-1.4Fe	51
Tableau IV.6: Champ proche pour chaque palpeur	53
Tableau IV.7: Fréquence moyenne en fonction de la taille moyenne des grains série 1	55
Tableau IV.8: Fréquence moyenne en fonction de la taille moyenne des grains série 2	55
Tableau IV.9: Décalage en fréquence en fonction de la taille moyenne des grains série 1	57
Tableau IV.10: Décalage en fréquence en fonction de la taille moyenne des grains série 2	58
Tableau VI.11: Fréquence moyenne en fonction du taux de déformation	60
Tableau VI.12: Décalage en fréquence en fonction du taux de déformation	61
Tableau VI.13: Les décalages des fréquences en fonction des taux de déformations	63
Tableau VI.14: Les décalages des fréquences en fonction des taux de déformation	65

INTRODUCTION GENERALE

Les ultrasons ont prouvé leur efficacité dans le domaine de la caractérisation non destructive des matériaux. Leur application se diversifie de jour en jour. Outre leur application dans le domaine industriel. Les ultrasons offrent une fiabilité certaine dans la caractérisation non destructive des propriétés physiques, mécaniques et chimiques.

En effet, la présence des contraintes mécaniques dans une structure, influent sur la vitesse de propagation des ultrasons dans les matériaux, et que les vitesses de propagation des ondes de compression et de cisaillement sont fonction entre autres, des constantes élastiques des matériaux explorés. On a donc la possibilité de déterminer ces constantes par voie ultrasonore.

Des travaux antérieurs, menés sur la caractérisation des matériaux par la technique ultrasonore démontrent bien que des mesures de vitesse ultrasonores peuvent être employées pour estimer la taille moyenne de grain. [01] [02]

Cette étude s'inscrit précisément dans l'importance de la caractérisation par la technique ultrasonore, adaptée aux structures homogènes des matériaux isotrope et très faiblement dispersifs (acier E24, aluminium série1000). Les ultrasons sont sensibles aux inhomogénéités d'impédance. De part, l'absence de corrélation directe entre rupture d'élasticité et rupture d'impédance, il n'existe pas de lien directe, un à un entre paramètres mécaniques et paramètres acoustiques. [03]

La technique utilisée, exploite directement les propriétés des ondes de volume, vitesse de propagation, fréquence et atténuation [04] (la théorie générale d'atténuation ultrasonore due à la dispersion a été présentée par MASON et

McSKIMIN [05]), liées par l'équation de propagation aux propriétés mécaniques du milieu

Ainsi, par l'estimation du décalage de fréquence des ondes de volume, il est possible de remonter aux propriétés mécaniques et structurales du milieu, tels que la taille des grains, l'état de contraintes, etc. Les mesures sont effectuées en écho mode, sans contact en utilisant l'eau comme milieu de couplage. Le maximum du spectre de fréquence des signaux ultrasonores peut être employé pour évaluer le décalage spectral qui mène à la caractérisation de la taille de grain. [06] La variation dans la fréquence maximale spectrale et le changement de la largeur de bande à mi-hauteur maximale (FWHM) du spectre de fréquence sont corrélés à la taille de grain dans un acier inoxydable austénitique de type 316 d'AJSI... [07][08].

Ce mémoire est constitué de quatre chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à l'étude métallurgique des aciers et des alliages d'aluminium, et aux traitements thermiques et déformations plastiques (laminage à froid) que peuvent subir ces matériaux.
- Dans le second chapitre nous donnerons quelques éléments fondamentaux de l'acoustoélasticité.
- Dans le troisième chapitre nous présenterons les procédures expérimentales adoptées où seront détaillées : les expérimentations sur les traitements thermiques et les déformations à froid par laminages qui affectent la taille moyenne des grains et l'état de contraintes dans les matériaux considérés. La détermination des paramètres ultrasonores, fréquence et décalage en fréquences relatives aux échos de fond.
- Le quatrième chapitre sera consacré à l'analyse des résultats et à leur comparaison à ceux obtenus par d'autres techniques et à ceux d'autres travaux.

Nous terminerons par une conclusion générale.

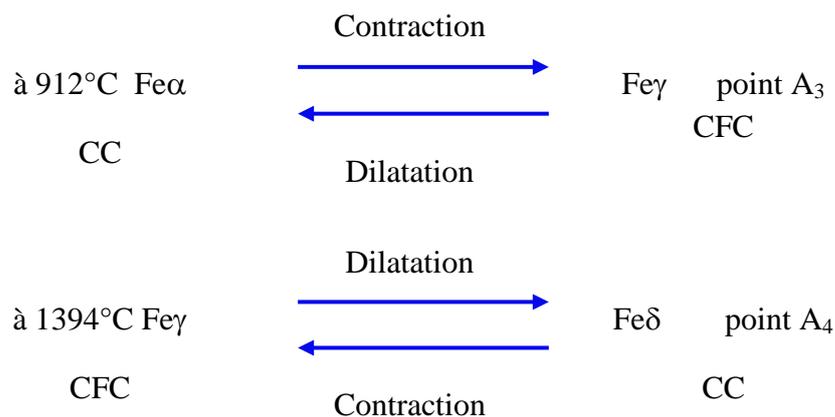
CHAPITRE I

ÉLÉMENTS DE MÉTALLURGIE

La plus importante propriété du fer est son polymorphisme cristallin. L'analyse thermique permet d'étudier les transformations de phase des métaux purs et des alliages. Elle montre que, mis à part la fusion, le fer présente deux changements de phase à l'état solide.

Si l'on examine les vides interstitiels dans le réseau cubique centré C.C. et dans le réseau cubique à face centrée C.F.C. du fer, on voit bien que les vides sont beaucoup plus grands dans le réseau C.F.C. que dans le réseau C.C. La solubilité du carbone dans le fer γ est donc nettement plus grande que dans le fer α ou dans le fer δ puisque la distorsion du réseau, qui est nécessaire pour que les atomes de carbone puissent occuper leur site interstitiel, est beaucoup moins importante dans le cas du réseau C.F.C. que dans celui du C.C.

La solution solide du carbone C dans le fer α est appelée ferrite. La solution solide de C dans le fer γ porte le nom d'austénite. Le chauffage d'un acier, depuis la température ambiante où il est à l'état α jusqu'à une température du domaine γ , suivi d'un maintien à cette température pendant un certain temps, en vue d'obtenir la formation d'austénite et la mise en solution partielle ou totale du carbone dans cette austénite, est un traitement qui est appelé austénitisation.



Les traitements thermiques effectués dans le but de conférer aux aciers leurs propriétés d'emploi, comportent généralement un chauffage au-dessus du point de transformation AC3 dans le domaine austénitique, suivi d'un refroidissement dans des conditions appropriées.

À partir du domaine austénitique, une deuxième étape du traitement thermique consiste à faire subir à l'acier un refroidissement à une vitesse déterminée, comportant ou non des Maintiens à des températures intermédiaires, où se produit la transformation de l'austénite. La nature, la morphologie et les propriétés des nouveaux constituants qui apparaissent, dépendent essentiellement, à la fois, des conditions du refroidissement et de l'état de l'austénite avant refroidissement.

À cet égard, les paramètres déterminants sont :

- la vitesse de chauffage ;
- le temps de maintien du palier isotherme ;
- la vitesse de refroidissement ;

Ils ont une influence décisive sur la mise en solution plus ou moins complète des phases précipitées et sur la taille des grains.

I.1. Structures des aciers

Elles peuvent être décrites à partir du diagramme d'équilibre fer-carbone (Figure I.1). En fonction de la vitesse de refroidissement et la présence d'éléments chimiques étrangers, on distingue [09] :

- le diagramme d'équilibre stable fer-graphite (fontes grises),
- le diagramme d'équilibre métastable fer-cémentite (aciers et fontes blanches), représenté ci-dessous :

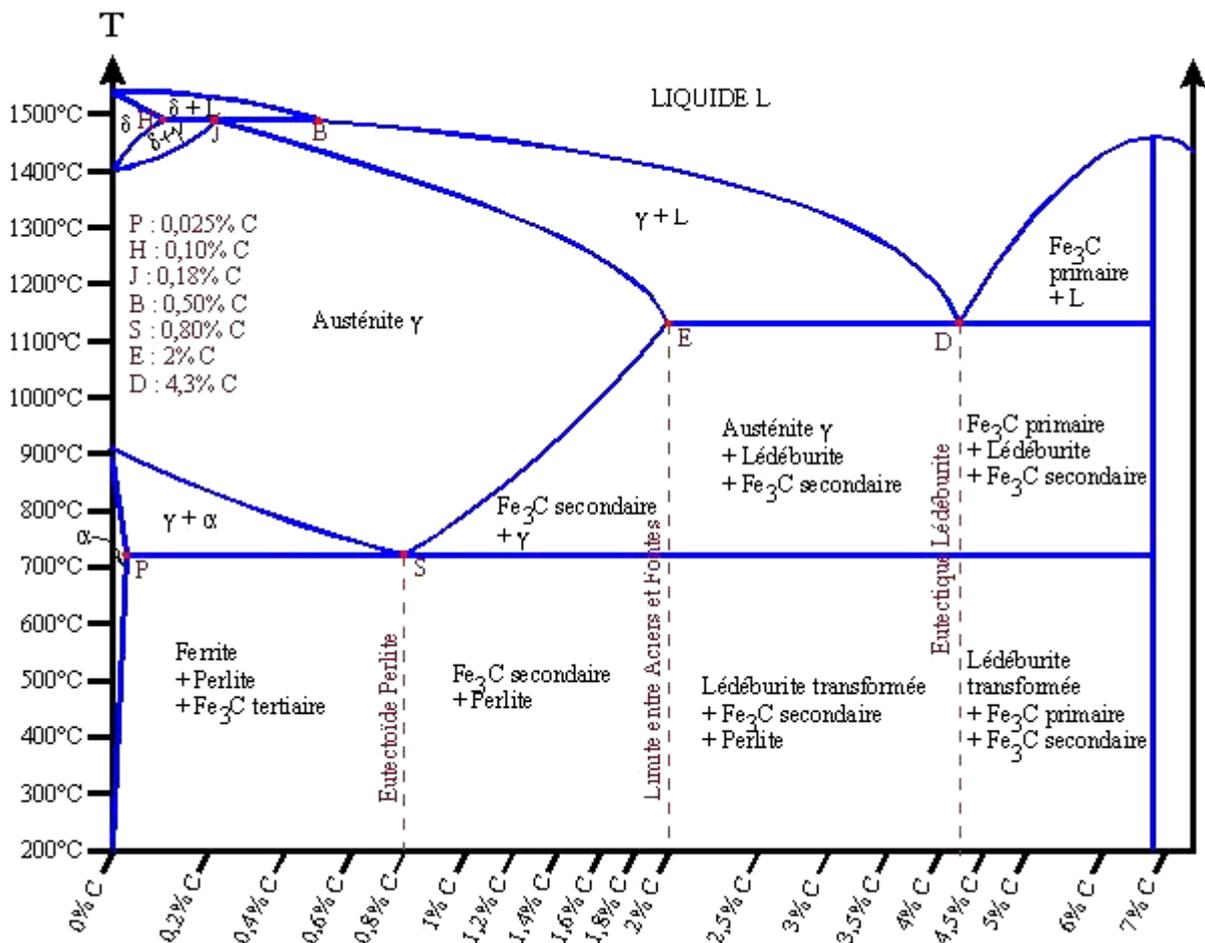


Figure I.1 : diagramme d'équilibre Fe – C[18]

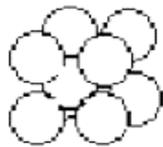
I.2. Caractéristiques des constituants métallographiques des aciers

Cémentite : C'est le composant principal des fontes.

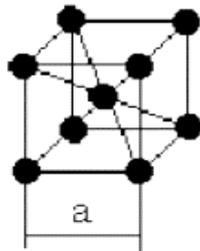
Fe₃C : Maille orthorhombique. Très dure (750 HB), cassante ($R_m = 700\text{N/mm}^2$).

Confère une bonne tenue à l'érosion et à l'abrasion. Contient environ 6.7% C.

Fer alpha (α) Fer cristallisé de structure CC (cubique centrée) sous 906 °C. Doux, malléable, magnétique, dissout très peu le carbone (0.08% à 723 °C).



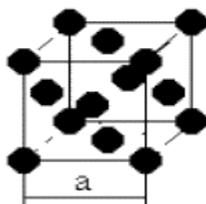
"a" est de l'ordre de 3Å



Chaque maille est constituée par neuf atomes (assimilables de minuscules sphères) centrées respectivement aux huit sommets et au centre du cube

Fer Delta (δ) Etat transitoire, non magnétique. Dissout peu le carbone (2% à 1150°C).

Fer Gamma (austénite) : N'existe de manière stable qu'à haute température (ligne $AC_3 - AC_1$). Pour obtenir ce constituant à température normale, il faut réaliser une trempe après avoir atteint la température d'austénitisation.

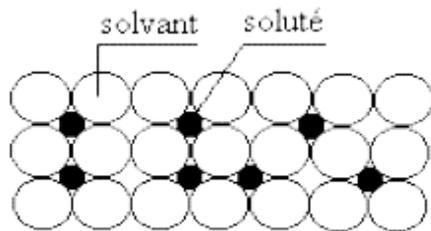


Les atomes sont disposés aux sommets et au centre des faces du cube appelé maille.

Exemple de métaux à mailles C.F.C. : fer, aluminium, nickel, cuivre, plomb,

Doux et facile à usiner. Fort coefficient de dilatation, bonne résistance à l'usure, bonne résilience aux températures cryogéniques. Dissout jusqu'à 1.7% de carbone.

Structure CFC (cubique à face centrée) entre 906° et 1400°C. Paramagnétique.



Le faible diamètre de l'ion du soluté permet son insertion dans les interstices du réseau atomique. Exemple d'insertion : le carbone dans le fer (voir diagramme d'équilibre fer- carbone).

Ferrite : Fer α pratiquement pur. Dureté faible (de 80 à 100 HB), peu tenace ($R_m = 300\text{N/mm}^2$), très ductile.

(Les 4 éléments susceptibles de s'insérer dans les sites formés entre les atomes métalliques sont : l'Hydrogène, l'Oxygène, le Carbone et l'Azote).

Perlite : Alliage de fer et de carbone à 0.83% de carbone. Structure lamellaire ou globulaire de ferrite + cémentite. Très dure (200 HB), tenace ($R_m = 850\text{ N/mm}^2$), ductile ($A\%=10$). Facile à usiner, bonne résistance aux efforts statiques et à l'usure par frottements.

I.3. Caractéristiques des constituants métallographiques des alliages

d'aluminium

L'aluminium a connu un développement très important grâce notamment à son utilisation dans les industries ayant trait au transport de tous types, aviation, automobile ou marine. Il est aussi employé dans l'emballage, le bâtiment, l'électricité, la mécanique etc...

I.3 1. Les principales propriétés de l'aluminium

L'aluminium est un élément du IIIe groupe de la classification de Mendeleïev, dont le numéro atomique est 13 et la masse atomique 26,98. Sa température de fusion est de 660,04°C. L'aluminium possède un réseau cubique à face centrée (CFC) à équidistance de paramètre de maille $a = 4,049595\text{ \AA}$, de diamètre atomique $D_{at} = 2,86 \times 10^{-10}\text{ m}$. Sa caractéristique physique importante est la faible densité : 2,7 g/cm³, alors que la densité du fer est 7,8 g/cm³, et celle du cuivre, 9 g/cm³. L'aluminium a une conductibilité électrique élevée (2,6548 ohm - nam²/m), ce qui correspond à 65 % de celle du cuivre. Sa conductibilité thermique est de 0,57 cal/cm .s°C.

L'aluminium industriel est élaboré sous forme de tôles, profilés, barres, fils et autres semi-produits. L'aluminium se distingue par sa tenue à la corrosion élevée

du fait de la formation à la surface d'une pellicule très fine et très résistante d'alumine Al_2O_3 . Plus l'aluminium est pur, plus sa tenue à la corrosion est grande [10]

I.3.2. Principaux alliages d'aluminium

(a) Alliages sans durcissement structural

Alliages d'aluminium de la série 1000 : ces alliages ont une pureté commerciale d'au moins 99% Al. Les propriétés de ces nuances dépendent des teneurs en impuretés, particulièrement en fer et silicium, des additions mineures éventuelles et des niveaux de durcissement réalisés par écrouissage ou des niveaux d'adoucissement obtenus par restauration et recuit.

L'aluminium de cette série présente une très bonne aptitude à la déformation plastique, une résistance mécanique relativement faible, un excellent comportement vis-à-vis des agents chimiques et des différentes atmosphères, une bonne aptitude au soudage, au brasage, de très bonnes propriétés cryogéniques. [11]

L'aluminium 1199, dénommé souvent **aluminium raffiné**, est la plus pure des nuances d'aluminium habituellement commercialisées - Al \leq 99,99 %.

-Ses principales applications concernent les secteurs suivants : la décoration, la bijouterie fantaisie, les réflecteurs, les condensateurs électrolytiques, l'électronique...

L'aluminium 1080 A Al 99,80 % présente également de très beaux états de surface après brillantage et anodisation ainsi qu'une excellente résistance à la corrosion. **Moins coûteux** que le 1199, il tend à le remplacer toutes les fois que ses propriétés s'avèrent suffisantes : industries chimique, alimentaire, décoration. [11]

L'aluminium 1050 A Al 99,50 % de très grande consommation reçoit les applications les plus variées dans les domaines : du bâtiment et des travaux publics : couvertures, bardages, revêtements de façades, plafonds, gaines de ventilation... ; de l'industrie chimique et alimentaire : cuves, échangeurs ; de l'industrie mécanique : circuits basse pression, accessoires pour canalisations, diffuseurs de climatisation... ; de l'emballage : tubes souples, étuis rigides, boîtiers d'aérosols... ; du matériel ménager: ustensiles divers, circuits de réfrigérateurs, pièces de décoration...

L'**aluminium 1070 A** Al 99,70 % a des propriétés intermédiaires entre celles des nuances 1080 A et 1050 A.

Les **aluminiums 1100 et 1200** remplacent le 1050 A toutes les fois que leur plasticité est suffisante et que leur aspect de surface est compatible avec l'application envisagée.

I.4. Caractéristiques mécaniques

Les caractéristiques mécaniques dépendent de la nature du matériau (métal, polymère, composite, céramique, ...), de sa composition et de sa structure microscopique, qui est liée aux conditions d'élaboration et aux traitements thermomécaniques effectués lors de la fabrication.

I.4.1. Propriétés mécaniques

Le comportement d'un métal est fonction des forces extérieures appliquées et traduit les évolutions de la cohésion de l'édifice cristallin. Pour les métaux, les forces qui assurent cette cohésion résultent de l'ionisation des atomes du métal qui perdent des électrons de valence et circulent entre les ions.

Les propriétés mécaniques dépendent de la température d'utilisation, de l'état de surface, des conditions d'application des efforts, de la vitesse de déformation...

I.4.2. Comportement élastique

Il correspond à de petits déplacements réversibles des atomes autour de leur position d'équilibre dans le réseau cristallin. Sous l'action d'une force, les atomes s'écartent, une réaction due aux forces de liaison tendant à les rapprocher provoque la réaction inverse.

I.4.3. Comportement plastique

Lorsque la limite d'élasticité est dépassée, les atomes du réseau cristallin changent de place sous l'action d'un effort de cisaillement. La prise en compte des défauts du cristal, notamment des dislocations, est indispensable pour comprendre le comportement plastique.

Lorsqu'une déformation plastique est provoquée, on constate que la résistance à la déformation augmente car :

- Les dislocations interagissent entre elles
- De nouvelles dislocations prennent naissance, venant augmenter les interactions
- Cette augmentation de la résistance à la déformation plastique est l'écrouissage.

Si on relâche l'effort qui a provoqué la plasticité, on constate un retour élastique : le domaine élastique s'étend jusqu'à la contrainte qui était appliquée précédemment, ce qui se traduit par une augmentation de la limite d'élasticité.

Ce phénomène est limité par l'apparition de microcavités qui provoquent une diminution de la section résistante et conduisent à la rupture ductile.

I.5. Les traitements thermiques

Les traitements thermiques ont pour objet de soumettre l'acier à l'action de cycles thermiques appropriés afin de lui conférer des propriétés particulières adaptées à sa mise en œuvre ou son utilisation.

Les principaux objectifs poursuivis peuvent être de :

Produire des modifications de la nature des constituants présents, sans changement de la composition chimique globale moyenne. Ces constituants peuvent être en équilibre ou hors équilibre en fin d'opération ;

Les principaux traitements de ce type sont le traitement de durcissement par trempe, le traitement par précipitation, le recuit, le traitement par le froid ;

Produire des modifications microstructurale de la dimension, de la forme et de la répartition des constituants sans modifier leur nature. Les principaux traitements de ce type sont le recuit de globularisation, le traitement d'affinage structural, le recuit de grossissement du grain, le traitement de recristallisation, le traitement de normalisation ;

Provoquer la formation de microstructures favorables, par exemple à l'usinage ou à la mise en forme par déformation à froid. Les principaux traitements de ce type sont le traitement d'adoucissement, le patentage, le revenu classique ;

- Réduire ou éliminer les contraintes internes propres ou modifier leur répartition, avec modification de la microstructure. Le revenu de détente en est l'exemple le plus courant ;
- Provoquer le rétablissement au moins partiel des propriétés physiques ou mécaniques d'un acier écroui sans modification apparente de la structure par le traitement de restauration ;
- Atténuer les hétérogénéités de composition chimique par un recuit d'homogénéisation.

Le tableau ci-dessous résume les principaux traitements thermiques

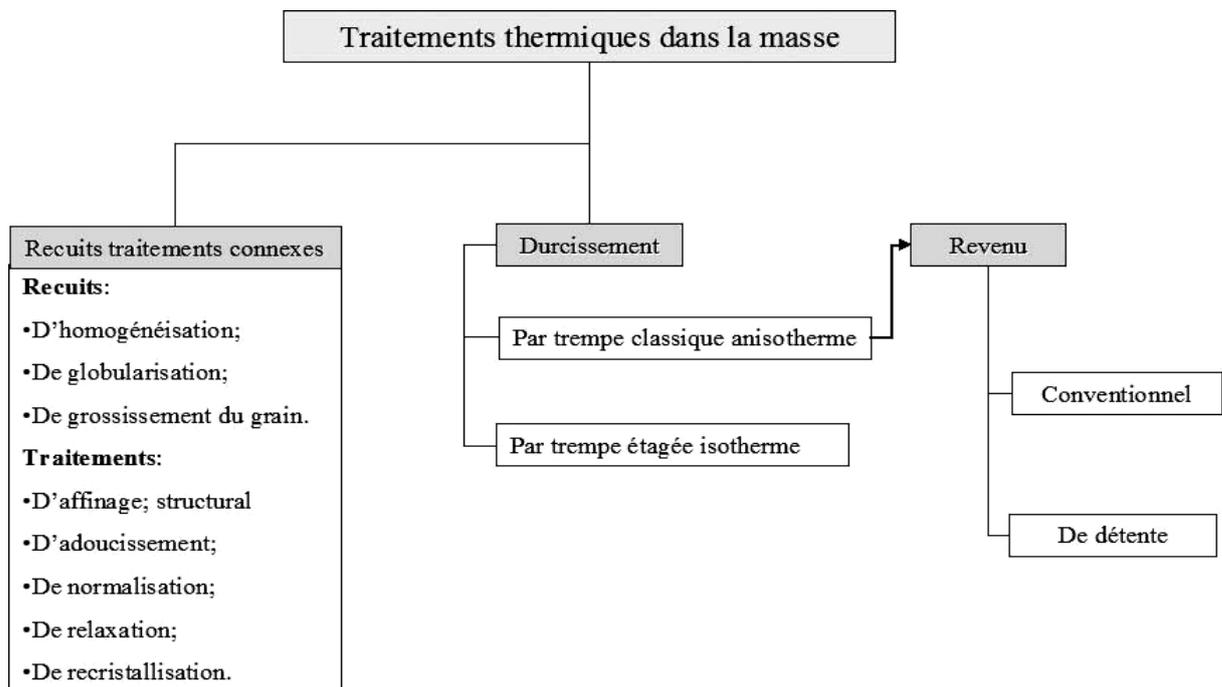


Figure I.2 : traitement thermique des aciers

I.6 Comportement des alliages lors de traitements thermomécaniques

Lorsqu'un métal est déformé plastiquement, on observe généralement un durcissement. Plus la déformation plastique est grande, plus le métal s'oppose à cette déformation. Il est alors dit écroui. La Figure I.6 montre l'évolution de la limite élastique, de la résistance à la rupture et de l'allongement à la rupture lors de l'écrouissage de l'Al pur. Il est clair que les avantages de l'écrouissage sont accompagnés par une fragilisation importante. De plus, le métal écroui présente une microstructure perturbée et inhomogène. Certaines de ses propriétés sont donc susceptibles d'évoluer lors d'une augmentation de la température. Les pièces écrouies contiennent aussi d'importantes contraintes résiduelles. L'usinage

de telles pièces modifie l'équilibre des forces internes et conduit à des déformations plus ou moins imprévisibles. La restauration permet de limiter ces inconvénients, elle stabilise la microstructure, détend les contraintes internes et redonne une certaine ductilité, au détriment, un peu, du durcissement.

La **recristallisation** s'applique sur des produits écrouis lors d'un travail à froid (laminage, tréfilage, etc.). La recristallisation complète s'effectue aussi sur certains matériaux fonctionnels qui ne sont pas destinés à des applications structurales, comme les fils électriques en Cu et les matériaux magnétiques doux, et sert à améliorer leurs propriétés particulières.

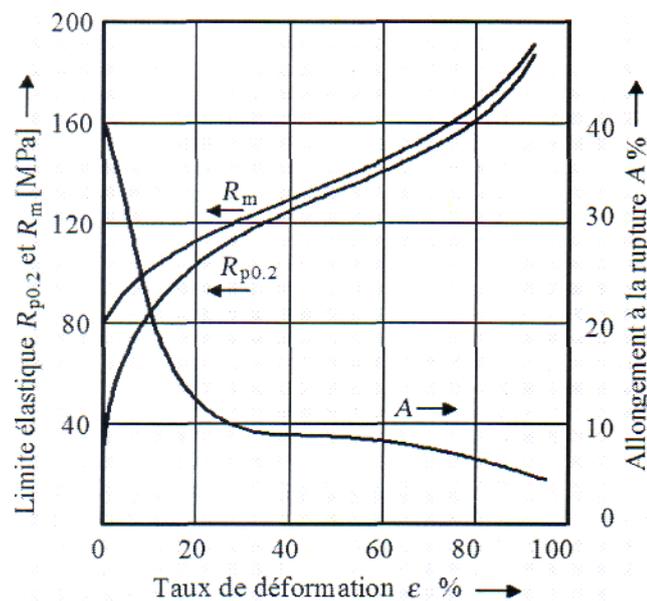


Figure I.3 : Effet de l'écrouissage sur la limite élastique ($R_{p0.2}$), la résistance à la rupture (R_m) et l'allongement à la rupture. [10]

I.6.1 Écrouissage de l'Aluminium

La déformation à froid d'un métal par laminage (Figure I.7) conduit à son écrouissage, ce dernier subit une contrainte suffisamment forte pour provoquer une déformation plastique permanente.

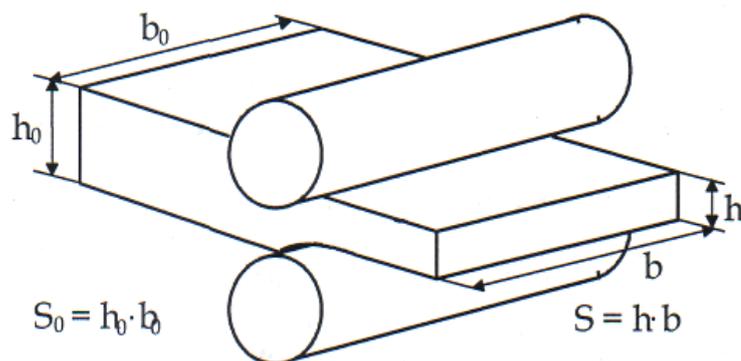


Figure I.4 : La déformation plastique par laminage [10]

Du point de vue microscopique, une structure écrouie est caractérisée par une forte déformation orientée des grains ; voire une disparition des joints de grains, donc la microstructure a été modifiée, ses propriétés physiques et mécaniques ont été altérées, une certaine quantité de l'énergie a été emmagasinée car la plus grande partie du travail absorbé par la déformation du métal est transformée en chaleur, et la partie restante s'accumule sous forme d'énergie potentielle et conduit à l'augmentation des défauts structuraux tels que :

- les défauts ponctuels : lacunes et interstitiels.
- les défauts linéaires : dislocations.
- les défauts de surface : défauts d'empilement, macles et sous grains.

Du point de vue macroscopique l'écrouissage d'un métal a pour effet d'augmenter sa dureté H et sa résistance mécanique (limite élastique R_m et charge de rupture R_e), avec en contrepartie une diminution de sa plasticité (allongement à la rupture $A\%$, aptitude à la déformation K). D'autre part, l'augmentation du taux de lacunes entraîne une plus grande résistivité électrique.

Les défauts de structure formés lors de la déformation mécanique d'un métal sont hors équilibre thermodynamique ; pour restaurer les propriétés et la structure que le métal possédait avant la déformation, un apport d'énergie par chauffage est nécessaire.

Le chauffage provoque différents processus tels que **la restauration** et **la recristallisation**, qui ont pour but d'éliminer les contraintes résiduelles et de recréer une structure adaptée à un usage industriel quelconque.

I.6.2 La restauration et la recristallisation

L'état écroui est évidemment un état métastable, le nombre de défauts introduits tels que dislocations et lacunes est supérieur aux valeurs à l'état d'équilibre. Par conséquent, une augmentation de température conduit au retour vers l'état stable ; cette évolution se produit selon plusieurs mécanismes en fonction de la température.

I.6.2.1. La restauration

Le traitement de restauration consiste à chauffer le métal jusqu'à une température inférieure à celle de la température de recristallisation (Figure I.8). Il permet de restaurer les propriétés physiques et mécaniques sans modification apparente de la structure.

- Restauration de la résistivité électrique.
- Libération de l'énergie emmagasinée.
- Restauration des propriétés mécaniques.

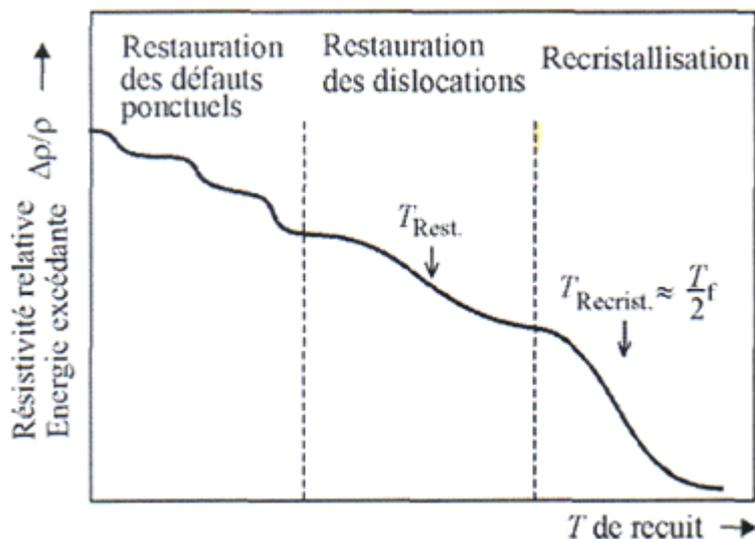


Figure I.5 : Courbe de restauration et recristallisation (schématique). Les sauts indiquent que la restauration et la recristallisation procèdent par des mécanismes ayant besoin d'une activation thermique distincte [10]

Au cours de la restauration, il n'y a pas de création de nouveaux grains, mais seulement la réduction du nombre de défauts atomiques (lacunes et dislocations essentiellement) et le réarrangement de ceux-ci en de nouvelles configurations comme l'illustre la figure I.9.

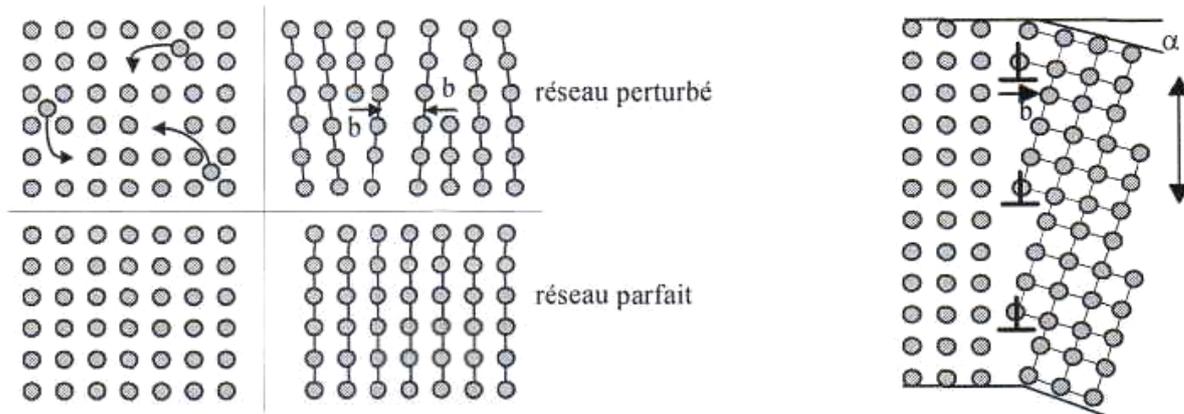


Figure I.6 : (a) Annihilation d'une lacune. Un atome sur un site interstitiel saute dans une lacune. Deux dislocations de signe opposé s'annihilent, (b) Structure d'un sous joint ; l'angle de désalignement est donné par $\tan a = b/h$. [10]

Dans les cas courants, la restauration ne modifie pas l'ensemble des propriétés mécaniques, cependant, sous l'effet de la restauration la résistance de certains métaux (Al, Ti, Mo,...) diminue sensiblement alors que leur plasticité et leur résistance à chaud augmentent. À un moment défini de polygonisation, la dureté, la limite élastique conventionnelle, la limite de fatigue du cuivre, du nickel et de leurs alliages, ainsi que leurs plasticités s'améliorent et en même temps les effets non élastiques diminuent.

La consolidation résulte de la fixation des dislocations mobiles par les atomes des inclusions et dans les parois de dislocations apparues pendant la polygonisation du métal déformé. Donc au cours de la polygonisation on peut constater, dans certains métaux, la modification des propriétés physiques et mécaniques, de ce fait on distingue deux catégories de métaux [12] :

1. Les métaux à faible ou moyenne énergie de défauts d'empilement, dont les dislocations ne montent pas facilement et les propriétés mécaniques n'évoluent qu'au cours de la recristallisation ; c'est le cas de nombreux métaux notamment le cuivre.
2. Les métaux à forte énergie de défauts, dont le réarrangement des dislocations est facile, d'où la modification des propriétés mécaniques est importante avant la recristallisation ; c'est le cas de l'aluminium.

La cinétique de la restauration est très caractéristique et bien différente de celle de la recristallisation. La vitesse de restauration est d'autant plus importante

que la température est élevée, mais elle varie dans le sens inverse avec le temps de recuit.

I.6.2.2 Recristallisation primaire et secondaire

La recristallisation est caractérisée par le développement de nouveaux grains au dépend d'une matrice se trouvant dans un état structural moins parfait. Les conditions de chauffage et de maintien en température sont déterminées en fonction de la composition de l'alliage et du taux d'érouissage. Les impuretés et les éléments d'addition ont pour effet d'augmenter la température de recristallisation tout en diminuant la mobilité des nouveaux joints de grains. Pour un même taux de déformation, la température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est long [13].

Cette transformation est accompagnée d'une diminution importante de R_m , R_e , H_v et d'une augmentation d'A% et K. La recristallisation est précédée par la formation de nouveaux grains par germination et croissance dans un métal éroui.

Ces germes sont d'autant plus nombreux que le taux d'érouissage est élevé, des cristaux à l'état embryonnaire autour desquels les atomes viennent se rassembler. En conséquence, plus le taux d'érouissage est important, plus la dimension des cristaux formés à la suite du recuit est faible.

La recristallisation s'effectue en 3 étapes :

- la germination
- la croissance
- et la coalescence.

a) Recristallisation primaire (germination et croissance normale)

La recristallisation primaire résulte de la formation et de la croissance des germes en de nouveaux cristaux aux dépens d'une matrice qui est dans un état structural moins parfait.

Les germes apparaissent avec une orientation différente de celle de la matrice (Figure I.10) où ils sont nés, ils croissent progressivement aux dépens des anciens grains déformés jusqu'à ce qu'ils arrivent en contact les uns avec les autres. A ce stade, la recristallisation primaire proprement dite est achevée et on entre dans le stade appelé croissance des grains.

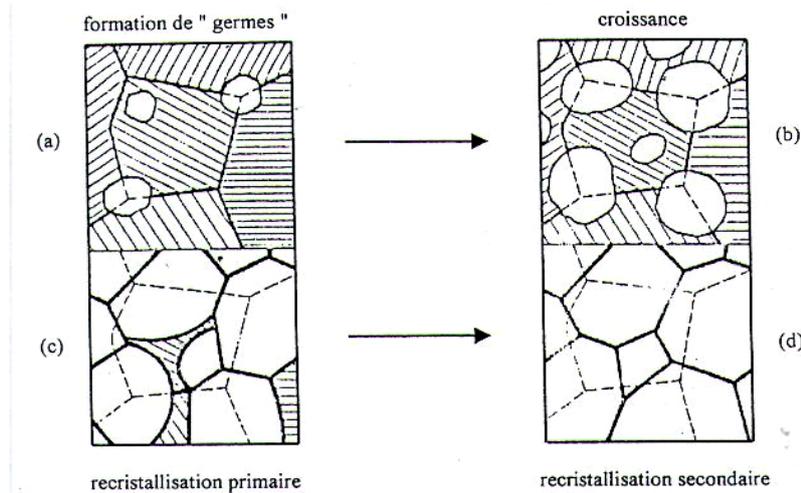


Figure I.7 : Schéma de la recristallisation [14]

La croissance des grains se fait dans la direction où la désorientation est la plus faible. Pour qu'un germe consume la structure qui l'entoure, il doit avoir une dimension suffisante et une certaine différence d'orientation par rapport au voisinage.

b) Recristallisation secondaire (croissance anormale)

Lorsqu'on poursuit le recuit après recristallisation totale, cette dernière est suivie d'un remaniement de la structure au cours duquel certains grains grossissent aux dépens d'autres, qui disparaissent (Figure I.11) simplement. Certains grains de petite taille, issus de la recristallisation primaire, caractérisés par une certaine orientation cristallographique, se mettent soudainement à croître, d'où le nom souvent utilisé de recristallisation secondaire [14].

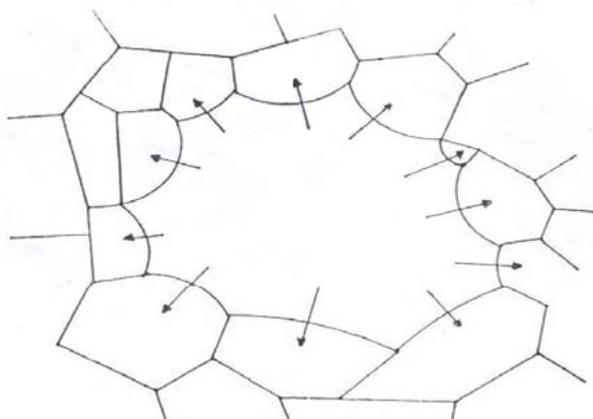


Figure I.11 : Evolution des grains lors de la recristallisation secondaire [15]

Au cours de la recristallisation secondaire, la structure est momentanément constituée de deux familles de grains de grosseurs différentes, jusqu'à ce que les nouveaux cristaux aient envahi toute la masse ; alors les joints de grains en croissance migrent dans la direction de leur centre de courbure (Figure I.12) [15]. Ceux-ci atteignent alors une taille moyenne d'équilibre, qui est fonction de

plusieurs paramètres, tels que les inclusions finement disséminées conduisent à la modification de la cinétique de grossissement du grain. Si leur répartition n'est pas uniforme, la taille finale du grain peut-être hétérogène.

La température du recuit est le facteur le plus important pour un métal ; dans des conditions d'écroissage déterminées, le grain grossit d'autant plus vite que la température est élevée.



Figurel.8 : Croissance anormale du grain [16]

Le choix de la température de recristallisation est fonction du taux d'écroissage et de la durée de recuit. Pour que les grains restent fins il faut choisir des températures de recuit non élevées et des durées de maintien courtes, car les températures élevées conduisent parfois au lieu d'une croissance normale des grains à une croissance anormale. Une morphologie de croissance anormale pour certains grains est néfaste pour un matériau destiné à la mise en forme car elle peut conduire à sa fragilisation [16].

Le nombre de sites favorables à la germination est influencé principalement par le taux d'écroissage. Cependant pour des taux d'écroissage faibles il a été observé une germination avec distorsion des joints de grains ; pour des taux d'écroissage élevés, les limites à grands angles produites par les bandes de cisaillement dans les grains initiaux agissent comme lieu de germination.

I.6.2.3. Cinétique de la recristallisation

La recristallisation se caractérise par les règles suivantes :

- elle ne peut se produire qu'à la suite d'une déformation plastique minimale, dite déformation critique.

- plus l'écroutissage est faible, plus la température de recristallisation est élevée. La température de recristallisation est la température la plus basse à laquelle le métal doit être recuit pour que la recristallisation soit observable dans un temps raisonnable.
- la température de recristallisation est d'autant plus basse que la durée du recuit est plus longue.
- la taille des grains dépend principalement du taux de déformation (elle décroît pour des taux de déformation croissants (*Figure 1.13 et 1.14*).

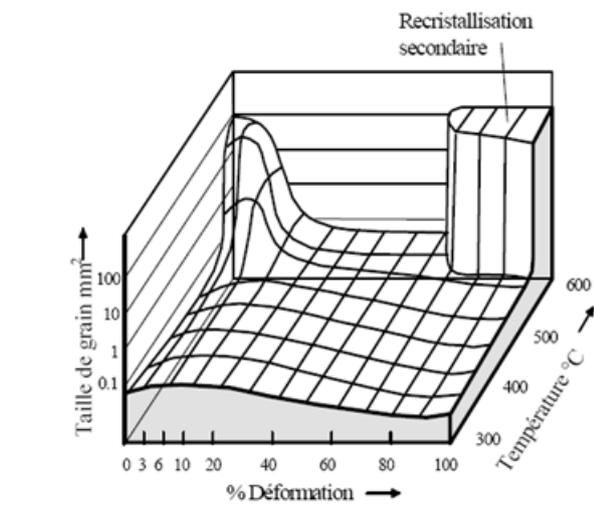


Figure I.9 : Diagramme de recristallisation pour l'Al 99.6%. Durée de recuit 2 h [10]

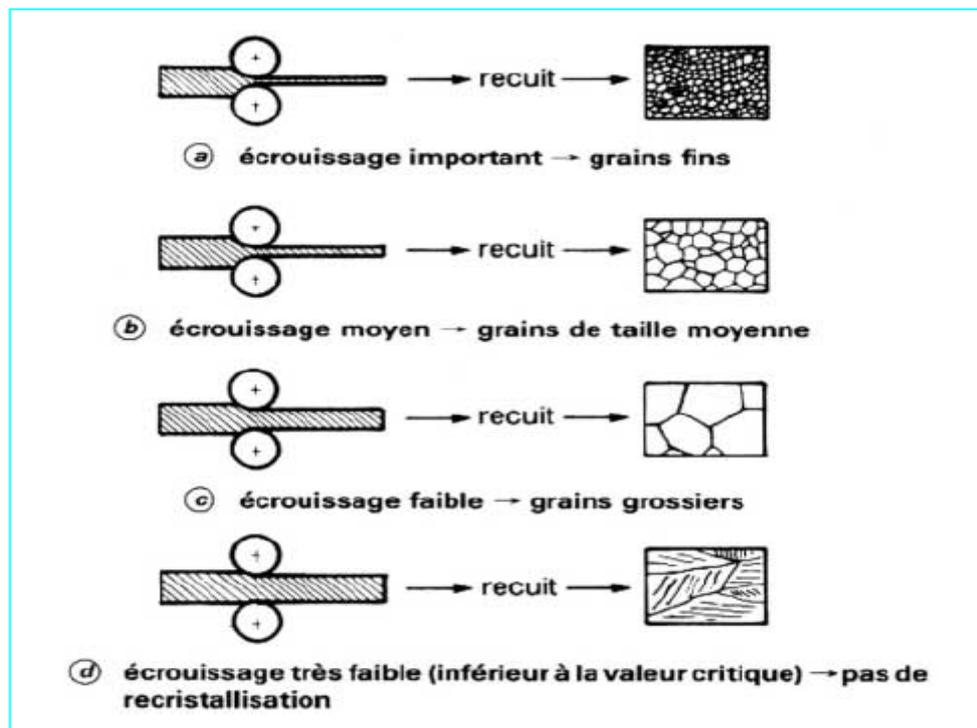


Figure I.10 : Sché illustrant la grosseur des grains après écrouissage et recristallisation [17]

CHAPITRE II

ÉLÉMENTS FONDAMENTAUX DE L'ACOUSTOELASTIQUE

II.1. Introduction

La première partie de ce chapitre a pour but de montrer que dans l'emploi des ultrasons, et en particulier dans les techniques d'évaluation non destructive, les formules ne constituent en fait qu'un cas particulier d'une théorie beaucoup plus générale concernant la propagation des ondes élastiques dans un milieu anisotrope.

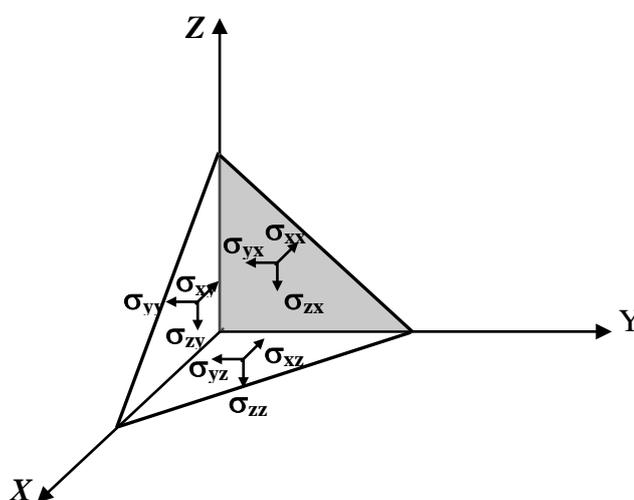


Figure II.1 : Contraintes mécaniques dans un milieu

II.2. Relation entre déformations et contraintes dans un milieu anisotrope

Pour étudier les contraintes et déformations élastiques subies par un solide, on rapporte l'espace à un trièdre triangle $oxyz$, et on considère les contraintes agissant dans trois plans normaux à ces axes passant par un point M (Figure II.1).

Il y a donc neuf (09) composantes pour ces contraintes que nous appellerons σ_{xx} , σ_{yy} , σ_{zz} , σ_{xy} ...etc.

- Le premier indice désigne la direction de la contrainte

Le deuxième, désigne le plan dans lequel elle agit.

À l'équilibre, le moment résultant des forces par rapport à M est nul d'où :

$$\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$$

Il ne reste donc que six (6) composantes :

- Trois (3) composantes normales ($i=j$)

- Trois (3) composantes tangentielles ($i \neq j$)

Dans le cas des petites déformations, le point M avant déformation possède les coordonnées (x, y, z) . Après déformation, M est en M' de coordonnées $(x+u, y+v, z+w)$ où u, v et w sont les composantes du déplacement MM' . Pour étudier la déformation en M, il faut chercher les variations de sa position par rapport à celles de ses voisins. Pour cela, on prend un autre point P voisin de M.

Avant déformation, P a les coordonnées $(x+\Delta x, y+\Delta y, z+\Delta z)$. Après déformation, il se déplace en P'.

D'où :

$$\vec{PP'} = \begin{cases} u + \Delta u \\ v + \Delta v \\ w + \Delta w \end{cases} \quad (\text{II-1})$$

Si $\Delta x, \Delta y, \Delta z$ sont suffisamment petits, on a (théorème des accroissements finis) :

$$\vec{M'P'} - \vec{MP} = \begin{cases} \Delta u = \frac{\partial u}{\partial x} \Delta x + \frac{\partial u}{\partial y} \Delta y + \frac{\partial u}{\partial z} \Delta z \\ \Delta v = \frac{\partial v}{\partial x} \Delta x + \frac{\partial v}{\partial y} \Delta y + \frac{\partial v}{\partial z} \Delta z \\ \Delta w = \frac{\partial w}{\partial x} \Delta x + \frac{\partial w}{\partial y} \Delta y + \frac{\partial w}{\partial z} \Delta z \end{cases} \quad (\text{II-2})$$

Ainsi, la connaissance des neuf (9) coefficients de cette matrice au point M permet de calculer le déplacement de tout point voisin.

Posons pour des raisons de simplification :

$$\left\{ \begin{array}{l} \varepsilon_{xx} = \frac{\partial u}{\partial x} ; \quad \varepsilon_{yy} = \frac{\partial v}{\partial y} ; \quad \varepsilon_{zz} = \frac{\partial w}{\partial z} \\ \varepsilon_{yz} = \frac{\partial w}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial z} ; \quad \varepsilon_{zx} = \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x} ; \quad \varepsilon_{xy} = \frac{\partial v}{\partial x} + \frac{\partial u}{\partial y} \\ \bar{2\omega}_x = \frac{\partial w}{\partial y} - \frac{\partial v}{\partial z} ; \quad \bar{2\omega}_y = \frac{\partial u}{\partial z} - \frac{\partial w}{\partial x} ; \quad \bar{2\omega}_z = \frac{\partial v}{\partial x} - \frac{\partial u}{\partial y} \end{array} \right. \quad (\text{II-3})$$

ε_{xx} , ε_{yy} , ε_{zz} correspondent à des déformations perpendiculaires à la surface du parallélépipède, c'est à dire de compression.

ε_{xy} , ε_{yz} et ε_{zx} représentent les composantes d'une déformation dans les plans repérés par les indices.

Tant qu'on se limite à de petites déformations réversibles, il existe des relations linéaires entre contraintes et déformations ; c'est la loi de Hooke. Cette loi se traduit mathématiquement pour chacune des six (6) composantes de la contrainte et en tout point par une fonction linéaire des 6 composantes de la déformation :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_{xx} = C_{11} \varepsilon_{xx} + C_{12} \varepsilon_{yy} + C_{13} \varepsilon_{zz} + C_{14} \varepsilon_{yz} + C_{15} \varepsilon_{zx} + C_{16} \varepsilon_{xy} \\ \sigma_{yy} = C_{21} \varepsilon_{xx} + C_{22} \varepsilon_{yy} + C_{23} \varepsilon_{zz} + C_{24} \varepsilon_{yz} + C_{25} \varepsilon_{zx} + C_{26} \varepsilon_{xy} \\ \sigma_{zz} = C_{31} \varepsilon_{xx} + C_{32} \varepsilon_{yy} + C_{33} \varepsilon_{zz} + C_{34} \varepsilon_{yz} + C_{35} \varepsilon_{zx} + C_{36} \varepsilon_{xy} \\ \sigma_{yz} = C_{41} \varepsilon_{xx} + C_{42} \varepsilon_{yy} + C_{43} \varepsilon_{zz} + C_{44} \varepsilon_{yz} + C_{45} \varepsilon_{zx} + C_{46} \varepsilon_{xy} \\ \sigma_{zx} = C_{51} \varepsilon_{xx} + C_{52} \varepsilon_{yy} + C_{53} \varepsilon_{zz} + C_{54} \varepsilon_{yz} + C_{55} \varepsilon_{zx} + C_{56} \varepsilon_{xy} \\ \sigma_{xy} = C_{61} \varepsilon_{xx} + C_{62} \varepsilon_{yy} + C_{63} \varepsilon_{zz} + C_{64} \varepsilon_{yz} + C_{65} \varepsilon_{zx} + C_{66} \varepsilon_{xy} \end{array} \right. \quad (\text{II-4})$$

Les 36 composantes C_{ij} étant les constantes élastiques ou coefficients de rigidité du matériau.

II.3. Cas particulier du solide isotrope

Il est bien évident que les calculs seront toujours très complexes dans les solides anisotropes alors qu'ils se simplifient dans un solide isotrope. En effet,

dans ce cas, les valeurs des coefficients doivent être indépendantes des axes rectangulaires choisis, et cette restriction appliquée aux équations précédentes (II.4) conduit à n'avoir que deux constantes indépendantes λ et μ connues sous le nom de constantes de Lamé. Tous les autres coefficients sont nuls; d'où:

$$\begin{cases} C_{12} = C_{13} = C_{23} = C_{32} = C_{31} = C_{21} = \lambda \\ C_{44} = C_{55} = C_{66} = \mu \\ C_{11} = C_{22} = C_{33} = \lambda + 2\mu \end{cases} \quad (\text{II-5})$$

Sur les trente-six (36) coefficients, vingt-quatre (24) sont nuls.

$$\begin{cases} \sigma_{xx} = \lambda \Delta + 2\mu \varepsilon_{xx} \\ \sigma_{yy} = \lambda \Delta + 2\mu \varepsilon_{yy} \\ \sigma_{zz} = \lambda \Delta + 2\mu \varepsilon_{zz} \\ \sigma_{yz} = \mu \varepsilon_{yz} \\ \sigma_{zx} = \mu \varepsilon_{zx} \\ \sigma_{xy} = \mu \varepsilon_{xy} \end{cases} \quad (\text{II-6})$$

Où $\Delta = \varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz}$ et représente la dilatation volumique.

II.3.1. Equation de propagation dans un milieu élastique

On obtient l'équation de propagation dans un milieu élastique en considérant les variations de la contrainte dans un petit parallélépipède de côtés perpendiculaires aux axes. Les composantes de la contrainte vont varier d'une face à l'autre. La loi fondamentale de la dynamique se traduit par :

$$\left(\frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{xy}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{xz}}{\partial z} \right) dx \cdot dy \cdot dz = \rho dx \cdot dy \cdot dz \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (\text{II-7})$$

Avec :

ρ = masse volumique de l'élément

u = déplacement dans la direction x

$m = \rho v = \rho dx dy dz$

Il vient donc :

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{xy}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{xz}}{\partial z} \\ \rho \frac{\partial^2 v}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma_{yx}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{yy}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{yz}}{\partial z} \\ \rho \frac{\partial^2 w}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma_{zx}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{zy}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{zz}}{\partial z} \end{array} \right. \quad (\text{II-8})$$

Dans le cas d'un solide isotrope, il est possible de déterminer la forme générale de l'équation de propagation des ultrasons. En effet les équations (II.8), compte tenu de (II.7), s'écrivent pour la propagation suivant la direction xx' :

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = \lambda \frac{\partial \Delta}{\partial x} + 2\mu \frac{\partial \varepsilon_{xx}}{\partial x} + \mu \left(\frac{\partial \varepsilon_{xy}}{\partial y} + \frac{\partial \varepsilon_{xz}}{\partial z} \right) \quad (\text{II-9})$$

En remplaçant ε_{xx} , ε_{xy} et ε_{xz} par leurs valeurs tirées de l'équation (II.3), on peut regrouper les équations précédentes en une seule relation vectorielle donnée par:

$$\rho \frac{\partial^2 \vec{MM}'}{\partial t^2} = (\lambda + 2\mu) \vec{\text{grad}} \text{div} \vec{MM}' - \mu \text{rot rot} \vec{MM}' \quad (\text{II-10})$$

La résolution de l'équation de propagation peut se faire en utilisant les relations (II.6) et par substitution dans (II.7). Compte tenu des valeurs ε_{xx} , ε_{xy} et ε_{xz} , nous avons le système d'équations pour les trois composantes :

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = (\lambda + \mu) \frac{\partial \Delta}{\partial x} + \mu \nabla^2 u \quad (\text{II-11})$$

$$\rho \frac{\partial^2 v}{\partial t^2} = (\lambda + \mu) \frac{\partial \Delta}{\partial y} + \mu \nabla^2 v \quad (\text{II-12})$$

$$\rho \frac{\partial^2 w}{\partial t^2} = (\lambda + \mu) \frac{\partial \Delta}{\partial z} + \mu \nabla^2 w \quad (\text{II-13})$$

Ces équations correspondent à la propagation de deux types d'ondes : les ondes longitudinales ou de compression et les ondes transversales ou de cisaillement.

a) Si on somme les dérivées des équations (II.11), (II.12) et (II.13) respectivement par rapport à x, y et z, on obtient :

$$\rho \frac{\partial^2 \Delta}{\partial t^2} = (\lambda + 2\mu) \nabla^2 \Delta \quad (\text{II-14})$$

C'est une équation différentielle qui montre que la dilatation volumique Δ se propage dans le solide avec la vitesse $((\lambda+2\mu)/\rho)^{1/2}$.

b) Eliminons Δ entre (II.12) et (II.13) en dérivant (II.12) par rapport à y et (II.13) par rapport à z :

$$\rho \frac{\partial^2 \omega_x}{\partial t^2} = \mu \nabla^2 \omega_x \quad (\text{II-15})$$

Où ∇^2 est la rotation autour de l'axe x (équation II.3).

Ainsi, l'onde de cisaillement se propage à la vitesse:

$$V_T = (\mu/\rho)^{1/2} \quad (\text{II-16})$$

II.3.2. Conclusion

Dans un solide élastique et isotrope, les ondes peuvent se propager avec deux vitesses différentes :

Des ondes n'impliquant pas de rotation, se déplaçant avec la vitesse :

$$V_L = ((\lambda+2\mu)/\rho)^{1/2} \quad (\text{II-17})$$

Des ondes n'impliquant aucune dilatation ($\Delta=0$) se propageant avec la vitesse :

$$V_T = (\mu/\rho)^{1/2} \quad (\text{II-18})$$

Si E est le module de Young et ν le coefficient de Poisson, les équations (II-17) et (II-18) deviennent :

$$V_L = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)}} \quad (\text{II-19})$$

$$V_T = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{1}{2(1+\nu)}} \quad (\text{II-20})$$

II.4. Grandeurs intervenant dans la propagation

Pour définir les différentes grandeurs qui interviennent dans l'étude de la propagation d'une onde, nous ne nous placerons pas dans le cas général dont l'étude est compliquée, nous nous limiterons au cas d'une onde plane.

Reprenons l'expression générale de l'équation de propagation dans un milieu isotrope:

$$\rho \frac{\partial^2 \vec{MM}'}{\partial t^2} = (\lambda + 2\mu) \text{grad div } \vec{MM}' - \mu \text{rot rot } \vec{MM}' \quad (\text{II-21})$$

ρ : étant la masse volumique du milieu

λ et μ : les constantes de Lamé

Dans le cas particulier considéré, nous avons en coordonnées cartésiennes:

$$\vec{MM}' \begin{cases} u \\ 0 \\ 0 \end{cases} \Rightarrow \text{div } \vec{MM}' = \frac{\partial u}{\partial x} \quad \text{et} \quad \text{grad div } \vec{MM}' = \begin{cases} \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \\ 0 \\ 0 \end{cases} \quad \text{et} \quad \text{rot } \vec{MM}' = 0 \quad (\text{II-22})$$

En remplaçant dans l'équation de propagation, on obtient :

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = (\lambda + 2\mu) \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \quad (\text{II-23})$$

En posant : $V = \left(\frac{\lambda + 2\mu}{\rho} \right)^{\frac{1}{2}}$, on aura donc :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = V^2 \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \quad (\text{II-24})$$

C'est une équation différentielle très connue qui a comme solution générale :

$$u = f(x - Vt) + g(x + Vt) \quad (\text{II-25})$$

f et g étant des fonctions déterminées par les conditions aux limites, f représente une onde qui se propage dans le sens positif avec la vitesse V (incidente), et g représente une onde qui se propage dans le sens négatif avec la vitesse V (réfléchie).

II.4.1. Pression acoustique

Dans le cas d'un solide, la pression s'exerce dans la direction xx' . Elle est égale à la contrainte normale.

$$P = -\sigma_{xx} = -(\lambda \Delta + 2\mu \varepsilon_{xx}) \quad (\text{II-26})$$

Avec : $\varepsilon_{xx} = \partial u / \partial x$: déformation et $\Delta = \text{div } \vec{MM}'$ dilatation volumique.

En se limitant au cas d'une onde longitudinale (avec une génération dans le cas harmonique) se propageant dans la direction x , on aura :

$$\Delta = \varepsilon_{xx} \quad (\text{II-27})$$

et en introduisant la valeur de V trouvée précédemment, la pression sera donnée par :

$$P = -\rho V^2 \Delta \quad (\text{II-28})$$

Par ailleurs, la vitesse des particules est :

$$u = \frac{\partial u}{\partial t} = V \Delta$$

$$P = -\rho V^2 \Delta$$

Donc : $P = \rho V^2 \Delta$

II.4.2. Energie transposée et intensité acoustique

$$P = \rho V^2 \Delta \quad (\text{II-29})$$

Dans chaque élément de volume du milieu, l'énergie se trouve sous forme potentielle et sous forme cinétique.

L'énergie potentielle dW_p emmagasinée dans un matériau soumis à la pression P et dont le volume a varié de $d\tau$ est :

$$dW_p = -P d\tau \quad (\text{II-30})$$

Pour une variation élémentaire de ce volume $d(\delta\tau) = s \delta x d\Delta$, avec δ désignant une quantité petite mais finie. La variation correspondante d'énergie potentielle sera :

$$d(\delta W_p) = -P d(\delta\tau) \quad (\text{II-31})$$

D'où :

$$\delta w_p = - \int P d(\delta \tau) = \frac{1}{2} s \delta x \rho V^2 \Delta^2 \quad (\text{II-32})$$

Donc, l'énergie potentielle par unité de volume sera :

$$w_p = \frac{1}{2} \frac{P^2}{\rho V^2} . \quad (\text{II-33})$$

L'énergie cinétique des particules contenues dans le volume $\delta \tau$ est :

$$\delta w = (\frac{1}{2}) s \delta x \rho v^2, \quad (\text{II-34})$$

Et par unité de volume :

$$w = (\frac{1}{2}) \rho v^2 . \quad (\text{II-35})$$

L'énergie totale par unité de volume est donc :

$$W = (\frac{1}{2}) \rho (v^2 + v^2 \Delta^2) \quad (\text{II-36})$$

D'où :

$$W = \rho v^2 \quad (\text{II-37})$$

L'intensité acoustique I , que nous expliciterons dans le cas particulier d'une onde sinusoïdale, est égale à la valeur moyenne du flux de puissance à travers l'unité de surface, perpendiculaire à la direction de propagation et est donnée par :

$$I = C \cdot \overline{W} \quad (\text{II-38})$$

II.4.3. Dissipation d'énergie pendant la propagation

Dans la pratique, une partie de l'énergie acoustique est dissipée dans le milieu de propagation. Cette dissipation d'énergie est caractérisée par la diminution relative d'intensité acoustique par unité de longueur, et cette dissipation est donnée par :

$$\frac{1}{dx} \left(\frac{dI}{I} \right) = 2\alpha \quad (\text{II-39})$$

α Est le coefficient d'atténuation qui est une fonction croissante de la fréquence.

II.4.4. Atténuation des ondes ultrasonores

Dans un matériau idéal sans atténuation, une onde ultrasonore n'est atténuée que du fait de la divergence du faisceau. Dans le cas d'une onde plane (pour qu'il n'y ait pas de divergence du faisceau), la pression acoustique décroît de façon exponentielle en fonction du trajet parcouru par l'onde (*Figure II.2*).

$$P = P_0 e^{-\alpha x} \quad (\text{II-40})$$

Où

P : pression après un parcours x

P₀ : pression initiale

α : coefficient d'atténuation.

Le coefficient d'atténuation α est donc :

$$\alpha = \ln (P_0 / P) / x \quad (\text{mm}^{-1}) \quad (\text{II-41})$$

Généralement, il est donné par :

$$\alpha = 20 \log (P_0 / P) / x \quad (\text{dB} / \text{mm})$$

L'atténuation de l'onde est toujours d'autant plus importante que la fréquence est élevée. Cette atténuation est due à deux phénomènes qui se superposent: l'absorption et la diffusion

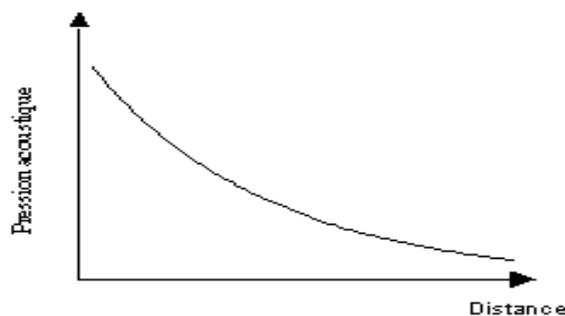


Figure II.2 : Variation de la pression en fonction de la distance

II.4.5. Vitesses de propagation et atténuation des ondes acoustiques dans les matériaux

L'étude expérimentale de l'influence des caractéristiques mécaniques ou physiques (constantes élastiques d'ordre 2 et 3, dureté et taille de grains) sur les paramètres ultrasonores (vitesses et coefficients d'atténuation dans les matériaux polycristallins) doit tenir compte de la diffusion des ondes ultrasonores. D'une façon générale, le coefficient d'atténuation α est un paramètre relatif composé du coefficient d'absorption α_A et du coefficient de diffusion α_S [20], [21] et [22]

$$\alpha = \alpha_A + \alpha_S \quad (\text{II-42})$$

Beaucoup de modèles ont montré que le coefficient d'atténuation est fonction de la fréquence [23], [24], [25], [26] et [27] .

Le plus important résultat est que le coefficient d'atténuation α est fonction du diamètre moyen D du grain du matériau et de la longueur d'onde λ :

Région de Rayleigh $\lambda \gg D$ (cas le plus fréquent) : $\alpha(f) = c_1 D^3 f^4$ (II-43)

Région stochastique $\lambda \approx D$: $\alpha(f) = c_2 D f^2$ (II-44)

Région de diffusion $\lambda \ll D$: $\alpha(f) = c_3 D f$ (II-45)

Où c_1 , c_2 et c_3 sont des constantes.

La diffusion des ultrasons au contact des grains et aux interfaces dans les matériaux polycristallins sont la cause de l'atténuation et créent des vitesses dispersives. Le coefficient

d'atténuation et la dispersion de vitesse provoquée par les grains sont décrits analytiquement dans plusieurs travaux [25], [27], [28], [29], [30] et [31] Un modèle pour l'amplitude du signal rétrodiffusé A_b , correspondant à une profondeur donnée z , peut être décrit pour des matériaux ayant des propriétés homogènes [32]

$$\text{comme : } A_b = A_0 \alpha_s(f) \exp(-2\alpha(f)z) \quad (\text{II-46})$$

Où A_0 est l'amplitude initiale, $\alpha(f) = \alpha(z, f)$ le coefficient d'atténuation global et $\alpha_s(f) = \alpha_s(z, f)$

En général, les pertes par diffusion sur les grains sont grandes comparées aux pertes par absorption. Dans la région de Rayleigh (notre cas) où $\lambda \gg D$, le coefficient d'absorption dépend linéairement de la fréquence et le coefficient de diffusion est proportionnel à f^4 , [21], [23], [24], [25] et [27].

$$\alpha(f) = a_1 f + a_2 D^3 f^4 \quad (\text{II-47})$$

Où a_1 est la constante d'absorption, a_2 la constante de diffusion et le f la fréquence. Le coefficient de diffusion montre une sensibilité élevée à la variation de la taille de grain. Les équations suivantes donnent l'expression du coefficient de diffusion respectivement pour une onde longitudinale et de cisaillement, [33] et [34] :

$$\alpha_S^L = \frac{8\pi^3 V_g A^2}{375 \rho_0^2 V_L^8} \left[2 + 3 \left(\frac{V_L}{V_T} \right)^5 \right] f^4 \quad (\text{II-48})$$

$$\alpha_S^T = \frac{6\pi^3 V_g A^2}{375 \rho_0^2 V_T^8} \left[3 + 2 \left(\frac{V_L}{V_T} \right)^5 \right] f^4 \quad (\text{II-49})$$

Avec $A = C_{11} - C_{12} - 2C_{44}$ et V_g : le volume moyen des grains.

Les équations (II.48) et (II.49) montrent que les pertes par diffusion affectent beaucoup plus les ondes de cisaillement que les ondes de compression. Dans la région de Rayleigh, les composants à haute fréquence sont rétro diffusés avec une plus grande intensité comparées aux composantes de basse fréquence. En conséquence, un décalage vers le haut dans la fréquence prévue du spectre de puissance des échos à large bande est alors induit.

En outre le terme $\exp(-2\alpha(f)z)$ dans l'équation (II.46) introduit quant à lui un décalage vers le bas dans la variation de fréquence. Le décalage de haut en bas dépend de la position des diffuseurs relativement à la sonde. Nous avons ici deux phénomènes en opposition, un décalage vers le haut en raison de la diffusion et un autre vers le bas provoqué par l'atténuation.

Toutefois, le trajet ultrasonore z peut être allongé en raison des allers-retours dans l'échantillon, le décalage vers le bas provoqué par l'atténuation est prépondérant, et la vitesse diminue. Les hétérogénéités telles que pores, microfissures et grains font diminuer la vitesse de l'onde longitudinale comme celle de l'onde transversale [35].

En conséquence, l'analyse de l'équation (II.47) montre que le décalage vers le bas de la fréquence diminue les deux coefficients d'absorption et de diffusion, et donc le coefficient d'atténuation. L'accroissement du diamètre moyen des grains, quant à lui, augmente le coefficient de diffusion. Nous reviendrons sur ce point lors de l'analyse des résultats expérimentaux.

II.5. Élasticité non linéaire

La connaissance des constantes élastiques est primordiale pour la détermination de l'état de contraintes par ultrasons.

Les constantes élastiques du second degré sont déterminées avec la théorie de l'élasticité linéaire tandis que les constantes du troisième ordre exigent l'utilisation de la théorie de l'acoustoélasticité. Cette dernière décrit l'influence de l'effort appliqué sur les vitesses de propagation des ondes ultrasonores.

En effet, l'influence d'une contrainte appliquée à un matériau sur les vitesses des ondes ultrasonores est décrite par la théorie de l'acoustoélasticité. Cette dernière, superpose une perturbation ultrasonore, variable dans le temps et l'espace, à une déformation élastique homogène. Dans ce cas, la loi de Hooke est donnée par :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} e_{kl} + C_{ijklmn} e_{kl} e_{mn} \quad (\text{II-50})$$

Où C_{ijkl} et C_{ijklmn} sont les constantes élastiques du deuxième et troisième ordre, e_{ij} le tenseur de déformation, et σ_{ij} le tenseur de contraintes.

L'équation de propagation donnée dans ce cas, est identique à celle donnée dans le cas sans contraintes, sauf que le tenseur A_{ij} qui s'appelle *tenseur d'acoustoélasticité* dépend des constantes élastiques du deuxième et troisième ordre, des efforts appliqués et de la direction de propagation de l'onde ultrasonore [36].

$$|A_{ij} - \rho V^2 \delta_{ij}| = 0 \quad (\text{II-51})$$

Où V est la vitesse de phase.

Quand le matériau est isotrope, les éléments du tenseur d'acoustoélasticité A_{ij} dépendent seulement de la direction considérée de la propagation, de l'état de déformation du matériau, des constantes de Lamé du deuxième ordre (λ et μ) et des constantes de Murnaghan du troisième ordre (ν_1, ν_2, ν_3).

L'application d'un effort uniaxial sur un matériau initialement isotrope, induit directionnellement une anisotropie dans le matériau (*Figure II.3*).

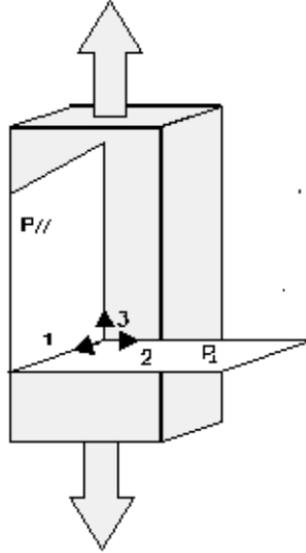


Figure II.3 : Plans de l'isotropie P_{\perp} et de l'anisotropie $P_{//}$

Les variations relatives des vitesses d'ondes ultrasonores, en présence et en absence de contrainte, dans ces deux plans (// et \perp) sont données par les équations [37], [38] et [39]

$$\left(\frac{\Delta V_L}{V_{L0}}\right)_{//} = \left[\frac{v_1 + v_2 - (5\mu + 2\lambda + 2v_2 + 4v_3)\frac{\lambda}{2\mu}}{2} \right] \frac{\sigma}{(\lambda + 2\mu)(3\lambda + 2\mu)} + \frac{5\mu + 2\lambda + 2v_2 + 4v_3}{2\mu(\lambda + 2\mu)} n_3^2 \sigma \quad (\text{II-52})$$

$$\left(\frac{\Delta V_T}{V_{T0}}\right)_{//} = \left[\frac{4\mu(\lambda + \mu + v_2 + 2v_3) + 4\lambda v_3}{8\mu^2(3\lambda + 2\mu)} + \frac{1}{2\mu} n_3^2 \right] \sigma \quad (\text{II-53})$$

$$\left(\frac{\Delta V_L}{V_{L0}}\right)_{\perp} = \left[\frac{v_1 + v_2 - \mu - (5\mu + 2\lambda + 2v_2 + 4v_3)\frac{\lambda}{2\mu}}{2} \right] \frac{\sigma}{(\lambda + 2\mu)(3\lambda + 2\mu)} \quad (\text{II-54})$$

$$\left(\frac{\Delta V_T}{V_{T0}}\right)_{\perp} = \left[v_2 + 2v_3 - 2\lambda - \mu - 2v_3 \left(1 + \frac{\lambda}{\mu} \right) \right] \frac{\sigma}{2\mu(3\lambda + 2\mu)} \quad (\text{II-55})$$

où

(V_T, V_{T0}) et (V_L, V_{L0}) sont les vitesses de propagation des ondes transversales et longitudinales avec et sans contrainte,

v_1, v_2 et v_3 sont les constantes de Murnaghan du troisième ordre, et

L'indice 3 représente la projection de la direction de propagation le long de l'axe de la contrainte appliquée.

À partir de ces équations, il devient aisé, du moins en théorie, de déterminer expérimentalement les constantes élastiques du troisième ordre d'un matériau donné, s'il est soumis à des contraintes.

II.6. Diffraction des ondes ultrasonores

L'étude des phénomènes de diffraction est basée sur le principe de Huygens, qui permet de considérer chaque point d'une surface d'onde comme une source ponctuelle, ceci nous mène à l'étude de la propagation des ondes sphériques.

Les calculs théoriques des faisceaux acoustiques sont généralement effectués en considérant les pressions acoustiques créées dans le milieu de propagation. Lors des mesures échographiques, ces grandeurs ne sont pas accessibles directement et on note généralement l'amplitude d'un écho réfléchi par un réflecteur ponctuel, se déplaçant dans le faisceau (l'amplitude du signal électrique d'écho est proportionnelle à la pression acoustique créée au niveau du réflecteur).

Dans ce dernier cas (qui correspond au cas pratique d'utilisation du transducteur pour le contrôle), la variation de l'amplitude du signal reçu après réflexion, en fonction du déplacement du réflecteur ponctuel est proportionnelle au carré de la variation de la pression acoustique créée au niveau du réflecteur. Ceci n'est valable que si l'on peut négliger l'atténuation des ondes ultrasonores dans le milieu de propagation.

II.6.1. Propagation d'une onde sphérique longitudinale

Pour étudier cette propagation, nous utiliserons les coordonnées sphériques (Figure II.4)

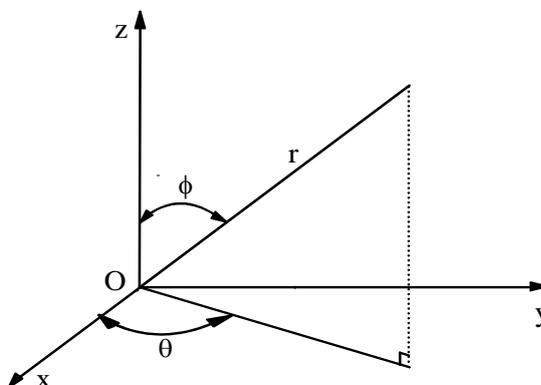


Figure II.4 : Coordonnées sphériques

Dans le cas d'une onde longitudinale se propageant suivant r , nous avons:

$$\vec{MM}' = \begin{cases} \vec{u} \\ 0 \\ 0 \end{cases} \quad \text{et} \quad \vec{\text{rot}} \vec{MM}' = \vec{0} \quad (\text{II-56})$$

u étant une fonction uniquement de r et de t.

$$\text{On a: } \Delta = \text{div} \vec{MM}' = \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} (r^2 u) \Rightarrow \vec{\text{grad}} \text{div} \vec{MM}' = \begin{cases} \frac{\partial \Delta}{\partial r} = \frac{\partial}{\partial r} \left[\frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} (r^2 u) \right] \\ 0 \\ 0 \end{cases} \quad (\text{II-57})$$

En remplaçant ces relations dans l'équation de propagation, on trouve :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = \frac{V_L}{r} \left[2 \frac{\partial u}{\partial r} - \frac{2u}{r} + r \frac{\partial^2 u}{\partial r^2} \right] \quad (\text{II-58})$$

Avec :

$V_L = \frac{\lambda + 2\mu}{\rho}$: vitesse de propagation des ondes longitudinales.

C'est une équation différentielle du 2^{ème} degré avec deux variables. Dans le cas d'une onde sinusoïdale, de pulsation ω et de nombre d'onde ($K = \omega/V_L$), la solution générale est :

$$u = F \exp j(\omega t - \vec{K} \cdot \vec{r}) \quad (\text{II-59})$$

$$\text{Où} \quad F = A \frac{jKr+1}{r^2} \quad (\text{II-60})$$

A: est une constante

Le déplacement u des particules est :

$$u = A \frac{jKr+1}{r^2} \exp j(\omega t - \vec{K} \cdot \vec{r}) \quad (\text{II-61})$$

avec la vitesse :

$$v = \frac{\partial u}{\partial t} = A j \omega \frac{jKr+1}{r^2} \exp j(\omega t - \vec{K} \cdot \vec{r}) \quad (\text{II-62})$$

La pression acoustique P est donnée par une expression analogue à celle obtenue dans le cas d'une onde plane :

$$P = -\rho V_L^2 \Delta^2 \quad (\text{II-63})$$

Mais dans le cas présent :

$$\Delta = \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} (r^2 u) \quad (\text{II-64})$$

D'où :

$$P = \frac{-A\rho\omega^2}{r} \exp j(\omega t - \vec{K} \cdot \vec{r}) \quad (\text{II-65})$$

La constante A qui intervient dans toutes les relations caractérise la source.

On définit généralement une source de surface S dont les points vibrent en phase, par sa force "Q" qui est égale au flux maximum du vecteur vitesse à travers la surface S.

$$Q = \int_{(s)} \vec{v}_0 \cdot \vec{ds} \quad (\text{II-66})$$

Pour une source sphérique de rayon r_0 on a :

$$Q = 4\pi r_0^2 v_0,$$

et compte tenu de l'équation (II.2) et pour $r = r_0$ et $t = 0$

$$Q = 4\pi r_0^2 A j\omega \frac{jKr_0 + 1}{r_0^2} \exp(-jKr_0) \quad (\text{II-67})$$

D'où:

$$A = \frac{Q}{j(1 + jKr_0) 4\pi\omega} \exp(jKr_0) \quad (\text{II-68})$$

Si on admet que le rayon r_0 de la source est petit devant la longueur d'onde ; $K r_0 \ll 1$, on aura alors : $\cos (K r_0) \approx 1$ et $\sin (K r_0) \approx K r_0$.

Donc:
$$A = \frac{-jQ}{4\pi\omega} \quad (\text{II-69})$$

Finalement :
$$P = \frac{j\rho\omega Q}{4\pi r} \exp j(\omega t - \vec{K} \cdot \vec{r}) \quad (\text{II-70})$$

II.7. Faisceau acoustique d'un transducteur plan

Le champ acoustique d'un transducteur plan (supposé vibrer comme un piston à une fréquence donnée et émettant dans un milieu homogène, isotrope et non dispersif) peut être décomposé en deux zones à partir de l'émetteur (*Figure II.5*).

Une zone proche du transducteur, appelée champ proche ou zone de FRESNEL, caractérisée par des irrégularités de l'amplitude de l'écho du réflecteur ponctuel qui se traduisent, notamment sur l'axe, par une succession de maxima et de minima dans la direction de propagation.

Une zone située au-delà du champ proche, appelée champ éloigné ou zone de FRAUNHOFER, pour laquelle l'amplitude de l'écho du réflecteur ponctuel décroît de façon monotone, vers la périphérie du faisceau et, suivant l'axe, proportionnellement à la distance. Le dernier maximum suivant l'axe de propagation détermine la limite du champ proche dont la longueur est symbolisée par L_0 . Lors d'un contrôle il est recommandé de travailler dans cette zone.

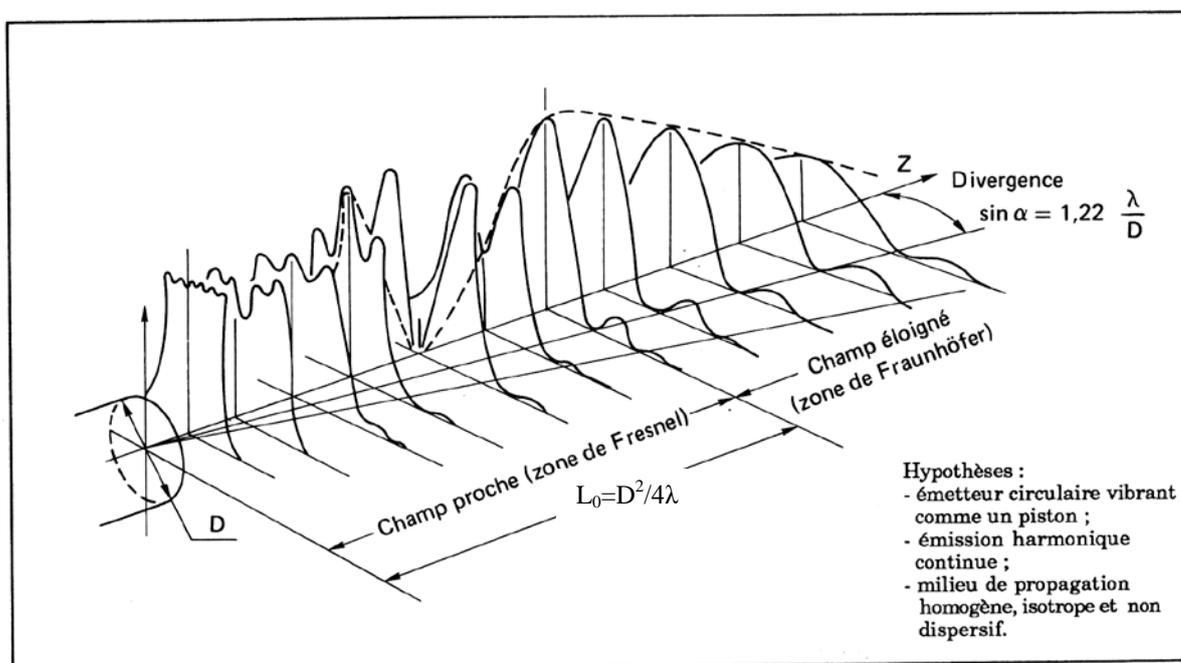


Figure II.5 : Champ acoustique théorique d'un transducteur

II.7.1. Répartition de la pression acoustique le long de l'axe du transducteur

La répartition de la pression acoustique le long de l'axe peut être calculée par la relation approchée :

$$\frac{P_z}{P_0} = 2 \sin\left(\frac{D^2 \pi}{4 \lambda Z}\right) = 2 \sin\left(L_0 \frac{\pi}{2Z}\right) \quad (\text{II-71})$$

Avec :

P_z : pression à la distance Z du transducteur

P_0 : pression initiale

Dans le champ éloigné, si $Z > L_0 \Rightarrow \frac{P_z}{P_0} \approx \pi \frac{L_0}{Z}$ (II-72)

Pour des distances du traducteur $Z \geq 2L_0$, la pression acoustique décroît de façon continue, elle est alors inversement proportionnelle à la distance Z :

$$\frac{P_z}{P_0} \approx \frac{K}{Z} \quad (Z \geq 2L_0) \quad \text{(II-73)}$$

II.7.2. Répartition de la pression acoustique dans des plans perpendiculaires à l'axe du faisceau

L'analyse de l'évolution de la pression acoustique perpendiculairement à l'axe de propagation constitue un autre moyen pour caractériser le faisceau acoustique. Le profil transversal du faisceau en émission/réception est déduit de la pression mesurée ou calculée pour un écart conventionnel par rapport à la pression mesurée sur l'axe du faisceau (Figure II.6).

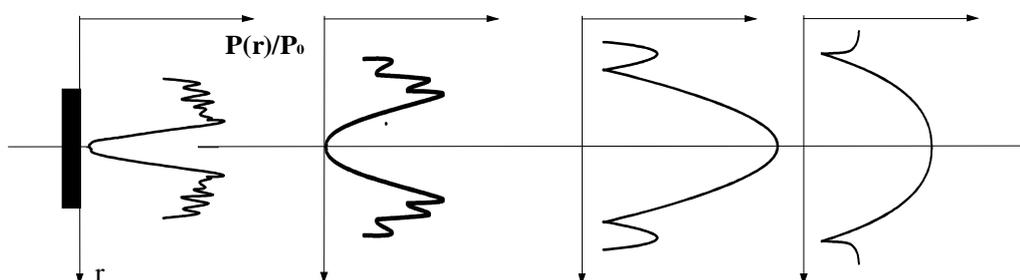


Figure II.6 : Répartition de la pression acoustique le long de

Ici on distingue deux zones :

- Une première zone où la répartition de la pression est assez perturbée et en particulier où l'on peut être en présence d'un minimum sur l'axe du faisceau.
- Une autre zone, où cette répartition conserve une allure semblable quelque soit la distance au traducteur, et où le maximum de pression est toujours sur l'axe du faisceau (Figure II.7)

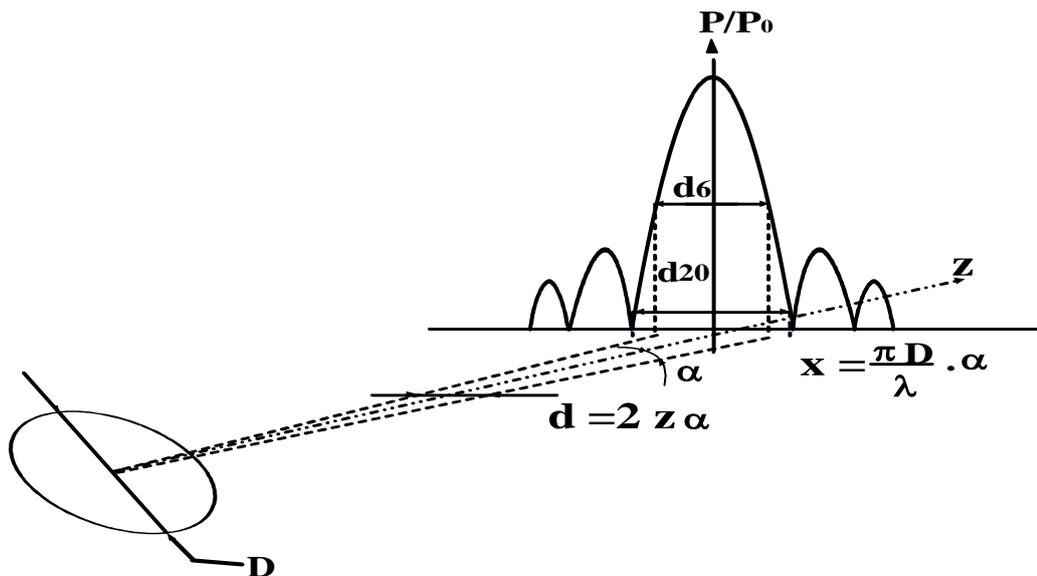


Figure II.7 : Répartition de la pression acoustique dans un plan perpendiculaire à l'axe du faisceau.

On montre que la répartition de la pression acoustique dans un plan perpendiculaire à l'axe et à une distance ($Z \gg L_0$) du transducteur, peut être décrite par la fonction de Bessel à l'ordre 1 [40]:

$$\frac{P_r}{P_{r=0}} = 2 \frac{J\left(\pi \frac{D r}{\lambda Z}\right)}{\pi \frac{D r}{\lambda Z}} \quad (\text{II-74})$$

P_r : étant la pression à la distance r de l'axe.

Avec: $P_{r=0}$: pression sur l'axe

D : diamètre du transducteur

λ : longueur d'onde dans le milieu

Dans le champ éloigné, cette répartition de pression est caractérisée par un élargissement continu du lobe principal (Figure II.7). Cet élargissement peut être défini par l'angle α déterminé par une diminution donnée de la pression acoustique par rapport à la pression obtenue sur l'axe. Cet angle α appelé angle de divergence peut être calculé par la formule :

$$\sin(\alpha) = \beta \frac{\lambda}{D} \quad (\text{II-75})$$

β : grandeur sans dimension dépendant du critère d'atténuation retenu.

Cet angle de divergence est d'autant plus grand que le diamètre utile D du transducteur est faible ou que la longueur d'onde est grande (fréquence faible).

Il est donc possible de schématiser simplement un faisceau ultrasonore émis par un transducteur au moyen de son angle de divergence (*Figure II.8*).

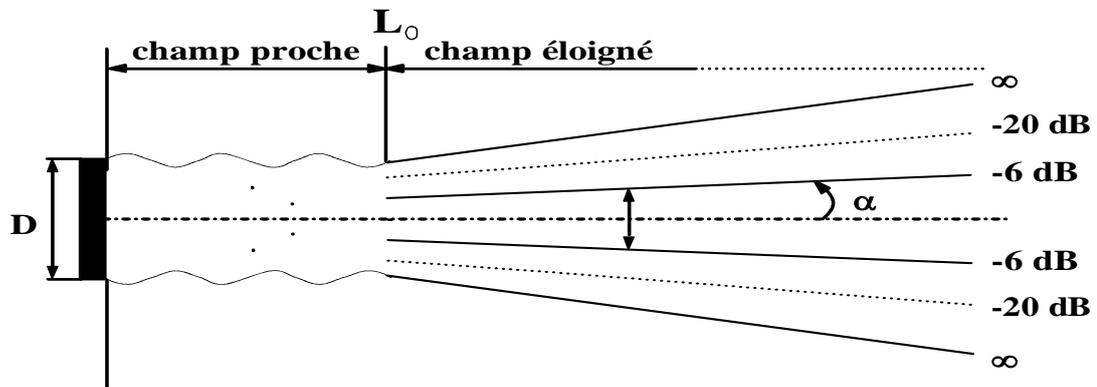


Figure II.8: Profil du champ acoustique théorique en émission / réception d'un transducteur plan

La divergence du faisceau est : $\sin \alpha = \beta \lambda / D$

Avec : $\beta = 0,5$ à -6 dB, $\beta = 0,9$ à -20 dB et $\beta = 1,22$ au premier zéro du lobe principal.

CHAPITRE III

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III.1. Matériaux étudiés

L'étude portera sur deux alliages métalliques qui se présentent sous forme cylindrique de diamètre 36 mm pour l'acier E24 et sous forme de tôles pour l'alliage d'aluminium Al-1.4Fe (figure III-1) :

- L'Acier E24. (série 1 de longueur 33mm et série 2 de longueur 66mm)
- L'alliage Al-1.4Fe (% en poids).

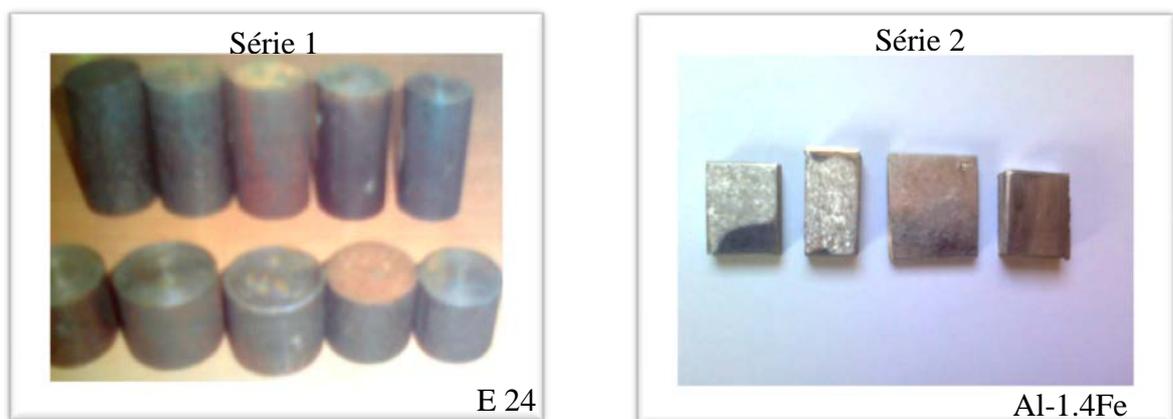


Figure III.1 : Présentation des échantillons des alliages étudiés.

III.2. Déformation plastique à froid par laminage

Nous avons fait subir aux différents échantillons des déformations plastiques par laminage à froid. Ces traitements ont été effectués en plusieurs passes (afin d'éviter les échauffements) sur un laminoir constitué de deux rouleaux tournant en

sens inverse, et dont l'écartement peut être réglé pour le choix de la réduction d'épaisseur souhaitée des échantillons :

Le taux laminage est défini par la relation suivante :

$$\tau = \frac{e_0 - e_f}{e_0} \times 100 \quad (\text{III-1})$$

Où e_0 et e_f sont les épaisseurs initiale et finale du produit.

Afin d'augmenter le taux de dislocations, nous avons procédé à des séquences de laminage sur les échantillons présentés sous forme de plaquettes d'épaisseur initiale de 14mm avec différents taux de réduction d'épaisseur.

III.3. Traitements Thermiques

Les traitements thermiques de revenu subis par les échantillons ont porté sur différents temps de maintien et températures suivis d'un refroidissement à l'air comme indiqué au tableau III.1.

Alliages	Températures (°C)	Temps de maintien (minutes)
E24	850	15
E24	950	40
E24	1050	60
E24	1200	90
Al-1.4Fe	400	60

Tableau III.1 : Traitements thermiques effectués sur les échantillons

III.4. Caractérisation des échantillons

Plusieurs techniques de caractérisation des matériaux peuvent être utilisées pour obtenir les informations microstructurales sur ces matériaux. Ces techniques sont des méthodes clés pour suivre l'évolution des propriétés des matériaux, soumis à des traitements thermomécaniques.

Dans ce qui suit seront succinctement présentés les différents types d'analyses utilisées pour caractériser nos échantillons ainsi que l'étude métallographique, la caractérisation ultrasonore et les mesures de microdureté.

III.4.1. Examen métallographique des échantillons

L'examen métallographique d'un matériau comprend les opérations successives suivantes :

- Préparation de la surface par polissage mécanique,
- Attaque chimique,
- Examen microscopique,
- Photographie.

III.4.1.a. Polissage mécanique

Le polissage est réalisé sur une machine de type MECAPOL 200 PRESI à l'aide d'un disque abrasif tournant à une vitesse de quelques centaines de tours par minute avec lubrification pour éviter l'échauffement de l'échantillon. Le polissage comprend deux étapes ;

Le dégrossissage : Cette opération est réalisée sur une série de papier abrasif revêtu de carbure de silicium avec des grains de plus en plus fins (600, 800, 1200). L'orientation de l'échantillon est croisée d'un papier à l'autre pour éliminer les rayures.

Le finissage : Ce polissage de finition est réalisé sur drap en feutre imprégné d'une pâte diamantée dont les grains sont de plus en plus fins (granulométrie de 6 μ m à 0.1 μ m) avec une pression plus faible, pour produire un état de surface de miroir appelé « poli spéculaire ».

Les échantillons sont ensuite rincés à l'eau distillée, séchés à l'air comprimé puis nettoyés avec de l'acétone afin d'éliminer toute trace de grains de papier abrasif ou de main qui a un effet biologique indésirable à température élevée.

III.4.1.b. Attaque chimique

Après polissage avec le papier abrasif et finition sur le feutre, la microstructure est révélée par attaque chimique. Le réactif d'attaque utilisé est du Nital pour le E24 et le KELER (HF, HNO₃, HCl, H₂O) pour le Al-1.4Fe. Ces réactifs permettent d'obtenir un bon contraste entre les différentes phases. Les joints de grains sont généralement attaqués plus vite que les grains et révèlent, sous forme d'un réseau, la structure granulaire. La durée de l'attaque est de l'ordre de 20 secondes.

III.4.2. Analyse physico-chimique par fluorescence X

Cette technique sert à déterminer les éléments d'alliages (éléments d'addition et traces) ainsi que leur concentration. Pour identifier les éléments et leur concentration par fluorescence X émis par les atomes des différentes espèces présentes, nous avons préparé les échantillons massifs de l'alliage selon une préparation métallographique fine pour subir l'analyse.

III.4.3. Mesure de résistivité

Le principe utilisé pour la mesure de la résistivité électrique est celui de la méthode à quatre points décrit dans la figure III-2. Il consiste en un assemblage de quatre pointes de carbure de silicium réparties de manière équidistante qui sont positionnées sur l'échantillon dont on cherche la résistivité. La distance entre deux pointes, s , est de 2 mm.

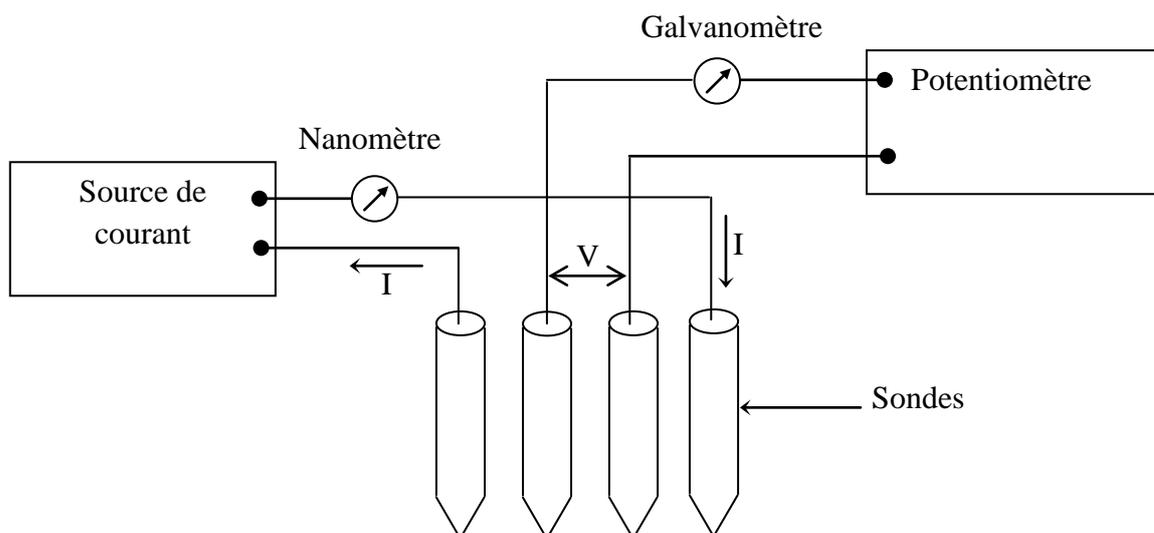


Figure III.2 : Schéma du dispositif expérimental de la mesure de résistivité à quatre pointes

III.4.4. Mesure de microdureté

La dureté est la résistance qu'oppose un matériau à la pénétration d'un corps plus dur, appelé pénétrateur. Elle s'exprime par le symbole H (Hardness). Les essais les plus courants se font à l'aide d'un pénétrateur pouvant être soit une bille soit une pyramide. Les plus connus sont les essais BRINELL, ROCKWELL et VICKERS.

La mesure de microdureté VICKERS consiste à imprimer dans la pièce le pénétrateur en diamant en forme de pyramide droite à base carrée, d'angle au sommet égal à **136°**, sous une charge **P**, et à mesurer la diagonale **d** de l'empreinte laissée sur la surface après enlèvement de la charge.

$$HV = \frac{\text{Charge de l'essai (kgf)}}{\text{aire de l'empreinte (mm}^2)} = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad (\text{III-2})$$

Les mesures de dureté concernent les échantillons d'aluminium de classe 1000 déformés à froid par laminage.

III.4.5. Mesures ultrasonores

Les mesures ultrasonores sont effectuées en immersion à des incidences normales en utilisant trois palpeurs différents de fréquences nominales 2,25 Mhz, 5MHz et 10MHz.

III.4.5.1. Dispositif expérimental

Les mesures ultrasonores sont faites à l'aide d'un système d'inspection en immersion en utilisant la méthode par écho dont la configuration expérimentale est illustrée à la figure III.2. La cuve est équipée de trois chariots qui se déplacent suivant trois axes (x, y, z). Un transducteur ultrasonore de fréquence 2.25, 5 et 10 MHz et de diamètre 9,525 mm est fixé sur un support sonde, qu'on peut régler à l'aide de deux pignons : l'un pour l'orientation verticale et l'autre pour l'orientation transversale. Pour assurer la propagation des ondes ultrasonores, on utilise comme milieu élastique couplant, l'eau douce dans laquelle la pièce et la sonde sont immergées. Un générateur d'impulsion conventionnel de type OLYMPUS, Modèle 5800Pr est utilisé pour fournir une énergie électrique de période, de durée et d'amplitude ajustables. L'impulsion électrique générée est convertie en signal ultrasonore à l'aide d'un transducteur piézoélectrique de type Panamertics V413. Les signaux enregistrés, sont amplifiés et acheminés vers un oscilloscope numérique (Tektronix TDS, modèle 3054) qui permet la visualisation et le traitement des données. Le réglage approprié du temps d'oscilloscope est nécessaire pour le traitement ultérieur des signaux.

III.4.5.2. Type de l'excitation utilisée

L'excitation électrique des capteurs se fait en régime impulsionnel par une impulsion brève de $5\mu\text{s}$ permettant une émission relativement à large bande. Les ondes mécaniques sont générées dans un large domaine de fréquence mais le spectre utilisable reste conditionné par la fonction de transfert en émission et en réception des capteurs. La réception du signal transmis sur un capteur identique après sa propagation à l'intérieur d'un échantillon permet de visualiser la fonction de transfert complète du système émetteur-plaque-récepteur.

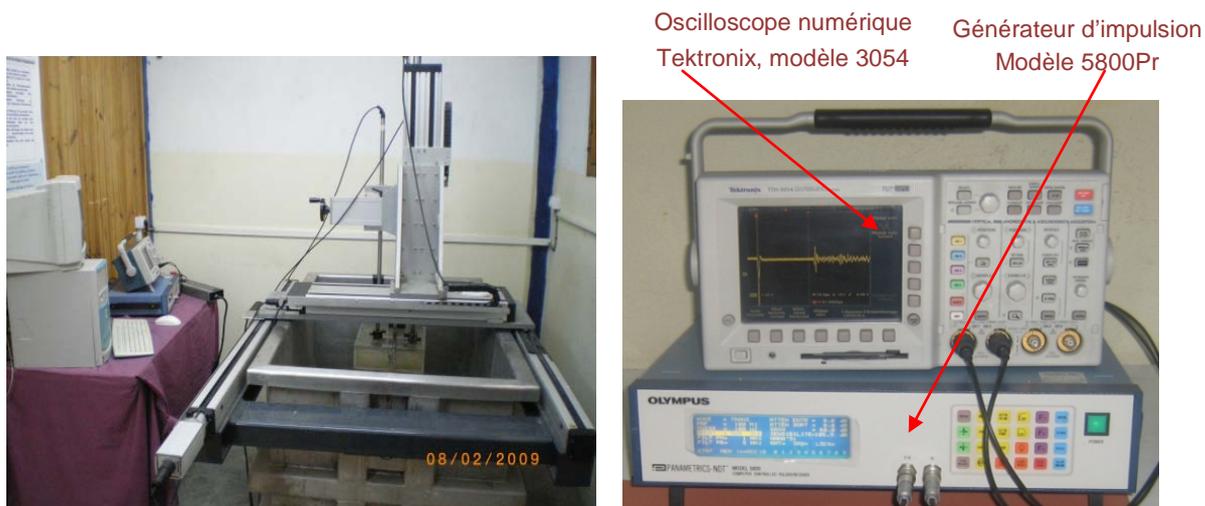


Figure III.3 : Dispositif expérimental (caractérisation ultrasonore)

III-4-6. Analyse par microscopie optique (MO)

Les observations métallographiques sont effectuées sur un microscope optique de marque NIKON- EPIPHOT 300 piloté par micro-ordinateur. Cette technique permet de déterminer la microstructure des alliages à étudier. Leurs morphologies respectives seront commentées dans le prochain chapitre.

CHAPITRE IV

RESULTATS ET DISCUSSION

IV.1 Analyse chimique par fluorescence X des matériaux étudiés

La nature et la proportion des éléments présents dans l'acier E24 et l'alliage d'aluminium Al1.5Fe, sont déterminées par spectrométrie de fluorescence X. Grâce à un traitement automatique des spectres particuliers des éléments, ce dernier nous renseigne sur la composition et les proportions des éléments dans les matériaux considérés (voir tableau IV.1). Nous constatons que les concentrations des éléments dans les deux alliages sont proches des compositions normatives des alliages.

Éléments	%C	%P	%S	% Al	% Fe	% traces
E24	0.17	0.040	0.040	-	reste	< 0.008
Al série 100	-	-	-	98.60	01.40	-

Tableau VI. 1 : Concentration des éléments présents dans les deux alliages

IV.2 Caractérisation métallographique des échantillons d'acier E24

La morphologie de l'alliage étudié a pu être observée après un polissage mécanique. Les figures ci-dessous présentent la microstructure de l'acier suite aux différents traitements subis. On constate sur ces micrographies une évolution de la taille des grains pour les différentes températures et temps de maintien. Pour le calcul de la taille des grains nous avons utilisé la méthode de comptage et la méthode des interceptes.

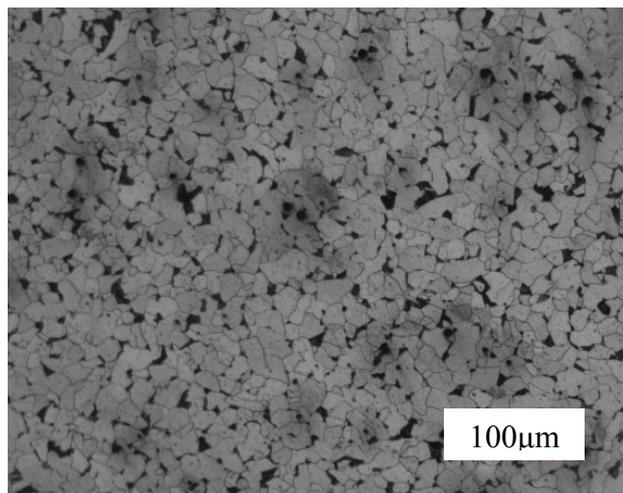


Figure IV.1 : Microstructure de l'alliage E24 à l'état initial.

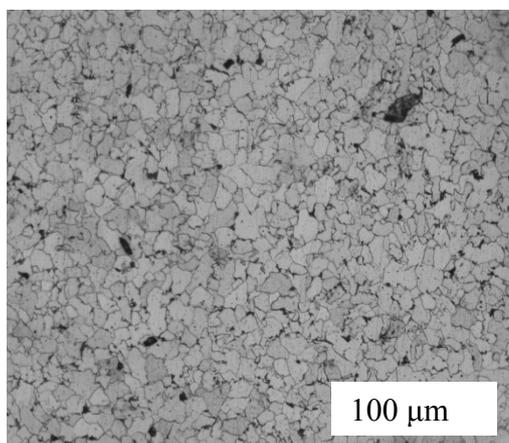


Figure IV.2 : Microstructure de l'alliage E24 traité a 850°C pendant 15 min

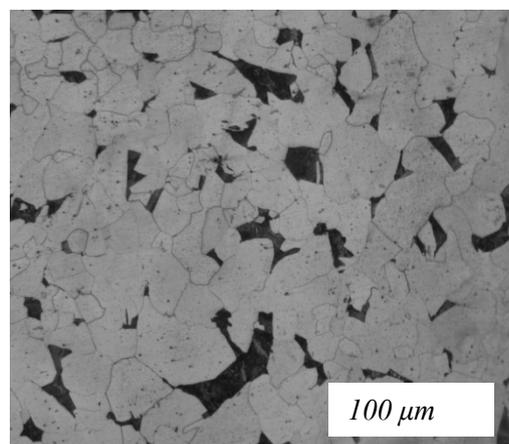


Figure IV.4 :Microstructure de l'alliage E24 traité a 1050°C pendant 60 min

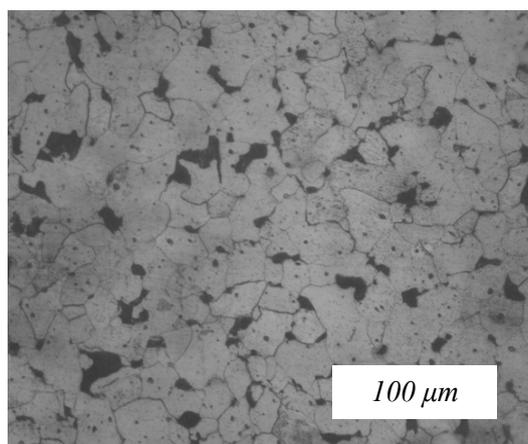


Figure IV.3 : Microstructure de l'alliage E24 traité a 950°C pendant 40 min

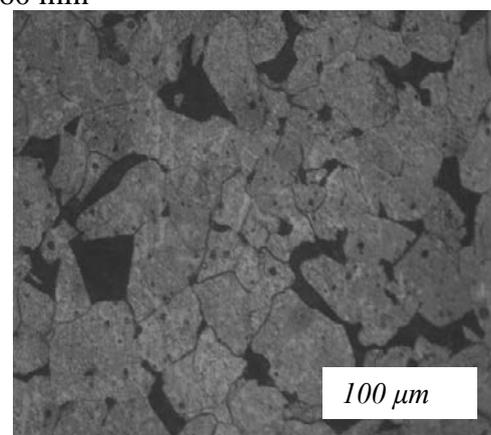


Figure IV.5:Microstructure de l'alliage E24 traité a 1200°C pendant 90 min

IV.3 Détermination de la taille des grains par la méthode de comptage

Pour évaluer la taille des grains on a recouru à la méthode de comptage qui consiste à déterminer le nombre moyen de grains par unité de surface ; elle est basée sur le comptage des grains à l'intérieur d'un cercle de diamètre $D=79.8$ mm tracé sur la micrographie.

Le grossissement est choisi de telle sorte que le nombre minimal des grains soit de 50 (*figure IV. 6*). Pour un grossissement linéaire g , la superficie de l'éprouvette

$$\text{correspondant à l'aire du cercle est : } S = 5000/g \text{ (mm}^2\text{)} \quad (\text{VI-1})$$

$$\text{Détermination du nombre } m : m = 2 \times \left(\frac{g}{100} \right)^2 \times n_g \quad (\text{VI-2})$$

$$\text{Avec : } n_g = n_1 + \frac{n_2}{2} \quad (\text{VI-3})$$

n_g : nombre de grains total dans la circonférence tracée.

n_1 : nombre de grains complètement à l'intérieur. $d_m = 1000/\sqrt{m}$

n_2 : nombre de grains coupés par la circonférence (grains hachurés) arrondi au nombre supérieur si n_2 est impair. Détermination du diamètre moyen d_m [mm],

$$d_m = 1000/\sqrt{m} \quad (\text{VI-4})$$

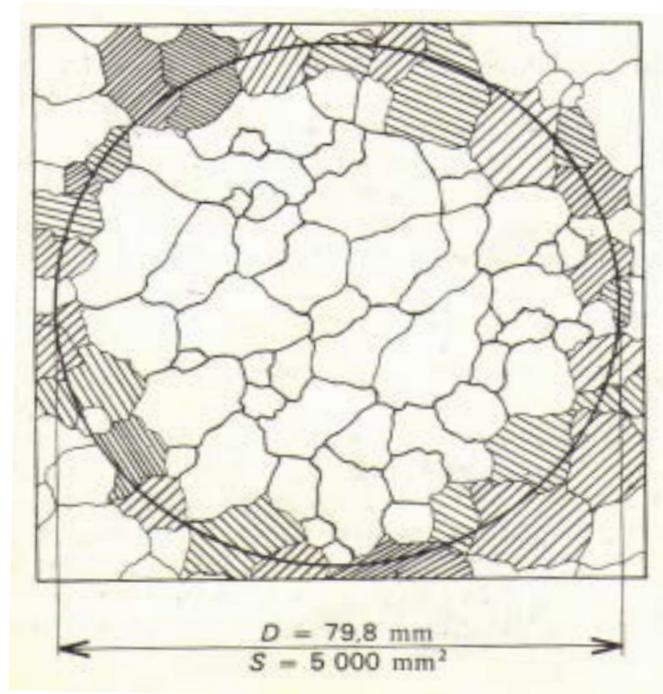


Figure IV.6 : Schéma illustrant le domaine de comptage des grains.

À titre illustratif, on détaille cette technique de comptage sur la micrographie de l'échantillon d'acier E24 avec le grossissement 100, sur laquelle on a tracé un cercle comme le montre la figure IV.7

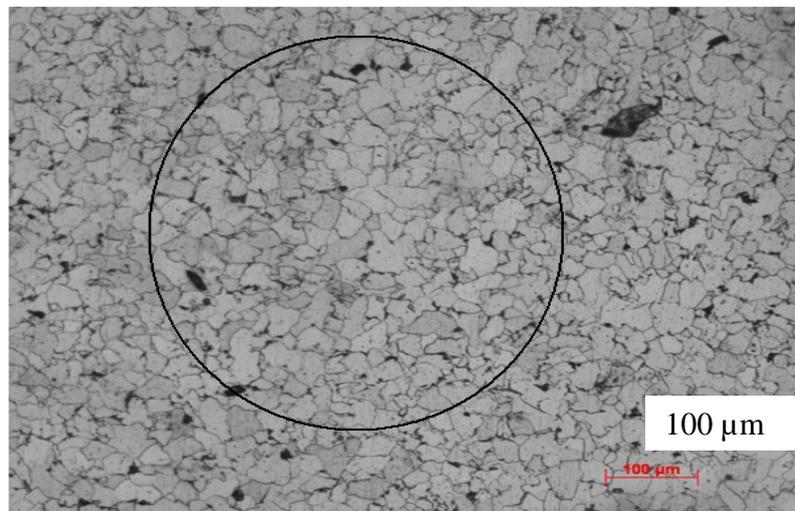


Figure IV.7 : Cas considéré pour le calcul de la taille des grains

Le comptage donne : $n_g = n_1 + \frac{n_2}{2} = 175$ (VI-5)

n_1 : le nombre de grains complètement à l'intérieur du cercle : 151 grains.

n_2 : le nombre de grains coupés par la circonférence du cercle : 48 grains.

n_g : le nombre de grains dans la circonférence du cercle tracé.

Le nombre de grains m par unité de surface de l'échantillon observé est de :

$$m = 2 \times \left(\frac{g}{100} \right)^2 \times N_g = 2 \times \left(\frac{100}{100} \right)^2 \times 175 = 350 \quad (\text{VI.-6})$$

Le diamètre moyen du grain est donc : $d = \frac{1000}{\sqrt{m}} = 53.45 \mu\text{m}$ (VI-5)

Pour les autres micrographies, les valeurs contenues dans le tableau IV.2

Traitement de l'échantillon	Diamètre moyen des grains (μm)
(M) : Etat initial	41,1
(S) : 850°C pendant 15 mn	53,45
(O) : 950° C pendant 40 mn	60,2
(R) : 1050° C pendant 60 mn	80
(Y) : 1200° C pendant 90 mn	91,3

Tableau IV.2 : Diamètres moyens des grains pour les échantillons en acier E24 en fonction du traitement subi.

IV.4 Détermination de la taille des grains par traitement d'image (méthode des interceptes)

La taille moyenne de grains a été estimée par la méthode d'interception linéaire selon la norme *ASTM E112*, en utilisant un utilitaire « **Intercept®** » d'analyse d'image semi- automatique couplé au logiciel « **KS-phase®** » de Carl Zeiss,

Il s'agit de la méthode d'interception linéaire (Norme ASTM E112), elle repose sur le tracé de plusieurs segments superposés sur les images de la microstructure et on détermine le nombre total d'interceptes. Les interceptes sont affectés par des coefficients qui dépendent de la nature de ceux-ci (tangents et directs : 1, joints triples : 3/4, points extrémités : 1/2). Le nombre de sites par échantillon est de l'ordre d'une quinzaine pour chaque direction (direction

horizontale et direction verticale). Comme les valeurs sont assez proches, la taille moyenne est calculée sur la base de la moyenne arithmétique en utilisant un utilitaire conçu sous le code de calcul « Delphi ».

- Au vu des résultats, la taille moyenne estimée selon la direction horizontale est assez proche de celle obtenue dans la direction verticale, La norme sus-citée préconise que le diamètre moyen des grains est une moyenne arithmétique des deux directions.
- Comme la microstructure présente deux phases (phase sombre : perlite), le grain moyen de la ferrite est obtenu en multipliant le diamètre moyen estimé sur la base des interceptes (ferritique et perlitique confondus) multiplié par la fraction de la deuxième phase (perlite).

Echantillon	Intercepte moyen Horiz.(μm)	Intercepte moyen Vert.(μm)	Grain moyen (μm)
M	35,7	36,5	36.1
S	45,8	47,6	46.7
O	56,04	54,32	55.18
R	73,8	77,2	75.5
Y	85,6	88,5	87.05

Tableau IV.3 : Récapitulatif des tailles moyennes des grains estimées par la méthode des interceptes linéaires selon la norme ASTM 112

Les résultats obtenus par les deux techniques (méthode de comptage et méthode des interceptes) sont peu différents et on attribue cette différence aux limites et imperfections de l'une ou de l'autre technique.

IV.5 Mesure de microdureté des échantillons d'alliage d'aluminium

Le tableau IV.4 regroupe les mesures de microdureté de l'alliage à base d'aluminium obtenues. L'évolution de cette grandeur physique en fonction du taux de déformation à froid par laminage est croissante (figure IV.8), elle passe de 78.7 Hv pour une déformation de 20 % à une valeur de 95.8 Hv pour une déformation de 57.14 %. Le matériau suit donc une loi monotone de durcissement et cela peut être expliqué par la création de micro-distorsions dans le matériau (augmentation de la densité de dislocations).

Echantillon	Taux de déformation (%)	Microdureté (Hv)
1	20	78.7
2	37.85	83.8
3	46.07	86.3
4	57.14	95.8

Tableau IV.4 : Récapitulatif des résultats de microdureté en fonction du taux de déformation par laminage pour l'alliage Al-1.4Fe

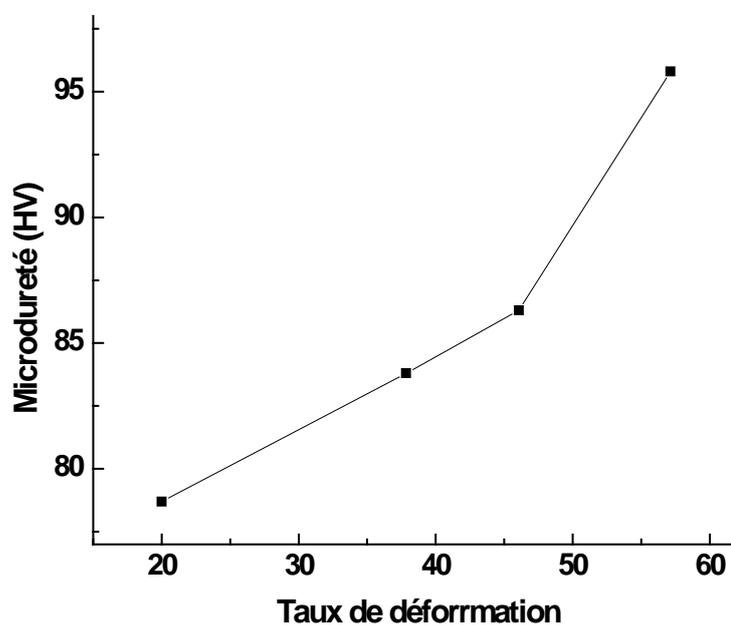


Figure IV.8 : Évolution de la microdureté en fonction du taux de déformation par laminage

IV.6. Mesure de résistivité par la méthode des quatre pointes

Échantillon	Taux de déformation (%)	Valeurs de résistivité électrique (10^{-8} Ohm.m)
1	20	2,2662
2	37.85	3,3625
3	46.07	4,1716
4	57.14	4,4364

Tableau IV.5 : Récapitulatif des résultats de la résistivité électrique en fonction du taux de déformation par laminage pour l'alliage Al-1.4Fe

Nous avons suivi l'évolution de la résistivité électrique des échantillons prélevés dans le même sens, laminés à des taux de 20, 37.85, 46.07 et 57.14 %.

La figure IV.9 donne le profil de l'évolution de la résistivité électrique en fonction du taux de déformation par laminage à froid.

L'analyse de la courbe obtenue dans des conditions expérimentales identiques pour les différents taux d'écroutissage, met en évidence que l'évolution de la résistivité électrique des échantillons étudiés, croît avec le taux d'écroutissage. Ceci permet de relier ce phénomène à une évolution de la texture.

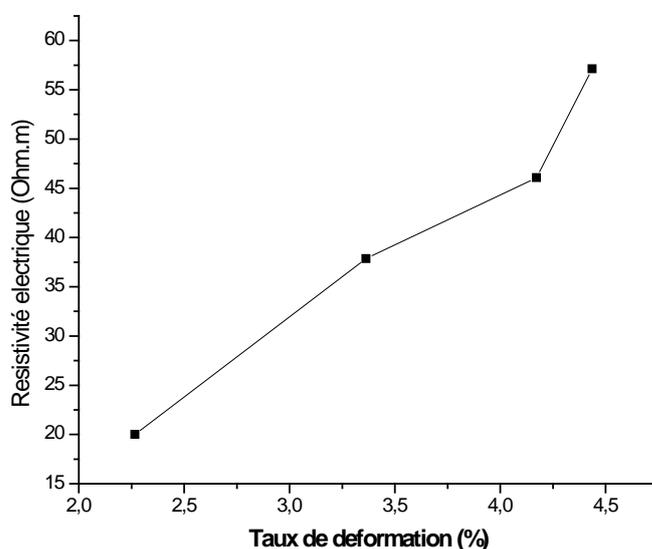


Figure IV.9 : Evolution de la résistivité électrique en fonction du taux de déformation par laminage

IV.7 Mesures Ultrasonores

Les mesures ultrasonores sont effectuées en immersion à des incidences normales en utilisant trois sondes différentes de fréquence nominale 2,25 Mhz, 5MHz et 10MHz.

IV.7.1 Mesure des coefficients de transmission

Dans l'essai ultrasonore en immersion, les ultrasons traversent les deux milieux (1 : eau et 2 : échantillon). En général, une partie du faisceau incident

dans le milieu 1 est réfléchi à l'interface des deux milieux et le reste est transmis dans le milieu 2.

La perte par transmission α_t des ultrasons du milieu 1 au milieu 2 est calculée à partir de l'impédance acoustique donnée par l'équation :

$$\alpha_t = \frac{4Z_1Z_2}{(Z_1 + Z_2)^2} \quad (\text{IV-8})$$

Où Z_1 = impédance acoustique du milieu 1.

Z_2 = impédance acoustique du milieu 2.

a) Coefficient de transmission dans l'alliage d'aluminium de classe 1000

La substitution des valeurs de Z_1 et de Z_2 dans l'équation IV-8 donne une valeur de α_t égale à 0,298, donc approximativement 30% du faisceau incident est transmis dans l'alliage d'Aluminium et les 70% restants sont réfléchis.

$$Z_1 = \text{impédance acoustique de l'eau} = 1.5 \times 10^6 \text{ Kg / m}^2\text{s}$$

$$Z_2 = \text{impédance acoustique de l'aluminium} = 1.7 \times 10^7 \text{ kg/m}^2\text{s}.$$

b) Coefficient de transmission de l'acier E24

La substitution des valeurs de Z_1 et de Z_2 dans l'équation IV-8 donne une valeur de α_t égale à 0,122, qui signifie de même que 12% du faisceau incident est transmis dans l'acier et les 88% restants sont réfléchis.

$$Z_1 = \text{impédance acoustique de l'eau} = 1.5 \times 10^6 \text{ Kg / m}^2\text{s}$$

$$Z_2 = \text{impédance acoustique de l'acier} = 4.6 \times 10^7 \text{ Kg / m}^2\text{s}$$

IV.7.2 Détermination du champ proche :

Pour cette détermination on prend l'eau comme milieu de propagation de l'onde ultrasonore. A la sortie du palpeur, il existe une zone dite perturbée (ou zone proche) dont la longueur l_0 est donnée par la formule :

$$l_0 = \frac{D^2}{4\lambda} \quad (\text{VI-9})$$

$$\text{Où } \lambda : \text{Longueur d'onde [mm]} : \lambda = \frac{C}{f} \quad (\text{IV-10})$$

D : Diamètre du transducteur, D = 9,525 mm

C : vitesse acoustique longitudinale.

C [mm/s]	f [MHz]	λ [mm]	l_0 [mm]
1480000	2,25	0,657	34,52
1480000	5	0,296	76,626
1480000	10	0,148	153,25

Tableau IV.6: Champ proche pour chaque palpeur.

IV.7.3. Étude du décalage des fréquences ultrasonores longitudinales en fonction des traitements thermomécaniques subis par les échantillons.

Dans cette partie nous exposons les différents résultats des mesures de fréquences moyennes des ondes ultrasonores longitudinales effectuées sur les échantillons d'acier E24 et d'alliage d'aluminium où nous faisons 03 acquisitions pour chaque échantillon (voir annexe). Puis, nous étudions la variation des fréquences par rapport à la fréquence nominale de la sonde en fonction des traitements effectués. Ce décalage est relatif au maximum du spectre de fréquence obtenu.

Pour ce faire, des acquisitions de signaux temporels (Figure IV.10) sont traitées moyennant la transformée rapide de FOURIER (FFT), et permettant le passage du domaine temporel au fréquentiel illustré par le spectre de fréquence (Figure IV.11). L'avantage du spectre de fréquences est de pouvoir restituer en temps réel la gamme de fréquences contenue dans le signal.

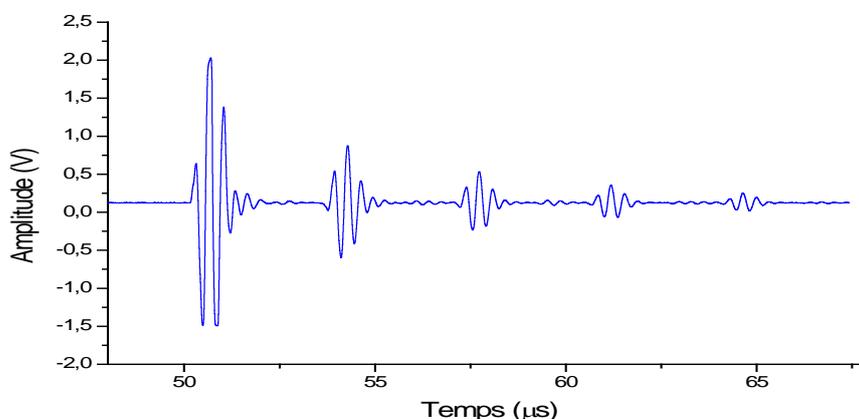


Figure IV.10: Signal temporel de l'aluminium laminé (sonde 2.25 MHz)

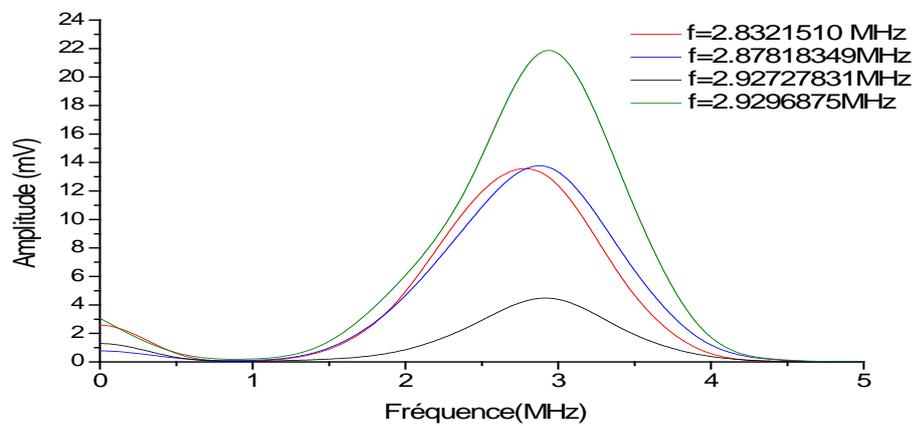


Figure IV.11: Spectres de fréquence pour les différents échantillons d'aluminium laminé (sonde 2.25 MHz)

IV.7.3.1 Mesure des fréquences moyennes pour l'acier

a) Acier E24 de la série 1

Échantillon	Taille des grains (μm)	Fréquence moyenne		
		2,25 MHz	5 MHz	10 MHz
(M) : Non traité	41,1	2.94568886	4.57502301	8.97514575
(S) : 850° C	53,45	2.93034673	4.515023	8.83706658
(O) : 950° C	60,2	2.9296875	4.49524394	8.71432955
(R) : 1050° C	80	2.9296875	4.41853329	8.41976066
(Y) : 1200° C	91,3	2.92727831	4.34489107	8.14667076

Tableau IV.7 : Fréquence moyenne en fonction de la taille moyenne des grains série 1.

b) Acier E24 de la série 2

Échantillon	Taille des grains (μm)	Fréquence moyenne		
		2,25 MHz	5 MHz	10 MHz
(M) : Non traité	41,1	2.95489414	4,6875	8,450445
(S) : 850° C	53,45	2,9296875	4.6578705	8.203125
(O) : 950° C	60,2	2.9296875	4,51058607	8,15375
(R) : 1050° C	80	2.9296875	4.47376496	8.0454127
(Y) : 1200° C	91,3	2.9150046	4.296875	7,617187

Tableau IV.8 : Fréquence moyenne en fonction de la taille moyenne des grains série 2.

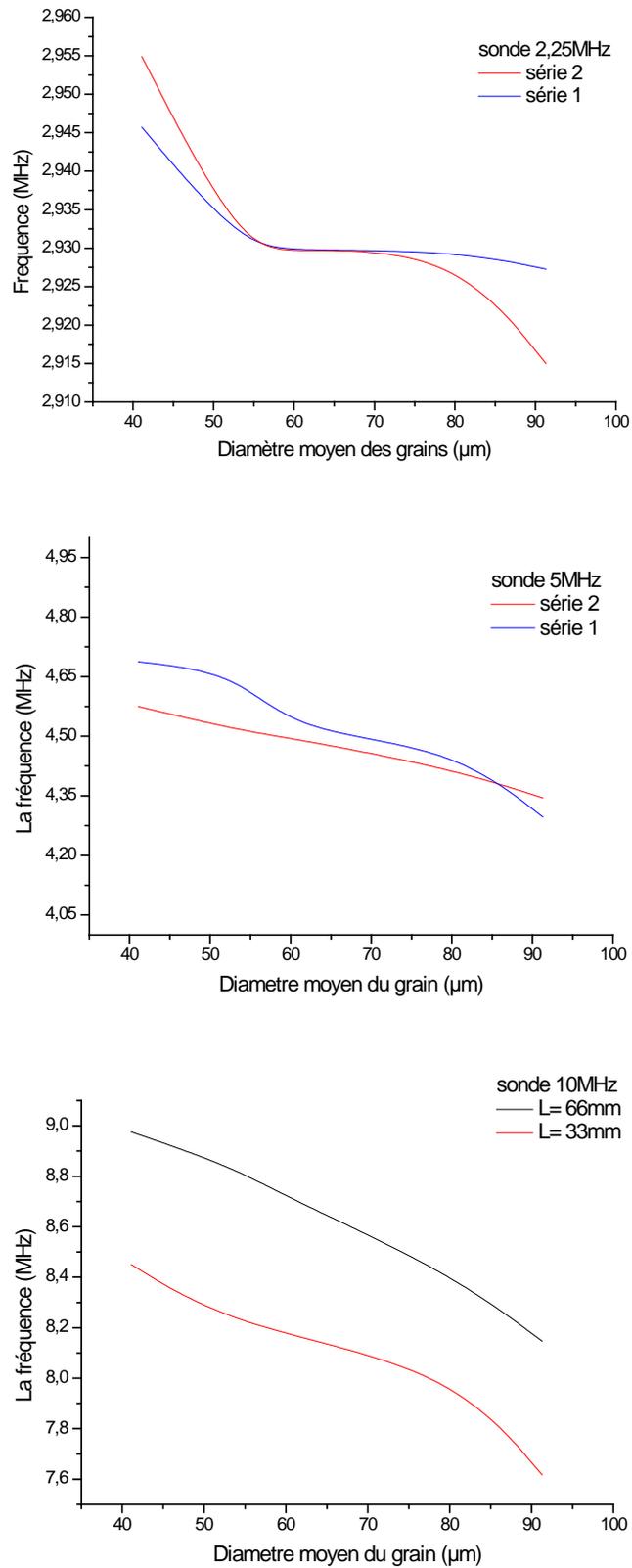


Figure IV.12 : Fréquence moyenne en fonction de la taille moyenne des grains de l'acier E24 pour les sondes de fréquence 2.25, 5 et 10 MHz

La variation des longueurs des échantillons (66mm et 33mm) n'a pas d'influence sur la tendance des valeurs mesurées de fréquence, donc l'allure des courbes de fréquence en fonction de la taille moyenne des grains reste inchangée pour les pièces ayant la même taille de grains, néanmoins d'autres travaux [41] mentionnent qu'au-delà de 8 pouces d'épaisseur d'un acier, l'allure des courbes de fréquence devient sensible à la variation d'épaisseur du matériau traversé par l'onde. A partir des courbes représentant la variation de fréquence en fonction de la taille moyenne des grains pour les deux séries de pièces en acier E24 (série 1 de 33mm et la série 2 de 66mm de longueur) (Figure IV.12), il ressort que la fréquence obtenue diminue quand la taille moyenne des grains augmente pour les sondes de fréquence nominale 2.25, 5 et 10 MHz.

D'après TOM NELLIGAN [42], les changements de la taille ou de l'orientation des grains dans les aciers, fontes, et autres métaux causent des changements de l'amplitude, de la direction, et/ou de la teneur en fréquence (contenu du spectre) des ultrasons. Et comme tout matériau tend à agir à un certain degré comme un filtre passe bas, il atténue ou disperse davantage les composants de fréquence les plus élevés par rapport à ceux de plus basse fréquence. Ainsi, l'analyse des changements de la teneur restante en fréquence d'une impulsion à large bande, qui a traversé le matériau, peut subir les effets combinés de l'atténuation et de la dispersion.

IV.7.3.2 Mesure du décalage en fréquence pour l'acier

a) Acier E24 de la série 1

Echantillon	Taille des grains (μm)	Décalage en fréquence		
		Palpeur 2,25 MHz	Palpeur 5 MHz	Palpeur 10 MHz
Non traité	41,1	0,695688	0,424977	1,024854
850° C	53,45	0,680346	0,484977	1,162933
950° C	60,2	0,679687	0,504756	1,285670
1050 ° C	80	0,679687	0,581467	1,580239
1200 ° C	91,3	0,677278	0,655109	1,853329

Tableau IV.9 : Décalage en fréquence en fonction de la taille moyenne des grains
série1

b) Acier E24 de la série 2

Echantillon	Taille des grains (μm)	Décalage en fréquence		
		Palpeur 2,25 MHz	Palpeur 5 MHz	Palpeur 10 MHz
Non traité	41,1	0,704894	0,3125	1,549555
850° C	53,45	0,679687	0,342195	1,796875
950° C	60,2	0,679687	0,489414	1.84625
1050° C	80	0,679687	0,526235	1,9545873
1200° C	91,3	0,665004	0,703125	2,382813

Tableau IV.10 :Décalage en fréquence en fonction de la taille moyenne des grains série 2.

Il est à noter que le maximum du spectre de fréquence relatif à la sonde de 2.25 MHz se décale vers le haut, contrairement aux sondes de fréquence nominale 5 et 10 MHz dont le maximum se décale vers le bas (Tab IV.9 et 10).

En règle générale plus on monte en fréquence plus l'atténuation augmente ; le bruit de structure peut déformer le spectre, l'élargir et rajouter à la fréquence pure de nouveaux composants fréquentiels, d'où la création de nouveaux composants de fréquences.[43]

D'autre part, le décalage de fréquence relatif aux sondes de 5 et 10 MHz, augmente proportionnellement avec la croissance de la taille moyenne des grains. Néanmoins pour la sonde de 2,25 MHz, le décalage décroît avec la croissance de la taille moyenne des grains. Ce résultat est confirmé par [44] et [45] qui montrent respectivement que le maximum du spectre de fréquence présente un décalage avec la variation de la taille des grains pour l'Inconel 600 pour l'un et le cuivre pour l'autre.

L'atténuation commençant à dominer à mesure que la taille des grains augmente, le degré de décalage ascendant est réduit comparé au signal de référence. D'après J.SANIIE et al. [46], comparé à l'écho de référence, le décalage de fréquence est corrélé à la taille des grains du matériau ; ascendant (vers le haut), il est dû à la dispersion liée à la taille des grains, et descendant (vers le bas), il est provoqué par l'effet d'atténuation.

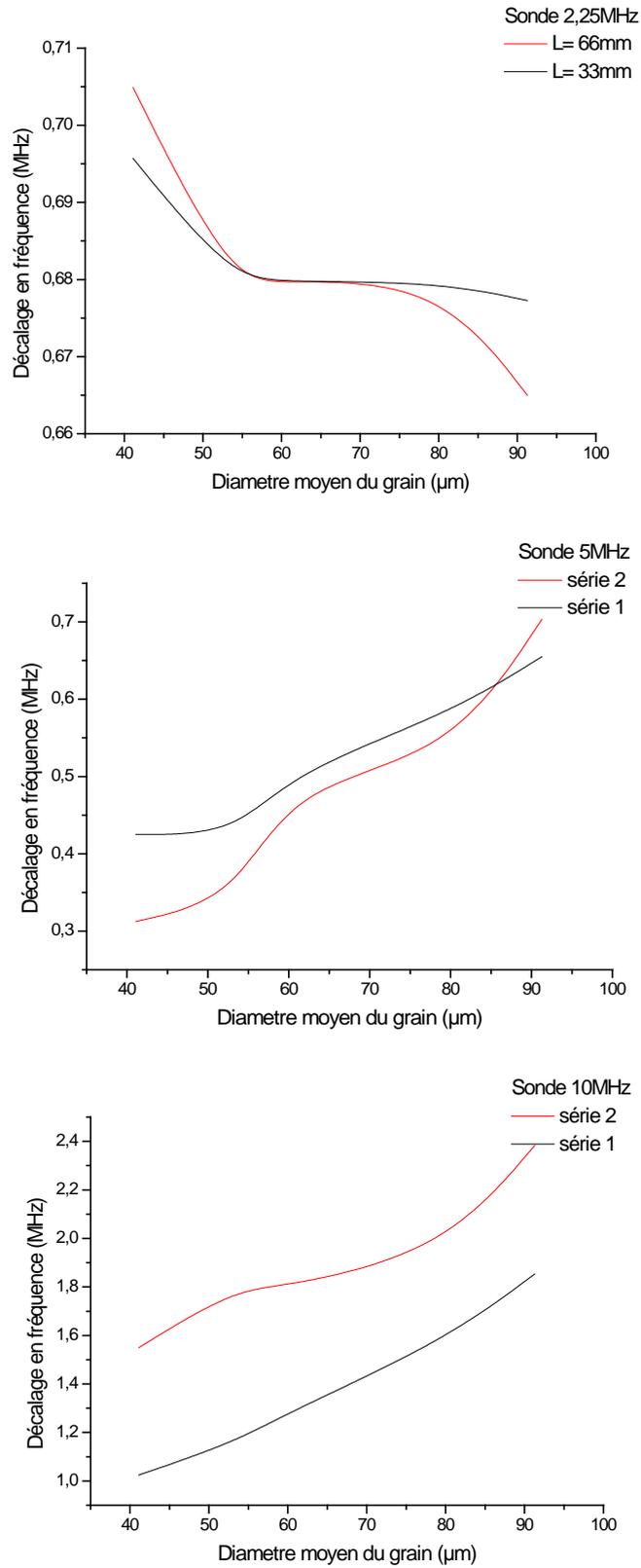


Figure VI.13 : Graphes du décalage en fréquence en fonction de la taille moyenne des grains pour les échantillons d'aciers E24

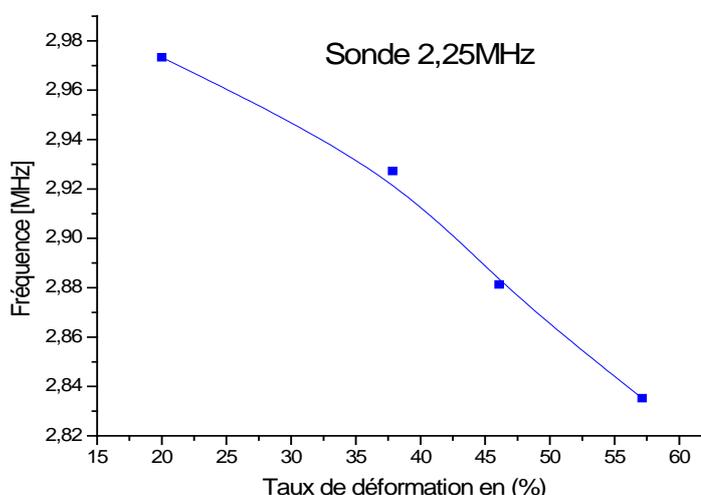
Dans la région de diffusion de RAYLEIGH, [47] à bien montré que de la dispersion du grain résulte un décalage ascendant dans la fréquence du signal ultrasonore.

Par ailleurs, [07] on a montré que la relation entre la taille moyenne des grains et la longueur d'onde est bien établie et que la relation entre la taille moyenne des grains et le décalage de fréquence (vers le haut ou vers le bas) peut dépendre aussi bien du type et des caractéristiques du matériau (joints de grains) que des caractéristiques des instruments de mesures.

IV.7.3.3 Mesure des fréquences moyennes pour les échantillons d'aluminium laminés

Échantillon	Taux de déformation (%)	Fréquence moyenne (MHz)		
		Palpeur 2,25 (MHz)	Palpeur 5 (MHz)	Palpeur 10 (MHz)
P1	20	2,973304	4,8828125	9,1967241
P2	37,85	2,927278	4,7499234	8,7890625
P3	46,07	2,88125192	4.6578051	8,7890625
P4	57,14	2,83522553	4.6578705	8,09143909

Tableau VI.11 : Fréquence moyenne en fonction du taux de déformation.



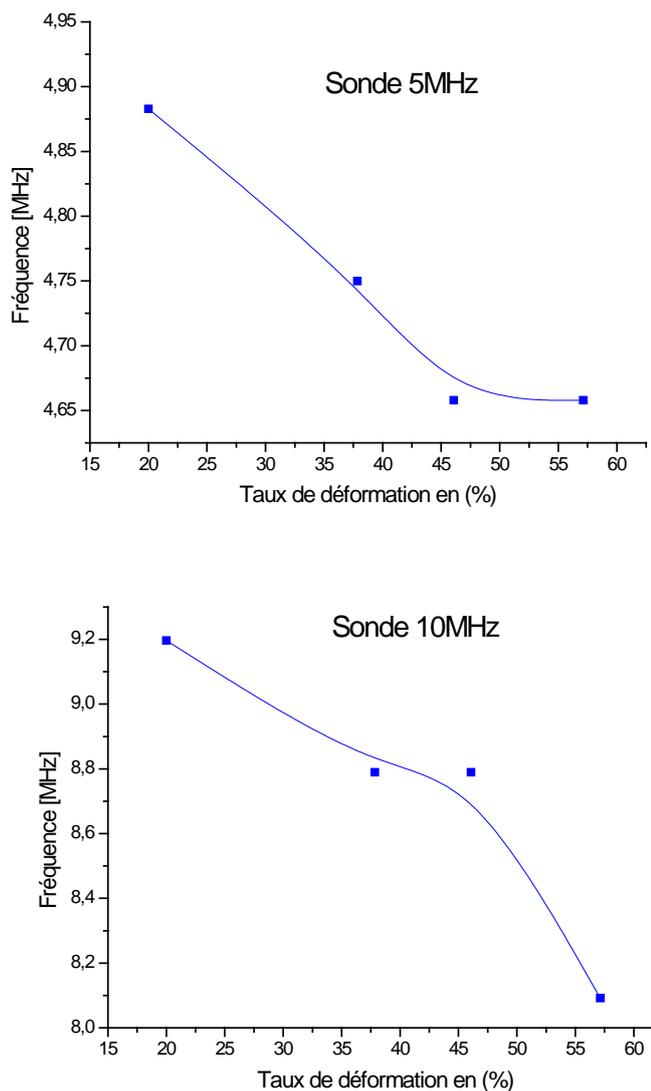


Figure VI.14 : Fréquence moyenne en fonction du taux de déformation

IV.7.3.4 Mesure du décalage de fréquence pour les échantillons d'Aluminium laminés

Echantillon	Taux de déformation (%)	Décalage en fréquence (MHz)		
		Palpeur 2,25 (MHz)	Palpeur 5 (MHz)	Palpeur 10 (MHz)
P1	20	0,723304	0,117187	0,803276
P2	37,85	0,677278	0,2500766	1.2119
P3	46,07	0,631252	0,3421295	1.2119
P4	57,14	0,585225	0,3421949	1,908561

Tableau VI.12 : Décalage en fréquence en fonction du taux de déformation

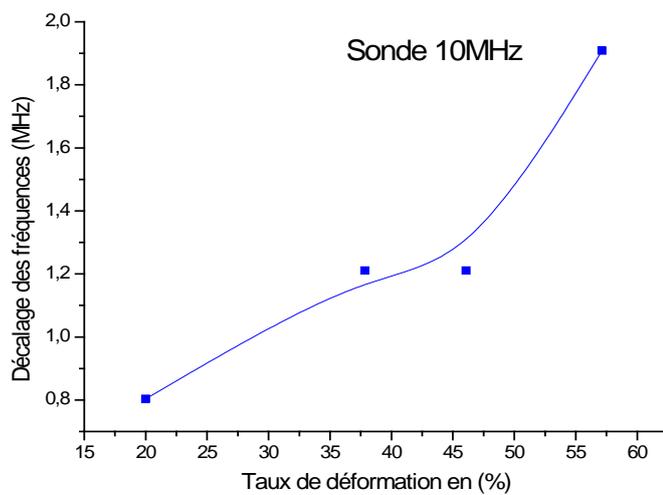
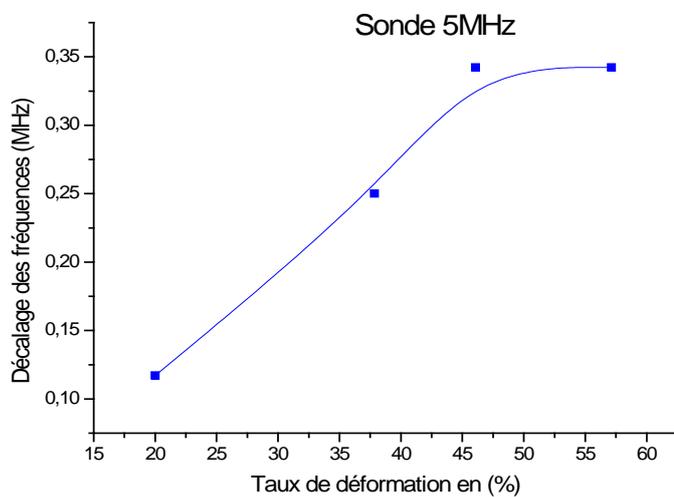
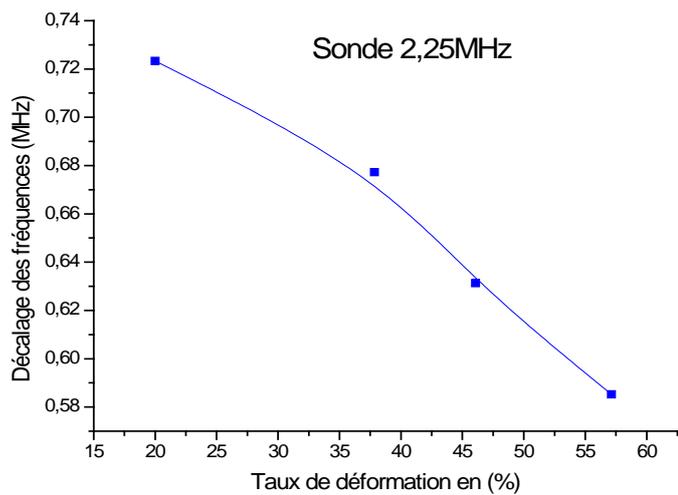


Figure VI.15 : Décalage en fréquence en fonction du taux de déformation

Nous relevons à partir du tableau IV.11, une décroissance dans les valeurs des fréquences avec l'augmentation du taux de déformation. Cette tendance est valable pour les trois sondes de 2.25, 5 et 10MHz. Les échantillons en Aluminium déformés à froid par laminage, ont subis différents taux de réduction d'épaisseur (écrouissage) allant de 20 à 57 %, leurs conférant ainsi différentes duretés dues à l'augmentation de la densité des dislocations.

D'après ANISH KUMAR et al. le coefficient d'absorption peut être exprimé sous forme d'une équation du deuxième ordre ($\alpha_a = a_1 f^{0.5} + a_2 f^2$), Où a1 et a2 sont des constantes et f est la fréquence. Le premier et le second terme du côté droit de l'équation, tiennent compte respectivement des pertes thermoélastiques et des pertes dues aux dislocations. [48]

En ce qui concerne le décalage des fréquences en fonction du taux de déformation appliqués aux échantillons, il ressort que pour la sonde de fréquence nominale 2.25 MHz, le décalage se fait vers le haut mais, décroît avec l'augmentation du taux de déformation. Tandis que pour les sondes de fréquence nominale 5 et 10 MHz, le décalage se fait vers le bas, mais croît avec l'augmentation du taux de déformation. Donc l'ampleur de la fluctuation du maximum du spectre de fréquence, dépend de l'importance de la dispersion du matériau ($\alpha_s = Sd^3 f^4$) due principalement à l'anisotropie élastique élevée, provoquée par l'écrouissage du matériau par laminage à froid. [49] [50].

IV.7.3.5.Mesure des fréquences moyennes pour les échantillons d'aluminium traités thermiquement.

Echantillon s	Taux de déformation (%)	Fréquences moyennes (MHz)		
		Palpeur 2,25 (MHz)	Palpeur 5 (MHz)	Palpeur 10 (MHz)
P1	20	2.832151	4.3725069	8.68057686
P2	37,85	2.87818349	4.4237646	8,7890625
P3	46,07	2,92727831	4,4737649	9.02117214
P4	57,14	2,9296875	4,4876066	9.11322492

Tableau VI.13 : Les décalages des fréquences en fonction des taux de déformations.

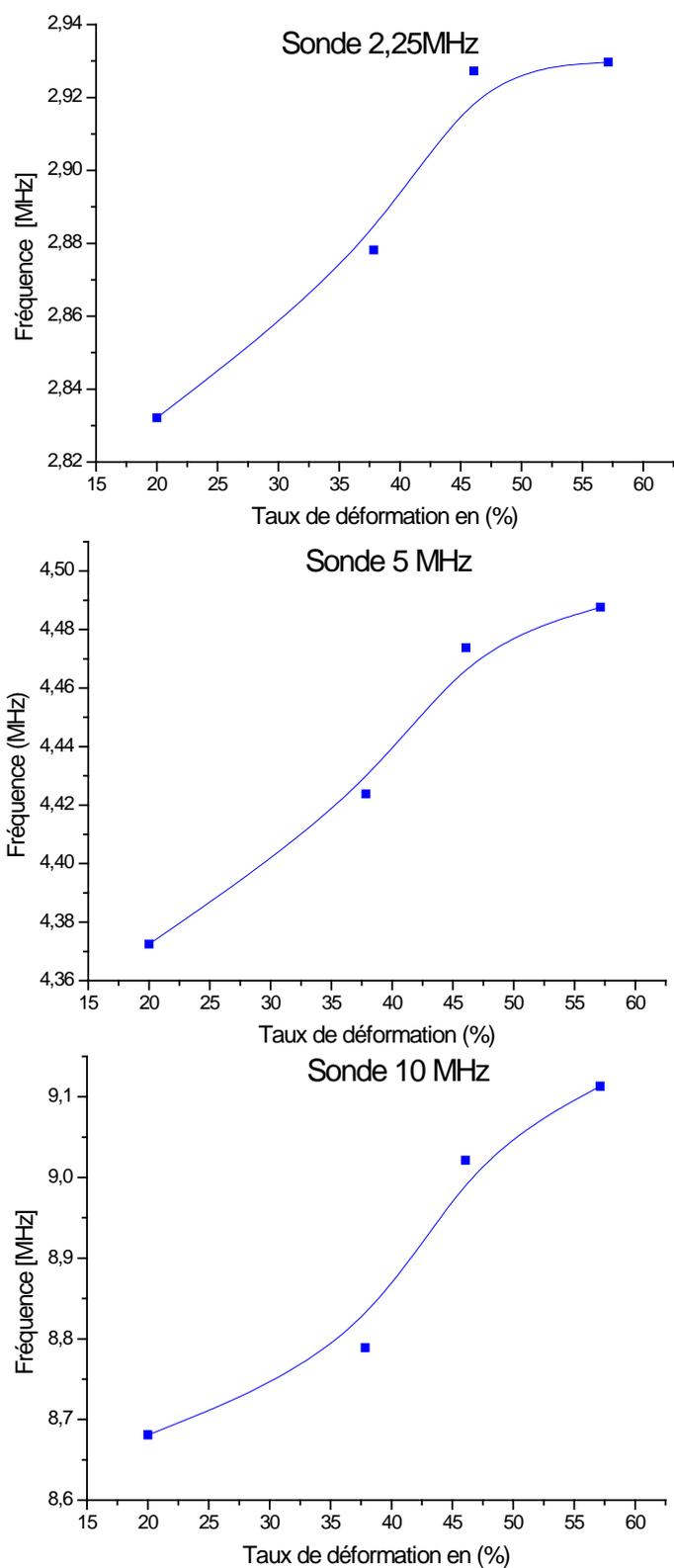
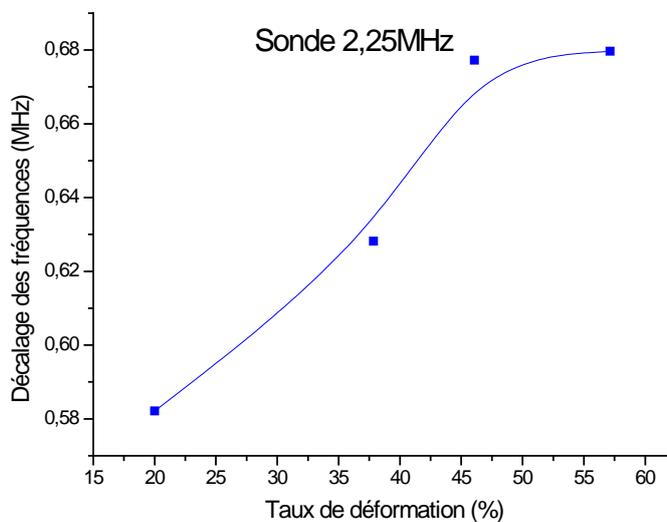


Figure VI.16 : Fréquences en fonction du taux de déformation.

IV.7.3.6.Mesure du décalage de fréquences pour les échantillons d'aluminium traités thermiquement

Echantillon s	Taux de déformation (%)	Décalage en fréquence (MHz)		
		Palpeur 2,25 (MHz)	Palpeur 5 (MHz)	Palpeur 10 (MHz)
P1	20	0.582151	0.627493 1	1.319424
P2	37,85	0.628183	0.576235 4	1.210937
P3	46,07	0.677278	0.526235 1	0.978827
P4	57,14	0.679687	0.512398 4	0.886775

Tableau VI.14 : Les décalages des fréquences en fonction des taux de déformation



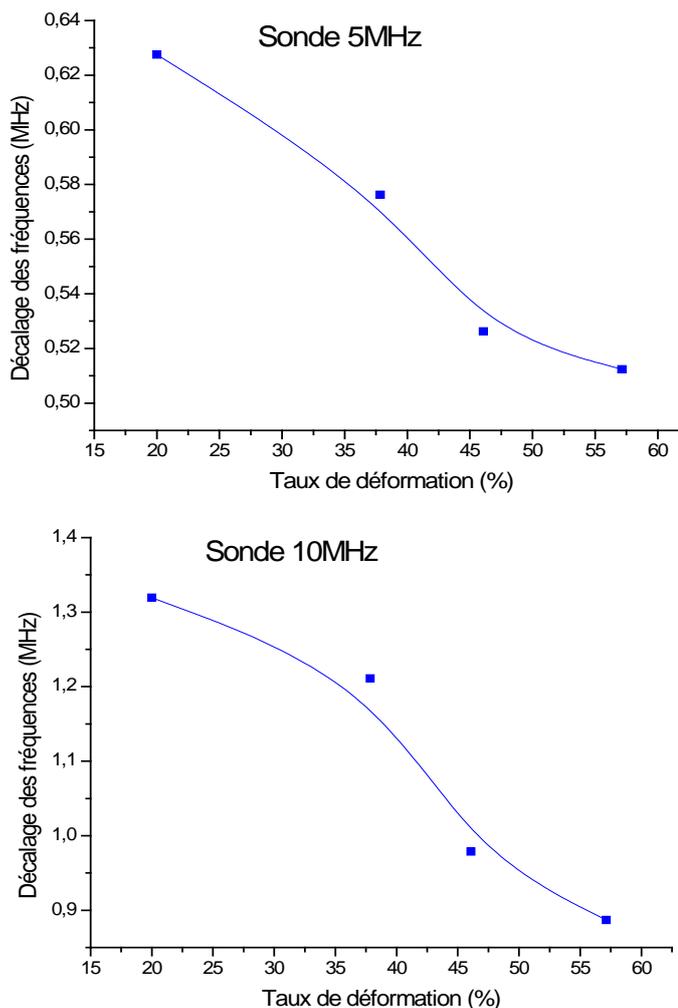


Figure VI.17 : Décalage des fréquences en fonction des taux de déformation

Le seuil critique de déformation à froid permettant une recristallisation est d'environ de 20 % pour l'alliage d'aluminium de classe 1000 [51], et plus le taux de déformation augmente plus la taille moyenne des grains diminue après un traitement thermique de recristallisation. Pour les trois sondes de fréquences nominales 2.25, 5 et 10 MHz, les fréquences moyennes obtenues, augmentent quand le taux de déformation augmente.

La sonde de 2.25 MHz présente un décalage ascendant du maximum du spectre de fréquences, qui augmente avec l'augmentation du taux de déformation, alors que les sondes de 5 et 10 MHz, les fréquences obtenues se situent dans le domaine des valeurs inférieures par rapport à la fréquence nominale, ce décalage descendant diminue avec l'augmentation du taux de déformation.

Il est à noter que la fluctuation du maximum du spectre de fréquence relatif aux échantillons en aluminium laminés et traités thermiquement, évolue inversement par rapport aux décalages observés pour les échantillons laminés à froid. Toutefois cette évolution est en totale cohérence avec les résultats observés pour les deux séries d'échantillons d'acier E24 ceci peut être attribué probablement au processus de détente des contraintes internes.

IV.8.Conclusion

Ce travail est réalisé en employant trois sondes de fréquence 2.25, 5 et 10MHz pour différentes gammes de taille de grain afin d'assurer le maintien du rapport de la longueur d'onde au diamètre moyen du grain (λ/d) dans la région de diffusion RAYLEIGH. Où chaque grain peut être considéré, comme une particule dispersant l'onde ultrasonore suivant un mécanisme de diffusion.

Le paramètre acoustique exploité dans cette étude est la variation du maximum du spectre de fréquence d'une onde ultrasonore traversant un matériau. Les résultats obtenus sont interprétés à l'aide de la théorie d'atténuation et d'analyse spectrale.

Le décalage du maximum du spectre de fréquence est régi par deux phénomènes opposés, un décalage vers le haut dû à la dispersion et un décalage vers bas causé par l'atténuation. La prépondérance de l'un sur l'autre, obéit à différentes caractéristiques, acoustiques électroniques, et à celles relevant du mode complexe d'effets interactifs onde / matériau (densité, la dureté, la viscosité, et de structure granulaire).

CONCLUSION GÉNÉRALE

Dans le cadre de ce travail, nous avons traité le comportement des ondes ultrasonores longitudinales se propageant dans des échantillons métalliques de nuances et de traitements subis différents.

La propagation d'ondes dans des milieux homogènes et isotropes est un sujet très général se trouvant au confluent de nombreuses disciplines de la physique, qu'il s'agisse de la propagation d'une onde élastique dans un acier ou dans un alliage d'aluminium.

Nous avons abordé ce sujet de façon originale en profitant, du point de vue expérimental, de l'utilisation du décalage de la fréquence après parcours de l'onde dans le matériau.

Dans les matériaux à structure cristalline, la frontière séparant deux grains voisins constitue une discontinuité acoustique. En générale la plage de fréquences est partagée en trois domaines, déterminés par le rapport entre le diamètre des grains D et la longueur d'onde λ : le domaine des hautes fréquences ou de diffusion, le domaine intermédiaire (encore appelé domaine stochastique) et le domaine de RAYLEIGH.

L'étude du décalage de la fréquence centrale du spectre d'un signal ultrasonore dû à la diffusion et à l'absorption du matériau a montré que la fréquence centrale de l'onde ultrasonore change durant son parcours dans le matériau. Ceci a donc permis de caractériser d'une manière qualitative la grosseur des grains par l'analyse spectrale.

Le décalage en fréquence des ondes longitudinales est mesuré en immersion en utilisant trois sondes de fréquences différentes 2.25, 5 et 10 MHz. Les résultats sont présentés sous forme de courbes donnant la fréquence et le

décalage de fréquence pour les trois sondes en fonction de la taille moyenne des grains pour les échantillons en acier E24 et en fonction du taux de déformation pour ceux de l'alliage d'aluminium de classe 1000.

Les variations du décalage de fréquence des ondes longitudinales pour ces deux matériaux sont attribuées au gradient de taille de grains et à la variation de l'état microstructural.

Les images métallographiques appuient les résultats de la caractérisation par ultrasons et confirment les changements de l'état microstructural.

Il est à noter que pour les deux séries d'échantillons d'acier de nuance E24, les valeurs de fréquences relatives à la sonde de 2.25 MHz se décalent vers le haut, contrairement aux sondes de fréquences nominales 5 et 10 MHz qui se décalent vers le bas. En règle générale plus on monte en fréquence plus l'atténuation augmente, car le bruit de structure est un bruit haute fréquence, il peut déformer le spectre, l'élargir et rajouter à la fréquence pure de nouveaux composants fréquentiels, d'où la création de nouveaux composants de fréquences [11]. Le décalage de fréquence relatif aux sondes de 5 et 10 MHz, augmente proportionnellement avec la croissance de la taille moyenne des grains. Néanmoins la sonde de 2,25 MHz, décroît avec la croissance de la taille moyenne des grains. Le maximum du spectre de fréquence a présenté un décalage avec le changement de la taille de grain et puisque l'atténuation commence à dominer à mesure que la taille de grain augmente, le degré de décalage ascendant est réduit comparé au signal de référence. Cette tendance est valable pour les deux séries de pièces en acier E24. Ces résultats sont en conformité avec ceux trouvés par J. SANIIE et al. [41].

Comparé à l'écho de référence, le décalage de fréquence est corrélé avec la taille des grains du matériau, ascendant (vers le haut) est dû à la dispersion lié à la taille moyenne de grain, et descendant (vers le bas) est provoqué par l'effet d'atténuation. Dans la région de diffusion de RAYLEIGH, de la dispersion du grain en résulte un décalage ascendant [47].

En ce qui concerne le décalage des fréquences en fonction du taux de déformation appliqués aux échantillons d'alliage d'aluminium, l'ampleur de la

fluctuation du maximum du spectre de fréquence, dépend de l'importance de la dispersion du matériau due principalement à l'anisotropie élastique élevée, provoquée par l'écroutissage du matériau par laminage à froid [49].

Il est aussi important de préciser que le rapport qualitatif entre la taille moyenne des grains et la longueur d'onde est sans équivoque et que le rapport quantitatif entre la taille moyenne de grain et le décalage de fréquence (vers le haut ou vers le bas); peut dépendre du type et des caractéristiques du matériau, la qualité des joints de grain, aussi bien des caractéristiques des instruments de mesures, qui sont déterminants. [07]

Donc le décalage du maximum du spectre de fréquence est régi par deux phénomènes opposés, un décalage vers le haut dû à la dispersion et un décalage vers bas causé par l'atténuation. La prépondérance de l'un sur l'autre, obéit à différentes caractéristiques, acoustiques électroniques, et à celles relevant du mode complexe d'effets interactifs onde / matériau (densité, la dureté, la viscosité, et de structure granulaire...).

L'exploitation du décalage en fréquence d'une onde ultrasonore ayant traversé un matériau s'avère un outil simple et peu onéreux pour caractériser un matériau du point de vue taille des grains ou structure.

En perspective, il serait intéressant de remplacer le générateur d'impulsion par le générateur de fonction qui permet de modifier la forme, la fréquence de récurrence et la fréquence du signal de l'impulsion. Afin de relier la variation de la longueur d'onde à la taille des grains. Les expériences se porteront sur des pièces étalons.

RÉFÉRENCES

- [1] A. Badidi Bouda thèse de doctorat, contribution à la caractérisation des matériaux par ultrasons, 2004 ;
- [02]. RIDVAN ÜNAL & al, Materials Characterization 56 (2006) 241-244, The mean grain size determination of boron carbide (B₄C)–aluminium (Al) and boron carbide (B₄C)–nickel (Ni) composites by ultrasonic velocity technique;
- [03] HIRSEKORN S, The scattering of ultrasonic waves in polycrystals, J Acoust Soc Am 73 4 pp 1160-1163, 1983;
- [04]. B. VARGAS-& al, Materials Science and Engineering A 550 (2012) 227– 234, On the use of ultrasonic spectral analysis for the characterization of artificially degraded API 5L X52 steel pipeline welded joints;
- [05] MASON et Mc SKIMIN, [methods of experimental physics, volume 19, ultrasonics;
- [06] BILGUTAY and D. T. NAGLE. Evaluation of signal processing schemes in ultrasonic grain size estimation. Review of Progress in Quantitative Non-destructive Evaluation. vol. 5A. D. O. THOMPSON and D. E. pp. 747-753, 1986;
- [07] ANISH KUMAR, & al, Metallurgy and Materials, (1998), Influence of grain size on ultrasonic spectral parameters in AISI type 316 stainless steel;
- [08] L. Ya LEVITAN, A. N. FEDORCHENKO, and A. V. SHARKO, Defektoskopiya. 9, 52 (1980);
- [09] ROGER DEVELAY, Données numériques sur l'aluminium non allié. Les techniques del'ingénieur.M443 ;
- [10] ROGER DEVELAY, propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés. Les techniques del'ingénieur.M440 ;
- [11] MICHEL COLOMBIE et COLL. Matériaux métalliques. Edition : DUNOD, paris, 2000;
- [12] HAESSENER F. Ed: Recrystallisation of Metallic Materials. Dr. RIEDERER-VERLAG, Stuttgart 1978 ;
- [13] SAID BENZAADA, phénomènes de Recrystallisation, de précipitation et de dissolution Discontinue dans les alliages. Ni-1,4 at.% In, Ni-6,2 at.% In, Al-15at.% Zn, Al-30mass.% Zn, Cu-4,6 at.% In et Mg-8 mass.% Al ;
- [14] J. BERNARD, A. MICHEL, J. PHILIBERT et J. TALBOT : Métallurgie Générale 2éme édition Masson Paris, Milan, Barcelone.1991 ;

- [15] B. BREDENDICK, *Fertigungstechnik 2*, Verlagstechnik, Leipzig. (1966);
- [16] F. ABDELIOUA, influence de la déformation plastique sur la dilatation thermique des alliages à base de cuivre, Mémoire de magistère, (2002) ;
- [17] P.G. SCHEWMON *Transformation in metals*, MC Grow-Hill, New York, 1969;
- [18] (11) J. BOILEY et P. HIRISCH, *Proc Royal soc.A267*, p11, 1962;
- [19] A. PORTER, K. E. EASTERLING, *phase transformation in metals and alloys*.2nd Edition, NELSON THOMES Ltd. CHELTENHAM;
- [20], HIRESKORN, P.W.VAN ANDEL, U. NETZELMANN, “Ultrasonic Methods to Detect and Evaluate Damage in Steel”, *Nondestructive Testing and evaluation 15* (2000)373-393;
- [21] *Research techniques in non-destructive testing, Volume IV*, R.S. Sharpe, 1980
- [22] J.SANIEE, T.WANG, N.M. BILGUTAY, analysis of homomorphic processing for ultrasonic grain signal characterization, *IEEE transactions on UFFC*, vol 36, N°3, 1989, pp 365-373;
- [23] [Bat59] A.B. BATHIA, *J. ACOUST .Soc. Am.*, 31(1), (1959) 16;
- [24] R.J. DICKINSON, *Reflection and scattering in physical principles of medical*;
- [25] S. HIRESKORN, *J. ACOUST .Soc. Am.*, 72(3), (1982) 1021;
- [26] W.P. MASON & H.J. McSKIMIN, *J. ACOUST .Soc. Am.*, 19(3) (1947) 464;
- [27] F.E. STANKE & G.S. KINO, *J. ACOUST .Soc. Am.*, 75(3) (1984) 665-681;
- [28] S. HIRESKORN, *J. ACOUST .Soc. Am.*, 77, 832-843 (1985);
- [29] S. HIRESKORN, *J. ACOUST .Soc. Am.*, 79, 1269-1279 (1986);
- [30] S. HIRESKORN, *J. ACOUST .Soc. Am.*, 83, 1231-1242 (1988);
- [31] J. A. TURNER, R.L. WEAVER, *J. ACOUST .Soc. Am.*, 96, 3675-3683 (1994);
- [32] J.SANIEE, T.WANG, N.M. BILGUTAY, spectre evaluation of ultrasonic grain signals, *IEEE Ultrason. Proc.*, 1987, pp 1015-1020;
- [33] *Etude par microscopie acoustique de l’influence des irradiations sur des aciers inoxydables*, L. Robert, thèse de doctorat, Université de Montpellier, 1994 ;
- [34] K. GOEBBELS, *Research techniques in NDT*, vol. 4, Academic Press, New York, 1980;
- [35] S HIRESKORN, P.W.VAN ANDEL, U. NETZELMANN, “Ultrasonic Methods to Detect and Evaluate Damage in Steel”, *Nondestructive Testing and evaluation 15* (2000)373-393. , *ultrasonics*, Ed. C.R. HILL (ELLIS HORWOOD, Chichester, 1986) p.225;
- [36] L.D. LANDAU and LIFSHITZ, *theory of elasticity*, Pergamon press, 1975;

- [37] M. DUBUGET. PhD Thesis of INSA (France). 1996;
- [38] M. BENTAHAR, A. BADIDI BOUDA & A. BENCHALA, second and third order elastic constants determination of an isotropic solid, 15th WCNDT, Roma, October 2000;
- [39] M. BENTAHAR, détermination des constantes élastiques linéaires et non linéaires des métaux par ultrasons, thèse de Magister, USTHB, 2001 ;
- [40] Contrôle non destructif, niveau III, INSA Lyon, 2ème édition, 1986 ;
- [41] J.SANIEE, T.WANG, N.M. BILGUTAY, analysis of homomorphic processing for ultrasonic grain signal characterization, IEEE transactions on UFFC, vol 36, N°3, 1989, pp 365-373;
- [42] TOM NELLIGAN. American Society for Non-destructive Testing, Handbook, Volume 7, Ultrasonic Testing (ASNT, 1991);
- [43] R. DRAI, Thèse de Doctorat, UST HB, 2005. ChpIV ;
- [44] Y. YAMADA et al., Reports of the National Industrial Research Institute of Nagoya 43, p. 262 (1994);
- [45] O. R. GERICKE, in Research Techniques in Non-Destructive testing, ed. R. S. SARPE, vol. 1, p. 31, Academic Press, New York (1970);
- [46] J.SANIEE, T.WANG, N.M. BILGUTAY, analysis of homomorphic processing for ultrasonic grain signal characterization, IEEE transactions on UFFC, vol 36, N°3, 1989, pp 365-373. ;
- [47] JAFAR SANIEE, Senior Member, IEEE, and DANIEL T. NAGLE. chapIV Analysis of Order-Statistic CFAR Threshold Estimators for Improved Ultrasonic Flaw Detection;
- [48] P. BERGNER and K. POPP, Scripta Mater. 24, 1357 (1990);
- [49] E. P. PAPADAKIS, Physical Acoustics: Principles and Methods 4b, p. 269, Academic Press, New York (1981).340 ULTRASONIC METHOD Vol. 40, No. 3;
- [50] L. YANG, O.I & al, Ultrasonics 51 (2011) 697-708 [2], Shape effect of elongated grains on ultrasonic attenuation in polycrystalline materials;
- [51] ROGER DEVELAY, Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés. Les techniques de l'ingénieur, M440.

ANNEXE

On procède par 03 acquisitions pour chaque échantillon, donc : la 1ere f_1 la deuxième f_2 et troisième f_3 en utilisant une loi de probabilité uniforme.

$$\bar{f} = \frac{1}{3} \sum_1^3 f_i$$

$$\text{Ecart maximum : } \Delta_{Max} = |f_j - f_i|$$

Loi Uniforme, S de reproductibilité :

$$S_f = \frac{\Delta_{Max}}{2\sqrt{3}} : \text{C'est l'écart type expérimental et } \frac{S_f}{f} : \text{C'est l'incertitude relative}$$

Exemple de calcul

$$|f_1 - f_2| = 9205.28$$

$$|f_1 - f_3| = 6136.85$$

$$|f_1 - f_2| = 15342.13$$

$$S_f = \frac{\Delta_{Max}}{2\sqrt{3}} = \frac{15342.13}{2\sqrt{3}} = 4428.89$$

$$\bar{f} = \frac{1}{3} \sum_1^3 f_i = 2926255.5$$

$$\frac{S_f}{f} = \frac{4428.89}{2926255.5} = 0.0015135$$

$$\frac{S_f}{f} = 15. \cdot 10^{-4} \text{ Hz} \pm 0,0015 \text{ Hz} \quad 04 \text{ chiffres significatifs}$$

$$\bar{f} = 2.9263 \text{ MHz} \pm 0.0045$$

L'écart type expérimental étant calculé et égale à 0.0045

$$\frac{S_f}{f} = 1,5 \cdot 10^{-3} \text{ Hz} = 2. \cdot 10^{-3} \text{ Hz} \pm 0.002 \text{ Hz} \quad 03 \text{ chiffres significatifs}$$

$$\bar{f} = 2.926 \text{ MHz} \pm 0.005$$