



HAL
open science

Méthodes ultrasons laser pour la caractérisation locale d'aciers polycristallins

Damien Gasteau

► **To cite this version:**

Damien Gasteau. Méthodes ultrasons laser pour la caractérisation locale d'aciers polycristallins. Acoustique [physics.class-ph]. Université du Maine, 2016. Français. NNT : 2016LEMA1033 . tel-01618114

HAL Id: tel-01618114

<https://theses.hal.science/tel-01618114v1>

Submitted on 17 Oct 2017

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

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



Thèse de Doctorat

Damien GASTEAU

Mémoire présenté en vue de l'obtention du
grade de Docteur de l'Université du Maine
sous le label de L'Université Bretagne Loire

École doctorale : **SPIGA**

Discipline : **60**

Spécialité : **Acoustique**

Unité de recherche : **Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Maine — UMR CNRS 6613**

Soutenance prévue le **24 novembre 2016**

Thèse N° : **98674**

Méthodes ultrasons laser pour la caractérisation locale d'aciers polycristallins

JURY

Rapporteurs : **Bernard BONELLO**, Directeur de recherche au CNRS, INSP (Paris)
Olivier BOU MATAR - LACAZE, Professeur, École Centrale de Lille (Villeneuve d'Ascq)

Examineurs : **Bertrand AUDOIN**, Professeur, I2M CNRS UMR 5295 (Talence)
Alain HAZOTTE, Professeur, UL-LEM2 CNRS UMR 7239 (Metz)
Vitali GUSEV, Professeur, LAUM CNRS UMR 6613 (Le Mans)

Directeur de thèse : **Vincent TOURNAT**, Chercheur au CNRS, LAUM CNRS UMR 6613 (Le Mans)

Encadrants de Thèse : **Nikolay CHIGAREV**, Ingénieur de Recherche, LAUM CNRS UMR 6613 (Le Mans)
Lili DUCOUSSO-GANJEHI, Ingénieur de Recherche, CEA Saclay Digitéo LABS (Gif-sur-Yvette)

Table des matières

I	Ultrasons lasers, Aciers - Enjeux et notions fondamentales	3
1	Ultrasons laser pour l'étude d'aciers - Concepts	5
1.1	Polycristaux et Contrôle Non Destructif (CND)	5
1.1.1	Quid des aciers?	6
1.1.2	Les ultrasons laser	8
1.1.3	Applications des ultrasons lasers au CND	8
1.2	Aciers inoxydables - Échantillons d'étude	9
1.2.1	Aciers austénitiques	11
1.2.2	Acier moulé - acier austéno-ferritique	12
1.2.3	Soudures	12
1.3	Système expérimental	13
1.3.1	Principe de génération d'ondes élastiques par laser - Effet thermo- élastique	15
1.3.2	Principe de détection - Déflexion laser	16
1.3.3	Capacités, avantages et inconvénients	18
1.3.4	Possibilités d'amélioration	19
1.4	Conclusion	19
2	Génération d'ondes élastiques par source laser et propagation dans les cristaux	25
2.1	Génération d'ondes élastiques par source laser	25
2.2	Cristaux	26
2.2.1	Réseau cubique - Symétrie	28
2.3	Ondes de volume	29
2.4	Ondes de surface	30
2.4.1	Équations fondamentales en fonction des contraintes et déplacements	31
2.4.2	Équations fondamentales en fonction des composantes du déplacement	33
2.4.3	Types de solution	33
2.4.4	Vitesse limite	34
2.5	Méthode de résolution	35
2.6	Conclusion	38

II	Évaluation de l'élasticité et des texturations d'aciers inoxydables	43
3	Distributions de vitesse en milieu polycristallin non texturé	45
3.1	Distributions de vitesses - visualisation globale de l'anisotropie élastique . . .	46
3.1.1	Orientations aléatoires	47
3.1.2	Distributions théoriques	48
3.1.3	Vitesse minimale	51
3.2	Limitations expérimentales de la méthode	58
3.2.1	Propagation au travers d'interfaces	59
3.2.2	Influence de l'incertitude du pointage du temps de vol	61
3.3	Problème inverse	62
3.3.1	Procédure itérative	62
3.3.2	Cas théorique du fer	63
3.3.3	Inversion sur données expérimentales	66
3.4	Conclusion	70
4	Aciers austéno-ferritiques	75
4.1	Préambule	75
4.2	Objectifs	77
4.3	Cartographie en vitesse d'onde de surface	79
4.3.1	Détails expérimentaux	79
4.3.2	Détection d'interfaces cristallines	81
4.3.3	Détails et interprétation des cartographies	84
4.3.4	Rayons coïncidents - Élasticité locale et erreur expérimentale	85
4.4	Propagation en milieu biphasé - Distributions - Prédictions	88
4.4.1	Distributions de vitesse expérimentales - Analyse séparée des macrograins	89
4.4.2	Modélisation simplifiée du milieu biphasique	93
4.4.3	Phases en proportions équivalentes	94
4.4.4	Phases en proportions différentes	97
4.4.5	Conclusions sur les distributions expérimentales	99
4.5	Limitations techniques	99
4.6	Conclusion	100
5	Soudures - Texture morphologique et orientation cristallographique	103
5.1	Préambule	103
5.2	Identification de l'ordre symétrie - Surface de lenteurs	105
5.3	Distributions de vitesse et orientation préférentielle	110
5.3.1	Variations locales de vitesse - Dimensions des grains	110
5.3.2	Distribution de vitesse en surface d'échantillon	112
5.3.3	Modélisation d'une orientation préférentielle	114
5.3.4	Étude par distributions sur différentes faces de l'échantillon	116
5.4	Cartographie de surface	119
5.4.1	Face supérieure F1	120

5.4.2	Face latérale F2	121
5.4.3	Confrontation des données entre scans et cartographies	122
5.5	Conclusion	124
A	Interfaces cristallines	131
B	Informations	135
B.1	Thèse	135
B.2	Production scientifique	135

Introduction

Cette thèse financée par le CEA s'inscrit dans une thématique ouverte de développement de nouvelles méthodes et approches pour le contrôle non destructif (CND). L'objectif principal est de confronter la technique expérimentale des ultrasons lasers à des problématiques de caractérisation d'échantillons d'acier inoxydable. Le besoin d'approches innovantes pour des études CND motive le développement récent de systèmes lasers élargissant les capacités d'observations expérimentales aussi bien fréquentiellement que spatialement. Dans le travail présenté, les capacités d'un système sub-nanoseconde reposant sur l'utilisation de sources lasers pour générer et détecter des ondes élastiques sont ici étendues à l'étude de matériaux polycristallins. En effet, le système expérimental offrant la possibilité de générer et détecter des ondes de surface de l'ordre du GHz (10^9 Hz) permet de travailler à l'échelle microscopique des structures cristallines composant les échantillons d'acier.

Les problématiques du CND reposent sur un besoin constant de caractérisation de matériaux de plus en plus complexes, de détection de défauts de plus en plus spécifiques. Dans ce cadre, l'étude de milieux polycristallins, de morphologie complexe, modélisés de manière incomplète, présente de nombreux challenges en terme de caractérisation. Différentes méthodes permettent l'identification des propriétés physiques des échantillons mais elles restent difficilement implémentables dans l'objectif d'une utilisation *in situ*.

La principale interrogation soulevée au lancement de cette thèse et qui a guidé les principales orientations choisies est de savoir si les ultrasons lasers sont une méthode d'avenir proposant de nouvelles approches d'étude des milieux polycristallins composés généralement de grains anisotropes. En particulier, connaissant les longueurs d'ondes généralement mises en jeu par les méthodes CND dites traditionnelles (transducteurs, phased array), les ultrasons lasers sont-ils une solution de poids pour procéder à des investigations plus précises ? Plus précisément, est-il possible de proposer une méthodologie permettant de déduire des propriétés locales à partir d'observations globales d'un polycristal ? L'observation de variations de propriétés élastiques par distributions de vitesse et cartographies est proposée comme une alternative d'analyse des aciers inoxydables.

Ce document est organisé selon le schéma suivant. Dans un premier temps les enjeux et problématiques précises apportées par les différentes formes d'acier inoxydables sont détaillées. Les caractéristiques techniques du montage expérimental utilisé sont précisées.

Dans un second temps, plusieurs résultats théoriques utiles sont rappelés afin de comprendre et interpréter les résultats expérimentaux obtenus. Une large partie de ces élé-

ments théoriques est centrée sur la problématique des ondes de surface se propageant dans les cristaux.

Dans le chapitre 3 une nouvelle méthode pour l'évaluation des constantes élastiques des grains composant un échantillon polycristallin sans orientation préférentielle des grains est introduite. L'utilisation de distributions de vitesse pour analyser et caractériser le comportement élastique global des grains est exploité pour la caractérisation d'échantillons d'acier austénitique.

Le chapitre 4 introduit l'utilisation de cartographies en vitesse d'onde de surface d'une forme d'acier présentant de large macrograins L'exploitation des distributions de vitesses est alors étendue au cas d'un matériau micro-structuré dans l'objectif de mettre en évidence des orientations préférentielles et texturations locales.

Le dernier chapitre propose une étude d'échantillon de soudure montrant une morphologie composée de grains allongés et ordonnés entre eux. Les distributions des vitesse sont à nouveau exploitées pour l'étude de l'anisotropie et la déduction de l'orientation cristallographique des grains.

Première partie

**Ultrasons lasers, Aciers - Enjeux
et notions fondamentales**

Chapitre 1

Ultrasons laser pour l'étude d'aciers - Concepts

Les applications industrielles de contrôle non destructif par l'utilisation de lasers sont des thématiques en développement en partie grâce aux réductions de coût d'achat et à la conception de systèmes lasers embarqués adaptés aux capacités techniques et besoins des industries. Ce chapitre s'attache donc dans un premier temps à souligner les enjeux présents lors de l'utilisation des ultrasons lasers appliqués aux aciers. Il s'en suit une description des différentes formes d'aciers étudiées dans ce travail de thèse. Finalement, les bases physiques et techniques sur lesquelles repose la méthode expérimentale utilisée dans cette thèse sont détaillées.

1.1 Polycristaux et Contrôle Non Destructif (CND)

La sécurité et le contrôle de qualité sont des aspects essentiels du processus de fabrication et du suivi de vie de pièces pour l'industrie. Les intérêts principaux du CND sont d'une part de proposer différentes méthodes permettant le diagnostic de l'état structural de pièces par la détection de défauts mais aussi de pouvoir caractériser les propriétés physiques, notamment élastiques, des pièces étudiées. De plus, comme leur nom l'indique, ces méthodes proposent des caractérisations sans avoir à détruire ou endommager les échantillons testés. Aujourd'hui, les méthodes de diagnostic sont généralement complétées par des simulations numériques permettant d'identifier, interpréter, et prédire les résultats expérimentaux. Parmi les solutions existantes, Civa est un logiciel créé par le CEA dont l'objectif est de proposer une plateforme numérique la plus polyvalente possible pour l'étude, la simulation, et le contrôle de pièces manufacturées principalement. Cette thèse a pour objectif à long terme de compléter le module de saisie de paramètres d'entrée des simulations traitant de l'élasticité dans les matériaux polycristallins en fournissant notamment des données sur les propriétés élastiques et morphologiques locales et globales de polycristaux.

Comme toute méthode de simulation, les prédictions de Civa sont calculées par le biais

de différents modèles numériques. Les résultats obtenus sont alors la combinaison de deux parties distinctes : la fidélité du modèle par rapport à la réalité physique et les paramètres d'entrée utilisés pour les calculs permettant de décrire les milieux étudiés. Ainsi, même si les modèles proposés évoluent en performance et précision, le choix de paramètres d'entrée demeure un facteur essentiel de la qualité des prédictions numériques. Dans le cas des polycristaux, Civa requiert au préalable un ensemble d'informations de base permettant de décrire la structure et le comportement mécanique des matériaux étudiés. Principalement il est nécessaire de déterminer les valeurs des paramètres élastiques des grains composants l'échantillon, les dimensions des cristaux ou encore leurs possibles orientations dans le cas de matériaux texturés. De manière générale, ces problématiques de caractérisation physique restent d'un intérêt primordial aujourd'hui élargissant le spectre des applications du travail proposé dans cette thèse notamment sur des aspects plus fondamentaux de mécanique et d'élasticité, au sens large, des solides complexes.

Différentes méthodes détaillées par la suite permettent d'obtenir les différentes caractéristiques d'un polycristal. Cependant, on retiendra dès à présent qu'une approche typique de ce type de problème est d'approximer le comportement d'un polycristal par un matériau homogène présentant des paramètres physiques effectifs et une atténuation spécifique [1, 2, 3, 4, 5, 6]. Par exemple l'approche de Voigt-Reuss-Hill (théorie des milieux effectifs) permet d'estimer des constantes élastiques effectives avec une précision pouvant être remise en question car cette approche par moyennage de l'anisotropie repose sur de fortes hypothèses quant au contact entre grains. Plus précisément une homogénéité des contraintes et des déformations qui sont deux conditions a priori incompatibles en présence de cristaux orientés aléatoirement.

1.1.1 Quid des aciers ?

Le type de matériaux central de cette thèse est une classe d'alliages regroupés sous le nom d'aciers. Les aciers, comme la plupart des métaux à l'état solide, se présentent sous forme de matériaux polycristallins. Ils sont en effet constitués d'une multitude de cristaux imbriqués entre eux dans tout le volume d'une pièce. De telles structures sont la conséquence directe du refroidissement du métal en fusion qui par le phénomène de *germination* se traduit par la création de germes, groupes locaux d'atomes ordonnés à partir desquels les cristallites se développent. Appelés grains/cristallites ou encore monocristaux, chaque sous élément d'un polycristal est caractérisé par une composition chimique (ou composition de coulée) traduisant un comportement physique et mécanique spécifique, une géométrie/morphologie et une orientation cristalline. L'ensemble du polycristal est alors le résultat complexe d'un groupe de sous structures indifférenciables qui peuvent être révélées par attaque chimique ou laser [7] présentant des réponses physiques potentiellement différentes, anisotropes et influant les unes sur les autres.

Le comportement mécanique des polycristaux est en conséquence soumis à une large famille de phénomènes différents affectant aussi bien les propriétés locales que globales d'un

échantillon. À l'échelle atomique, la présence d'interfaces cristallines entre grains orientés différemment implique généralement la présence de *dislocations* typiquement dans des zones proches des interfaces. Ces petites variations locales de la structure atomique théoriquement parfaitement périodique permettent notamment un accord des réseaux cristallins des deux grains à leur interface [8]. Ce phénomène peut parfois être la conséquence de la précipitation d'un atome de matière différente de ceux du réseau de base. Les dislocations sont des déformations élémentaires influant largement sur le comportement plastique global d'une pièce et peuvent être quantifiées par l'utilisation du vecteur de Burgers.

À l'échelle d'un échantillon composé d'un grand ensemble de grains, plusieurs approches ont été envisagées pour une caractérisation globale. Par exemple, la taille des grains peut influencer sur la réponse mécanique globale d'une éprouvette. Notamment du renforcement est observé après fatigue et exposition à un champ de température induisant des dépôts aux interfaces cristallines [9]. Aussi les variations de la vitesse de propagation et atténuation des ondes se propageant sur une longue distance au travers de plusieurs grains a permis d'estimer le diamètre moyen des cristallites [10]. Par ailleurs, l'utilisation de systèmes à rayons x permet d'inspecter une pièce en surface pour suivre les contraintes mécaniques locales [11] ou en profondeur afin d'identifier les positions et orientations des cristallites [12]. Cependant les difficultés expérimentales pour une implémentation industrielle embarquée, de compétences techniques, et de coût sont en défaveur de ces techniques auprès des industriels.

Une approche alternative est d'utiliser des ondes acoustiques, sensibles aux propriétés mécaniques et défauts présents pour caractériser un échantillon. Pour cela, les méthodes traditionnelles ultrasonores reposent généralement sur des systèmes pulse-echo par transducteurs et ont prouvé leur efficacité pour la caractérisation et la détection de défauts. Le principe général réside en la génération de paquets d'ondes se propageant dans le milieu entre un point source et un détecteur. En particulier, ces derniers interagissent avec de possibles défauts présents se traduisant par la présence d'échos ou modification de l'enveloppe du paquet original. Cependant, les limites expérimentales en termes de fréquences ou leur sensibilité insuffisante et la nécessité de couplant entre l'émetteur et le matériau rendent leur utilisation complexe lors de travaux dans les polycristaux. Pour compenser les limitations de la méthode un polycristal est considéré, dans la majorité des cas, sous la forme d'un matériau homogène présentant des propriétés effectives et non pas celles des grains le composant. Ceci peut être suffisant dans l'objectif de détecter des défauts, si les propriétés de l'échantillon sont bien identifiées pour différencier le bruit de rétrodiffusion engendré par la présence de multiples interfaces des échos dus aux défauts [2]. Quand les distances de propagation, ou longueurs d'onde mises en jeu diminuent pour se rapprocher des dimensions des grains, l'approche de type milieu effectif n'est plus valable et l'utilisation de transducteurs est inadaptée par leur dimensions et capacités de génération en terme de contenu fréquentiel ou de résolution spatiale.

1.1.2 Les ultrasons laser

Deux domaines de la physique appelés *optoacoustique* et *acoustooptique* s'attachent à la description des phénomènes physiques résultants de l'interaction entre ondes acoustiques et ondes optiques provenant généralement d'une source laser. L'optoacoustique, concerne les effets d'une radiation électromagnétique sur un champ acoustique. À l'inverse, l'acoustooptique regroupe l'étude des phénomènes acoustiques influant sur un champ électromagnétique.

Historiquement, l'interaction entre ondes optiques et ondes acoustiques est un phénomène mis en évidence pour la première fois par G.Bell notamment exploitée sous la forme du photophone, un moyen de communication sans fil semblable au téléphone (1880). L'exploitation de ce type de phénomène est cependant restée limitée par la qualité restreinte des sources lumineuses ne permettant pas à l'époque généralement de mettre en œuvre des effets d'amplitude significative. Le développement récent du laser a permis l'exploitation des interactions lumière-matière et plus particulièrement l'essor de nouvelles méthodes dont les ultrasons laser. L'utilisation de laser pour générer des ondes élastiques dans un matériau a été mis en évidence pour la première fois par White [13, 14].

1.1.3 Applications des ultrasons lasers au CND

L'exploitation des technologies lasers a rapidement mis en évidence des capacités permettant de dépasser les limitations techniques rencontrées avec les méthodes ultrasonores classiques. Les systèmes de vibromètres lasers sont par exemple aujourd'hui couramment utilisés pour la détection des ondes en surface de l'échantillon sans contact direct et avec une bonne sensibilité. Dans l'objectif de contourner certaines contraintes expérimentales dues aux limitations des méthodes CND par transducteurs et d'offrir de nouvelles possibilités, un système tout optique est proposé dans cette thèse pour générer et détecter des ondes élastiques se propageant sur des distances de quelques dizaines de microns en surface d'échantillon avec des longueurs d'onde de l'ordre de quelques microns à des fréquences proches du GHz.

Parmi les atouts majeurs des méthodes optiques, le travail sans contact permet l'étude de pièces en conditions extrêmes, par exemple sur des pièces encore chaudes après fabrication ou sous contraintes fortes notamment pour des applications relatives aux méthodes de fabrication additive. Les méthodes ultrasons laser ouvrent la porte à l'étude de la propagation d'ondes élastiques sur de petites distances, permettant par exemple de mettre en évidence la présence de structure complexe et de déduire l'orientation individuelle de cristallites [15, 16], ou l'étude de fissures par la présence d'effets non linéaires au voisinage du défaut [17]. Aussi différentes méthodes permettent d'exciter différents modes élastiques sur de larges plages fréquentielles. De manière non exhaustive on peut lister le fait que la focalisation d'un laser source permet d'alterner aisément entre ligne ou point source. De plus l'excitation lumineuse peut aussi bien être périodique grâce à une source modulée temporellement ou impulsionnelle. Aussi, l'utilisation de peigne spatial permet la généra-

tion de modes à des longueurs d'ondes spécifiques. L'ensemble de ces paramètres autorise alors une large plage de capacités expérimentales.

L'objectif du travail proposé est d'étudier différentes formes d'acier polycristallin par l'utilisation d'une famille de méthodes tout optique reposant sur l'utilisation de laser pour la génération et détection d'ondes élastiques. Nous nous sommes orientés plus spécifiquement dans le cadre de cette thèse sur l'étude de la propagation d'onde élastiques confinées à la surface des échantillons. L'utilisation de systèmes lasers se démocratise auprès des industriels et cette thèse s'inscrit dans ce cadre afin de mettre à l'épreuve cette technologie pour l'obtention d'informations sur les propriétés physiques, mécaniques et morphologiques de matériaux polycristallins. Pour cela plusieurs méthodes de caractérisation d'acier polycristallin par l'utilisation d'ondes élastiques de surface sont détaillées dans les chapitres suivants de ce manuscrit..

1.2 Aciers inoxydables - Échantillons d'étude

Très couramment utilisés dans l'industrie, les aciers inoxydables font partie des matériaux de base reconnus pour leur résistance dans le temps même exposés à des conditions environnementales difficiles aussi bien en humidité qu'en température. Leur coût de production et variabilité de propriétés en font un candidat idéal pour de nombreuses applications, notamment dans l'industrie nucléaire et plus spécifiquement dans notre cas pour la fabrication de conduites de refroidissement de centrales nucléaires. Les aciers inoxydables sont une large famille de matériaux composée de différentes formes d'aciers présentant néanmoins un ensemble de propriétés physiques communes. Un résumé des informations principales est d'abord proposé ici afin de distinguer les propriétés essentielles à retenir à propos des aciers inoxydables étudiés. Les informations sont principalement extraites de [18, 19, 20, 21] et d'un ensemble de rapports techniques fournis par le CEA (communication non autorisée par confidentialité).

De manière générale, les aciers sont des alliages dont la composante de base est le fer. L'acier devient inoxydable lorsque ses propriétés font qu'il ne se corrode pas dans des conditions environnementales dans lesquelles d'autres matériaux non inoxydables se corroderaient. Pour que cette situation se présente, l'acier doit posséder une quantité de chrome d'au moins 11% en masse. À partir de cette proportion il y a assez de chrome pour que l'acier devienne passif. Ce qui consiste en la formation d'une couche d'oxyde de chrome en surface qui rend le matériau moins affecté par son environnement. Les taux de présence de différents composants chimiques (Ni, C, ...) complètent la composition des aciers et apportent des propriétés spécifiques au produit final non détaillées ici. Les aciers sont aussi reconnus pour leurs fortes propriétés de tenue dans le temps et face aux variations de température les rendant idéaux dans des applications nucléaires notamment où la résistance des conduits de refroidissement est un facteur essentiel de sécurité.

Les Figures 1.1 et 1.2 sont des micrographies de la surface d'échantillons de chaque type de matériau étudié dans ce rapport : aciers austénitiques, aciers moulés et soudures.

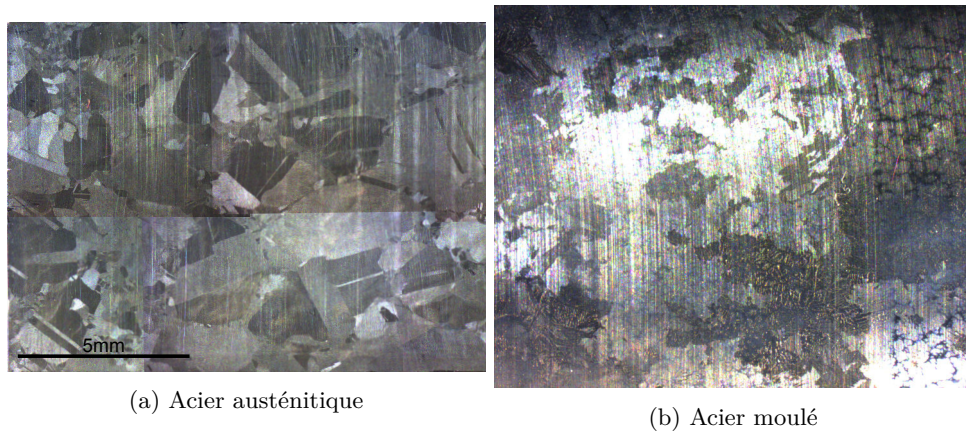


FIGURE 1.1 – Micrographies de la surface d'échantillon d'acier austénitique (a) et d'acier moulé (b).

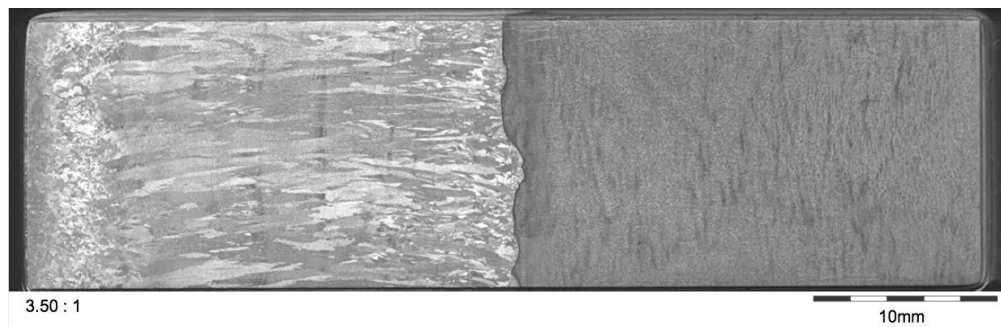


FIGURE 1.2 – Micrographie de la surface d'un échantillon de soudure. La soudure est sur la moitié gauche alors qu'une pièce de ferrite est présente à droite.

La structure polycristalline de chaque matériau est révélée par attaque chimique de la surface des éprouvettes et mise en évidence par la réflectivité variable due aux différentes orientations cristallines des grains. Ceci permet d'identifier les positions et dimensions des différentes structures cristallines exposées à la surface des échantillons. Les éprouvettes montrent des différences morphologiques clairement identifiables par les variations de formes et dimensions des structures entre les différentes formes d'acier.

Afin de préciser les enjeux scientifiques relatifs à chaque forme d'acier inoxydable étudiée ici, les paragraphes suivants s'attachent à mettre en évidence les différences fondamentales en composition, morphologie et propriétés physique élémentaires spécifiques aux variations d'aciers considérées ici. Seules les informations issues de rapports techniques et extraites de la bibliographie sont rapportées.

1.2.1 Aciers austénitiques

La première série d'échantillons consiste en trois pièces d'acier austénitiques différenciées par leurs diamètres moyens de grains différents. Dans ce rapport, l'acier austénitique peut être considéré comme la forme la plus simple d'acier. Il est composé d'une seule phase dont la composition est donnée dans la Table 1.1 avec une masse volumique moyenne de $\rho_{aust} = 7626 \text{ kg/m}^3$ estimée à partir de la composition de coulée complète pour une première approximation.

Composants	Pourcentage en masse	Densité (kg/m^3)
C	0.030	3513
Cr	19.47	7190
Ni	9.64	8902
Si	0.61	2329
Mn	1.72	7440
S	<0.001	2070
P	0.021	1820
Cu	0.06	8960
Co	0.03	8900
N2	0.074	1026 (N)
B	0.0011	2340

TABLE 1.1 – Détails de la composition chimique en masse des échantillons d'acier austénitique.

Les principales propriétés des échantillons d'aciers austénitiques sont qu'ils sont non-magnétiques, composés de cristaux à symétrie cubique et que l'arrangement des grains ne présente pas d'orientation préférentielle. Les orientations cristallines des grains présents sont aléatoires dans le volume des échantillons. Ceci implique par exemple que lors de travaux à l'échelle d'un échantillon, et si les grains sont petits face aux longueurs d'ondes et distance de propagation, il est raisonnable de considérer le matériau comme un milieu isotrope créant de la rétrodiffusion et de l'atténuation. L'acier austénitique est étudié ici de telle manière que les orientations aléatoires sont exploitées comme un atout pour identifier les propriétés élastiques des grains composant l'échantillon.

La micrographie en Fig.1.1 présente la structure en surface d'une partie d'un échantillon d'acier austénitique avec les grains assimilables à des polygones semblables et un léger taux de grains maclés. Des cristaux sont dits maclés si leurs orientations sont différentes mais telles que les mailles respectives présentés à leur interface coïncident parfaitement. Les trois échantillons d'acier austénitique, nommés *P1*, *N1*, et *S1* présentent des diamètres moyennes de cristaux définis par la norme NF A 04-102 dans les intervalles $[88; 125] \mu\text{m}$, $[88; 250] \mu\text{m}$, et $[434; 2800] \mu\text{m}$ respectivement.

1.2.2 Acier moulé - acier austéno-ferritique

Dans la famille des aciers inoxydables, il existe une forme intermédiaire entre la phase austénitique et ferritique. Cet acier se présente sous une forme biphasée (austéno-ferritique) aussi appelée duplex. Il est généralement composé d'un niveau équivalent (ou presque 40/60) d'austénite et de ferrite présents sous la forme de grains allongés d'austénite inclus dans une matrice de ferrite comme visible sur la Figure 1.4 ou de dendrites de ferrite dans une matrice d'austénite dans notre cas comme montré en Figure 1.3. Ils sont principalement réputés dans l'industrie pour leur résistance à l'effort et à la corrosion en comparaison avec les aciers austénitiques. Ces propriétés peuvent être expliquées par la combinaison d'une phase de ferrite résistante aux fissurations dues à la corrosion et à l'austénite très ductile permettant de tolérer de larges déformations plastiques avant rupture [22, 23, 24]. Ces atouts permettent donc d'obtenir des pièces plus légères diminuant de fait les coûts de fabrication. L'acier biphasé est rapidement devenu un matériau d'intérêt pour les industries. Cependant au vu de la complexité morphologique et des variabilités dues aux différentes compositions chimiques possibles, les propriétés physiques, plus particulièrement élastiques restent à être précisées. Notamment, l'intérêt se porte ici sur ce qui sera appelé par la suite "acier moulé". Ce sous groupe d'acier biphasé dénomme les pièces finies présentant un ensemble de macrograins d'acier biphasé agencés entre eux avec différentes orientations cristallines. Les macrograins sont de larges cellules présentant des colonies de dendrites de ferrite localement orientées.

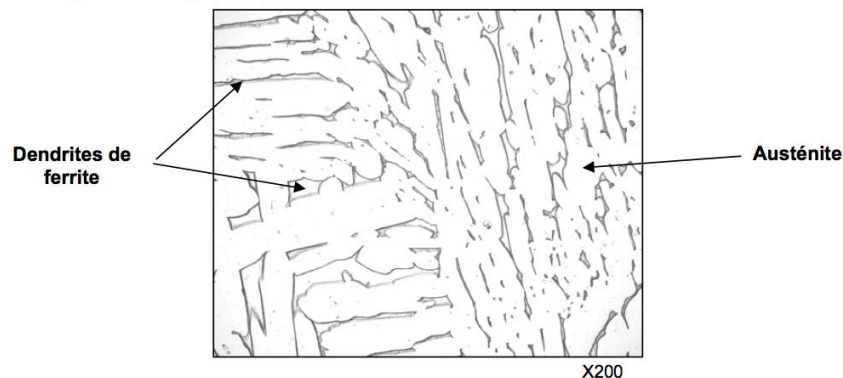


FIGURE 1.3 – Micrographie d'une zone de la surface de l'échantillon d'acier moulé étudié extrait du rapport technique montrant une matrice de grains d'austénite avec inclusion de dendrites de ferrite de différentes orientations.

1.2.3 Soudures

Lors de la fabrication de pièces métalliques, les limitations techniques et physiques impliquent inévitablement le besoin de souder des pièces entre elles pour l'obtention du

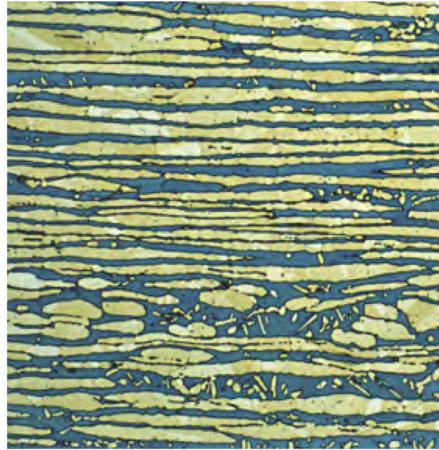


FIGURE 1.4 – Micrographie d’une zone d’un échantillon d’acier moulé extraite de [25] montrant des grains d’austénite de forme étirée dans une matrice ferritique plus sombre.

produit final. Les soudures d’acier, par procédé thermique, engendrent la création d’une nouvelle structure cristalline au niveau de l’interface des pièces. La présence d’un champ de température inhomogène peut engendrer dans une certaine mesure une croissance orientée des grains de soudure lors du refroidissement du matériau [26]. L’application d’un effort en chaleur lors d’une soudure peut aussi engendrer des modifications des microstructures adjacentes et un réarrangement des phases [27].

Typiquement, dans l’échantillon considéré par la suite, les cristaux sont de forme étirée avec une disposition cohérente localement et d’une dimension d’environ 1 centimètre par 1 millimètre. Mis à part les apparentes textures, le niveau de symétrie cristalline est identifié comme non cubique. La conséquence directe de cette morphologie particulière est que même si l’on suppose des orientations aléatoires des grains mais de forme étirée, le matériau considéré est alors anisotrope à large échelle. Il est communément accepté qu’ici les grains montrent aussi une orientation cristalline préférentielle en plus de la texture morphologique récurrente.

1.3 Système expérimental

Le système expérimental proposé pour l’étude des trois formes d’acier combine une méthode optoacoustique permettant de générer des ondes acoustiques se propageant dans un échantillon et une méthode purement optique pour détecter le passage de ces dernières. Le système d’ultrasons laser se base sur un système analogue à un système classique pulse écho à l’exception que dans notre cas un laser infrarouge sub-nanoseconde (pompe) est utilisé pour la génération par effet thermo-élastique et un second laser vert (sonde) pour la détection des ondes élastiques en déflectométrie.

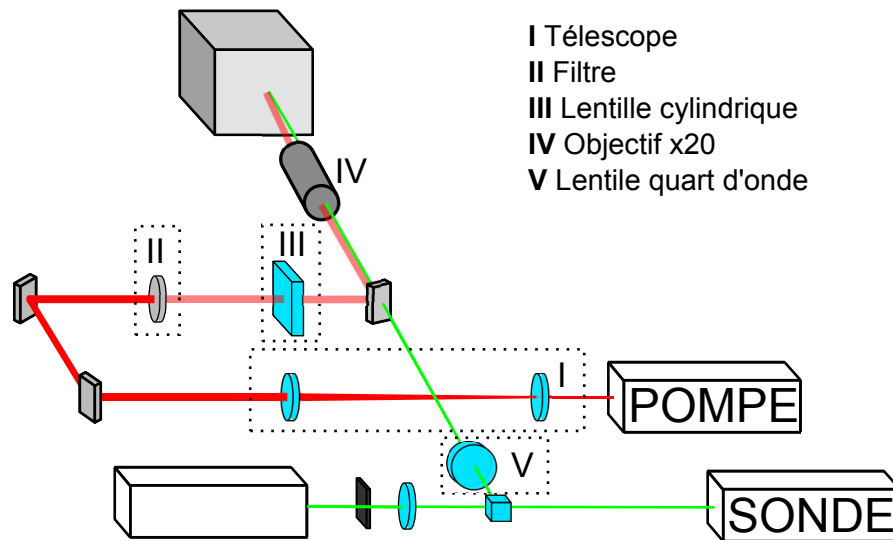


FIGURE 1.5 – Représentation schématique du système expérimental.

Plus précisément la génération des ondes élastiques est induite par un laser impulsif (Diode Pumped Solid State PowerChip NanoLasers Modèle PNP-005025-100) à la fréquence de répétition de 1 kHz et à la longueur d'onde 1064 nm focalisé sur la surface de l'échantillon sous la forme d'une ellipse de grand diamètre 100 microns et de petit diamètre 5 microns. La durée d'une impulsion est de 750 ps définie à mi-hauteur du maximum d'intensité optique. La détection des ondes se fait grâce à un second laser (Verdi COHERENT Modèle V-2) à 532 nm en continu qui est réfléchi par la surface de l'échantillon étudié.

La Figure 1.5 présente les principaux éléments de la construction du montage expérimental. La radiation émise par le laser pompe passe tout d'abord par un système de télescope permettant d'élargir le diamètre du spot, puis un filtre pour en atténuer la puissance. La lentille cylindrique permet ensuite de modifier la forme du faisceau passant d'une section circulaire à une section elliptique pour la création d'un spot proche d'une ligne à la surface de l'échantillon. Le faisceau laser sonde diffère par la nécessité de contrôler la réflexion de ce dernier par l'échantillon. Pour cela une lentille quart d'onde est placée après le cube polarisant afin que le faisceau soit détourné vers le photo-détecteur après réflexion sur l'échantillon. Une lentille convergente et un couteau permettent de convertir les déviations du faisceau réfléchi en variations d'intensité optique. Un objectif $\times 20$ est utilisé pour focaliser les faisceaux laser sur la surface de l'échantillon. Les principes de génération et détection des ondes sont détaillés ci-dessous.

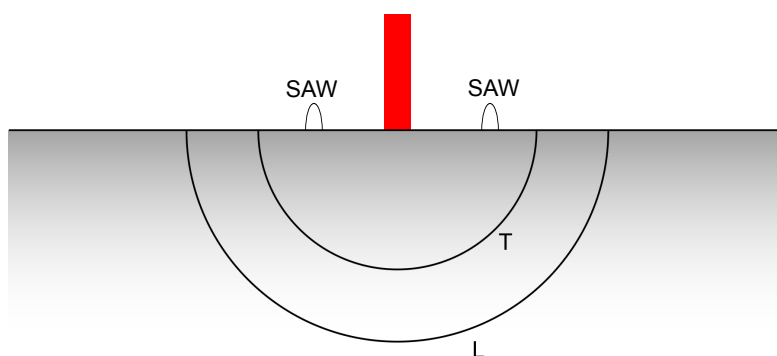


FIGURE 1.6 – Représentation schématique des différents modes acoustiques générés par effet thermo-élastique dans une semi espace isotrope.

1.3.1 Principe de génération d'ondes élastiques par laser - Effet thermo-élastique

Lorsque qu'un faisceau laser est dirigé sur un matériau donné, la radiation électromagnétique pénètre alors plus ou moins le volume de l'échantillon. Chaque matériau possède un coefficient d'absorption optique α traduisant l'opacité du matériau et dont $\frac{1}{\alpha}$ représente la longueur d'absorption d'une radiation dans le matériau considéré, à une longueur d'onde donnée. Dans les cas théoriques d'un matériau parfaitement opaque, la radiation ne pénètre pas dans le volume, le matériau agissant comme un réflecteur. À l'inverse si le matériau est transparent, la lumière traverse le volume sans interruption, irradiant alors toute une colonne du volume.

Si le matériau est opaque à la longueur d'onde du laser pompe, deux régimes de génération sont classiquement distingués : le régime d'ablation et le régime thermo-élastique. Lorsque l'énergie apportée par le laser est trop importante pour que le volume irradié diffuse la chaleur dans le matériau, une partie de matière en surface est directement vaporisée, c'est l'ablation. Ce phénomène peut être utilisé pour générer des ondes mais la répétabilité du processus est compromise par l'endommagement du matériau.

La génération d'ondes élastiques dans un solide par source laser est réalisée dans cette thèse par l'utilisation de l'effet thermo-élastique. La modulation engendré par l'utilisation d'une source lumineuse modulée dans le temps induit la création de paquets d'ondes séparés temporellement. Typiquement un laser impulsionnel ou modulé est utilisé dans cet objectif. Les méthodes par modulation de l'intensité permettent l'excitation de modes à fréquences/longueur d'onde spécifiques. Le principe physique de base reste dans tous les cas identique. La radiation électromagnétique de la source lumineuse pénètre dans la couche supérieure du matériau opaque puis est convertie en champ de température dans le volume. Dans le cas des cristaux d'acier, la réseau atomique cubique implique une diffusion isotrope de la radiation électromagnétique ce qui élimine les inconvénients d'un directivité non homogène. La dilatation thermique engendrée alors est convertie en un champs de

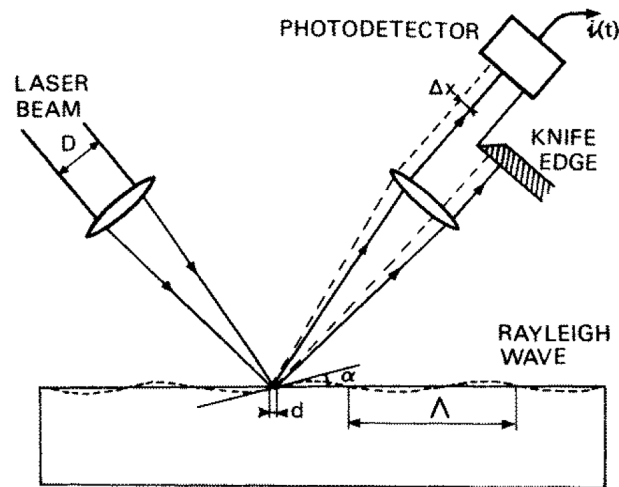


FIGURE 1.7 – Représentation du système de détection laser [31]

contraintes locales. Par modulation de l'intensité lumineuse, le champ de contrainte varie dans le temps se traduisant alors par la génération de déformations élastiques qui se propagent dans le milieu. De cette manière sont générées à la fois des ondes de volume (longitudinales et cisaillement) qui comme montré sur la Figure 1.6 pour le cas d'un milieu isotrope vont se propager dans le matériau en divergeant de la source (avec dans le cas général une directivité pouvant être complexe); et des ondes de surface de type Rayleigh. Quelques détails spécifiques concernant la génération d'ondes élastique de surface ont été présentés par Karabutov [28]. Dans l'objectif de générer des ondes acoustiques dans un matériau, d'autres techniques existent au delà de la source impulsionnelle unique. La génération par cache à franges ou modulation spatiale s'avère efficace pour l'excitation de modes à longueur d'onde spécifiques. Aussi une excitation synchrone par une source en mouvement permet la génération d'ondes planes [29].

Par ailleurs, différents aspects entrent en jeu lors de l'utilisation de source ponctuelle dans un milieu anisotrope engendrant des fronts d'ondes parfois complexes [30]. Dans le cas présent, l'utilisation d'une lentille cylindrique permet de focaliser le laser pompe sous la forme d'une ellipse très étirée, se rapprochant d'une ligne source permettant alors de générer des ondes cylindriques dont la composante de surface se rapproche d'ondes planes. Lors de l'exploitation du système expérimental, le travail sera centré sur la génération d'ondes acoustiques dans un milieu opaque métallique cristallin avec une source laser en incidence normale par rapport à la surface de l'échantillon.

1.3.2 Principe de détection - Déflexion laser

L'utilisation d'une source impulsionnelle induit la génération puis la propagation de différents modes acoustiques dans le matériau dont une partie des déformations méca-

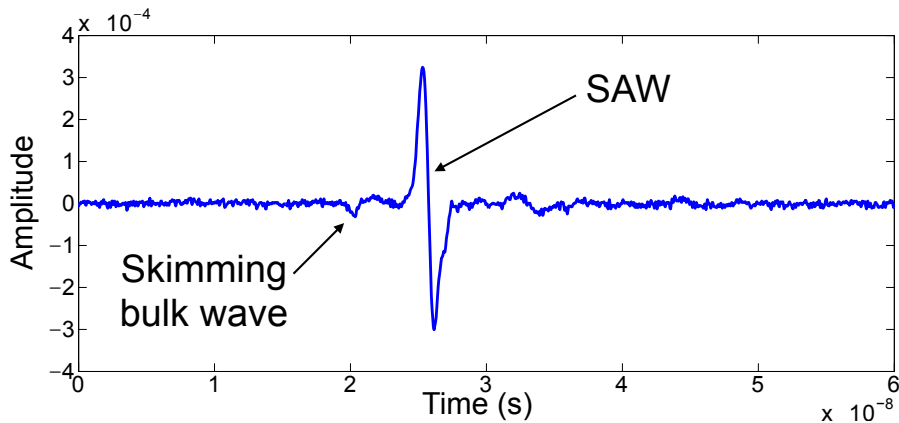


FIGURE 1.8 – Signal temporel typique acquis par le système pompe sonde.

niques engendrées est visible en surface. Afin de détecter ces dernières pour la mesure à distance de temps de vol, plusieurs solutions existent dont la vibrométrie laser (LDV : Laser Doppler Vibrometer). La solution proposée ici pour détecter le passage des ondes en un point distinct de la surface du matériau est la déflectométrie originellement développée par Adler [32] qui est une méthode sensible aux déformations locales de la surface [33, 34]. Cette méthode est choisie car elle a démontré son efficacité pour détecter le passage d'ondes de surface [35, 36, 37].

pour cela, un rayon laser est focalisé sur la surface du matériau et réfléchi en direction d'une photo-diode. Les déformations engendrées par le passage des ondes au point de réflexion induisent une déviation du rayon réfléchi par rapport à sa position de repos. Pour pouvoir mettre en place ce système, il est nécessaire que la longueur d'onde du laser ne soit pas ou peu absorbée par le matériau. En plaçant un couteau sur le chemin du rayon réfléchi, la déviation angulaire est convertie en une variation de quantité lumineuse arrivant sur la photo-diode. La position du couteau est optimale lorsque la moitié du faisceau est bloqué lorsque le matériau est au repos. Il est possible de d'écrire analytiquement la quantité de lumière mesurée par le détecteur, notamment dans le cas d'une déformation de la surface de type sinusoïdale [31]. De cette manière, le système de mesure permet d'obtenir une mesure d'intensité lumineuse directement proportionnelle aux déformations de la surface. Ainsi, dans le cas d'une source impulsionnelle, le système de détection permet d'obtenir le temps de vol des signaux générés entre leur point de génération et leur point de détection, et donc les vitesses de propagation associées.

À titre d'exemple, la Figure 1.8 présente un signal temporel typique acquis grâce au système expérimental à la surface d'un échantillon d'acier austénitique. Deux composantes sont pointées correspondant au passage de l'onde longitudinale rampante (skimming bulk wave) et de l'onde de surface (SAW) au point de détection. La composante de l'onde de surface est clairement identifiable par l'amplitude dominante sur le signal temporel ainsi que le profil dipolaire.

1.3.3 Capacités, avantages et inconvénients

Le choix d'une méthode ultrasons-laser apporte plusieurs atouts majeurs en comparaison des méthodes par transducteur :

- L'utilisation de lasers permet de travailler à distance de l'échantillon, sans contact direct ni couplant avec le matériau permettant de pouvoir travailler sur des pièces en conditions difficiles notamment sur des pièces encore chaudes après fabrication.
- La liberté de choix de dimensionnement, taille et forme, ainsi que le profil temporel, impulsionnel ou continu, de la source laser permet de générer des ondes élastiques sur de larges bandes fréquentielles.
- Les méthodes optiques permettent aussi de travailler au travers de milieux transparents qui rend possible l'étude dans le volume des matériaux transparents de manière non destructive. À titre d'exemple on peut citer l'étude de structures polycristallines sous hautes pression par cellules à enclume de [38].

Équilibre intensité lumineuse/Rapport signal sur bruit

L'utilisation de lasers demande une gestion appropriée de la puissance des sources pour une génération optimale des ondes élastiques avec le meilleur rapport signal sur bruit. Il est nécessaire que l'intensité lumineuse n'endommage pas le matériau car la génération d'ondes par le régime thermo-élastique demande une répétabilité des mesures afin d'obtenir des signaux moyennés de bonne qualité. Une puissance optimale se situe donc à un niveau légèrement inférieur au seuil d'ablation du matériau étudié. Néanmoins si le seuil d'ablation est dépassé, l'intégrité de l'échantillon n'est pas remise en question, seule la qualité optique locale est détériorée.

La limite d'intensité lumineuse utilisée devient un facteur expérimental limitant lorsque l'on souhaite propager des ondes sur de longues distances en comparaison avec la longueur d'onde ou au travers de plusieurs grains. En effet la propagation au travers d'interfaces successives engendre une rétrodiffusion détériorant le rapport signal à bruit des signaux acquis. Dans cet objectif il serait plus raisonnable de modifier le setup expérimental pour mettre en jeu des fréquences plus basses et un régime d'ablation pour augmenter l'énergie portée par les ondes.

Limitations et préparation des échantillons

Le principe de déflexion laser est limité par deux principaux facteurs. Si le diamètre spot du laser sonde en surface est nettement plus large que la longueur d'onde, alors la déflexion du faisceau ne sera pas utilisable. La taille de spot optimale est la moitié de la longueur d'onde. D'un autre côté, la photo-diode limite fréquemment les capacités de détection. Si les longueurs d'onde mises en jeux sont trop petites par rapport à la taille du spot, le détecteur ne mesurera aucune variation d'intensité lumineuse.

Comme tout système opto-acoustique, la qualité des signaux acquis repose en grande partie sur l'état de surface des échantillons testés permettant dans notre cas un réflexion

du faisceau sonde. Par la suite, tout échantillon est préparé au préalable par une succession de polissages. Sauf si précisé le contraire, chaque échantillon est poli manuellement grâce à une succession de papier de verre de grains de plus en plus fin (400, 600, 1000) permettant d'obtenir une surface présentant un fini quasi miroir.

1.3.4 Possibilités d'amélioration

Malgré la volonté de perfectionner au maximum les capacités du setup expérimental utilisé, plusieurs pistes d'améliorations restent à la fin de cette thèse en suspend limitées principalement lors de cette étude par les possibilités techniques mises à disposition. Notamment si l'on souhaite améliorer la résolution spatiale des mesures, il est nécessaire d'adapter le contenu fréquentiel pour pouvoir diminuer la distance de propagation des ondes. En effet, le contenu fréquentiel des paquets d'ondes générés par le laser pompe est directement déterminé par la taille du spot correspondant à la surface de l'échantillon. Dans notre cas, la source focalisé sous la forme d'une ligne d'une épaisseur de 5 microns ce qui implique d'avoir au moins 15 microns entre spots lasers pour obtenir une séparation temporelle des composantes propagatives suffisante pour différencier les ondes.

En ayant un objectif plus puissant et donc une taille de spot plus petite au point focal, les fréquences créées seraient plus élevées et les distances de propagation pourraient être réduites pour augmenter la définition spatiale, notamment lors de cartographies. Dans cette éventualité, le pointage du temps de vol s'approche d'une mesure de vitesse ponctuelle. Cependant, ceci supposerait aussi de changer la taille du spot de la sonde en correspondance.

1.4 Conclusion

Cette thèse s'attache à combiner les capacités d'un système expérimental opto-acoustique avec des problématiques générales de caractérisation physique rattachées à des besoins de contrôle non destructif. Le montage expérimental proposé permet de générer et détecter des ondes élastiques, plus spécifiquement des ondes de surfaces se propageant sur des distances de l'ordre de quelques dizaines de microns. Les détails expérimentaux présentés dans ce chapitre montrent que la méthode des ultrasons laser peut permettre d'étudier les propriétés physiques à l'échelle des grains individuels composant des échantillons polycristallins. À la suite de quelque discussion sur des aspects théoriques, différentes approches seront proposées pour l'étude de plusieurs échantillons.

Bibliographie

- [1] J.A. Turner. Elastic wave propagation and scattering in heterogeneous, anisotropic media : Textured polycrystalline materials. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 106(2) :541, 1999.
- [2] B.R. Thompson. Elastic-Wave Propagation in Random Polycrystals : Fundamentals and Application to Nondestructive Evaluation. In Mathias Fink, William A. Kuperman, Jean-Paul Montagner, and Arnaud Tourin, editors, *Imaging of Complex Media with Acoustic and Seismic Waves*, volume 84, pages 233–257. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2002.
- [3] B.R. Thompson, F.J. Margetan, P. Haldipur, L. Yu, A. Li, P. Panetta, and H. Wasan. Scattering of elastic waves in simple and complex polycrystals. *Wave Motion*, 45(5) :655–674, April 2008.
- [4] F.E. Stanke. A unified theory for elastic wave propagation in polycrystalline materials. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 75(3) :665, 1984.
- [5] G. Sheng, S. Bhattacharyya, H. Zhang, K. Chang, S.L. Shang, S.N. Mathaudhu, Z.K. Liu, and L.Q. Chen. Effective elastic properties of polycrystals based on phase-field description. *Materials Science and Engineering : A*, 554 :67–71, September 2012.
- [6] I.M. Kaganova and A.A. Maradudin. Surface acoustic waves on a polycrystalline substrate. *Physica Scripta*, T44 :104–112, January 1992.
- [7] C. Baghra, A. Kumar, D.B. Sathe, R.B. Bhatt, P.G. Behere, and M. Afzal. Laser etching of austenitic stainless steels for micro-structural evaluation. *Optics & Laser Technology*, 69 :172–179, June 2015.
- [8] J. Villain and A. Pimpinelli. *Physique de la croissance cristalline*. Number 3 in Aléa - Saclay. Eyrolles, Paris, 1995. OCLC : 256790212.
- [9] M.M. Abramova, N.A. Enikeev, R.Z. Valiev, A. Etienne, B. Radiguet, Y. Ivanisenko, and X. Sauvage. Grain boundary segregation induced strengthening of an ultrafine-grained austenitic stainless steel. *Materials Letters*, 136 :349–352, December 2014.
- [10] A. Badidi Bouda. Grain size influence on ultrasonic velocities and attenuation. *NDT & E International*, 36(1) :1–5, January 2003.

- [11] R. Dakhlaoui, C. Braham, and A. Baczmanski. Mechanical properties of phases in austeno-ferritic duplex stainless steel-Surface stresses studied by X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering : A*, 444(1-2) :6–17, January 2007.
- [12] W. Ludwig, P. Reischig, A. King, M. Herbig, E. M. Lauridsen, G. Johnson, T. J. Marrow, and J. Y. Buffière. Three-dimensional grain mapping by x-ray diffraction contrast tomography and the use of Friedel pairs in diffraction data analysis. *Review of Scientific Instruments*, 80(3) :033905, 2009.
- [13] R. M. White. Generation of Elastic Waves by Transient Surface Heating. *Journal of Applied Physics*, 34(12) :3559, 1963.
- [14] R. M. White. Elastic Wave Generation by Electron Bombardment or Electromagnetic Wave Absorption. *Journal of Applied Physics*, 34(7) :2123, 1963.
- [15] W. Li, S.D. Sharples, R.J. Smith, M. Clark, and M.G. Somekh. Determination of crystallographic orientation of large grain metals with surface acoustic waves. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 132(2) :738, 2012.
- [16] R.J. Smith, W. Li, J. Coulson, M. Clark, M.G. Somekh, and S.D. Sharples. Spatially resolved acoustic spectroscopy for rapid imaging of material microstructure and grain orientation. *Measurement Science and Technology*, 25(5) :055902, May 2014.
- [17] S. Mezil, N. Chigarev, V. Tournat, and V.E. Gusev. All-optical probing of the non-linear acoustics of a crack. *Optics Letters*, 36(17) :3449, September 2011.
- [18] H. M. Ledbetter and R. P. Reed. Elastic Properties of Metals and Alloys, I. Iron, Nickel, and Iron-Nickel Alloys. *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 2(3) :531, 1973.
- [19] N.R. Baddoo. Stainless steel in construction : A review of research, applications, challenges and opportunities. *Journal of Constructional Steel Research*, 64(11) :1199–1206, November 2008.
- [20] K.H. Lo, C.H. Shek, and J.K.L. Lai. Recent developments in stainless steels. *Materials Science and Engineering : R : Reports*, 65(4-6) :39–104, May 2009.
- [21] G. Gedge. Structural uses of stainless steel — buildings and civil engineering. *Journal of Constructional Steel Research*, 64(11) :1194–1198, November 2008.
- [22] R.M. Davison, T.R. Laurin, J.D. Redmond, H. Watanabe, and M. Semchyshen. A review of worldwide developments in stainless steels. *Materials & Design*, 7(3) :111–119, May 1986.
- [23] G. Berglund and P. Wilhelmsson. Fabrication and practical experience of duplex stainless steels. *Materials & Design*, 10(1) :23–28, January 1989.
- [24] R.M Davison and J.D Redmond. A guide to using duplex stainless steels. *Materials & Design*, 12(4) :187–192, August 1991.

-
- [25] *Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steel*. International Molybdenum Association, 2014.
- [26] E. Bayraktar, D. Kaplan, L. Devillers, and J.P. Chevalier. Grain growth mechanism during the welding of interstitial free (IF) steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 189(1-3) :114–125, July 2007.
- [27] Z. Boumerzoug, C. Derfouf, and T. Baudin. Effect of Welding on Microstructure and Mechanical Properties of an Industrial Low Carbon Steel. *Engineering*, 02(07) :502–506, 2010.
- [28] A.A. Karabutov. Laser excitation of surface acoustic waves : a new direction in opto-acoustic spectroscopy of a solid. *Soviet Physics Uspekhi*, 28(11) :1042–1051, November 1985.
- [29] C. Rossignol, H. Meri, and B. Audoin. Laser generation of acoustic waves in an anisotropic medium ; parametric analysis for application to material characterization. *Review of Scientific Instruments*, 74(1) :470, 2003.
- [30] A. A. Maznev, A. M. Lomonosov, P. Hess, and Al A. Kolomenskii. Anisotropic effects in surface acoustic wave propagation from a point source in a crystal. *The European Physical Journal B - Condensed Matter*, 35(3) :429–439, October 2003.
- [31] D. Royer and E. Dieulesaint. *Ondes elastiques dans les solides*. Masson, Paris, 1996.
- [32] R Adler, A Korpel, and P Desmares. *IEEE Trans.Sonics Ultrason.*, 15(157), 1968.
- [33] J.E. Rothenberg. Observation of the transient expansion of heated surfaces by picosecond photothermal deflection spectroscopy. *Optics Letters*, 13(9) :713, September 1988.
- [34] L. Noui and R.J. Dewhurst. A laser beam deflection technique for the quantitative detection of ultrasonic Lamb waves. *Ultrasonics*, 31(6) :425–432, November 1993.
- [35] N. Chigarev, V. Tournat, and V. Gusev. All-optical monitoring of acoustic waves guided by confined micro-fluidic layers. *Applied Physics Letters*, 100(14) :144102, 2012.
- [36] C.Y. Ni, N. Chigarev, V. Tournat, N. Delorme, Z.H. Shen, and V.E. Gusev. Probing of laser-induced crack modulation by laser-monitored surface waves and surface skimming bulk waves. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 131(3) :EL250, 2012.
- [37] C. Ni, N. Chigarev, V. Tournat, N. Delorme, Z. Shen, and V. E. Gusev. Probing of laser-induced crack closure by pulsed laser-generated acoustic waves. *Journal of Applied Physics*, 113(1) :014906, 2013.

-
- [38] S.M. Nikitin, N. Chigarev, V. Tournat, A. Bulou, D. Gasteau, B. Castagnede, A. Zerr, and V.E. Gusev. Revealing sub- μm and μm -scale textures in H₂O ice at megabar pressures by time-domain Brillouin scattering. *Scientific Reports*, 5 :9352, March 2015.

Chapitre 2

Génération d'ondes élastiques par source laser et propagation dans les cristaux

La partie centrale de cette thèse repose sur deux phénomènes élémentaires. La génération d'ondes élastiques par une source laser et la propagation de ces dernières dans un milieu cristallin. Dans ce cadre, la discussion suivante s'attache à détailler quelques notions importantes sur la génération d'ondes élastiques par source laser et sur la propagation d'ondes élastiques dans un cristal anisotrope avec un intérêt marqué sur les ondes de surface. Les détails théoriques sont centrés sur l'étude du régime thermo-élastique dans les métaux et de l'obtention de vitesse de phase des ondes élastiques dans les cristaux.

2.1 Génération d'ondes élastiques par source laser

Les différentes configurations expérimentales et phénomènes physiques mis en jeu dans la génération de déformations élastiques par source laser ont été détaillés qualitativement dans le chapitre 1. Par la suite seules les notions théoriques portant sur le cas d'intérêt de génération d'ondes élastiques dans un matériau opaque métallique cristallin cubique par source laser en incidence normale sont détaillées.

Pour synthétiser, la suite schématique des processus physiques induisant la propagation d'ondes élastiques débute par l'absorption par le matériau d'une partie de l'énergie portée par la radiation laser. L'énergie absorbée par le matériau dépend directement de sa conductivité électrique σ et de sa perméabilité électrique μ ainsi que de la longueur d'onde de la radiation électromagnétique. La durée des impulsions étant courte ($< ns$), la diffusion thermique peut donc être négligée. Ainsi, seule la zone illuminée sera directement chauffée. La conversion partielle de l'énergie optique en énergie thermique engendre la dilatation du milieu. La déformation mécanique du milieu induit l'apparition de contraintes élastiques soudaines se relâchant sous la forme d'ondes élastiques.

Lorsqu'une impulsion laser est absorbée par un matériau, la dynamique de changement de température du matériau est régie par l'équation de diffusion suivante

$$\kappa \nabla^2 T - \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{\rho c} \alpha I f(t, x_1, x_2, x_3) \quad (2.1)$$

où T est la variation de température par rapport à la température ambiante, κ la conductivité thermique du matériau, I l'intensité lumineuse de l'impulsion laser, f l'enveloppe temporelle et spatiale du pulse lumineux.

Si l'on considère la source laser en incidence normale avec un profil d'intensité Gaussien, il est raisonnable de décomposer la fonction f en deux fonctions : $g(t)$ l'enveloppe temporelle des impulsions lumineuses et $h(x_1, x_2, x_3) = e^{-\alpha x_2} \frac{1}{\pi r^2} e^{-\frac{x^2}{r^2}}$. Les impulsions lumineuses étant de courte durée, la fonction $g(t)$ peut être assimilée à un Dirac $\delta(t)$.

D'une autre part, les contraintes en présence d'une source de température s'expriment en toute généralité

$$T_{ij} = c_{ijkl}(S_{kl} - \beta_{kl}T) \quad (2.2)$$

où c_{ijkl} est le tenseur des constantes élastiques et β est le tenseur de dilatation thermique du matériau.

2.2 Cristaux

La propagation d'ondes élastiques dans les cristaux peut s'avérer complexe à exprimer et résoudre analytiquement car le problème physique est fortement dépendant de l'ordre de symétrie et de l'anisotropie du cristal considéré. Notamment l'étude des ondes de surface suppose l'ajout de conditions limites au problème de propagation d'onde traduisant la présence d'une surface libre. Les solutions possibles du problème physique induisent la propagation de différents types d'ondes selon les orientations cristallines considérées.

Dans la discussion suivante, nous considérons la définition d'onde de surface au sens large. Une onde est dite "de surface" lorsque le déplacement des particules engendré par son passage est majoritairement inclus dans la couche du matériau proche de sa surface libre. À titre d'exemple, les ondes de Rayleigh sont des ondes de surface dont les déformations sont incluses dans une épaisseur de l'ordre de la longueur d'onde à partir de la surface. La dénomination "onde de surface" regroupe donc les ondes de Rayleigh, les ondes de Rayleigh généralisées, les pseudo ondes de surface et ondes de volumes rampantes. Une description exhaustive des différentes dénominations a été proposée par N. Favretto-Cristini *et al* [1].

Les aspects théoriques de ce type d'onde peuvent être étudiés selon différentes approches : expression du problème général par transformées de Fourier et de Laplace, formalisme de Stroh [2], équation différentielle matricielle, théorie des dislocations [3] ... Barnett propose notamment une bonne description des propriétés des différents modes acoustiques pouvant se propager dans les solides et soulignant l'intérêt du formalisme de

Stroh [4]. Dans le cas de matériaux isotropes ou bien dans certaines orientations de matériaux anisotropes à symétrie spécifique, une résolution complète du problème analytique est possible menant à des expressions exactes des composantes de déplacement et de la vitesse de propagation. Cependant si l'on souhaite étudier le problème de propagation d'onde de surface dans un matériau anisotrope de manière la plus générale possible, il n'existe pas de solution explicite permettant une résolution complète du problème. Néanmoins, il reste possible de décrire mathématiquement le problème physique et d'obtenir un jeu d'équations que l'on peut résoudre numériquement par la suite.

Le travail suivant s'attache donc à poser, proposer une méthode de résolution et interpréter les différentes configurations possibles de propagation d'ondes de surface dans un unique cristal semi-infini. Dans un premier temps, le lien entre l'élasticité et des ondes acoustiques dans les cristaux est détaillé. Ensuite, le cas des ondes de surface et de leurs différentes formes selon l'orientation cristalline du milieu est analysé.

Afin d'exprimer les propriétés mécaniques de solides, et donc de cristaux, l'expression tensorielle des paramètres élastiques c_{ijkl} ($i, j, k, l = 1, 2, 3$) (ou l'expression analogue des compliances élastiques s_{ijkl}) est typiquement retenue pour représenter les paramètres élastiques traduisant le comportement du matériau étudié en déplacement face à un champ de contrainte. Les composantes des contraintes T_{ij} peuvent s'exprimer en fonction des déformations comme

$$T_{ij} = c_{ijkl} \frac{\partial u_k}{\partial x_l}, \quad (2.3)$$

ou encore de façon équivalente en faisant intervenir les compliances élastiques s_{ijkl}

$$s_{ijkl} T_{ij} = \frac{\partial u_k}{\partial x_l}. \quad (2.4)$$

La caractérisation du comportement élastique de matériaux composés d'un large ensemble d'éléments présentant chacun des paramètres élastiques différents est généralement difficile. Généralement, lorsque les dimensions des grains sont petites face aux longueurs d'ondes étudiées de simplifier le problème en utilisant des propriétés effectives. La structure du matériau polycristallin est alors simplifiée sous la forme d'un milieu continu homogène isotrope. Dans cette situation, une approche effective des propriétés élastiques est possible telle que l'approche de Voigt-Reuss-Hill utilisée fréquemment dans la littérature. Voigt et Reuss ont proposé d'estimer les paramètres élastiques de polycristaux en supposant des déformations et contraintes uniformes dans l'ensemble du matériau respectivement. Dans la pratique, Voigt propose de considérer l'élasticité du milieu effectif par un tenseur moyen des constantes élastiques c_{ijkl} obtenu par moyennage de l'ensemble des tenseurs en considérant l'ensemble des rotations possibles. De manière similaire, Reuss propose la même approche pour obtenir le tenseur moyen des compliances s_{ijkl} . L'approche de Voigt donne donc une limite supérieure au lien entre contraintes et déplacement dans les matériaux polycristallins, la limite inférieure étant obtenue par l'approche de Reuss. Pour des approximations plus proches de la réalité physique, la formule de Voigt-Reuss-Hill est utilisée en calculant la moyenne des approches de Voigt et Reuss [5]. Cette approche

apporte généralement de bonnes approximations du comportement mécanique d'échantillons polycristallins, mais dans l'objectif de résultats exacts, les grains composant de tels échantillons seront considérés individuellement dans les études suivantes.

Par la suite, le cristal est considéré comme la composante élémentaire d'étude des matériaux polycristallins. Afin de traduire l'élasticité des cristaux, il est choisi d'utiliser le tenseur des constantes élastiques c_{ijkl} pour la résolution du problème de propagation d'onde. Une approche théorique semblable peut être faite avec le tenseur des compliances élastiques s_{ijkl} et mènerait à des résultats semblables. En toute généralité, le tenseur c_{ijkl} présente 81 termes mais grâce aux symétries géométriques de base telle que la l'équivalence entre deux directions opposées du réseau cristallin, il ne reste dans la plupart des cas qu'au maximum 21 paramètres indépendants. Par simplicité d'écriture, la convention d'Einstein de sommation sur les indices répétés est utilisée par la suite. De plus, le tenseur c_{ijkl} peut être remplacé par une expression matricielle simple $c_{\alpha\beta}$ en utilisant les correspondances d'indices suivantes : $11 \rightarrow 1$, $22 \rightarrow 2$, $33 \rightarrow 3$, $12, 21 \rightarrow 6$, $13, 31 \rightarrow 5$, $23, 32 \rightarrow 4$.

2.2.1 Réseau cubique - Symétrie

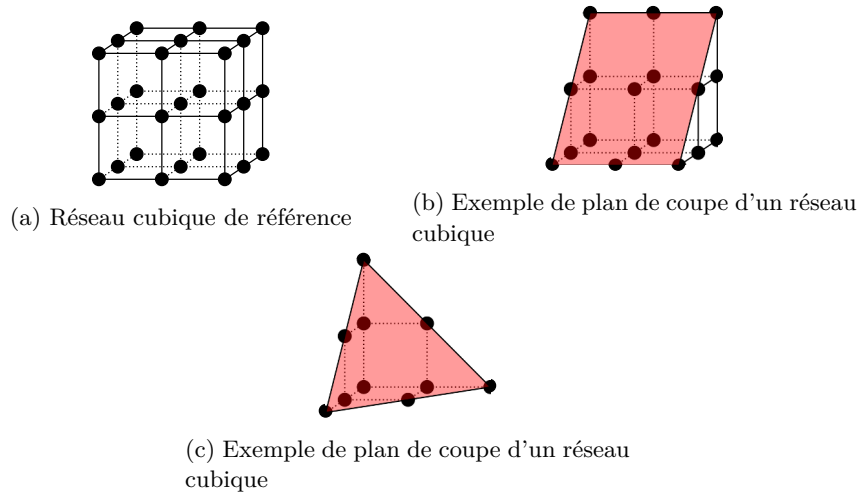


FIGURE 2.1 – Représentation d'une structure cristalline cubique et de deux plans de coupe différents.

Les cristaux sont des matériaux présentant un arrangement périodique spécifique des atomes les composant. Grâce à cette propriété, la plupart des cristaux présentent des symétries d'ordre plus ou moins élevées qui se traduisent par des expressions simplifiées du tenseur des paramètres élastiques. À titre d'exemple, l'acier austénitique, et la plupart des matériaux étudiés par la suite, sont composés de cristaux à réseau cubique. Dans ce cas, la matrice des constantes élastiques peut s'exprimer en fonction de trois paramètres

indépendants comme

$$c_{\alpha\beta} = \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{11} & c_{11} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{11} & c_{12} & c_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} \end{bmatrix}. \quad (2.5)$$

Par ailleurs, les valeurs du tenseur des constantes élastiques sont directement liées aux coefficients de Lamé par

$$c_{ijkl} = \lambda\delta_{ij}\delta_{kl} + \mu(\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk}). \quad (2.6)$$

Ceci permet par exemple d'identifier le lien entre constantes élastiques d'un cristal cubique et coefficients de Lamé telles que $c_{11} = \lambda + 2\mu$, $c_{12} = \lambda$, et $c_{44} = \mu$.

2.3 Ondes de volume

Les considérations suivantes s'attachent à décrire les caractéristiques de la propagation d'ondes élastiques dans le volume d'un cristal. L'équation du mouvement linéarisée reliant les variations spatiales et temporelles des composantes du déplacement dans un solide s'exprime

$$\rho \frac{\partial^2 u_j}{\partial t^2} = c_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_i \partial x_l}, \quad (2.7)$$

avec u_i les composantes du déplacement d'une particule, ρ la masse volumique du matériau considéré et x_i les axes principaux du système.

Par la suite, il est supposé que les ondes se propageant sont des ondes planes en accord avec l'utilisation d'une ligne source. Dans ce formalisme le vecteur déplacement \vec{u} s'écrit

$$\vec{u} = \vec{A} e^{i(\omega t - kl_i x_i)}, \quad (2.8)$$

où \vec{A} est le vecteur d'amplitude, ω la pulsation, k la valeur absolue du nombre d'onde, et l_i les facteurs indiquant l'orientation du nombre d'onde dans l'espace.

En injectant l'expression de (2.8) dans (2.7), il sort

$$\Gamma_{jk} u_k = \rho v^2 u_j, \quad (2.9)$$

où $v = \frac{\omega}{k}$ est la vitesse de phase et $\Gamma_{jk} = c_{ijkl} l_i l_l$ le tenseur de Christoffel.

L'équation (2.9) est un problème aux valeurs propres sur Γ_{jk} où ρv^2 sont les valeurs propres et u_i les vecteurs propres. En conséquence, les vitesses de phase des différentes ondes élastique se propageant dans un cristal sont obtenues en calculant les solutions du déterminant

$$|\Gamma_{jk} - \delta_{jk} \rho v^2| = 0. \quad (2.10)$$

Le développement de ce déterminant donne une équation polynomiale dépendant de ρv^2 appelée *équation séculaire*. Les dimensions de Γ_{jk} sont telles qu'il existe au maximum trois solutions au problème de valeurs propres correspondant aux ondes de volumes longitudinale et de cisaillement. Les types d'ondes sont identifiées par comparaison des vecteurs propres solutions de l'équation (2.9) avec la direction de propagation considérée. Les vecteurs propres forment toujours une base orthonormale qui si un des vecteurs est colinéaire avec la direction de propagation indique la propagation d'ondes purement longitudinale et de cisaillement, et d'ondes quasi-longitudinales et quasi-cisaillement sinon.

2.4 Ondes de surface

La problématique de propagation d'ondes de surface dans les cristaux est plus complexe à résoudre car les phénomènes physiques de propagation d'onde élastiques dans un matériau généralement anisotrope sont couplés à une condition limite sur les contraintes due à la surface libre du milieu considéré. Néanmoins, la résolution totale du problème est toujours possible grâce aux conditions imposées par le type d'onde que l'on souhaite étudier. En effet, les ondes de surface sont appelées ainsi car le déplacement des particules engendré par ces dernières est majoritairement compris dans une couche proche de la surface. À titre d'exemple, les ondes de Rayleigh présentent des déformations mécaniques du milieu sur une épaisseur de l'ordre de la longueur d'onde. Les aspects théoriques de ce type d'onde peuvent être étudiés selon différentes approches. Dans le développement suivant, le repère spatial (x_1, x_2, x_3) est orientée tel que x_1 corresponde à la direction de propagation et x_2 soit normal à la surface libre et orienté vers le volume du matériau.

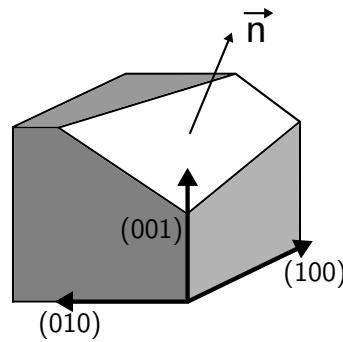


FIGURE 2.2 – Représentation schématique de l'orientation d'un plan de coupe représentant la surface libre dans la problème de propagation d'ondes de surface.

La Figure 2.2 représente schématiquement le problème d'orientation de propagation d'onde de surface à partir d'une maille cristalline élémentaire. Le vecteur \vec{n} représente la normale au plan de coupe considéré à partir de la maille élémentaire où les directions principales (100), (010) et (001) sont mises en évidence. Afin de définir complètement

le problème pour une onde de surface, il est nécessaire d'utiliser un jeu de trois angles permettant d'orienter à la fois la direction de propagation et la normale à la surface à partir d'une orientation du matériau de base. Les caractéristiques élastiques considérées sont décrites par le tenseur c_{ijkl} .

Les composantes des contraintes T_{ij} peuvent s'exprimer en fonction des déformations comme

$$T_{ij} = c_{ijkl} \frac{\partial u_k}{\partial x_l}, \quad (2.11)$$

permettant d'exprimer l'équation du mouvement sous la forme

$$\frac{\partial T_{ij}}{\partial x_j} = \rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2}. \quad (2.12)$$

Le milieu semi-infini est défini par le système d'axes $(x_1, x_2 > 0, x_3)$, le plan contenant l'interface libre est défini par (x_1, x_3) . À cette surface s'applique donc une condition de contraintes normales nulles $T_{i2}(x_2 = 0) = 0$. En prévision d'une expression du problème analytique via les contraintes normales T_{i2} , le développement des composantes des termes correspondants s'écrit

$$T_{i2} = c_{i2k1} \partial_{x_1} u_k + c_{i2k2} \partial_{x_2} u_k. \quad (2.13)$$

Ainsi l'équation du mouvement correspondante (2.12) s'exprime

$$\rho \partial_{tt}^2 u_i = \partial_{x_2} T_{i2} + c_{i1k1} \partial_{x_1 x_1}^2 u_k + c_{i1k2} \partial_{x_1 x_2}^2 u_k. \quad (2.14)$$

Par la suite, les notations condensées des matrices partielles des constantes élastiques suivantes sont utilisées

$$A = c_{i1k1}, B = c_{i1k2}, C = c_{i2k2}. \quad (2.15)$$

2.4.1 Équations fondamentales en fonction des contraintes et déplacements

Sachant que l'on considère la propagation d'ondes planes dans la direction x_1 générées par une source linéique parallèle à l'axe x_3 et que la surface libre est définie par le plan $(x_1, 0, x_3)$, les composantes du déplacement peuvent s'exprimer comme

$$u_i = U_i(kx_2) e^{i(\omega t - kx_1)}, \quad (2.16)$$

où U_i sont les composantes du déplacement dépendant de la position dans la profondeur du matériau. Cette hypothèse d'ondes planes selon x_1 est raisonnable dans la limite où la source linéique est assimilable à une ligne infinie.

En injectant l'expression des composantes du déplacement de l'équation (2.16) dans les équations (2.14) et (2.13), il sort que

$$T_{i2} = -ikB^T U_k e^{i(\omega t - kx_1)} + kCU'_k e^{i(\omega t - kx_1)} \quad (2.17)$$

et

$$\rho\omega^2 U_i e^{i(\omega t - kx_1)} = \partial_{x_2} T_{i2} + (-ik)^2 A U_k e^{i(\omega t - kx_1)} + (-ik)k B U'_k e^{i(\omega t - kx_1)}. \quad (2.18)$$

En considérant les contraintes normales de la forme $T_{i2} = kt_i(kx_2)e^{i(\omega t - kx_1)}$ le système se simplifie sous la forme

$$t_i = -iB^T U_k + C U'_k \quad (2.19)$$

$$-\rho \frac{\omega^2}{k^2} U_i = t'_i - A U_k - i B U'_k. \quad (2.20)$$

Finalement la synthèse sous forme matricielle donne

$$\begin{bmatrix} iB^T & Id \\ A - \rho \frac{\omega^2}{k^2} Id & 0 \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} U \\ t \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} C & 0 \\ -iB & Id \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} U' \\ t' \end{Bmatrix} \quad (2.21)$$

Ce système peut être finalement réécrit sous la forme d'une équation matricielle différentielle

$$\begin{Bmatrix} U' \\ t' \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} iC^{-1}B^T & C^{-1} \\ -BC^{-1}B^T + (A - \rho v^2 Id) & iBC^{-1} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} U \\ t \end{Bmatrix}. \quad (2.22)$$

Le système obtenu est une équation matricielle différentielle avec une formulation proche de celle obtenue avec le formalisme de Stroh [2]. Avec cette équation différentielle matricielle, le problème devient un problème aux valeurs propres. Les valeurs propres sont donc les composantes du vecteur d'onde dans la direction de la profondeur du matériau. Il est important de noter que le champ de déplacement existe dans un espace à trois dimensions et que les contraintes sont directement proportionnelles au champ de déformations. Ainsi, même en considérant une matrice de dimension 6, les vecteurs propres ne présentent alors que trois coordonnées, les trois autres restant toujours nulles.

Soit

$$\begin{bmatrix} iC^{-1}B^T & C^{-1} \\ -BC^{-1}B^T + (A - \rho v^2 Id) & iBC^{-1} \end{bmatrix} = M. \quad (2.23)$$

La matrice M présente six valeurs propres, mais la solution à notre problème physique implique la décroissance en amplitude dans la profondeur du matériau. Seules les valeurs propres avec partie réelle négative sont retenues.

Afin de trouver la solution au problème d'onde acoustique de surface dans un cristal, il est nécessaire d'ajouter la condition limite de surface libre qui implique la présence de contraintes normales nulles à la surface. Si l'on note D et V les valeurs et vecteur propres respectivement de la matrice M retenus valides pour le problème d'onde de surface, alors ceux-ci doivent satisfaire la condition limite (2.17) s'exprimant

$$\det(-iB^T + CVDV^{-1}) = 0. \quad (2.24)$$

2.4.2 Équations fondamentales en fonction des composantes du déplacement

Il peut être intéressant de noter que le problème peut être exprimé sous la forme d'équations différentielles dépendant uniquement des composantes du déplacement. En effet, les expressions (2.17) et (2.18) permettent d'obtenir l'équation

$$\left[C\lambda^2 - i\lambda(B + B^T) - (A - \rho v^2 I) \right] \{U\} = 0. \quad (2.25)$$

Le lien direct entre formalismes peut être retrouvé en manipulant les expressions selon la démarche suivante :

$$\begin{aligned} |M - \lambda I| &= 0 \\ |M - \lambda I| &= \begin{vmatrix} iC^{-1}B^T - \lambda I & C^{-1} \\ -BC^{-1}B^T + (A - \rho v^2 I) & iBC^{-1} - \lambda I \end{vmatrix} \\ &= |iC^{-1}B^T - \lambda I| \left| (iBC^{-1} - \lambda I) - (-BC^{-1}B^T + (A - \rho v^2 I))(iC^{-1}B^T - \lambda I)^{-1}C^{-1} \right| \\ &= |iC^{-1}B^T - \lambda I| \left| (iBC^{-1} - \lambda I) - (-BC^{-1}B^T + (A - \rho v^2 I))(iCC^{-1}B^T - \lambda C)^{-1} \right| \\ &= |iC^{-1}B^T - \lambda I| \left| [(iB^T - \lambda C)(iBC^{-1} - \lambda I) - (-BC^{-1}B^T + (A - \rho v^2 I))] (iB^T - \lambda C)^{-1} \right| \\ &= |iC^{-1}B^T - \lambda I| \left| [C\lambda^2 - i\lambda(B + B^T) - (A - \rho v^2 I)] (iB^T - \lambda C)^{-1} \right| \\ &= |iC^{-1}B^T - \lambda I| \left| [C\lambda^2 - i\lambda(B + B^T) - (A - \rho v^2 I)] \right| \left| (iB^T - \lambda C)^{-1} \right| \end{aligned} \quad (2.26)$$

2.4.3 Types de solution

Dans le raisonnement précédent, l'obtention d'un système différentiel s'est fait en s'affranchissant d'une dépendance en x_3 et en supposant une propagation d'ondes planes selon x_1 . La méthode la plus efficace pour exprimer le comportement physique des ondes selon l'anisotropie du matériau est alors de calculer les matrices A , B et C "apparentes" qui à partir des constantes élastiques de base et les rotations de tenseurs adaptées expriment le comportement élastique du cristal dans la direction choisie.

Comme les valeurs propres du problème précédent correspondent aux composantes du nombre d'onde dans la direction de la profondeur du matériau, il est d'intérêt d'en étudier les variations dépendant de l'orientation considérée du matériau. Si les trois valeurs propres solution de la condition limite présentent une partie réelle négative, la vitesse de phase correspondante est inférieure à ce qui est appelé la vitesse limite. Alors toutes les composantes du déplacement décroissent en amplitude avec la profondeur dans le matériau. Ce type d'onde de surface est communément appelé onde de Rayleigh. Cette onde se propage dans la direction x_1 et décroît rapidement en amplitude selon la position dans profondeur du matériau.

Selon l'orientation de la structure cristalline, les valeurs propres peuvent présenter des parties imaginaires non nulles. Cela signifie que l'onde concernée présente des parties propagatives dans la profondeur. Si une ou deux des valeurs propres présentent des parties imaginaires, la solution correspond à une Pseudo-onde de surface. Ceci se traduit surtout par le fait que la dépendance en x_2 n'est plus purement décroissante mais présente des oscillations et que la vitesse de propagation de cette dernière, comme démontré dans la partie suivante, peut excéder celle de la plus lente des ondes volumiques. Si la partie réelle d'un nombre d'onde s'annule, alors l'onde correspondante présente une composante purement propagative dans le solide du matériau. Dans le cas limite où les trois nombres d'ondes sont imaginaires purs, alors l'onde correspondante est une onde de volume satisfaisant la condition limite de contrainte nulles en surface.

2.4.4 Vitesse limite

Afin de clarifier la discussion précédente, cette section détaille les aspects théoriques mettant en évidence les limites entre les différents types d'onde de surface. Pour simplifier, les composantes du déplacement sont notées

$$u_i = A_i e^{ik(x_1 + \alpha x_2 - vt)}. \quad (2.27)$$

Le terme α caractérise le comportement de l'onde dans la profondeur du matériau et est représentatif des valeurs propres de la matrice M . La suite est une reformulation de la démonstration de Fu [6]. La nouvelle expression du déplacement (2.27) substituée dans (2.7) donne

$$\left(\alpha^2 C + \alpha(B + B^T) + A - \rho v^2 Id \right) \mathbf{A} = 0. \quad (2.28)$$

Si α est un réel pur, par exemple $\alpha = \tan \phi$, le déplacement devient

$$u_i = A_i e^{ik / \cos \phi (\cos \phi x_1 + \sin \phi x_2 - \cos \phi vt)}. \quad (2.29)$$

Ceci correspond alors à une onde se propageant dans la direction $(\cos \phi, \sin \phi, 0)$, à la vitesse de phase $V = v \cos \phi$ et avec le nombre d'onde $\frac{k}{\cos \phi}$.

L'expression du déplacement (2.29) insérée dans l'équation du mouvement donne

$$\left(c_{ijkl} n_j n_l - \rho v^2 \cos^2 \phi \delta_{ik} \right) A_k = 0. \quad (2.30)$$

Notons v_b la vitesse de l'onde et $v_{bmin} = \min \left(\frac{v_b}{\cos \phi} \right)$ la valeur minimale possible de la vitesse de l'onde. Alors, $v_{bmin} \leq \frac{v_b}{\cos \phi}$. Cependant, ici $V = v \cos \phi$. Ainsi $v \geq v_{min}$. Autrement dit, si α est un réel pur, alors l'onde correspondante se propage avec une vitesse $v \geq v_{min}$. Ceci est en contradiction avec la définition de l'onde de Rayleigh qui est supposé être la plus lente des ondes élastiques. Ainsi, pour être une onde de Rayleigh, α ne doit pas avoir de partie réelle.

2.5 Méthode de résolution

La dernière étape permettant le calcul de vitesse de propagation d'onde de surface dans les cristaux dans une orientation arbitraire est l'implémentation numérique de la théorie et la recherche automatique des solutions aux équations (2.23) et (2.24). La résolution dont le but final est l'obtention de la vitesse de propagation de l'onde de surface suit le procédé indirect de déduction suivant. Après sélection d'une orientation cristalline et calcul des matrices A , B , et C correspondantes, les valeurs propres et vecteurs propres de la matrice M sont calculés pour une large plage de valeurs de vitesse différentes. Les solutions respectives sont injectés dans l'expression de la condition limite (contraintes normale nulles en surface) et la vitesse donnant des valeurs propres et vecteurs propres satisfaisant la condition limite est retenue.

Un des problèmes non précisé précédemment est le choix numérique du critère de satisfaction de la condition limite. L'utilisation de fonction de recherche automatique de zéro est impossible car les variations du déterminant des contraintes montrent parfois plusieurs minimum locaux. Pour détailler les problèmes rencontrés, considérons le plan (100) d'un cristal cubique de fer ($c_{11} = 226 \text{ GPa}$, $c_{11} = 140 \text{ GPa}$, $c_{11} = 116 \text{ GPa}$, $\rho = 7800 \text{ kg/m}^3$). Les variations du membre de gauche de l'équation (2.24) se font dans le plan complexe, de plus le calcul de déterminant de matrices contenant des constantes élastiques en GPa implique des variations amplitudes considérables parfois difficiles à interpréter graphiquement.

La Figure 2.3 présente les variations du membre de gauche de l'équation (2.24) en fonction de la vitesse de l'onde de surface dans deux orientations cristallines différentes dans le plan (100). Les directions de propagations sélectionnées (010) et (011) sont telles que chacune corresponde à un mode d'onde de surface différent et sont nommées cas (a) et cas (b) respectivement. Le cas (b) correspond en effet à une pseudo-onde de surface [7]. Pour une meilleure visualisation, les parties réelles et imaginaires sont séparées et affichées dans une échelle logarithmique. Le pas de variation de vitesse est de 1 m/s dans les simulations suivantes. Dans les applications présentées dans les chapitres suivants, le pas est de 5 m/s par gain de temps de calcul (environ 10 calculs de vitesse par seconde).

Le cas (a) montre que la partie imaginaire ne présente que du bruit en comparaison avec la partie réelle. Cette dernière montre un pic d'amplitude à 2818 m/s correspondant à un passage par zéro des données brutes traduisant la satisfaction de la condition limite de l'équation (2.24). Avec l'anisotropie, le cas (b) présente des valeurs de vitesse de propagation d'onde de cisaillement différentes. Jusqu'à la première vitesse de propagation de l'onde de cisaillement la partie imaginaire est bruitée et la partie réelle est quasi-constante. Aucune solution ne satisfait donc la condition limite à une vitesse de propagation inférieure à celles des ondes de cisaillement. Comme démontré dans la section 2.4.4, des solutions existent dans certaines orientations présentant des vitesses supérieures à celle d'onde de volume et sont associées à des nombres d'onde complexes. Ce phénomène est mis en évidence ici par le changement brusque des valeurs de la partie imaginaire qui, au delà de VT_2 , surpasse la composante réelle. La vitesse de l'onde de surface satisfaisant la

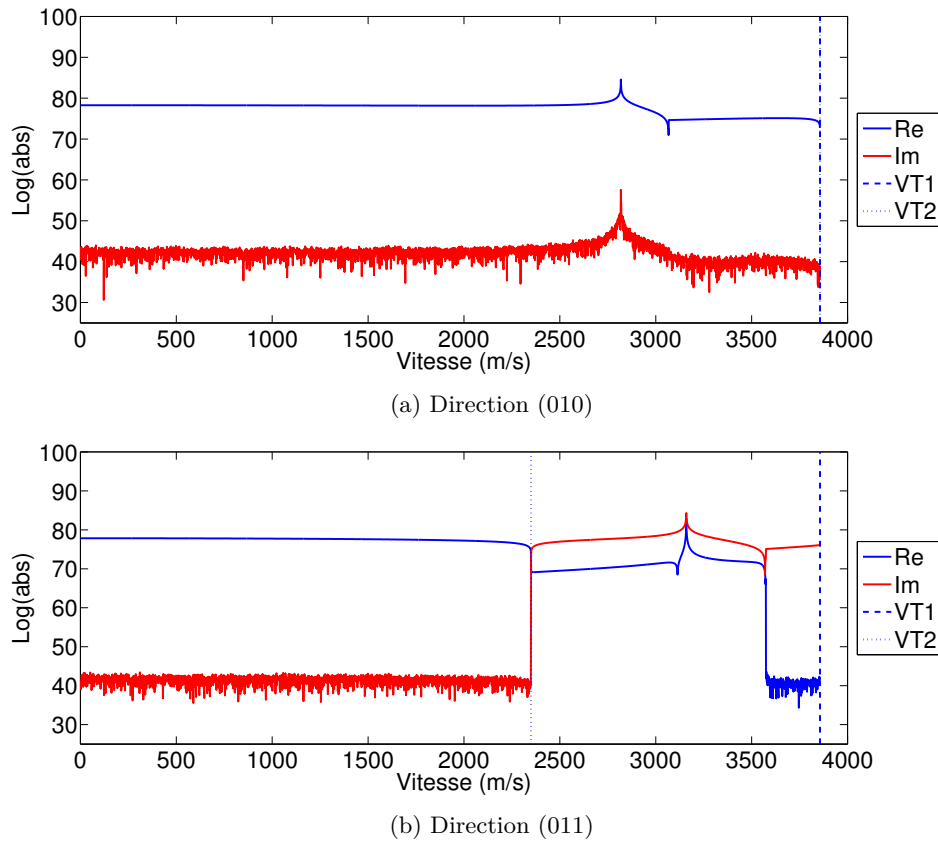


FIGURE 2.3 – Variations du membre de gauche de l'équation (2.24) en fonction de la vitesse de l'onde de surface.

condition limite est donc ici au pic commun présent sur les deux courbes à 3159m/s . Le problème réside donc dans les orientations de transition d'un mode d'onde de surface à l'autre pour lequel un critère doit être choisi.

Les Figures 2.4 et 2.5 présentent les variations du membre de gauche de l'équation (2.24) en fonction de la vitesse de l'onde de surface et de l'orientation dans le plan (100). Les solutions retenues pour la vitesse des ondes de cisaillement et de l'onde de surface sont superposées. Les zones de transition de mode de surface ($\pi/8$, $3\pi/8$) montrent une convergence des branches solutions vers la vitesse des ondes de cisaillement. Ce résultat est identique à celui identifié par Farnell et montré en Figure 2.6. La vitesse limite (V_{lim}) présente la vitesse à partir de laquelle les nombres d'onde correspondant deviennent complexes. En deçà de cette valeur la partie imaginaire est quasi-nulle. Un autre aspect mis en évidence ici est que en $\pi/4$, lorsque Farnell décrit que la plus lente des ondes de cisaillement satisfait la condition limite, l'équation (2.24) n'est satisfaite qu'en un unique point très localisé sur les représentations de la Figure 2.4 parmi des amplitudes bruitées. Un phénomène identique est observé à l'angle zéro pour la partie imaginaire lorsque l'onde

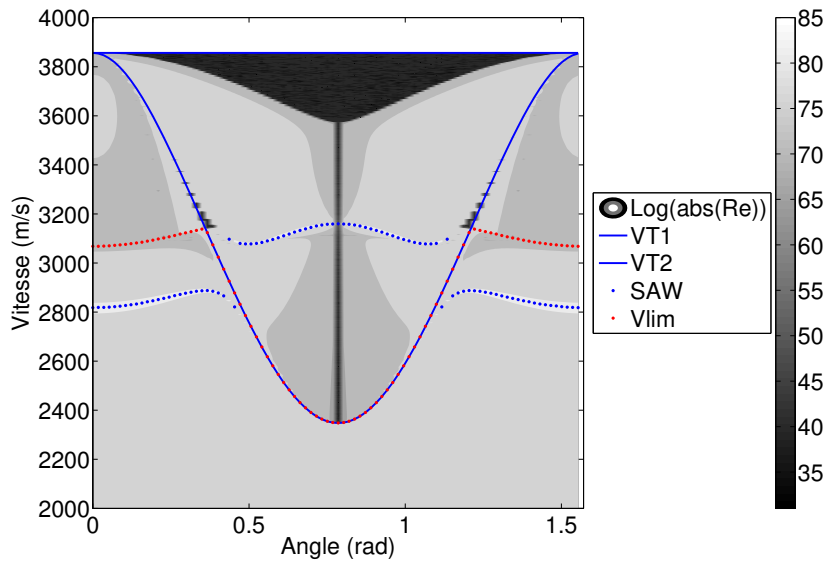


FIGURE 2.4 – Variations de la partie réelle du membre de gauche de l'équation (2.24) en fonction de la vitesse de l'onde de surface et de l'orientation dans le plan (100).

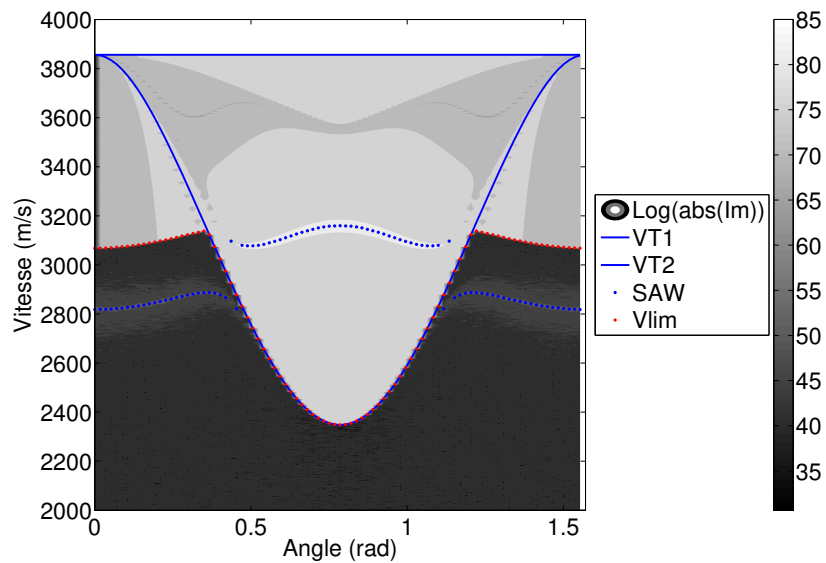


FIGURE 2.5 – Variations de la partie imaginaire du membre de gauche de l'équation (2.24) en fonction de la vitesse de l'onde de surface et de l'orientation dans le plan (100).

de cisaillement satisfait de nouveau la condition limite.

Le problème réside dans les zones de transitions ($\pi/8$, $3\pi/8$) où la satisfaction de la

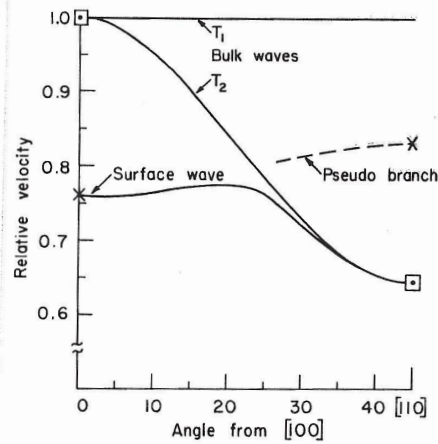


FIG. 4. Shear and surface-wave velocities for propagation on (001) plane of nickel. Crosses: Rayleigh-type solutions; box with dot: shear-wave satisfies boundary conditions. Here T_2 has displacement in (001).

FIGURE 2.6 – Variations de la vitesse de propagation des ondes élastiques dans le plan (100) d'un matériau cubique selon Farnell.

condition limite s'approche de la vitesse limite. La détection exacte des passages par zéro lors d'échantillonnage en vitesse est difficile par la tendance du membre de gauche de l'équation (2.24) à diverger au voisinage de ce point précis. Pour cela la recherche de pic d'amplitude s'avère plus efficace et il est choisi de comparer l'amplitude des pics lors des zones de transition pour le choix entre les deux modes possibles de l'onde de surface.

Ainsi, il est possible de calculer avec une bonne précision la vitesse de l'onde de surface dans toutes les directions de propagations possibles d'un cristal cubique. Pour une validation supplémentaire du programme de calcul de vitesse d'onde de surface, le parallèle est immédiat entre les résultats obtenus dans le plan (110) présentés en Figure 2.7 et 2.8.

2.6 Conclusion

Ce chapitre a permis de présenter les principales équations traduisant la génération et propagation des ondes acoustiques dans un cristal. La discussion centrée sur la symétrie cubique a été implémentée numériquement et validée pour une obtention rapide des vitesses de propagation des ondes de surface dans les différentes orientations possibles d'un cristal cubique.

Cette section a permis de détailler les éléments fondamentaux régissant la problématique de propagation d'ondes de surface dans les cristaux. Ceci permet dès le chapitre suivant d'introduire de nouveaux concepts dans l'objectif de créer une méthode d'estima-

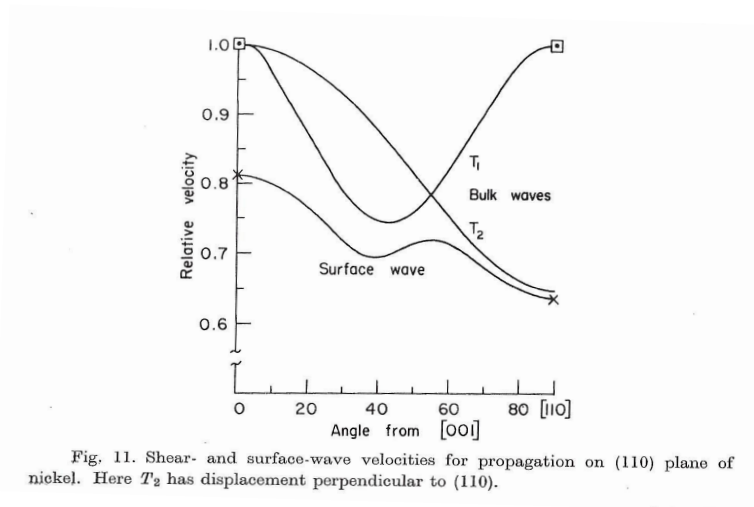
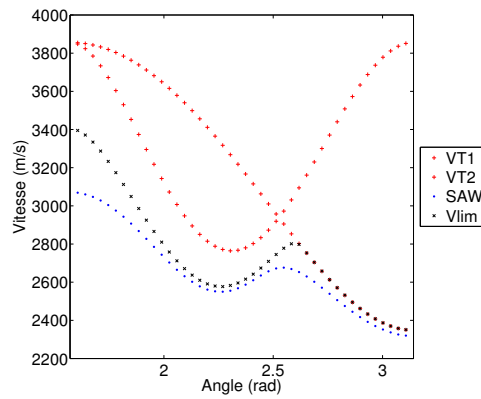


FIGURE 2.7 – Variations de la vitesse de propagation des ondes élastiques dans le plan (110) d'un matériau cubique selon Farnell.



tion des constantes élastiques des grains composant un échantillon polycristallin composés de grains cubiques aléatoirement orientés.

Bibliographie

- [1] N. Favretto-Cristini, D. Komatitsch, J.M. Carcione, and F. Cavallini. Elastic surface waves in crystals. Part 1 : Review of the physics. *Ultrasonics*, 51(6) :653–660, August 2011.
- [2] D. F. Parker. The Stroh formalism for elastic surface waves of general profile. *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 469(2160) :20130301–20130301, September 2013.
- [3] D.M. Barnett, J. Lothe, K. Nishioka, and R.J. Asaro. Elastic surface waves in anisotropic crystals : a simplified method for calculating Rayleigh velocities using dislocation theory. *Journal of Physics F : Metal Physics*, 3(6) :1083–1096, June 1973.
- [4] D.M. Barnett. Bulk, surface, and interfacial waves in anisotropic linear elastic solids. *International Journal of Solids and Structures*, 37(1-2) :45–54, January 2000.
- [5] J.M.J. den Toonder, J.A.W. van Dommelen, and F.P.T. Baaijens. The relation between single crystal elasticity and the effective elastic behaviour of polycrystalline materials : theory, measurement and computation. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 7(6) :909–928, November 1999.
- [6] Y. B. Fu and A. Mielke. A new identity for the surface-impedance matrix and its application to the determination of surface-wave speeds. *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 458(2026) :2523–2543, October 2002.
- [7] G.W. Farnell. Properties of Elastic Surface Waves. In *Physical Acoustics*, volume 6, pages 109–166. Elsevier, 1970.

Deuxième partie

Évaluation de l'élasticité et des texturations d'aciers inoxydables

Chapitre 3

Distributions de vitesse en milieu polycristallin non texturé

Typiquement, les métaux se présentent à l'état solide sous la forme de polycristaux, les mono-cristaux n'étant créés que sous certaines conditions environnementales spécifiques. On appelle donc polycristal un échantillon composé de plusieurs cristaux/cristallites/grains. Ses caractéristiques dépendent non seulement des propriétés physiques individuelles des cristaux mais aussi de leur arrangement dans l'espace, i.e. orientations relatives, géométrie et des caractéristiques de leurs interfaces. La présence d'interfaces cristallines est en conséquence un facteur clé dans le comportement physique global de l'échantillon. En effet, de manière générale, les défauts de fatigue et rupture apparaissent au niveau des discontinuités. De plus, dans le cas d'une mauvaise fabrication, des dépôts entre grains peuvent nuire au bon comportement d'une pièce.

Les ultrasons laser sont une approche intéressante pour générer et détecter des ondes acoustiques ultrasonores à la surface d'un échantillon, sans contact, et potentiellement à des fréquences de quelques kHz à plusieurs GHz. Le système utilisé dans cette thèse permet de détecter les déformations de la surface de l'échantillon à une distance donnée du point de génération. Ainsi il est possible de pointer le temps de vol de différentes ondes et d'en déduire des vitesses de propagation liées directement aux propriétés locales d'élasticité. Sachant que la méthode permet de propager des ondes élastiques sur des distances considérées comme de l'ordre de quelques dizaines de micromètres, le montage expérimental permet de faire des mesures locales dans les cristaux composants nos échantillons. Les échantillons d'acier austénitique étudiés par la suite sont composés de cristaux anisotropes présentant différentes orientations *a priori* aléatoires, ainsi des variations dans les vitesses locales peuvent être mesurées. Afin de mettre en évidence les variations des propriétés élastiques locales, la représentation des résultats sous forme d'histogramme/distribution de vitesse de propagation globales d'onde de surface est introduite.

Dans un premier temps le cas de polycristaux composés de cristaux anisotropes à symétrie cubique avec une répartition d'orientations aléatoire est considéré. Les différents paramètres pouvant influencer sur la représentation en distribution ainsi que sur la déduc-

tion des constantes élastiques correspondantes sont détaillés. La validation de la méthode d'analyse permet ensuite d'appliquer le protocole à des résultats obtenus à partir de mesures expérimentales réalisées sur deux échantillons d'acier austénitique composé de cristaux d'alliage de fer à symétrie cubique. La différence réside sur la taille moyenne des grains qui varie légèrement entre ces deux échantillons (diamètres moyens de grains respectifs $80\text{-}125\mu\text{m}$ et $80\text{-}250\mu\text{m}$)¹.

3.1 Distributions de vitesses - visualisation globale de l'anisotropie élastique

L'étude de matériaux anisotropes nécessite en général de faire des observations dans différentes orientations spatiales pour obtenir une caractérisation complète des propriétés mécaniques. Dans ce contexte, il est généralement utile de reconstruire la surface des lenteurs, comportant des informations utiles sur la dépendance des propriétés élastiques en fonction de la direction de propagation ou de l'orientation cristalline dans un unique plan de coupe de l'échantillon ou du grain sélectionné. En revanche, lorsque l'on souhaite caractériser l'ensemble des grains composant un échantillon polycristallin, plusieurs limitations à l'utilisation d'une telle méthode existent. Premièrement, il est difficile en pratique d'isoler un unique grain d'un polycristal, d'autant plus lorsque les dimensions de ces derniers sont micrométriques. L'acquisition de surface de lenteur nécessite une précision expérimentale extrême, difficilement réalisable en pratique. Deuxièmement, la présence de grains anisotropes induit des variations des propriétés élastiques dans les trois dimensions de l'espace. Généralement, un unique plan exposé d'un cristal n'est pas porteur de suffisamment d'informations pour identifier l'ensemble des paramètres élastiques du matériau. Finalement, le besoin de tourner la pièce à tester ou le système expérimental est contradictoire avec une volonté d'un système de mesures *in situ* efficace.

Néanmoins, l'acier austénitique n'est pas un polycristal métallique texturé, chaque face d'un échantillon présente donc un ensemble de grains orientés aléatoirement. Il n'est donc pas nécessaire de mesurer des surfaces de lenteurs pour mettre en évidence les changements de vitesse de propagation dues à l'anisotropie. L'observation directe des variations globales de vitesse de propagation accessible dans les différents grains exposés en conservant une direction de propagation d'orientation fixe par rapport à l'échantillon est proposée comme outil d'étude. Selon cette idée, la mesure des vitesses de propagation locales dans les différents plans de coupe exposés par les cristaux composant un échantillon est représentative de l'élasticité globale de la phase d'acier. La représentation des variations de propriétés sous la forme de distributions de vitesse est proposée pour la visualisation de l'anisotropie de la phase composante du matériau dans l'ensemble des orientations cristallines possibles.

1. Une large partie des travaux présentés dans ce chapitre sont publiés : "*Single crystal elastic constants evaluated with surface acoustic waves generated and detected by lasers within polycrystalline steel samples*", D. Gasteau, N. Chigarev, L. Ducouso-Ganjehi, V. E. Gusev, F. Jenson, P. Calmon, et V. Tournat. **Journal of Applied Physics** 119, 043103 (2016); doi : 10.1063/1.4940367.

Afin de détailler l'intérêt de la représentation de l'anisotropie sous la forme de distributions de vitesse, les atouts apportés par cette méthode sont présentés grâce à la création de distributions théoriques. Pour cela différents milieux fictifs composés de grains de symétrie cubique et orientés aléatoirement sont considérés. Les propriétés de la représentation des variations de propriétés élastiques sous forme de distribution sont discutées.

3.1.1 Orientations aléatoires

Avant d'analyser les distributions expérimentales obtenues avec le système pompe-sonde dans les aciers austénitiques, il est nécessaire de procéder à une approche préliminaire via la modélisation théorique d'un polycristal non texturé permettant la création d'une méthodologie d'inversion. Ceci autorise aussi l'analyse des différents paramètres pouvant influencer sur les représentations sous forme de distributions de vitesse. Dans un premier temps, afin de créer des distributions théoriques de vitesses d'onde de surface simulant un polycristal ne présentant pas de texturation, il est logiquement nécessaire de sélectionner des orientations cristallographiques aléatoires. Dans le cas des ondes de surface, une orientation est désignée par un jeu de vecteurs orthogonaux représentant respectivement la direction de propagation de l'onde plane et la normale à la surface libre. En conséquence, par orientations aléatoires est désigné le fait que chaque vecteur unitaire, représenté par un point sur la sphère unité, choisi arbitrairement dans un espace 3D possède la même probabilité d'apparition que tout autre vecteur.

Afin de simuler ce phénomène, une approche possible est l'utilisation des angles d'Euler pour décrire l'orientation des vecteurs. En sélectionnant aléatoirement les trois angles d'Euler, il est *a priori* raisonnable de supposer que la distribution de vecteurs est aléatoire dans l'espace. Cependant, pour des valeurs spécifiques des angles de rotation, toute variation des autres angles ne donne que des orientations précises ne permettant plus alors d'obtenir des vecteurs orientés aléatoirement dans l'espace. Appelé blocage de cardan (Gimbal lock) l'effet se comprend par la perte d'un degré de liberté limitant alors les orientations résultantes. Cet effet implique que la sélection de valeurs aléatoirement choisies entre 0 et 2π pour les trois angles d'Euler respectifs ne donne pas exactement une distribution aléatoire de vecteurs dans l'espace. Les mêmes conclusions peuvent être obtenues en considérant trois angles de rotation autour des axes principaux du système.

Pour remédier à ce problème plusieurs solutions peuvent être proposées. La première possibilité est d'identifier les lois de probabilité sur chaque angle d'Euler. Ces lois de probabilité non nécessairement uniformes sont calculées afin d'obtenir d'une répartition aléatoire de vecteurs unitaires dans l'espace. Cette approche n'est cependant pas triviale et son implémentation numérique peut impliquer des temps de calculs conséquents en fonction du nombre d'orientations aléatoires considérées pour l'obtention de distributions théoriques. Une seconde approche plus directe est utilisée ici. Trois valeurs (x, y, z) sont choisies aléatoirement dans l'intervalle $[-1; 1]$ avec une loi de probabilité uniforme. Ces valeurs sont les coordonnées de vecteurs et ne sont retenues valides que si $x^2 + y^2 + z^2 = \mu \leq 1$. La Figure 3.1 représente le besoin de ce critère de sélection de coordonnées dans le cas

2D. Pour que chaque orientation retenue soit équiprobable, les points sélectionnés doivent rester dans le disque unitaire. Autrement, les points dans les zones grisées biaiserait la statistique rendant par exemple le vecteur v_2 plus probable "d'apparaître" que v_1 . Tout vecteur retenu est par la suite normalisé pour utilisation future.

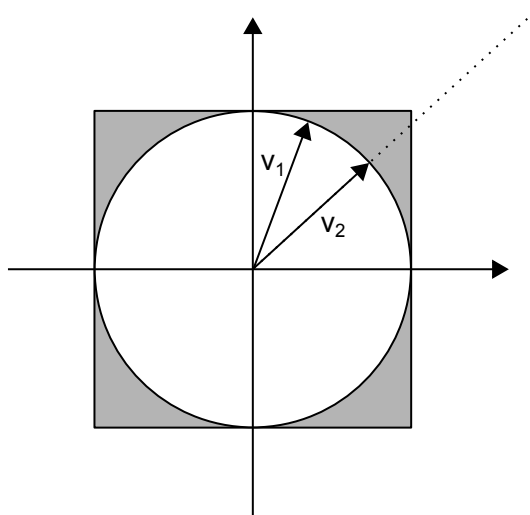


FIGURE 3.1 – Représentation des limitations de la sélection des coordonnées pour obtention de points aléatoirement répartis à la surface d'un disque.

3.1.2 Distributions théoriques

Dans cette section sont détaillées les propriétés de la représentation des variations d'élasticité sous la forme de distributions de vitesse. Afin d'expliquer clairement les concepts de base, l'intérêt est porté sur un matériau polycristallin fictif composé de cristaux anisotropes à symétrie cubique et dont les orientations des différents grains sont considérées aléatoires dans l'échantillon.

Afin de justifier l'introduction d'une telle représentation, le cas des surfaces de lenteurs est repris. Typiquement, la représentation en surface de lenteur est utilisée afin de représenter l'anisotropie dans un plan de coupe d'un matériau. Ceci permet de mettre en évidence et quantifier les variations de vitesses des ondes (plus précisément les temps de vol) selon l'orientation dans un plan de coupe d'un matériau. La Figure 3.2 montre les variations de temps d'arrivée d'ondes élastiques se propageant à la surface d'un cristal de fer orienté (100). Cette figure présente les signaux temporels avec l'amplitude en niveaux de gris obtenus avec le système pompe-sonde par rotation d'un monocristal de fer autour d'un axe normal à sa surface. La distance entre spots est de $48.5 \mu m$, le pas de rotation dans le plan est de 10 degrés.

Cette série de mesures est aussi utilisée comme validation finale des notions de théories exposées dans le chapitre 2 dans le cas d'un matériau dont les propriétés et l'orientation sont connues. Sur la Figure 3.2 les temps de vols théoriques des ondes de volume sont représentés en bleu, rouge et jaune pour les ondes longitudinale et transverses respectivement. Les ondes de surface sont les croix blanches. Chaque solution théorique est calculée avec un pas de rotation de 5 degrés dans le plan (100). L'orientation des résultats dans le plan est obtenue en faisant coïncider les lenteurs des ondes longitudinales théoriques et expérimentales. Un très bon accord est retrouvé entre prédictions théoriques et mesures expérimentales confirmant la validité du modèle.

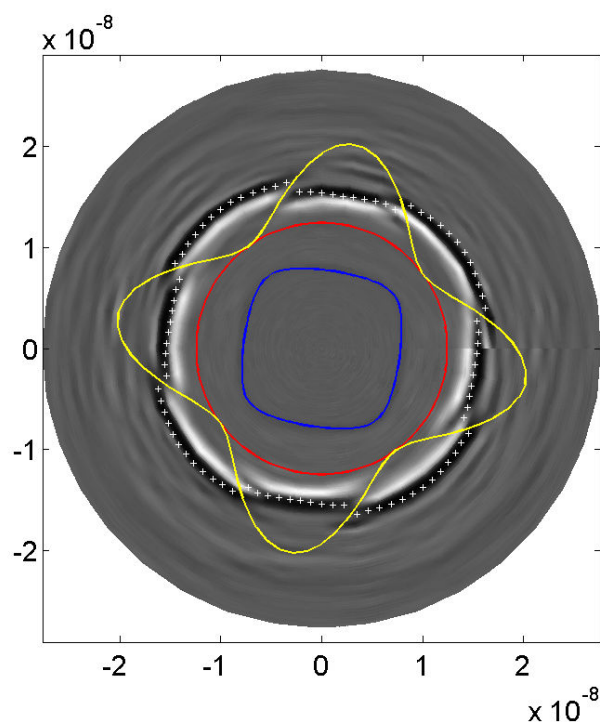


FIGURE 3.2 – Représentation sous diagramme des signaux temporels mesurés à la surface d'un mono-cristal de fer (100). Les lignes continues et points représentent les temps de vol des ondes de volumes et des ondes de surface respectivement sous la forme de diagramme (surface de lenteurs) avec $c_{11} = 226 \text{ GPa}$, $c_{12} = 140 \text{ GPa}$, $c_{44} = 116 \text{ GPa}$, $\rho = 7800 \text{ kg/m}^3$.

La représentation sous forme de surface de lenteur est intéressante pour démontrer l'anisotropie de matériaux. La Figure 3.2 permet d'identifier notamment la symétrie cubique du fer par la présence d'une symétrie d'ordre 4. Il est possible d'imaginer l'évaluation de paramètres élastiques à partir de surfaces de lenteurs de cristaux dans des plans de symétrie particuliers. Cette méthode peut être utilisée pour identifier l'orientation des plans de coupe étudiés à partir de propriétés élastiques connues [1], ou encore la reconstruction de champs élastiques pour la déduction des constantes élastiques [2]. Néanmoins, l'application à un plan cristallin d'orientation aléatoire reste difficile s'il est à la fois nécessaire

d'estimer les constantes élastiques et l'orientation du grain.

La description de la propagation d'ondes élastiques dans les cristaux est une problématique reposant sur trois groupes de paramètres : l'orientation cristalline, le matériau considéré (donc ses propriétés élastiques) et les vitesses de propagation correspondantes. Ainsi, si l'on souhaite estimer les paramètres élastiques d'un matériau à partir de la mesure des vitesses de propagation sous forme de surface de lenteur, il est nécessaire de bien connaître au préalable l'orientation considérée et vice et versa. La difficulté avec les polycristaux, et leur utilisation réelle, est que les orientations, et même dimensions, des grains sont a priori inconnues. Les plans cristallins exposés à la surface d'un échantillon sont aussi inconnus. Néanmoins, l'utilisation de méthodes EBSD permet de déterminer les orientations cristallines avec un cout expérimental parfois élevé. De plus, ne connaissant la disposition et morphologie des grains il est difficile d'obtenir des surfaces de lenteurs de qualité, encore plus si l'on souhaite mettre au point une méthode de travail expérimentale applicable sur le terrain où l'on n'est pas en capacité de déplacer librement une pièce d'étude.

C'est pour s'affranchir des contraintes liées à la structure complexe et des inconvénients expérimentaux précisés précédemment que la représentation sous forme de distribution est proposée. En effet, si l'on considère un échantillon polycristallin composé de cristaux orientés aléatoirement et que l'on scanne sa surface avec le système expérimental pour mesurer un ensemble représentatif de vitesses de propagation locales des ondes de surface, il est possible d'obtenir une représentation sous forme de distribution démontrant l'anisotropie élastique. De plus, si l'échantillon est composé de cristaux orientés aléatoirement il n'est pas nécessaire de modifier l'orientation de la direction de propagation des ondes, un simple balayage linéaire est suffisant. Et sous condition d'un scan suffisamment complet du matériau, la distribution obtenue sera représentative de l'ensemble des vitesses de propagation dans toutes les orientations cristallines du matériau. La représentation en distribution permet donc d'intégrer sur toutes les orientations cristallines considérées dans le cas d'un matériau composé d'une seule phase.

À titre d'exemple, la Figure 3.3 présente les distributions de vitesse des ondes de surface théoriques dans des échantillons polycristallins de fer ($c_{11} = 226GPa$, $c_{12} = 140GPa$, $c_{44} = 116GPa$, $\rho = 7800kg/m^3$), de nickel ($c_{11} = 261GPa$, $c_{12} = 151GPa$, $c_{44} = 130,9GPa$, $\rho = 8902kg/m^3$) et de cuivre ($c_{11} = 168,4GPa$, $c_{12} = 121,4GPa$, $c_{44} = 75,2GPa$, $\rho = 8960kg/m^3$) [3]. Chaque distribution à été calculée en considérant 50000 orientations de cristaux (plan de coupe et direction de propagation dans ce plan) choisies aléatoirement. L'intérêt est porté sur ces trois matériaux car ils présentent tous une symétrie cubique et ont des propriétés différentes mais suffisamment semblables (pas d'anisotropie excessive ou de propriétés élastiques spécifiques comme pour le diamant par exemple) pour être représentatives des aciers. Par soucis de simplicité, tous les histogrammes présentés seront normalisés par leur maximum d'occurrence, sauf si le contraire est précisé.

Les distributions de la Figure 3.3 mettent en évidence deux propriétés caractéristiques des distributions de vitesse de propagation d'ondes de surface dans les cristaux

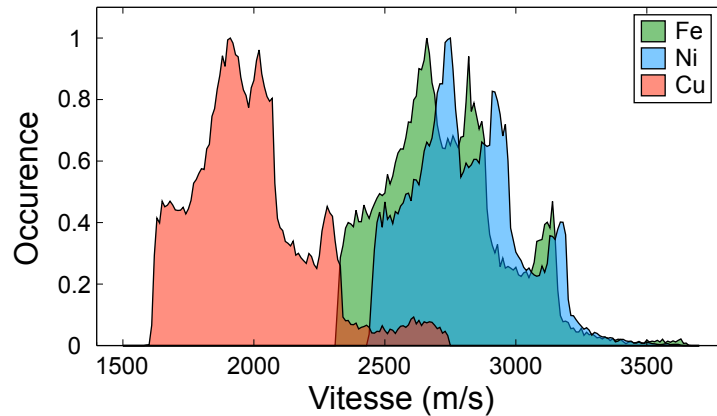


FIGURE 3.3 – Distributions théoriques de vitesse de propagation d'onde de surface dans le fer, nickel et cuivre pour des jeux de 50000 orientations aléatoires. L'axe des abscisses est divisé en portions de $20m/s$.

cubiques. Premièrement, les distributions ne sont pas uniformes ni gaussiennes. Des vitesses "apparaissent" plus fréquemment que d'autres montrant que des orientations différentes présentent des propriétés élastiques impliquant des vitesses de propagation identiques. Deuxièmement, les trois distributions présentées, bien que correspondant à des matériaux différents présentent des enveloppes similaires que l'on peut résumer par une vitesse minimale nette, trois maximums locaux et une queue de faible probabilité pour les vitesses maximales. Cette allure et ses caractéristiques principales semblent constituer une signature des matériaux cubiques.

La première piste de travail est donc d'utiliser les caractéristiques spécifiques de ce type de distribution pour en déduire des valeurs de paramètres élastiques du matériau composant.

3.1.3 Vitesse minimale

Un des atouts majeur de la propagation d'ondes élastiques dans les cristaux est le fait que dans certaines orientations cristallines, le problème mathématique peut être résolu analytiquement. Plus spécifiquement, des liens directs entre direction de propagation et vitesse de propagation dans les cristaux cubiques ont été démontrés et sont présentés en Table 3.1. Parmi ces relations, il est d'intérêt de noter que la vitesse minimale des ondes longitudinales est observée dans la direction (100) et dépend uniquement de c_{11} . Dans la suite, nous analysons le lien entre les éléments principaux des distributions de vitesses et les constantes élastiques du cristal.

Propagation direction	Polarization	Velocity	Si (m/s)	GaAs (m/s)	Al (m/s)	Au (m/s)	Pt (m/s)
[100]	[100] (L)	$\sqrt{\frac{c_{11}}{\rho}}$	8433	4735	6300	3158	4025
	(100) plane (T)	$\sqrt{\frac{c_{44}}{\rho}}$	5843	3347	3236	1482	1891
[110]	[100] (L)	$\sqrt{\frac{c_{11}+c_{12}+2c_{44}}{2\rho}}$	9134	5242	6450	3376	4189
	$[\bar{1}10]$ (T)	$\sqrt{\frac{c_{11}-c_{12}}{2\rho}}$	4673	2478	2935	874	1498
	[001] (T)	$\sqrt{\frac{c_{44}}{\rho}}$	5843	3347	3236	1482	1891
[111]	[111] (L)	$\sqrt{\frac{c_{11}+2c_{12}+4c_{44}}{3\rho}}$	9360	5401	6496	3447	4242
	(111) plane (T)	$\sqrt{\frac{c_{11}-c_{12}+c_{44}}{3\rho}}$	5085	2798	3039	1114	1639

TABLE 3.1 – Lien et expression de vitesse de propagation d’ondes de volumes en fonction des constantes élastiques dans des orientations spécifiques cristallines d’une maille cubique [4, 5].

Cas des ondes longitudinales

Afin de souligner le lien entre orientations spécifiques et vitesses caractéristiques dans un cristal cubique, les Figures 3.4, 3.5 et 3.6 sont les résultats d’un outil développé pour la visualisation des correspondances entre orientations cristallines et bandes de vitesses de la distributions de vitesse de propagation d’onde longitudinale. La présentation des résultats est ici appliquée au cas du fer. Le programme permet de calculer des distributions théoriques d’ondes longitudinales avec des orientations choisies aléatoirement en gardant en mémoire les directions de propagation. Les figures présentent alors à gauche la distribution de vitesse avec deux lignes verticales aux positions *Velocity min* et *Velocity min + Width* définissant la bande de vitesse d’intérêt. Sur la partie de droite, les orientations correspondant aux vitesses incluses dans la bande choisie sont représentées sous la forme de points bleus positionnés sur une sphère unité. Les axes noirs représentent les directions type (100), (010) et (001).

Les Figures 3.4 et 3.6 sont donc en accord avec les prédictions théoriques d’une vitesse minimale dans les directions de type (100) et maximale dans (111). Comme le montre les distributions et les orientations correspondantes ces vitesses montrent une probabilité non négligeable d’apparaître. Le point innovant de ce type de représentation est qu’elle met en évidence aussi que le maximum de probabilité correspond à des orientations de type (110). Il est donc aisé d’imaginer qu’expérimentalement, les vitesses extrêmes et la valeur la plus probable (qu’il faut différencier de la valeur moyenne) peuvent être déterminées avec plus ou moins de précision, permettant d’en déduire directement les trois constantes élastiques d’un matériau cubique. Néanmoins, plusieurs aspects limitant sont à considérer.

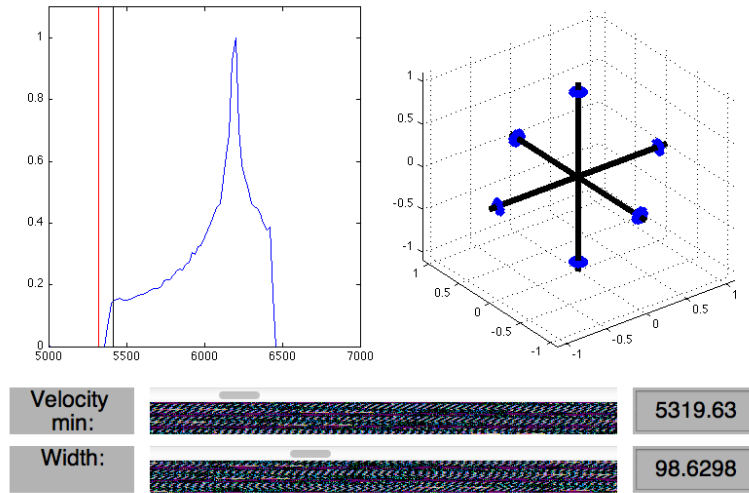


FIGURE 3.4 – Distribution théorique des vitesses de propagation de l'onde longitudinale et représentation schématique des directions correspondantes aux vitesses minimales.

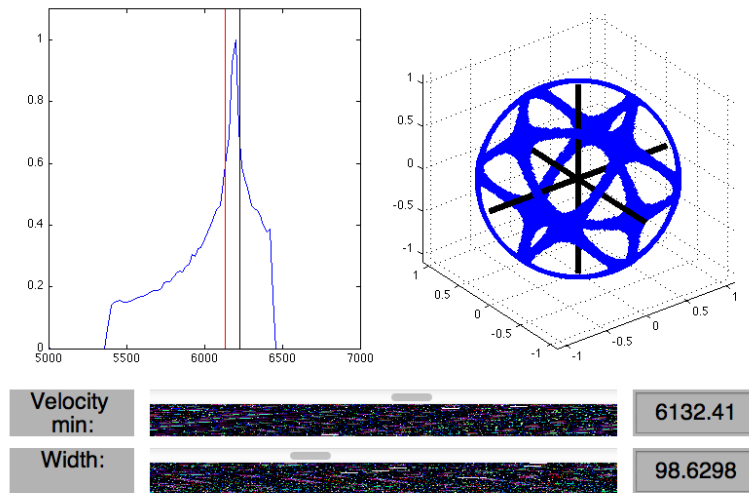


FIGURE 3.5 – Distribution théorique des vitesses de propagation de l'onde longitudinale et représentation schématique des directions correspondantes aux vitesses présentant la plus forte probabilité.

Dans le cas présent l'utilisation de la composante des ondes longitudinales accessible par le montage expérimental ne permet pas de déterminer le temps de vol des ondes correspondantes avec une précision suffisante. De plus l'observation des expressions des

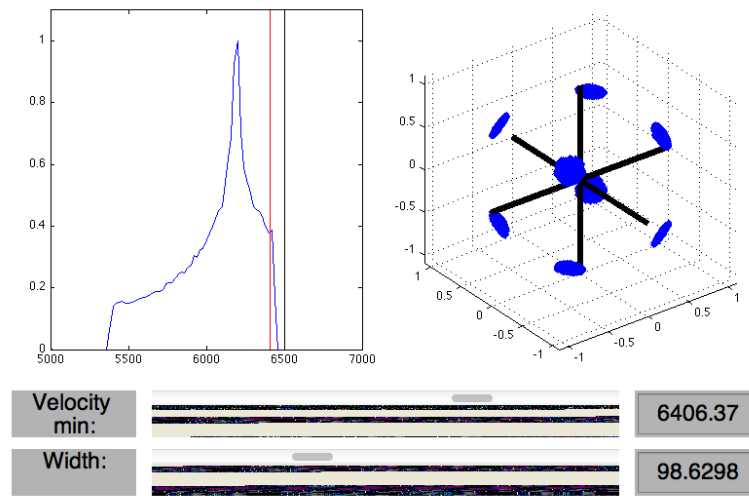


FIGURE 3.6 – Distribution théorique des vitesses de propagation de l'onde longitudinale et représentation schématique des directions correspondantes aux vitesses maximales.

vitesses longitudinales dans les directions spécifiques montrées dans la Table 3.1 indique que si c_{11} est directement évaluable, seul une valeur de $c_{12} + 2c_{44}$ est estimable car le système à trois équations ne peut être directement résolu.

Par la suite il est montré que l'utilisation d'une telle représentation des données pour une application aux ondes de surface reste complexe à mettre en place car la représentation complète de l'orientation nécessite l'ajout d'un degré de liberté, qui peut difficilement être représenté graphiquement. Pour cela il est nécessaire de proposer une méthode pour représenter un degré de liberté supplémentaire car 3 angles sont utilisés pour identifier complètement l'orientation cristalline dans le cas des ondes de surface.

Application aux ondes de surface

La première utilisation envisagée des distributions de vitesses est d'exploiter les caractéristiques spécifiques des enveloppes à l'image des relations analytiques entre constantes élastiques et orientation cristalline pour les vitesses des ondes longitudinales. La représentation en histogramme de la Figure 3.3 montre notamment une vitesse minimale clairement marquée valant $v_{min}^{Fe} = 2320 \text{ m.s}^{-1}$ pour le cas du fer. Comme la probabilité d'apparition de cette vitesse est non négligeable, il est d'intérêt d'identifier précisément quelles orientations cristallines impliquent des ondes de surface se propageant à cette vitesse.

En étudiant les orientations pour lesquelles les vitesses de propagation sont minimales, la Fig. 3.7 est obtenue. Lors du calcul de vitesse, l'orientation est adaptée avec rotations successives d'angles $A1, A2, A3$ de la matrice autour des axes x_1, x_2, x_3 respectivement

dans cet ordre. Il est remarqué que les vitesses minimales n'apparaissent que dans des valeurs discrètes de A_2 permettant de représenter les résultats dans des figures à deux dimensions selon A_1 et A_3 . Chaque point bleu représente la position dans l'espace des angles A_1, A_3 d'une vitesse comprise entre v_{min} et $v_{min} + 20$. Les figures sont tirés d'une série de 100000 directions de propagations choisies aléatoirement.

Une approche traditionnelle lorsque que l'on souhaite représenter l'orientation de grains est d'utiliser une projection stéréographique. Ce type de projection permet de visualiser des vecteurs dans l'espace 3D sur une surface plane. Cependant, ce type de représentation n'est pas facilement adaptable lorsqu'il est nécessaire de représenter deux vecteurs en même temps représentant l'orientation du plan cristallographique et la direction de propagation des ondes.

La méthodologie de calcul de vitesse de propagation d'onde de surface dans une direction précise est obtenue après rotation du tenseur des constantes élastiques autour des axes x_3, x_2 et x_1 dans cet ordre afin que la direction de propagation coïncide avec x_1 et la normale à la surface x_2 . Les angles de rotations respectif sont notés A_3, A_2 , et A_1 . Par exemple, le plan (111) et la direction de propagation (1-10), sont désignés par les angles $A_1 = \arccos(\sqrt{\frac{2}{3}})$, $A_2 = 0$ et $A_3 = \pi/4$.

La Figure 3.7 permet de déduire notamment que la vitesse de propagation est minimale dans la direction (1-10) dans le plan (110) ($A_1 = A_2 = 0, A_3 = \pi/4$). Le choix s'est porté sur cette orientation en particulier car comme plusieurs des angles sont nuls, la possibilité de trouver une formule analytique simple est augmentée. La suite de la discussion est un résumé du calcul théorique de la vitesse de l'onde de surface dans cette direction de propagation.

Dans le cas du plan (110) et de la direction (-110) la matrice des constantes élastiques locale devient

$$C_{\alpha\beta}^{min} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{bmatrix}, \quad (3.1)$$

avec $C_{11} = \frac{c_{11}+c_{12}+2c_{44}}{2}$, $C_{12} = \frac{c_{11}+c_{12}-2c_{44}}{2}$, $C_{13} = c_{12}$, $C_{33} = c_{11}$, $C_{44} = c_{44}$ et $C_{66} = \frac{c_{11}-c_{12}}{2}$, où c_{11} , c_{12} et c_{44} sont les trois constantes élastiques de référence d'un matériau cubique.

À présent une expression exacte de la vitesse de propagation de l'onde de surface dans cette configuration est recherchée à la manière de Destrade [6]. Cette méthode propose de poser le problème sous la forme d'une équation différentielle du second ordre

$$\alpha_{ik} t_k'' - i\beta_{ik} t_k' - \gamma_{ik} t_k = 0, \quad (3.2)$$

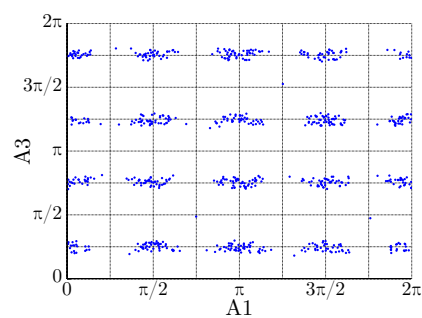
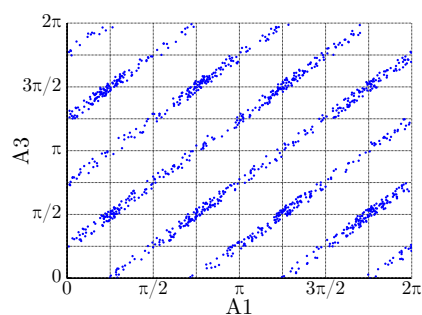
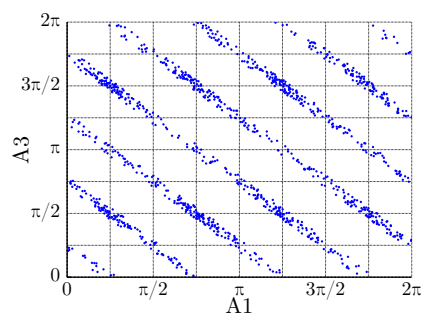
(a) $A2 \simeq 0 \cup A2 \simeq \pi \cup A2 \simeq 2\pi$ (b) $A2 \simeq \pi/2$ (c) $A2 \simeq 3\pi/2$

FIGURE 3.7 – Représentation des angles de rotation pour lesquels la vitesse de propagation des ondes de surface est minimale.

où si l'on pose

$$\begin{Bmatrix} U' \\ t' \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} i\Omega_1 & \Omega_2 \\ -(\Omega_3 + \rho v^2 Id) & i\Omega_4 \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} U \\ t \end{Bmatrix} \quad (3.3)$$

alors

$$\begin{aligned} \alpha &= Id \\ \beta &= (\Omega_3 + \rho v^2 Id) \Omega_1 (\Omega_3 + \rho v^2 Id)^{-1} + \Omega_4 \\ \Gamma &= (\Omega_3 + \rho v^2 Id) \Omega_1 (\Omega_3 + \rho v^2 Id)^{-1} \Omega_4 - (\Omega_3 + \rho v^2 Id) \Omega_2. \end{aligned} \quad (3.4)$$

Après utilisation des premières intégrales le système global possède une solution lorsque

$$\begin{vmatrix} \alpha_{11} & \beta_{11} & \gamma_{11} \\ \alpha_{12} & \beta_{12} & \gamma_{12} \\ \alpha_{22} & \beta_{22} & \gamma_{22} \end{vmatrix} = 0. \quad (3.5)$$

Comme la matrice α est l'identité et qu'un certain nombre de termes des matrices β et γ sont nuls, le calcul des solutions à partir du déterminant devient simplement

$$\Gamma_{22} - \Gamma_{11} = 0. \quad (3.6)$$

Afin d'alléger l'écriture, le terme ρv^2 est remplacé par la variable X . Finalement la vitesse de l'onde est une des solutions du polynôme du troisième ordre

$$aX^3 + bX^2 + cX + d = 0, \quad (3.7)$$

avec

$$\begin{aligned} a &= \frac{1}{C_{66}} - \frac{1}{C_{11}}, \\ b &= \frac{2}{C_{66}} \left(\frac{C_{12}^2}{C_{11}} - C_{11} \right), \\ c &= \frac{1}{C_{66}} \left(\frac{C_{12}^2}{C_{11}} - C_{11} \right)^2 - 2 \left(\frac{C_{12}^2}{C_{11}} - C_{11} \right), \\ d &= - \left(\frac{C_{12}^2}{C_{11}} - C_{11} \right)^2. \end{aligned} \quad (3.8)$$

En utilisant l'expression des racines d'un polynôme de 3e ordre², une formulation de la solution purement réelle du polynôme est obtenue. Avec les paramètres élastiques précédemment considérés pour le fer, la vitesse minimale obtenue par application de la formulation ci-dessus est $v_{min}^{th} = 2317,5 \text{ m.s}^{-1}$. Le tableau suivant présente les résultats obtenus par un modèle de calcul de distributions de vitesse d'onde de surface comparés aux valeurs obtenues avec la formule théorique. Le modèle numérique basé sur le chapitre 2 calcule la vitesse pour 30x30 orientations aléatoires. Les paramètres élastiques utilisés sont extraits de [3] et tous les matériaux sont de structure cubique.

2. Soit le polynome $ax^3 + bx^2 + cx + d = 0$. Les racines de ce polynome sont

$$x_k = \frac{-1}{3a} \left(b + u_k C + \frac{\Delta_0}{u_k C} \right) \quad (3.9)$$

avec

$$\begin{aligned} u_1 &= 1, \quad u_2 = \frac{-1+i\sqrt{3}}{2}, \quad u_3 = \frac{-1-i\sqrt{3}}{2} \\ C &= \sqrt[3]{\frac{\Delta_1 + \sqrt{\Delta_1^2 - 4\Delta_0^3}}{2}} \\ \Delta_0 &= b^2 - 3ac, \quad \Delta_1 = 2b^3 - 9abc + 27a^2d, \quad \Delta_1^2 - 4\Delta_0^3 = -27a^2\Delta, \\ \Delta &= 18abcd - 4b^3d + b^2c^2 - 4ac^3 - 27a^2d^2. \end{aligned} \quad (3.10)$$

Élément	Fe	Ni	Au	Cu	Na	Al	Diamant	KCl
$c_{11}(GPa)$	226	261	202	168.4	7.4	107.3	1076	39.8
$c_{12}(GPa)$	140	151	169.7	121.4	6.2	60.9	125	6.2
$c_{44}(GPa)$	116	130.9	46.02	75.2	4.2	28.3	575.35	6.3
$\rho(kg.m^{-3})$	7800	8902	19300	8960	971	2698.9	3520	1980
$\eta = \frac{2c_{44}}{c_{11}-c_{12}}$	2.697	2.38	2.85	3.20	7.00	1.22	1.21	0.375
$v_{min}^{hist}(m.s^{-1})$	2320	2445	915	1615	775	2800	10595	1735
$v_{min}^{th}(m.s^{-1})$	2317.5	2443.8	908.5	1606.8	784.69	2797.5	10590	2122.5

TABLE 3.2 – Table comparative des résultats obtenus par l'équation 3.7 et par le calcul brut de distribution.

Les résultats obtenus montrent que la formulation proposée semble valable sauf dans les cas d'anisotropie extrême ($\eta_{Na} = 7.00$ et $\eta_{KCl} = 0.375$) où la formule donne des valeurs supérieures à celles observées dans les simulations. En effet, pour *KCl*, l'allure de l'histogramme de référence n'est plus valable. Il est donc impossible d'utiliser les mêmes considérations que pour les autres matériaux.

La vitesse minimale est donc clairement liée à un jeu d'orientations spécifiques et explicitée sous une forme analytique complète applicable pour une majorité de matériaux cubiques. Cependant, une seule expression analytique n'est pas suffisante pour identifier trois constantes élastiques. Parmi les autres spécificités des enveloppes des distributions de vitesse de matériau cubique, il peut être suggéré de procéder à la même étude que pour la vitesse minimale. Cependant aucune formulation exacte de la vitesse de propagation n'est identifiée parmi les orientation cristalline proposée.

Afin d'estimer les trois constantes élastiques, il est alors proposé d'utiliser les valeurs de vitesse des points spécifiques des enveloppes (minimum et pics d'amplitudes) comme points de clé pour l'inversion du problème. Un programme itérant le calcul de vitesse compare la position du minimum et des pics entre la distribution simulée et la distribution dont on cherche les paramètres élastiques. Cependant les résultats ne convergent pas vers une solution unique. L'ensemble de la distribution (position et amplitude de l'enveloppe) doit être considéré. D'autant plus qu'expérimentalement, il est difficile d'obtenir des distributions aussi nettes et complètes que celles proposées ici ce qui rend l'identification des points particuliers difficile.

3.2 Limitations expérimentales de la méthode

Avant de décrire précisément les notions sur lesquelles reposent la méthode d'inversion, ainsi que les résultats obtenus, il est important de discuter des limitations et facteurs d'erreur induits par la technique et l'exploitation des résultats expérimentaux.

3.2.1 Propagation au travers d'interfaces

Alors que l'automatisation du montage expérimental permet une acquisition efficace d'une grande quantité de signaux, la qualité optique de la surface est essentielle pour que le système fonctionne dans des conditions optimales et pour minimiser la perte de données due à des signaux de mauvaise qualité. Ceci signifie qu'il est nécessaire de préparer la surface des échantillons par polissage mécanique avant mesure. Ceci implique alors la perte de la visibilité de la structure polycristalline. Aussi, il faut se rappeler que cette structure, dans une application concrète, n'est pas visible sans attaque chimique spécifique du matériau.

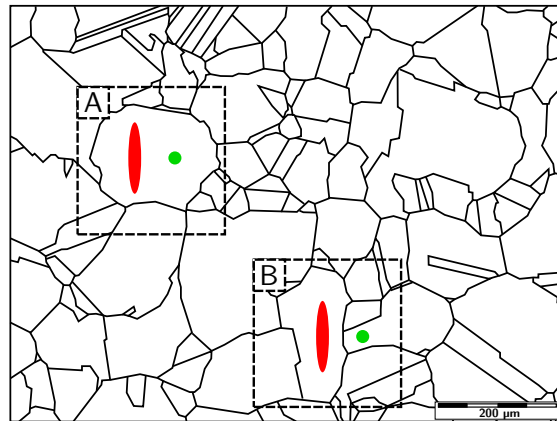


FIGURE 3.8 – Représentation des interfaces cristallines à partir d'une micrographie d'un échantillon d'acier austénitique. Les encadrés A et B représentent les positions relatives possibles des spots lasers par rapport aux interfaces. La tache rouge est la ligne source et le disque vert est le point de sonde.

En conséquence, lors du scan de la surface, la position relative des spots laser par rapport aux interfaces cristallines est inconnue mais correspond selon toute vraisemblance aux deux dispositions montrées en Fig. 3.8. Le cas A est la configuration expérimentale idéale où les spots lasers sont dans le même grain sans interface/ou changement de grain entre pompe et sonde. Le cas noté B montre la configuration dans laquelle le laser de détection est dans un cristal différent du laser de génération. Dans ce cas, le temps de vol des ondes correspond à une combinaison linéaire des vitesses locales des deux cristaux traversés en fonction des distances parcourues dans chaque grain. La probabilité d'être dans le cas B est directement liée au ratio entre la distance de propagation (distance entre spots) et la taille des grains. Ceci peut devenir problématique en présence de cristaux de plus en plus petits par rapport à la distance entre pompe et sonde. Les vitesses mesurées s'approcheraient alors de vitesses moyennes/effectives. Les situations plus complexes dans lesquelles plusieurs cristaux (>2) sont traversés ne sont pas considérées ici car il est attendu que les signaux expérimentaux correspondants ne soient pas de qualité suffisante pour être traités.

Une méthode directe pour minimiser cet effet est de diminuer la distance entre spots lasers. Cependant, avec les tailles de spots actuels, il n'est pas raisonnable de réduire la distance de propagation en dessous de $15\mu m$. Avec de plus courtes distances entre spots, il n'est pas possible de séparer les différentes ondes acoustiques se superposant dans les signaux temporels avec certitude.

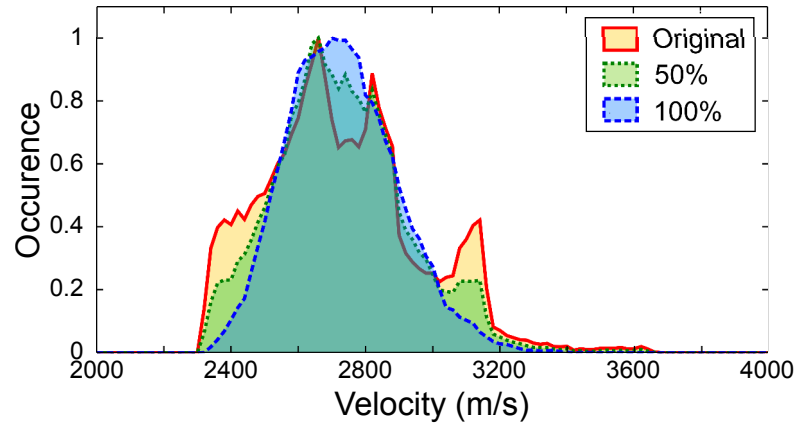


FIGURE 3.9 – Effet de l'erreur associée au passage de frontières sur la distribution de référence du fer. La légende indique le taux de passage de frontières estimé.

La Figure 3.9 montre les distributions simulées à partir d'une distribution théorique de référence pour le fer. Les distributions sont créées à partir de la distribution "Original" dans laquelle un certain pourcentage (Original (0%), 50%, et 100%) des valeurs de vitesses est remplacé par une combinaison linéaire de deux autres vitesses de la distribution choisies aléatoirement. Il est visible que plus le taux d'interface est grand, moins la distribution est détaillée. Ce phénomène se traduit par un moyennage global de la distribution faisant tendre la distribution originale vers une gaussienne avec augmentation du pourcentage de signaux correspondant à la propagation d'onde au travers d'interfaces cristallines.

À présent, si les distributions originale et 50% de passage d'interfaces sont comparées, il est visible que la position du pic principal à la vitesse d'environ ~ 2650 m/s est quasiment identique. Ceci montre que malgré une importante proportions de signaux altérés, certaines des principales caractéristiques de la distribution originale sont conservées.

La prédiction des conséquences de ce phénomène est importante car expérimentalement il est impossible de distinguer si un signal temporel correspond à la propagation d'ondes au travers d'une interface ou non. Seule la présence d'échos permet de déduire la présence d'une interface dans le voisinage de la mesure mais elle ne confirme pas une propagation au travers d'une interface entre grains. Néanmoins, considérant une distance de propagation de $42.8\mu m$ et un diamètre moyen des grains de l'échantillon comprise entre $88\mu m$ et $125\mu m$, la probabilité de traverser une interface ne devrait pas excéder 50%.

3.2.2 Influence de l'incertitude du pointage du temps de vol

Un facteur inévitable de toute application expérimentale d'un système pompe-sonde est l'erreur d'estimation du temps de vol des ondes. La Figure 3.10 montre une estimation de la distribution de vitesse du fer dans laquelle les valeurs ont été modifiées pour représenter une erreur expérimentale aléatoirement comprise entre $\pm 5\%$ sur les estimations des vitesses.

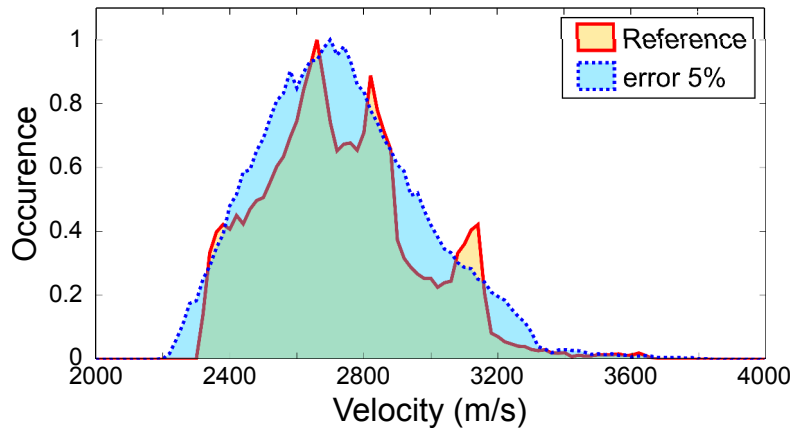


FIGURE 3.10 – Effet de l'erreur expérimentale de détermination du temps de vol sur les estimations de vitesses (compris dans un intervalle $\pm 5\%$) sur la distribution du fer.

Comme les vitesses sont déterminées par la mesure du temps de vol des ondes, et qu'elles sont inversement proportionnelles aux temps de vol mesurés, de petites erreurs sur le traitement de données peuvent créer une déformation importante de l'enveloppe de la distribution comme montré en Fig.3.10. Ainsi, l'impact d'une erreur sur la détermination du temps de vol des ondes peut avoir plus d'influence sur une distribution que la détérioration apportée par le passage d'interfaces. De plus comme les vitesses s'étalent sur des bandes de vitesses de l'ordre de milliers de mètres par secondes, quelques pourcents d'erreur impliquent une grande erreur absolue sur la position et la largeur globale des distributions. Aussi, on prédit naturellement que plus le matériau présente des vitesses élevées, plus l'effet est important et ceci d'autant plus lorsque l'anisotropie est faible.

La résolution temporelle des signaux acquis (0,05 ns) n'est pas ici le paramètre limitant. Au contraire, la méthode de pointage des temps de vol des différentes ondes est elle cruciale. Pour rappel, le système de détection est sensible aux déformations normales de la surface, ainsi l'amplitude des signaux temporels est proportionnelle à la dérivée du déplacement de la surface. Afin de limiter l'ambiguïté sur la détermination du temps de vol des ondes, il est choisi de définir l'instant de passage d'une onde de surface par le passage en zéro des pulses bipolaires mesurés. Ceci correspond au maximum d'amplitude de déformation de la surface et donc au maximum d'énergie élastique.

3.3 Problème inverse

3.3.1 Procédure itérative

Comme présenté dans le chapitre 2, la vitesse de propagation de l'onde de surface pour une orientation donnée de la direction de propagation peut être directement calculée à partir des constantes élastiques. La problématique ici est inverse dans le sens où l'on ignore les constantes élastiques du matériau et les orientations cristallines observées. Seules les vitesses d'ondes de surface sont identifiées.

Les essais précédents montrent qu'il n'est pas possible d'obtenir un lien direct entre toutes les composantes spécifiques d'une distribution (vitesse minimale, pics d'amplitude) et des orientations cristallines spécifiques. Aussi, une procédure d'itération pour l'obtention de distributions présentant des points spécifiques à vitesses identiques ne permet pas une convergence vers une solution unique. Ainsi, en considérant comme proposé précédemment qu'une distribution de vitesse est la signature d'un unique jeu de paramètres élastiques, alors l'inversion se base sur une minimisation d'une fonction coût permettant de comparer une distribution d'un matériau dont on souhaite évaluer les constantes élastiques à d'autres distributions numériques calculées pour des jeux de constantes élastiques connues.

La fonction coût recherchée permettant de comparer deux distributions doit tenir compte des différences de position mais aussi d'amplitude des enveloppes respectives. Pour cela, l'abscisse est divisé en bandes de largeurs égales et de positions identiques pour les deux distributions à comparer. Puis pour chaque bin i , le taux d'occurrence est comparé en utilisant le paramètre E_i défini comme

$$E_i = \text{abs} \left(1 - \frac{A_i^{\text{test}}}{A_i^{\text{ref}}} \right), \quad (3.11)$$

où A_i^{test} et A_i^{ref} sont les amplitudes des bins i des distributions test et de référence respectivement.

Ainsi la fonction coût CF s'exprime

$$CF = \bar{E} * \sigma(E), \quad (3.12)$$

avec \bar{E} la valeur moyenne de E , $\sigma(E)$ l'écart type de E et $E = \{E_1, E_2, \dots, E_N\}$ le vecteur contenant toutes les erreurs E_i sur les différent bins.

L'expression de E_i montre que la similarité entre deux bins est étudiée sous la forme d'un rapport d'amplitude. La différence directe d'amplitude ($A_i^{\text{test}} - A_i^{\text{ref}}$) n'est pas retenue car les résultats obtenus sont biaisés en présence d'amplitudes d'ordre de grandeurs différents. Par exemple si l'on considère les distributions d'amplitude [10, 100] et [5, 95], alors la simple différence donne une erreur identique pour les deux jeux de bins. Les pourcentages représentent mieux le taux d'erreur relative de chaque bin notamment pour les faibles amplitudes.

Le problème restant est que si la fonction coût était simplement la somme des erreurs, alors par exemple deux jeux d'erreur $+5, -5$ et $0, 10$ donneraient la même fonction coût $CF = 10$. Il a été choisi de faire intervenir à la fois la moyenne de l'erreur qui assure une erreur globale faible ainsi que l'écart type dont le rôle est d'éviter les divergences locales importantes permettant ainsi de préférer le cas $+5, -5$ au cas $0, 10$. Le but étant d'approcher au mieux l'ensemble de la distribution, quitte à conserver une légère erreur partout plutôt que d'avoir un très bon accord en certains endroits et mauvais en d'autres. Ceci se révèle d'autant plus logique lorsque la distribution de référence comprend des erreurs.

Détails numériques

D'un point de vue numérique, le besoin de calcul d'un grand nombre de vitesses de propagation d'onde de surface s'avère chronophage. La vitesse actuelle de calcul étant de 10 vitesses de propagation d'orientations différentes par seconde. Ceci devient un facteur limitant lorsque qu'il est nécessaire de calculer plusieurs centaines de vitesses à chaque tour d'itération. Dans le but de limiter les temps de calculs et d'accélérer la convergence des résultats de l'inversion, cette dernière est divisée en étapes de 50, 200 puis 800 orientations. Le fait de faire les premières inversions avec peu d'orientations permet de lancer la convergence de départ en recentrant les paramètres élastiques autour des valeurs recherchées.

Dans la pratique, la logique du programme d'inversion est présenté en Figure 3.11. Plusieurs essais (5) d'inversions sont faits sur différents jeux de N orientations. Un nouveau jeu de constantes élastiques de départ est déduit puis le procédé d'inversion est relancé avec la nouvelle valeur de N .

3.3.2 Cas théorique du fer

Comme toute procédure visant à optimiser un jeu de paramètres par le biais d'un modèle numérique pour approcher au mieux un résultat donné, il est nécessaire de s'attarder sur la convergence des résultats de la procédure. La fonction coût quantifiant l'erreur entre la distribution théorique du fer présentée sur la Fig.3.3 et un histogramme test obtenu à partir des trois valeurs (c_{11}, c_{12}, c_{44}) et pour 1000 directions de propagation est représenté dans l'espace 3D des paramètres (c_{11}, c_{12}, c_{44}) en Fig.3.12.

La Figure 3.12 est une représentation de la valeur de la fonction coût CF entre une distribution de référence et des distributions tests calculées avec des triplets de paramètres élastiques (c_{11}, c_{12}, c_{44}) correspondant aussi à leur coordonnées dans l'espace. En chaque point de l'espace est calculé une distribution test à partir des paramètres correspondants à ses coordonnées dans l'espace 3D des constantes élastiques. Cette distribution est ensuite comparée avec la distribution de référence par la fonction coût CF . L'espace 3D est balayé avec une résolution de 4 *GPa*. Un unique minimum d'erreur est

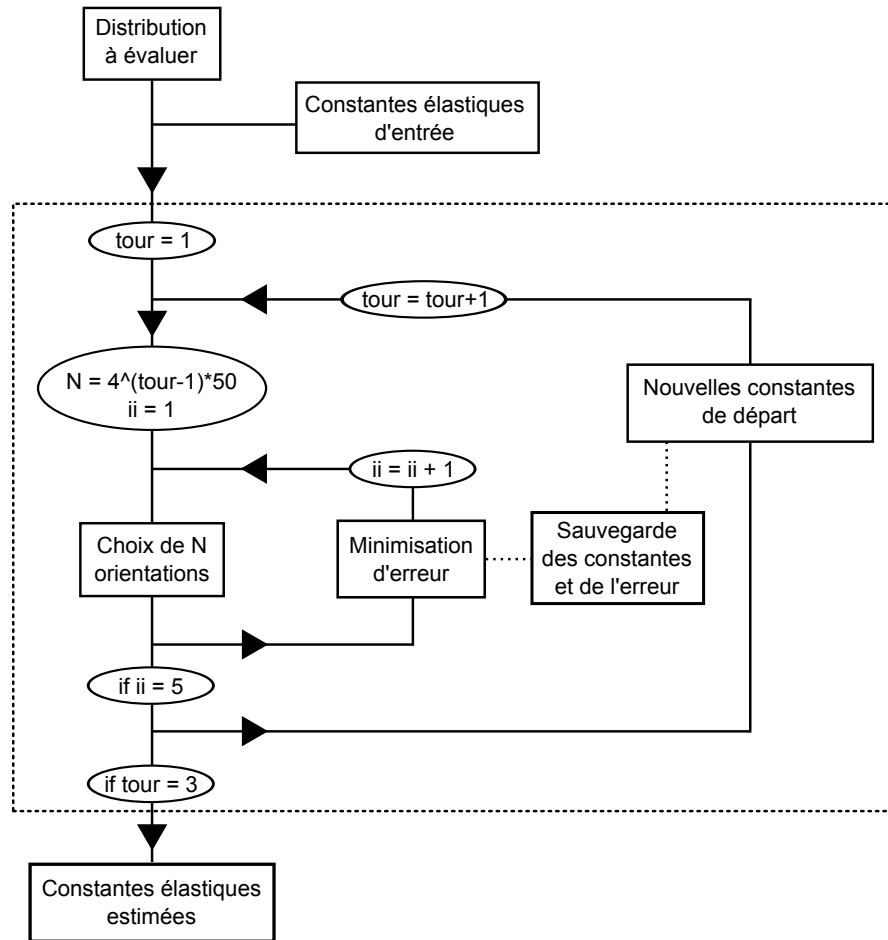


FIGURE 3.11 – Représentation schématique de la procédure d'inversion proposée.

observé aux coordonnées ($c_{11} = 226 \text{ GPa}$, $c_{12} = 140 \text{ GPa}$, $c_{44} = 120 \text{ GPa}$). Les coordonnées identifiées correspondent bien avec les paramètres de références pour le fer ($c_{11} = 226 \text{ GPa}$, $c_{12} = 140 \text{ GPa}$, $c_{44} = 116 \text{ GPa}$). Ce résultat est encourageant pour l'utilisation de la procédure d'inversion basée sur la comparaison de distributions. La petite différence d'estimation sur c_{44} peut s'expliquer par l'influence de la division de l'axe des vitesses en un nombre arbitraire de bins. Aussi le fait de comparer une distribution référence de 50000 valeurs à des distributions de 1000 valeurs peut jouer un rôle sur la précision des résultats.

Dans la procédure finale d'inversion, le minimum de la fonction coût est trouvé par une procédure de minimisation de CF démarrant par un jeu de paramètres initiaux. Le choix de constantes élastiques de départ peut avoir une influence importante sur le temps de calcul mais aucune influence notable n'a été observée sur la convergence finale des résultats. Ceci est aussi soutenu par la démonstration précédente d'un unique minimum d'erreur local. La Table 3.3 montre les résultats de six différentes exécutions du procédé

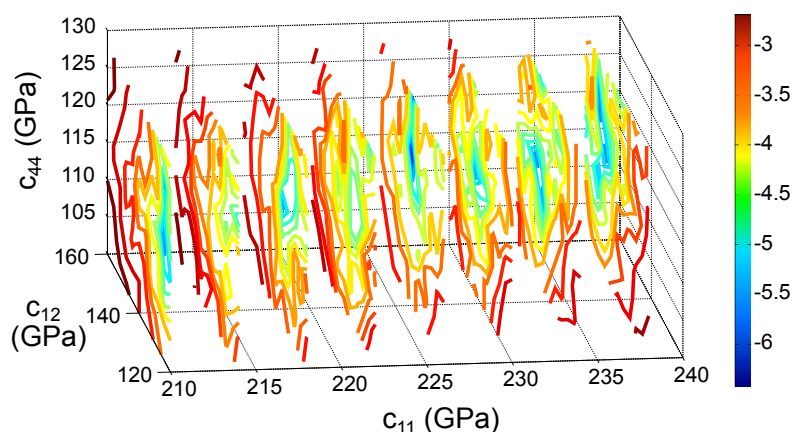


FIGURE 3.12 – Logarithme de la valeur de la fonction coût CF comparant la distribution de référence du fer présenté en Fig.3.3 et des distributions test (obtenue avec différentes constantes élastiques) représenté dans l'espace 3D des constantes élastiques (c_{11} , c_{12} , c_{44}) avec une résolution de 4 GPa. La visualisation repose sur une représentation des isovaleurs de la fonction coût dans chaque plan à c_{11} constant.

de minimisation (OPTIM) à partir de valeurs initiales identiques.

	c_{11} (GPa)	c_{12} (GPa)	c_{44} (GPa)
Reference	226	140	116
Starting param.	200	150	100
OPTIM1	220,14	132,15	113,14
OPTIM2	224,45	135,77	113,49
OPTIM3	220,80	134,13	113,07
OPTIM4	222,87	133,77	111,94
OPTIM5	224,46	136,35	115,50
OPTIM6	216,85	129,39	115,51
Average	221,6	133,6	113,8

TABLE 3.3 – Résultats de l'optimisation des paramètres élastiques pour la distribution théorique du fer.

La procédure d'inversion donne des paramètres proches de ceux de référence (l'erreur moyenne étant de moins de 5%). Cependant l'ensemble des constantes est légèrement sous estimé. Les variations dans les résultats proviennent du nombre limité d'orientations considérées pour calculer les histogrammes à chaque itération de la procédure.

En prenant la valeur moyenne des paramètres de sortie sur les constantes élastiques de la Table 3.3 une distribution de 50000 directions de propagation est calculée et comparée à l'historgramme de référence. Le résultat est montré sur la Fig. 3.13. Il peut être remarqué que quelques pourcents d'erreurs sur l'estimation dans la procédure d'inversion ne correspondent pas à des erreurs très importantes sur la forme des distributions.

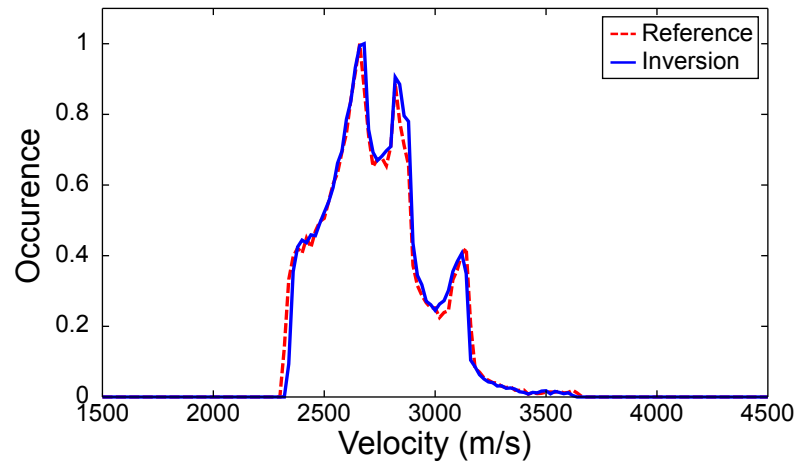


FIGURE 3.13 – Comparaison entre distribution originale "Reference" ($c_{11} = 226 \text{ GPa}$, $c_{12} = 140 \text{ GPa}$, $c_{44} = 116 \text{ GPa}$) et numérique "Inversion" obtenu à partir de la moyenne des résultats d'optimisation de la Table 3.3 ($c_{11} = 221,6 \text{ GPa}$, $c_{12} = 133,6 \text{ GPa}$, $c_{44} = 113,8 \text{ GPa}$).

3.3.3 Inversion sur données expérimentales

Échantillon 1

Dans la discussion suivante sont présentés les résultats obtenus lors de l'application de la procédure d'inversion sur des données expérimentales. La Figure 3.14 présente la distribution brute obtenue après mesures sur l'échantillon P1 à petits grains. L'échantillon a été balayé en 1000 différentes positions de sa surface qui ont permis d'évaluer 850 valeurs de vitesse de propagation d'onde de surface. La perte d'information (15%) est due à une mauvaise qualité de signal et des problèmes de distinction des différentes composantes mesurées.

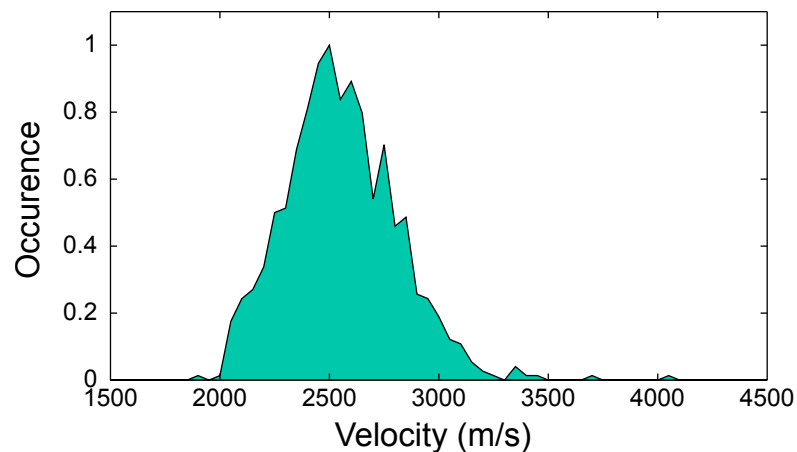


FIGURE 3.14 – Distribution obtenue après mesures de vitesses locales d'onde de surface dans un échantillon d'acier austénitique à petits grains.

Afin de vérifier l'existence d'un unique jeu de paramètres élastiques en solution d'une distribution de vitesse dans le cas réel de mesures expérimentales soumises à différents facteurs d'erreur, la Fig.3.15 montre la valeur de la fonction coût entre un histogramme test calculé à partir d'un jeu de constantes correspondant à ses coordonnées dans l'espace et une distribution de référence. La distribution de référence est celle présentée sur la Fig.3.14 obtenue à partir d'un jeu de 850 vitesses mesurées expérimentalement à la surface d'un échantillon d'acier austénitique.

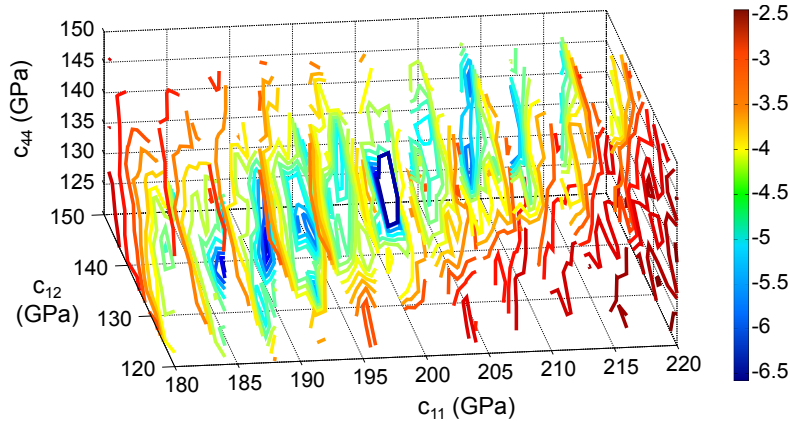


FIGURE 3.15 – Logarithme de la valeur de la fonction coût CF comparant la distribution de référence du fer présenté sur la Fig.3.3 et des distributions test (obtenue avec différentes constantes élastiques) représenté dans l'espace 3D des constantes élastiques (c_{11} , c_{12} , c_{44}) avec une résolution de 4 GPa. La visualisation repose sur une représentation des isovaleurs de la fonction coût dans chaque plan à c_{11} constant.

La zone d'erreur minimale est plus étalée dans l'espace 3D que dans le cas théorique présenté en Fig.3.12. Ceci peut être expliqué par l'ensemble des facteurs d'erreur comme présenté en section 3.2. Néanmoins, un unique minimum d'erreur est identifié et correspond au jeu de paramètres ($c_{11} = 200$ GPa, $c_{12} = 136$ GPa, $c_{44} = 132$ GPa). Ceci est proche des résultats d'une étude récente [7] utilisant un échantillon acier austénitique de composition ($Fe_{62}Cr_{18.5}Ni_{18.5}$) et possédant des constantes élastiques estimées à ($c_{11} = 200,4$ GPa, $c_{12} = 129,3$ GPa, $c_{44} = 125,8$ GPa). Le jeu de paramètres avec le minimum d'erreur montre un bon accord avec ces valeurs.

La procédure d'inversion est à présent modifiée pour prendre en compte une possible erreur expérimentale sur la détermination des vitesses. Il est supposé qu'une estimation raisonnable du taux d'erreur est de $\pm 5\%$ sur les vitesses mesurées. Les résultats de cinq exécutions du processus sont présentés dans la Table 3.4.

En prenant la valeur moyenne des constantes élastiques de la Table 3.4 obtenue après inversion et le jeu de paramètres tiré de la littérature [7], les distributions présentées en Fig. 3.16 sont obtenues.

	c_{11} (GPa)	c_{12} (GPa)	c_{44} (GPa)
Param. entrée	200	120	100
OPTIM1	196,90	136,05	134,46
OPTIM2	198,31	137,24	140,60
OPTIM3	190,64	128,99	116,93
OPTIM4	189,51	126,30	121,77
OPTIM5	188,03	127,95	117,91
Moyenne	192,7	131,3	126,3

TABLE 3.4 – Résultats des inversions de la distribution expérimentale de vitesse de l'acier austénitique.

Afin de comparer des résultats dans les mêmes conditions, les vitesses utilisées pour obtenir les distributions de Fig.3.16 ont été altérées afin de simuler une erreur expérimentale de $\pm 5\%$. Les lignes "Inversion" et "Littérature" correspondent aux distributions moyennes de 1000 distributions de 850 valeurs chacune avec les paramètres ($c_{11} = 192,7$ GPa, $c_{12} = 131,3$ GPa, $c_{44} = 126,3$ GPa) et ($c_{11} = 200,4$ GPa, $c_{12} = 129,3$ GPa, $c_{44} = 125,8$ GPa), respectivement. La bande colorée autour des distributions moyennes représente l'écart type du jeu de 1000 distributions de 850 valeurs considéré. La Figure 3.16 montre que même avec une quantité restreinte de valeurs de vitesse, les distributions numériques et expérimentales peuvent être retrouvées avec la procédure d'inversion. Il est aussi remarqué que les constantes élastiques montrent un bon accord avec celles de la littérature [7].

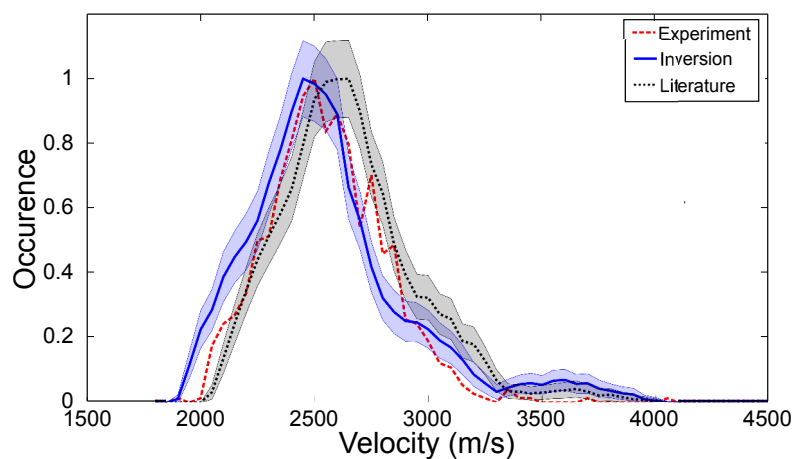


FIGURE 3.16 – Comparaison des distributions expérimentales (tirets rouges), résultats d'inversion, de la littérature et leur écart type respectif traduisant les variations impliqués par un nombre de vitesses limitées.

Échantillon 2

Pour compléter les résultats reposant sur l'utilisation de distributions de vitesse pour l'évaluation des propriétés élastiques, un deuxième échantillon d'acier austénitique de composition chimique identique présentant des grains de dimensions légèrement supérieures ($88 - 250\mu m$) est étudié. La mesure est composée de 1000 acquisitions locales de temps de vol d'onde donnant la distribution sur la Figure 3.17 comparant les distributions expérimentales dans les deux échantillons.

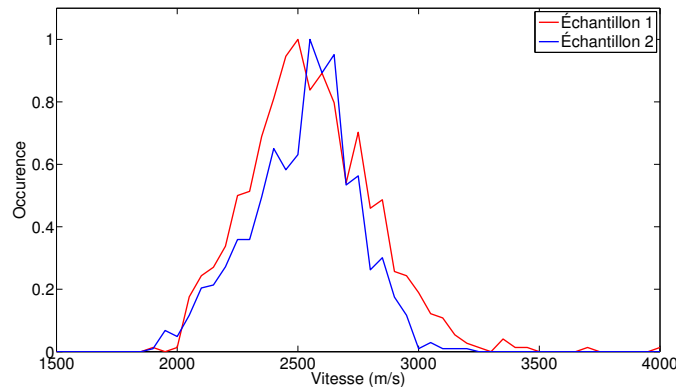


FIGURE 3.17 – Comparaison des distributions expérimentales obtenues dans les deux échantillons.

La Table 3.5 présente les résultats de l'évaluation des constantes élastiques obtenues par le programme d'inversion montrant une estimation des paramètres similaires dans les deux cas à l'exception de c_{44} (échantillon 1 : $c_{11} = 192.7 \text{ GPa}$, $c_{12} = 131.3 \text{ GPa}$, $c_{44} = 126.3 \text{ GPa}$, échantillon 2 : $c_{11} = 193,9 \text{ GPa}$, $c_{12} = 131.2 \text{ GPa}$, $c_{44} = 99.7 \text{ GPa}$). Cette comparaison permet de mettre en évidence certaines limitations de la méthode. Si l'on observe les distributions expérimentales on peut voir que celle du deuxième échantillon ne présente pas autant la "queue" typique attendue pour une distribution d'onde de surface. Cette information est difficile à obtenir expérimentalement et induit alors une détérioration des résultats.

Cette interprétation est soutenue par les distributions présentées en Figure 3.18 qui présentent les distributions théoriques correspondant aux résultats des inversions pour les deux échantillons. Une vitesse minimale identique est identifiée, le pic principal est légèrement décalé comme attendu par les distributions expérimentales. La principale différence réside dans la queue raccourcie qui montre une différence d'environ 500 m/s sur la vitesse maximale. Ceci s'explique notamment par des grains plus grands qui impliquent une détérioration de la statistique de mesure résultant en une distribution moins complète et permet de démontrer que cette section des distributions contient de l'information déterminante pour l'évaluation de c_{44} . La procédure d'inversion n'est donc pas remise en question mais l'importance d'une bonne statistique de mesure est souligné si l'on souhaite obtenir des distributions expérimentales complètes.

	c_{11} (GPa)	c_{12} (GPa)	c_{44} (GPa)
Param. entrée	200	120	100
OPTIM1	193,91	132,59	101,75
OPTIM2	194,49	132,17	96,94
OPTIM3	193,22	129,26	104,27
OPTIM4	194,54	131,14	97,91
OPTIM5	191,96	129,10	101,52
Moyenne	193,9	131,2	99,7

TABLE 3.5 – Résultats des inversions de la distribution expérimentale de vitesse de l'échantillon 2 d'acier austénitique.

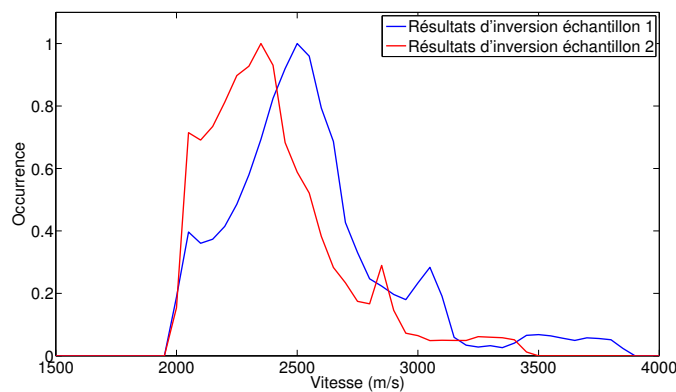


FIGURE 3.18 – Comparaison des distributions numériques obtenues à partir des constantes élastiques données par la procédure d'inversion dans les deux échantillons.

3.4 Conclusion

Les aciers austénitiques sont à l'origine de nombreux enjeux dans des considérations de CND, grandement dû à leur utilisation fréquente comme matériau de base dans l'industrie. La méthode d'évaluation des constantes élastiques d'un échantillon polycristallin proposée ici repose sur l'étude des multiples vitesses de propagation d'onde de surface mesurées par le système tout optique. Pour cela, la surface de l'échantillon est balayée et les vitesses locales mesurées sont analysées sous la forme de distributions.

Si un échantillon est composé d'une seule phase de grains orientés aléatoirement, les vitesses locales sont équivalentes aux vitesses des différentes orientations d'un unique cristal. La distribution de vitesse est considérée comme une signature des propriétés élastiques du matériau. L'enveloppe des distributions comporte différentes informations et est utilisée efficacement dans le cadre d'une procédure d'inversion. Différents facteurs détaillés peuvent détériorer les résultats, notamment expérimentalement.

Le principal attrait de cette approche est de pouvoir utiliser les distributions de vitesse combinées avec un programme d'inversion pour évaluer les constantes élastiques d'un polycristal avec grains orientés aléatoirement. Par la suite, l'utilisation des distributions de vitesses est utilisé pour étudier des matériaux texturés afin d'exploiter plus précisément les variations de vitesse de propagation induites par l'anisotropie élastique.

Les résultats obtenus sont encourageant pour une implémentation *in situ*. Il est important néanmoins de pouvoir tester l'approche à d'autres échantillons et notamment d'améliorer la procédure d'inversion. Le but étant de minimiser les temps de calcul et d'accélérer la convergence des résultats. La première amélioration possible serait d'utiliser de façon complémentaire les composantes d'ondes longitudinales rampantes non exploitées sur les signaux temporels à cause des difficultés de pointages de cette composante. Une approche de type Monte-Carlo permettrait aussi d'éliminer les problèmes de choix de paramètres initiaux et l'approche de distribution par Kernel peut accélérer la convergence vers la solution.

Une approche similaire pourrait être étendue aux autres types d'ondes non dispersives sensibles à l'anisotropie élastique comme les ondes de volumes dans des cristaux, pour une application pour les cellules à enclume de diamant par exemple.

Bibliographie

- [1] W. Li, S.D. Sharples, R.J. Smith, M. Clark, and M.G. Somekh. Determination of crystallographic orientation of large grain metals with surface acoustic waves. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 132(2) :738, 2012.
- [2] F. Reverdy and B. Audoin. Elastic constants determination of anisotropic materials from phase velocities of acoustic waves generated and detected by lasers. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 109(5) :1965–1972, May 2001.
- [3] G.W. Farnell. Properties of Elastic Surface Waves. In *Physical Acoustics*, volume 6, pages 109–166. Elsevier, 1970.
- [4] D. Royer and E. Dieulesaint. *Ondes élastiques dans les solides*. Masson, Paris, 1996.
- [5] J.-D. Aussel and J.-P. Monchalain. Precision laser-ultrasonic velocity measurement and elastic constant determination. *Ultrasonics*, 27(3) :165–177, May 1989.
- [6] M. Destrade. The explicit secular equation for surface acoustic waves in monoclinic elastic crystals. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 109(4) :1398–1402, April 2001.
- [7] K. Benyelloul and H. Aourag. Elastic constants of austenitic stainless steel : Investigation by the first-principles calculations and the artificial neural network approach. *Computational Materials Science*, 67 :353–358, February 2013.

Chapitre 4

Aciers austéno-ferritiques

4.1 Préambule

Les aciers biphasés, comme introduit dans le chapitre 1, sont une forme complexe d'acier composé de larges cellules ou macrograins eux-même formés de sous structures cristallines biphasées orientées. Le comportement physique d'un échantillon repose donc généralement sur des observations sur plusieurs échelles pour obtenir une caractérisation totale des propriétés du matériau. À l'échelle d'une unique cellule/macrograin, certaines problématiques traitant du comportement mécanique global des aciers biphasés ont déjà été explorées, notamment lors d'études des déformations plastiques d'éprouvettes mises sous contraintes [1]. Aussi, la méthode de diffraction d'électrons rétrodiffusés appliquée à un échantillon soumis à un essai de traction et montre des comportements physiques distincts selon les phases observées [2] soulignant alors les difficultés de l'étude de matériaux biphasés. De manière générale, le comportement mécanique des aciers biphasés est la conséquence du couplage des propriétés de chacune des phases présentes. Par exemple, lors d'une exposition à la chaleur, la phase de ferrite se détériore ce qui engendre une rigidification de l'acier mais le rend plus friable et réduit ses capacités de déformations mécaniques [3].

Cependant, l'utilisation de méthodes acoustiques pour des applications de caractérisation d'aciers biphasés reste plus rare à cause des phénomènes complexes, telle que la rétrodiffusion multiple engendrée par la structure interne polycristalline biphasée et les texturations. De plus, la majorité des travaux déjà effectués sont des études de laboratoire et impliquent généralement la destruction de l'échantillon étudié ce qui va à l'encontre des engagements du CND notamment si l'objectif est de proposer des méthodes efficaces *in situ*. Nous retiendrons néanmoins certains travaux qui ont permis par exemple la quantification de la phase de ferrite présente par analyse des variations de vitesse de propagation d'ultrasons [4]. Aussi, l'utilisation des non-linéarités induites par la présence de multiples interfaces a été utilisée comme un atout pour la détection de précipitation dans un échantillon travaillé thermiquement [5].

Au vu de leurs propriétés physiques couplant les atouts de deux phases cristallines

distinctes, les aciers biphasés se présentent, en comparaison aux autres formes d'acier, comme un matériau préféré pour une utilisation en conditions environnementales difficiles, surtout en termes d'exposition à chaleur. Un des principaux enjeux actuels est donc de suivre l'évolution des propriétés physiques lors d'essais de fatigue par exposition à un champ de température élevé. Dans ces conditions, la mesure de vitesse de propagation et d'atténuation d'ondes de volume ultrasonores en propagation pulse-écho a permis par exemple d'évaluer des variations de paramètres élastiques [6, 7]. Il est noté que cette méthode a aussi été appliquée à une autre forme d'acier polycristallin présentant aussi plusieurs phases cristallines [8]. La propagation d'ondes ultrasonores étant liée aux propriétés mécaniques du milieu a permis de montrer une corrélation entre la rigidité globale d'une pièce et la vitesse de propagation après exposition à des températures allant au delà de 300°C [9]. Aussi la spectroscopie par résonance ultrasonore appliquée à des échantillons fatigués thermiquement a permis d'évaluer les constantes élastiques de la phase de ferrite [10]. Notons que parmi les autres approches ultrasonores, le champ rétrodiffusé peut aussi être utilisé comme un outil d'analyse qui se montre sensible à la présence d'une phase interne de perlite [11].

La critique pouvant être portée sur les études ultrasonores citées précédemment est que la plupart partent de l'hypothèse de considérer l'échantillon dans son ensemble assimilant la structure polycristalline à un milieu homogène. Ce postulat de départ peut être contesté par le fait que les deux phases présentes ne subissent *a priori* pas les mêmes déformations lorsqu'elles sont soumises à des efforts mécaniques et n'ont donc pas la même réponse à des sollicitations acoustiques. L'anisotropie individuelle des phases n'est jamais étudiée séparément même si l'évaluation des paramètres élastiques dans une unique phase est possible par diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) permettant par exemple de caractériser la phase d'austénite [12]. De plus, les applications comme citées précédemment se concentrent sur le cas d'acier biphasique composé d'une seule et large cellule. Il ne s'attache jamais, dans l'état des recherches bibliographiques actuelles, à l'étude d'acier moulés présentant un ensemble de cellules orientées qui vont combiner les propriétés des aciers biphasiques avec celles de polycristaux.

L'étude des propriétés mécaniques d'acier moulé, plus spécifiquement de l'élasticité par méthodes acoustiques, s'avère donc être un large domaine d'étude à explorer. Ceci passe par la nécessité de proposer une méthode d'inspection non destructive plus précise spatialement que les méthodes pulse écho traditionnelles et moins contraignante expérimentalement que les méthodes par diffraction d'électron par exemple. C'est ici que les ultrasons lasers trouvent leur place en permettant de travailler à des échelles réduites par rapport aux méthodes avec transducteur qui de plus nécessitent l'utilisation de couplant et impliquent parfois la destruction des pièces étudiées.

Dans ce chapitre sont détaillés les objectifs et enjeux de la problématique des aciers moulés. Une utilisation spécifique du setup pompe-sonde est proposée permettant l'acquisition de cartographies en vitesse de propagation d'onde de surface pour l'identification des sous-structures internes. L'analyse des résultats expérimentaux est complétée par une étude des limitations de la méthode. Les données acquises par les cartographies sont en-

suite étudiées pour caractériser l'élasticité et propriétés physiques de l'échantillon étudié.

4.2 Objectifs

L'éprouvette d'acier moulé étudiée par la suite comporte un agencement complexe de cellules biphasées d'orientations cristallines différentes comme présenté sur la Figure 4.1. Ces mêmes macrograins, de taille variable, sont *a priori* composés d'un ensemble de sous-structures se présentant sous la forme de colonies de dendrites de ferrite de différentes orientations. La Figure 4.2 présente une micrographie de la zone d'intérêt de la surface de l'échantillon retenue. Le choix de cette zone précise est du au fait que la structure cristalline est clairement identifiable, même à l'œil nu, permettant d'avoir un point de comparaison pour la suite du travail. La micrographie de la Figure 4.2 est obtenue en utilisant un éclairage provenant du côté de l'échantillon. Les différentes orientations cristallines réfléchissent la lumière de façon différente et permettent de délimiter les interfaces cristallines complexes entre macrograins. En opposition avec un polycristal tel que l'acier austénitique, les interfaces cristallines ne peuvent pas ici être simplement approchées par des formes polygonales simples mais se présentent sous formes irrégulières.

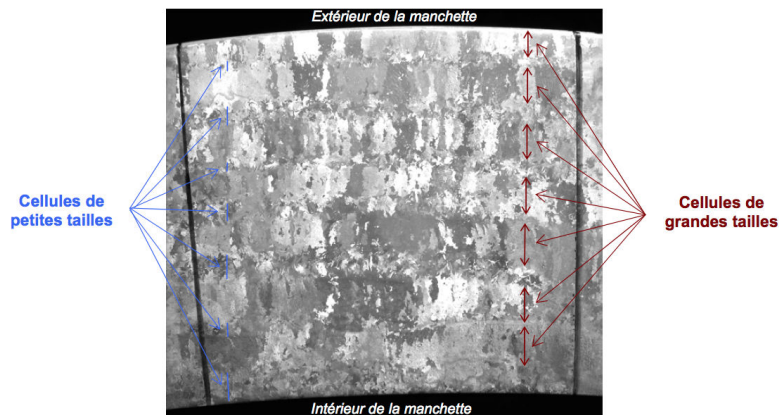


FIGURE 4.1 – Micrographie de la surface d'un large échantillon d'acier moulé.

Dans le cas présent, la taille caractéristique moyenne des macrograins (quasi centimétrique) excède largement les dimensions typiques expérimentales atteignable avec notre montage qui sont de l'ordre de quelques dizaines de microns de distance de propagation et des balayages linéaires sur quelques millimètres à la fois. Dans l'état actuel des capacités expérimentales il n'est pas envisageable de travailler sur plusieurs macrograins efficacement. Une application comme proposé dans le chapitre 3 consistant en la mesure de vitesse de propagation effective dans chaque macrograin pour l'obtention de distribution représentatives de l'ensemble de l'échantillon est limitée par les longueurs d'ondes et puissances laser expérimentales qui ne permettent pas la propagation des ondes élastiques sur des distances supérieures à une centaine de microns. Il faudrait pour cela utiliser un

second dispositif expérimental avec des lasers plus puissants et à une échelle temporelle de l'ordre de la dizaine de nanosecondes (10-20 ns) en durée d'impulsion. Aussi, le système expérimental sub-nanoseconde actuel ne permet pas d'étudier des surfaces de plus que quelques millimètres carrés à la fois. Au delà, il est difficile de conserver des conditions expérimentales d'alignement et de focalisation optimales permettant une acquisition de données automatique. Néanmoins, il est possible avec les ultrasons lasers d'étudier la propagation d'ondes élastiques en différents endroits dans un même macrograin et d'observer l'impact sur l'élasticité locale des possibles sous-structures, texturations, voire de distinguer l'influence de chacune des phases présentes sur l'élasticité locale.

Il est donc proposé d'utiliser une méthode ultrasons laser afin de mettre en évidence et quantifier les variations de propriétés morphologiques, et élastiques provenant de l'anisotropie et des orientations cristallines variables entre macrograins voisins et au cœur de ces mêmes grains. La possible présence de colonies (sous-structures locales présentes sous la forme de groupe de cristaux orientés), morphologies spécifiques et dimensions variables des structures implique d'éventuelles variations locales de l'élasticité dans un unique macrograin et donc de la vitesse de propagation d'ondes élastiques. Afin de mettre en évidence ces phénomènes, le balayage local de la surface de l'échantillon se propose comme une bonne option pour quantifier les variations de propriétés physiques. L'intérêt de cette approche s'oriente vers un apport en précision spatiale en comparaison avec les méthodes ultrasons traditionnelles qui considèrent généralement un échantillon en entier, négligeant la complexité morphologique en réduisant parfois la structure polycristalline à un milieu effectif homogène.

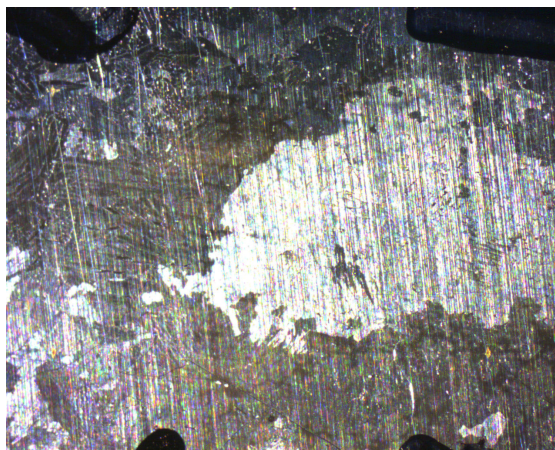


FIGURE 4.2 – Micrographie d'une zone de la surface de l'échantillon d'acier moulé. Les tâches noires en périphérie sont des marques de crayon repérant la zone d'intérêt.

4.3 Cartographie en vitesse d'onde de surface

4.3.1 Détails expérimentaux

La Figure 4.3 montre une composition issue d'une série de clichés obtenus par microscope optique. Cette image permet d'identifier précisément l'interface entre les deux macrograins. Par souci de clarté, le macrograin supérieur sera par la suite désigné par **Z1**, le second grain inférieur, plus foncé, présent sur la moitié inférieure sera nommé **Z2**. Cette figure renseigne principalement sur les dimensions et positions relatives des macrograins mais permet tout de même de noter la présence de variations locales de l'état de surface au sein d'un unique macrograin, notamment une texture marquée dans le macrograin **Z2**. Cette même zone est présentée par le zoom avec inversion des couleurs à droite sur la Figure 4.3 mettant en évidence des grains de forme allongée dans le sens vertical de l'image. Cette même région du macrograin **Z2** sera désignée par **Z3** par la suite.

Toutes ces informations ne peuvent cependant être obtenues qu'à la suite d'une attaque chimique de la surface de l'échantillon révélant la structure polycristalline. Ce procédé n'est généralement pas réalisable lors d'une application *in situ* et ces images sont purement informatives sur la morphologie (dimensions et interfaces) des grains présents, même si leurs orientations pourraient être étudiées à partir de la polarisation de la lumière réfléchie.

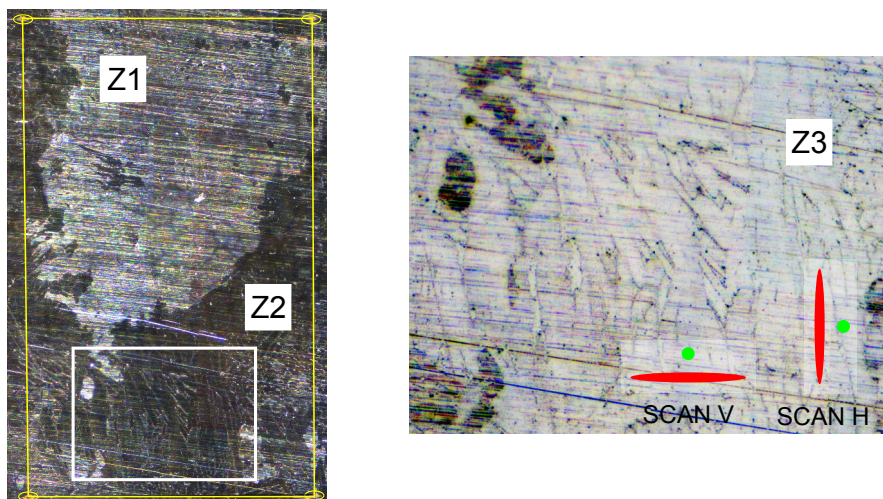


FIGURE 4.3 – Micrographie détaillée de la zone de la surface de l'échantillon d'acier moulé scannée recomposée à partir d'une série de micrographies. Les ellipses entourent les coins de la zone rectangulaire étudiée.

L'application présentée dans le chapitre 3 a montré l'efficacité de la méthode ultrasons laser pour accéder à une quantification des variations de vitesses de propagation d'onde de surface liées à l'anisotropie du matériau. Cette approche permet d'évaluer par la suite les constantes élastiques des cristaux composant un échantillon polycristallin. Cependant, il est impossible ici d'envisager de scanner un large groupe de macrograins sans avoir

une expérience de trop longue durée ou de changer de montage expérimental. Il est alors proposé par l'implémentation de deux platines de déplacement contrôlées par ordinateur de scanner précisément une zone localisée de la surface de l'échantillon d'une surface de quelques millimètres carrés. La manipulation consiste, en gardant des conditions expérimentales identiques sur la distance de propagation, les dimensions de spots, et puissances de laser, à propager des ondes de surface en différentes localisations dans un même macro-grain dans l'objectif d'identifier de possibles inhomogénéités élastiques dues à la structure biphasée. L'échantillon présenté en Figure 4.3 a été scanné deux fois sur une surface identique de $5 \times 3\text{mm}$ avec un pas de déplacement de $50\mu\text{m}$ dans chaque direction du plan de la surface. La direction de propagation des ondes est dans un premier temps colinéaire avec la longueur de la zone scannée (SCAN V) puis avec la largeur (SCAN H) comme montré par les encarts en Figure 4.3.

À la suite du premier balayage (SCAN V), la zone exacte scannée est repérée grâce aux marquage des quatre coins de la zone de surface étudiée. La procédure exacte de cette manipulation est de ramener le spot source sur le point de détection afin que les rayons lasers soient coïncidents. La surface du matériau est ensuite localement endommagée en augmentant la puissance de la pompe jusqu'à ablation de la surface. Le déroulement de la manipulation est suivi en temps réel par contrôle du signal de sonde en ce point (affiché sur oscilloscope) montrant une perte totale de signal lorsque la zone est endommagée. La Figure 4.3 montre cette zone avec les quatre points brûlés après mesures (visible sous la forme de courtes lignes jaune horizontales entourées pour la visibilité) repérant les coins de la surface. Cette étape nous permet par la suite de corrélérer directement les résultats des mesures avec leur localisation sur la surface apparente de l'échantillon.

Le pointage du temps de vol des ondes de surface locales sur chaque signal en chaque point de la surface scannée dans les deux configuration respectives de mesure (SCAN V et SCAN H) permet d'obtenir l'image présenté en Figure 4.4. La représentation est choisie de telle sorte que la couleur de chaque pixel est représentative de la vitesse locale de l'onde de surface en ce point de la surface scannée. La figure finale est donc une cartographie en vitesse de propagation d'onde de surface proche dans l'idée des résultats obtenus avec la méthode SRAS [13]. La principale différence réside sur la méthode expérimentale de génération de l'onde de surface. Pour cela dans le cas de la méthode SRAS, la source laser impulsionnelle est projetée sous la forme de franges à la surface de l'échantillon. En mesurant les fréquences des ondes générées et connaissant la période spatiale du peigne, la vitesse des ondes est directement déduite [14]. La résolution des cartographies proposées est de 400 microns soit plus de 8 fois inférieure à la résolution choisie ici mais la méthode SRAS semble plus efficace pour scanner de larges surfaces. Dans notre cas, l'acquisition d'une image représentative d'une surface de 15mm^2 nécessite un temps de mesure d'environ $20h$ sans besoin de contrôle de l'expérimentateur une fois la mesure débutée. La principale difficulté rencontré est due au traitement des signaux qui dans le cas des aciers biphasés ne permet pas un traitement automatique de l'ensemble des signaux. En effet, la présence d'échos et d'autres artefacts dus à la structure complexe du matériau ne permet pas de pointer automatiquement le temps de vol de l'onde de surface, nécessitant alors un

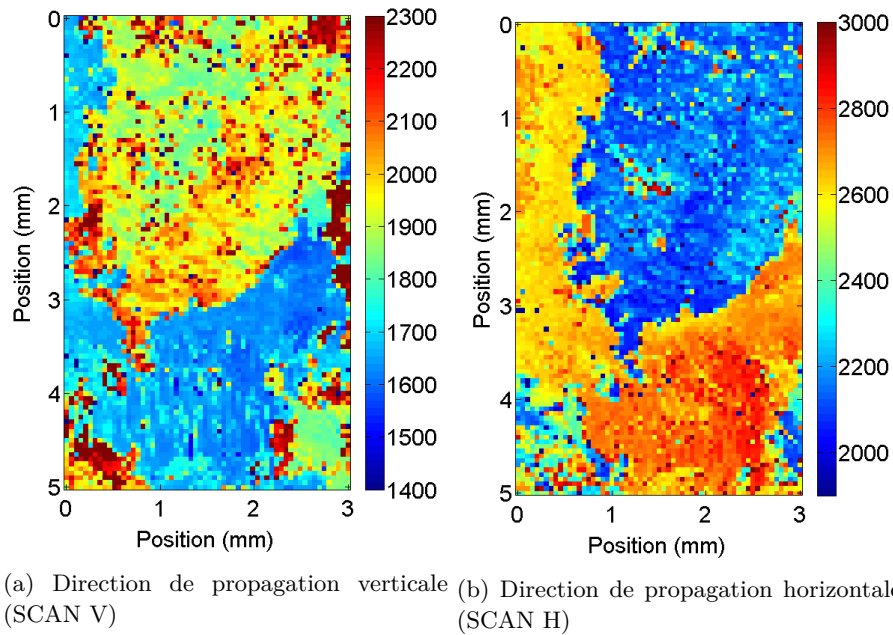


FIGURE 4.4 – Résultats des cartographies dans les configurations SCAN V et SCAN H (gauche et droite resp.). Chaque pixel d'une image est représentatif de la vitesse de l'onde de surface en ce point de l'espace.

traitement manuel.

4.3.2 Détection d'interfaces cristallines

L'acquisition de données sous la forme de cartographie en vitesse de propagation pour l'étude de matériaux polycristallins (et par association de tout matériau polycristallin) permet plusieurs pistes d'exploitation. La première approche proposée ici est d'identifier les positions à la surface de l'échantillon des fortes variations de vitesses de propagations dues principalement aux changements de macrograin. La zone de l'échantillon scannée montre une facilité de traitement sur ce point grâce à la forte différence de propriétés apparentes entre les deux principaux macrograins présents. Les zones de vitesse homogène sont délimitées graphiquement par les changements de coloration sur l'image. Concrètement, les fortes variations d'amplitude de vitesse se traduisant graphiquement par des changements de coloration des pixels ne suivant pas les variations de l'axe de référence sont repérées. Ceci permet donc d'isoler les zones de vitesse homogènes mais aussi de mettre en évidence la présence de texturations locales. Ce traitement est appliqué aux données de la configuration SCAN V et donne les délimitations en noir sur la Figure 4.5 (b). Ce même calque d'interfaces est superposé à la micrographie originale à droite en utilisant les marques faites sur la surface comme repère.

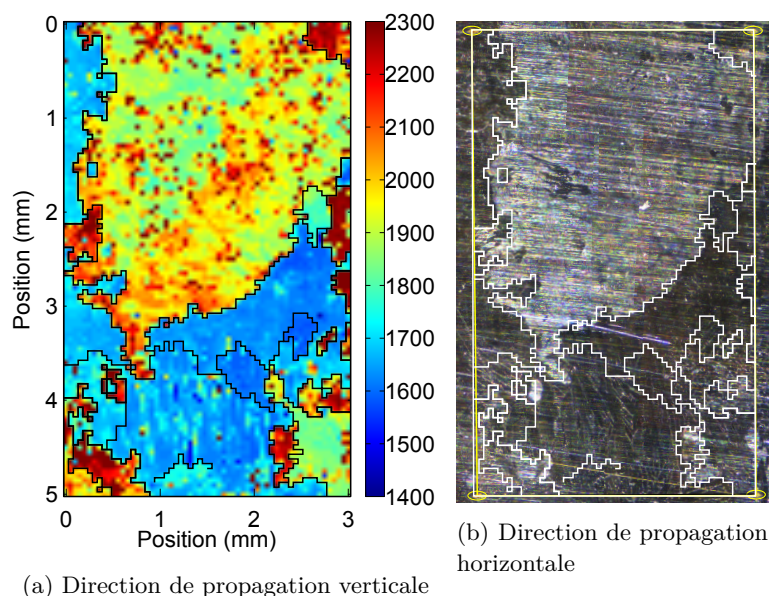


FIGURE 4.5 – Détection de frontière sur cartographie (a) et superposition sur micrographie de la zone correspondante (b).

Cette simple approche permet de confirmer un des intérêts de la méthode expérimentale par sa sensibilité à l'anisotropie élastique pour la détection de forme et dimensions de grains. La Figure 4.5 montre que les interfaces entre les macrograins **Z1** et **Z2** sont facilement retrouvées grâce aux variations nettes de vitesse avec une bonne précision spatiale. La résolution des cartographies peut potentiellement être augmentée pour obtenir des images plus précises du matériau, ce point est discuté en section 4.5. Par ailleurs, certains pixels de la Figure 4.4 ressortent en présentant des vitesses ponctuelles extrêmes contraires aux variations locales. Ces points ne sont pas physiquement significatifs mais sont une conséquence directe du traitement des signaux temporels résultant en des artefacts lors de signaux de mauvaise qualité dus en grande partie à une mauvaise qualité optique de la surface ne permettant pas une bonne réflexion du rayon sonde diminuant ainsi le rapport signal sur bruit. En effet, la surface de l'échantillon n'a pas été polie après attaque chimique pour conserver la structuration apparente.

En analysant plus précisément les variations locales de vitesses au cœur des macrograins **Z1** et **Z2**, il ressort dans un premier temps que le macrograin **Z1** ne montre aucune structuration nette identifiable. Quelques zones localisées en périphérie présentent des vitesses élevées mais les variations internes sont plutôt progressives entre 1800 et 2500 m/s . À l'inverse, le macrograin **Z2** présente une structure globale plus complexe permettant de délimiter différentes zones internes à faible variation de vitesse. L'étalement principal des valeurs de vitesse locales dans le macrograin **Z2** est contenu dans l'intervalle $[1600 : 1700] m/s$. Parmi ces zones, la région **Z3** introduite précédemment est remarquable par le fait que la coloration apparaît sous forme de bandes verticales pour la configuration

SCAN V correspondant morphologiquement à la zone observée sur la micrographie pour laquelle une texturation verticale des cristaux est présente.

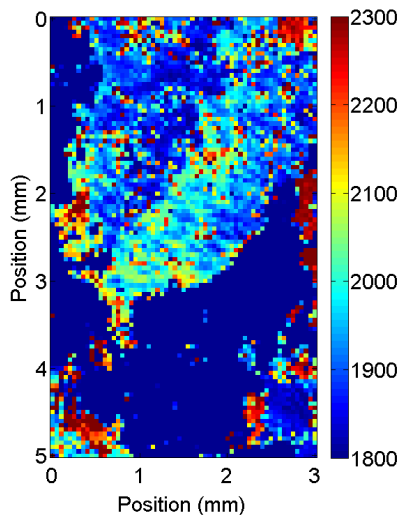


FIGURE 4.6 – Cartographie recentrée sur une plage 1800 – 2300m/s.

En modifiant les paramètres de la représentation de l'amplitude de couleur de la cartographie afin de recentrer sur une plage de vitesse plus représentative du macrograin **Z1** (1800 – 2300m/s), il est possible de tronquer une partie des données et de faire ressortir les variations locales de propriétés. Le macrograin **Z1** est donc composé de deux bandes distinctes de vitesse différentes divisant le macrograin selon sa diagonale.

Le balayage d'une zone de la surface de l'échantillon met donc en évidence qualitativement différentes zones présentant des vitesses différentes et donc des propriétés distinctes (**Z1** et **Z2**). Aussi, des sous structures possédant des propriétés homogènes avec une amplitude de variation d'un ordre inférieur. Les larges cellules sont dès à présent identifiées comme des combinaisons de sous structures cohérentes mais légèrement différentes. L'intérêt principal suivant est donc d'extraire des paramètres physiques plus précis à partir des valeurs de vitesse de propagation obtenues.

La section suivante s'attache à détailler les interprétations obtenues à propos de l'élasticité locale à partir des données des cartographies en vitesse d'onde de surface. Les variations de vitesse de propagation d'onde de surface mesurées par la méthode ultrasons laser permettent d'obtenir des cartographies détaillées traduisant les variations de propriétés élastiques locales de l'échantillon comme montré par la Figure 4.4. Le but est d'exploiter les ondes de surface dont les propriétés sont la résultante d'un comportement élastique complexe sensible à la fois aux capacités en compression et cisaillement du matériau ouvrant la possibilité à une caractérisation globale de l'élasticité locale. La distinction des phases d'austénite et ferrite avec précision n'est de toute vraisemblance pas atteignable dans un

premier temps. La distance de propagation des ondes induite par le système expérimental actuel excèdent *a priori* celle des cristaux présents. Notamment, dans l'échantillon étudié le taux moyen de ferrite est minoritaire avec des valeurs d'environ 7% dans les grandes cellules et 13% dans les plus petites (information extraite de rapport technique). Ceci implique donc que la majorité des mesures correspond à la propagation d'onde dans les grains d'austénite. Cependant dans l'objectif d'extraire des paramètres morphologiques et élastiques, plusieurs approches sont proposées par la suite.

4.3.3 Détails et interprétation des cartographies

Avant d'analyser précisément les données numériques contenues dans les cartographies présentées en Figure 4.4 sous la forme de distributions de vitesse, la discussion est recentrée sur l'interprétation des variations locales de vitesse et les différences de résultats entre les deux configurations SCAN V et SCAN H. Il est avant tout important de noter un décalage horizontal d'environ 0,5 mm entre les deux images. Ceci est dû au fait que pour obtenir la deuxième cartographie (SCAN H), l'échantillon a du être ôté de son support et tourné afin de pouvoir propager les ondes dans une direction perpendiculaire à la disposition SCAN V. La rotation des spots lasers était envisageable, notamment par rotation de la lentille cylindrique dans son support, mais ne garantissait pas non plus de repositionner les lasers exactement au mêmes coordonnées à la surface de l'échantillon et supposait la répétition de réglages fastidieux. En conséquence, la zone étudiée était alors en léger décalage avec la zone originale ; les marques à la surface de l'échantillon ont été utilisées afin de minimiser les différences du montage expérimental entre les deux configurations.

Il est raisonnable de considérer que l'allure des cartographies est globalement similaire dans les deux configurations, les contrastes de vitesse permettent de détecter nettement les deux macrograins **Z1** et **Z2**. Ceci permettant de valider la stabilité de la méthode expérimentale pour identifier la dimension des macrograins. L'intérêt principal est alors porté sur les variations locales de vitesse dans chaque macrograin. Pour cela il est nécessaire de préciser l'ensemble des paramètres expérimentaux entrant en jeu dans les interprétations. Considérons D la distance de propagation des ondes, dans le cas de grains étirés avec d_l et d_L la largeur et longueur respective des grains, θ l'angle traduisant la désorientation des grains dans le plan avec des grains allongés verticalement dans le cas de $\theta = 0$.

Zone **Z3** - Texturation apparente

Les cartographies montrent que le comportement de la zone **Z3** ressort par les variations observées en fonction de la direction de propagation. Lors de la configuration SCAN V, une texturation est observée sous la forme de bande verticales à vitesse constante. Cette aspect disparaît complètement dans la configuration SCAN H, même si la zone est toujours identifiable par la différence locale de vitesse comparée au reste du macrograin. Le fait de mesurer des vitesses de propagation identiques sur plusieurs points de scan continu est la conséquence de mesures en différents points d'un unique grain. Il est donc raisonnable

de supposer que la mesure SCAN V confirme la présence de grains allongés positionnés avec $\theta = 0$. De plus, comme cet aspect de bande verticales disparaît complètement dans la configuration SCAN H, on peut prédire que $D > d_l$ dans cette zone du macrograin.

Macrograin Z1 - Perte de variations locales

Plusieurs régions localisées en périphérie du macrograin **Z1** présentent dans la configuration SCAN V des vitesses nettement plus élevées que le reste du macrograin. Ces mêmes zones ne sont plus distinguées dans la configuration SCAN H. Sachant que a priori les orientations cristallines sont homogènes dans un macrograin. Ce phénomène de vitesses localisées très différentes peut s'expliquer par les variations de modes se propageant dans les cristaux cubiques. En effet, comme montré par la Figure 2.6 dans certaines orientations, il est possible d'observer un saut dans le temps de vol de l'onde de surface lors du passage d'une onde de type Rayleigh à Pseudo-onde de surface dans le plan (100) d'un cristal cubique. Expliquant alors qu'en présence d'une légère désorientation cristalline, deux vitesses très différentes de propagation peuvent être observées.

La présence de ces zones en périphérie du macrograin **Z1** peut s'expliquer par la désorientation locale pour minimisation des différences de contraintes aux interfaces avec le grain **Z2** expliquant aussi que toutes ces zones présentent des vitesses similaires.

4.3.4 Rayons coïncidents - Élasticité locale et erreur expérimentale

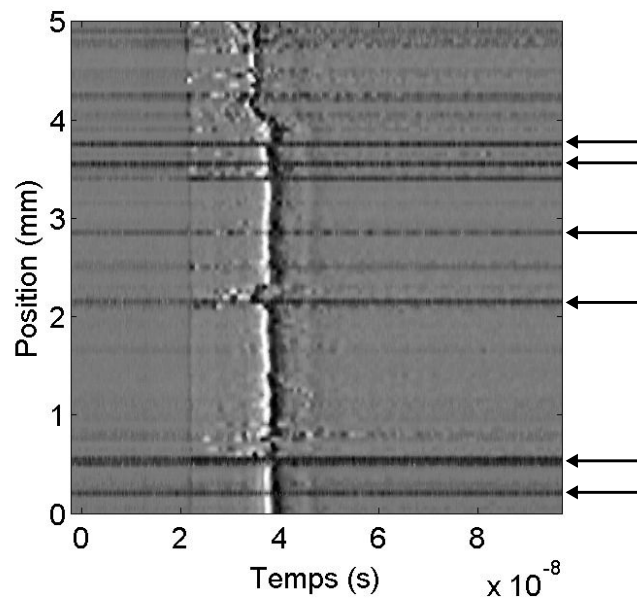


FIGURE 4.7 – Signaux temporels d'un scan linéaire normalisés en amplitude.

Lors de l'acquisition des signaux, des inhomogénéités du rapport signal sur bruit des signaux acoustiques sont observées selon les zones étudiées. La Figure 4.7 met en évidence ce phénomène en représentant l'ensemble des signaux temporels issus d'un scan linéaire (type B SCAN). La propagation des ondes se fait dans le sens de la direction de balayage avec un pas de 50 microns entre chaque mesure pour une distance de propagation de 37,45 microns. La figure finale est la concaténation des signaux en différents points de la surface de l'échantillon où l'abscisse représente l'axe temporel. L'ordonnée représente la position de la mesure sur l'axe de balayage et la coloration est proportionnelle à l'amplitude du signal.

Une certaine quantité de signaux indiqués par les flèches sont fortement bruités et se présentent sous la forme de bandes horizontales noires difficiles à exploiter. Même si la qualité est généralement suffisante pour pointer le temps de vol de l'onde de surface, il est important d'identifier l'origine de la détérioration de la qualité des signaux. Lors du choix du mode de génération des ondes élastiques, l'utilisation d'une source focalisée sous la forme d'une ligne simplifie la problématique de génération d'ondes élastiques en diminuant le nombre de degrés de liberté permettant de générer des ondes planes. Cependant la présence de micro structures peut dégrader la qualité des signaux en ajoutant par exemple des éléments de diffusion acoustique dus aux multiples interfaces rencontrées. Cependant ceci impliquerait la présence d'échos divers et non un bruitage total du signal.

Afin de discriminer si ces observations sont une conséquence directe des inhomogénéités élastiques du matériau face à la génération d'ondes par laser ou dues à d'autres facteurs expérimentaux, il est proposé d'utiliser une configuration expérimentale permettant d'observer l'efficacité de génération des déformations élastiques par une source laser. Pour cela les mêmes points de la surface que pour la disposition SCAN V sont balayés en gardant cette fois-ci les spots lasers coïncidents. Pour cela le spot source est ramené en la position du spot de sonde à la surface du matériau. En effet, lorsque les rayons lasers sont coïncidents à la surface de l'échantillon, la sonde détecte les déformations directement au point de génération. Comme la mesure est synchrone avec la pompe, les déplacements de la surface de l'échantillon sont directement mesurés au point source après chaque pulse de lumière envoyé sur la surface. L'objectif est de se débarrasser des possibles difficultés rencontrées lors de la propagation des ondes dans le milieu biphasique et d'isoler uniquement la composante de génération.

Lorsqu'un pulse lumineux est envoyé sur l'échantillon, la radiation lumineuse est convertie en chaleur puis en dilatation thermique brutale de la surface se présentant sous la forme d'un important pic de déformation de la surface sur les signaux temporels enregistrés. La Figure 4.8 est un exemple de signal temporel acquis par le système expérimental lorsque les rayons lasers sont coïncidents à la surface du matériau. Par la suite les contraintes sont relâchées sous la forme d'ondes divergeant de la source. Sachant que l'austénite et la ferrite sont des matériaux à symétrie cubique, respectivement cubique à face centrée et cubique centrée, ils sont donc isotropes face à une radiation électromagnétique. La différence de réponse suite à l'incidence d'une impulsion lumineuse sera donc principalement d'origine mécanique. Ainsi, l'amplitude du pic temporel observé en ayant les rayons coïncidents est

directement proportionnelle aux capacités locale d'absorption et de conversion énergétique du matériau. Pour simplifier, l'amplitude du pic peut être vu comme un facteur de qualité de génération d'ondes acoustiques et de dilatation thermique locale.

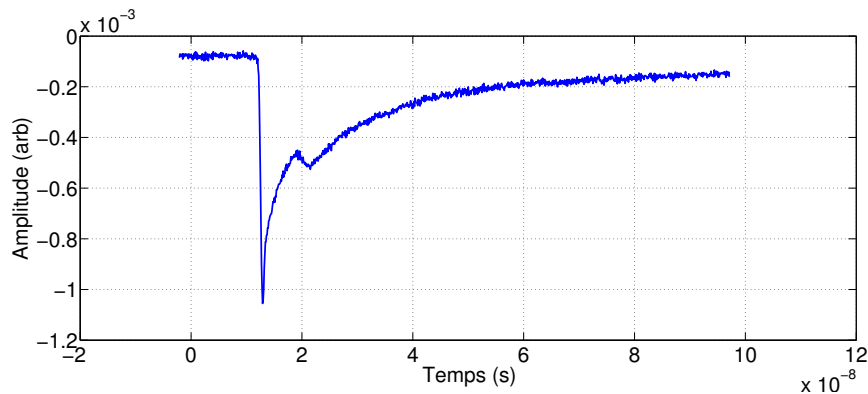


FIGURE 4.8 – Représentation de l'amplitude du premier pic avec les lasers coïncidents.

Afin de visualiser les possibles variations locales de génération d'ondes élastiques, la Figure 4.9 est la représentation en cartographie de l'amplitude relative du premier pic de chaque signal temporel obtenu avec les rayons coïncidents sur la zone identique de l'échantillon présenté en Figure 4.4. La Figure 4.9 montre deux comportements combinés. Une variation lente globale pouvant être traduite par une légère désorientation du plan de la surface de l'échantillon par rapport à l'axe des rayons laser engendrant une déviation de la surface de l'échantillon du plan focal des rayons lasers. Cette thèse est soutenue par le fait que l'amplitude varie continument entre les coins haut gauche et bas droit de l'image traduisant une légère déviation globale du plan de la surface. Néanmoins, aucune corrélation n'est observée avec la morphologie des macrograins **Z1** et **Z2** de la Figure 4.3. Ceci soutient l'hypothèse d'une génération indépendante du macrograin étudié même en présence d'orientations cristallines différentes.

Cependant, la présence d'artéfacts est synonyme qu'un ensemble de mesures présentent un mauvais rapport signal sur bruit. La génération par effet thermo-élastique est a priori peu sensible aux irrégularités de surface, faisant pencher la responsabilité sur le système de détection. L'inspection de l'état de l'échantillon ne montre aucune détérioration apparente de la surface du matériau traduisant une possible ablation de la surface lors des mesures précédentes et la position des micro-rayures en surface ne correspond pas avec celles des artéfacts qui sont répartis sur toute la zone étudiée.

Au vu de la variabilité du rapport signal sur bruit des signaux temporels acquis, il était attendu d'observer une carte en amplitude du premier pic bruitée traduisant une grande variabilité de génération des ondes élastiques. Cependant, aucune forte variation locale (hors artéfacts) n'est observée traduisant une forte variabilité de génération des ondes élastiques. La responsabilité est donc mise sur l'état de surface détériorant la qualité de

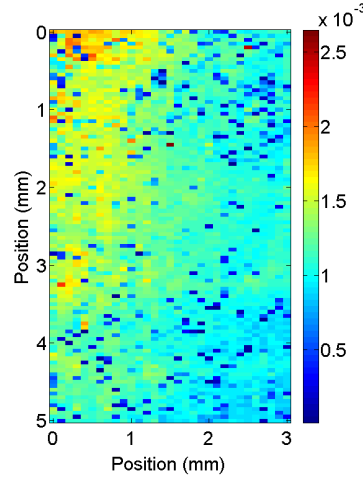


FIGURE 4.9 – Représentation de l’amplitude du premier pic avec les lasers coïncidents.

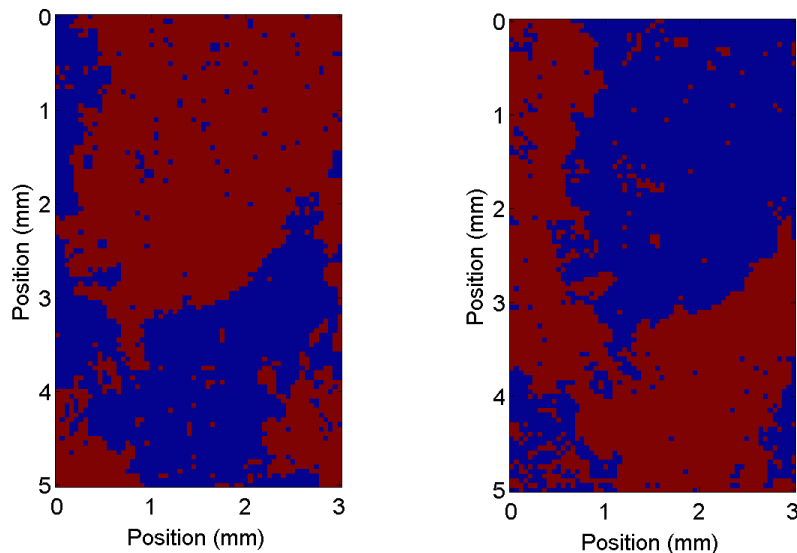
mesure. Cependant, la présence d’artéfacts sur la Figure 4.9 peut dans une moindre mesure être due au matériau lui-même, qui avec une structure interne complexe implique que la propagation d’ondes soit complexe au travers des deux phases. Ces dernières ayant des caractéristiques élastiques différentes sont susceptibles d’induire des variabilités dans la génération locale des ondes élastiques. On retiendra néanmoins que la mesure a permis de mettre en évidence une désorientation du plan de la surface. Il est possible d’imaginer une automatisation des réglages d’alignement de l’échantillon par minimisation de la variation lente d’amplitude du premier pic.

4.4 Propagation en milieu biphasé - Distributions - Prédiction

Afin d’interpréter les données mesurées sous la forme de distributions de vitesse, il est nécessaire de s’attarder sur les conséquences que peuvent avoir les différents paramètres de dimensionnement et d’orientation cristalline sur les distributions de vitesse acquises dans un milieu biphasé. Pour cela, la variable α est introduite permettant de quantifier la proportion volumique apparente des phases sur la distance de propagation D lors d’une acquisition telle que $\alpha = \frac{V_{\phi_1}}{D}$, où V_{ϕ_i} est la portion volumique apparente de la phase ϕ_i . Aussi, dans un premier temps on note d la taille moyenne des grains. Si l’on considère un macrograin dans son ensemble, la proportion de phase totale ou moyenne sera notée Λ . Par exemple, un milieu peut être composé du même volume de deux phases, soit $\Lambda = 0.5$, mais localement la proportion apparente de phase α peut varier. Par la suite le milieu biphasique est étudié sous une forme simplifiée permettant d’introduire par étapes successives les différents paramètres physiques pouvant entrer en jeu.

4.4.1 Distributions de vitesse expérimentales - Analyse séparée des macrograins

Afin de quantifier les variations locales d'élasticité au cœur d'un même macrograin, les données de chaque cartographie présentée en Figure 4.4 sont divisées en deux groupes de valeurs permettant d'obtenir quatre distributions distinctes. Pour cela, le fait que les grains notés précédemment **Z1** et **Z2** montrent des vitesses nettement différentes dans les deux dispositions expérimentales de mesure SCAN V et SCAN H permet de diviser les données en deux groupes avec les vitesses supérieures et inférieures à $1800m/s$ et $2550m/s$ pour SCAN V et SCAN H respectivement. La représentation imagée de cette division arbitraire proposée en Fig 4.10 sous la forme de cartographies binaires montre que cette approximation est valide pour distinguer automatiquement les deux macrograins. En particulier, les similarités de forme entre les différentes aires identifiées confirment que les mêmes interfaces sont retrouvées dans les deux dispositions expérimentales.



(a) Direction de propagation verticale. (b) Direction de propagation horizontale.

FIGURE 4.10 – Micrographies "binarisées" de la surface de l'échantillon d'acier biphasé.

Cette séparation permet de diviser efficacement les tables de données afin d'étudier les variations de vitesse traduisant des changements de propriétés dans chaque macrograin selon la direction de propagation des ondes. La Figure 4.11 représente les distributions de vitesse d'onde de surface dans la zone **Z1** pour la disposition SCAN V et SCAN H respectivement. De même, la Figure 4.12 représente les distributions de vitesse d'onde de surface dans la zone **Z2** pour la disposition SCAN V et SCAN H.

Les distributions de vitesse obtenues dans les deux configurations expérimentales et pour chaque macrograin permettent d'accéder à des informations importantes sur l'ani-

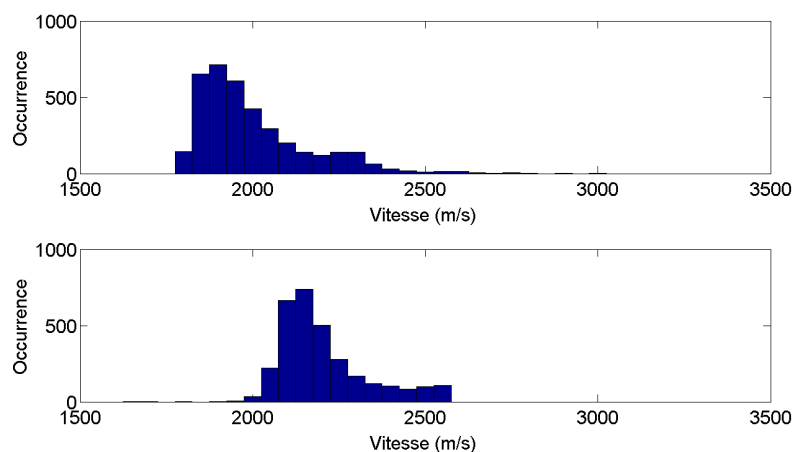


FIGURE 4.11 – Histogrammes respectifs de la zone Z1 dans le cas SCAN V (haut) et SCAN H (bas). Les distributions sont présentées sur des bins de $50m/s$.

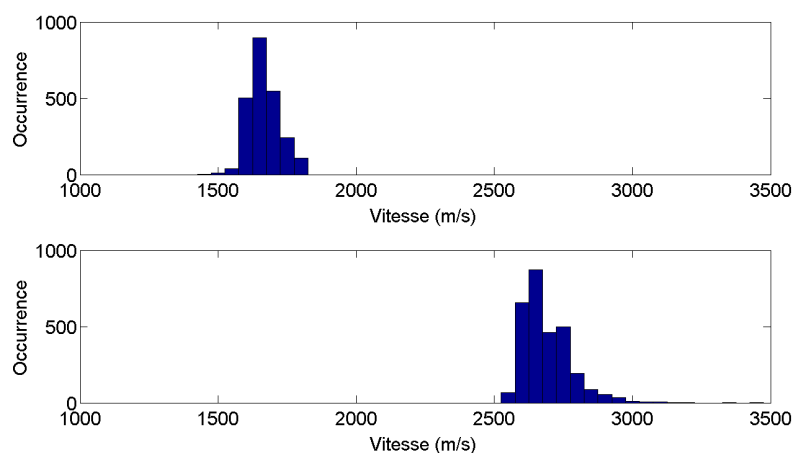


FIGURE 4.12 – Histogrammes respectifs de la zone Z2 dans le cas SCAN V (haut) et SCAN H (bas). Les distributions sont présentées sur des bins de $50m/s$.

sotropie locale et la possible désorientation des cristaux. En particulier le macrograin **Z2** présente des vitesses de propagation d'ondes de surface variant fortement avec l'orientation. À l'inverse le macrograin **Z1** montre une anisotropie plus modérée. Pour mettre en évidence les caractères principaux des distributions la Table 4.1 présente différentes valeurs caractéristiques de chaque distribution (moyenne, écart-type et asymétrie). Le facteur d'asymétrie est calculé en utilisant l'expression $ASY(Z) = mean \left[\left(\frac{Z-\mu}{\sigma} \right)^3 \right]$, où Z est la table des vitesses, μ est la moyenne des valeurs de Z et σ l'écart type de Z . Cette dernière renseigne sur l'asymétrie des distributions par son amplitude et son signe. Une

valeur positive montre que la distribution présente des valeurs s'étirant vers la droite, et inversement pour une valeur négative. La valeur absolue de l'asymétrie informe sur l'intensité de cet effet. Pour obtenir ces valeurs, les artefacts et très faibles amplitudes ont été éliminés des tables de données en supprimant les valeurs > 2500 , < 2000 , > 3000 , et < 0 respectivement pour les configurations **Z1** (SCAN V), **Z1** (SCAN H), **Z2** (SCAN V), et **Z2** (SCAN H).

	Z1 (SCAN V)	Z1 (SCAN H)	Z2 (SCAN V)	Z2 (SCAN H)
Moyenne	1992,9	2203,0,4	1664,5	2690,6
Écart-type	144,3	126,6	54,3	80,70
Espérance	1992,6	2204,5	1665,6	2686,4
Asymétrie	1,05	1,19	0,32	0,93

TABLE 4.1 – Variables statistiques caractéristiques de chaque distribution présentées en Figure 4.11 et 4.12.

Chaque ligne de la Table 4.1 traduit une caractéristique spécifique de chaque distribution. Les valeurs moyennes montrent que le grain **Z1** présente une anisotropie plus faible ($\Delta V_{\mathbf{Z1}} \simeq 200$) que le macrograin **Z2** ($\Delta V_{\mathbf{Z2}} \simeq 1000$) avec un facteur 5 de différence en variation de vitesse moyenne. La Figure 4.13 représente l'anisotropie observée dans différents plan de coupe du fer. Pour cela différents plan sont choisis aléatoirement et la surface de lenteur des ondes de surfaces correspondante est acquise. Il en est déduit une valeur $\Delta V = V_{max} - V_{min}$ représentant l'anisotropie en valeur de vitesse dans ce même plan. Chacune de ces valeurs est représentée sous la forme d'un point dont les coordonnées correspondent à celles du vecteur normal à la surface et dont la couleur représente l'amplitude de ΔV . Les valeurs sont normalisées pour faciliter la visualisation des résultats. Il en ressort que les plans centrés autour de la direction (111) présentent un ΔV le plus important signifiant une plus forte anisotropie. À l'inverse les plans (100) présentent les variations de vitesses les plus faibles.

La mesure expérimentale de vitesse dans deux directions de propagation orthogonales à la surface de l'échantillon ne renseigne pas sur les variations globales dans ce même plan mais elle donnent tout du moins une valeur minimale à la fonction ΔV . Il est possible d'imaginer une procédure permettant de déduire au moins grossièrement l'orientation du cristal à parti de mesures dans quelques directions de propagations judicieusement choisies (e.g 0, 30, 60 et 90 degrés). Néanmoins, l'application à l'acier moulé n'est pas directe à cause de la structure biphasique biaisant les résultats mais des tendances peuvent être déduites. Au vu des résultats présentés en Figures 4.11 et 4.12, il est d'ores et déjà possible de prédire que le macrograin **Z2** est orienté plutôt vers le plan (111) en comparaison avec le macrograin **Z1** car ce plan présente la plus forte anisotropie en vitesse d'onde de surface dans la symétrie cubique comme présenté par la Figure 4.13.

D'une autre part, l'écart-type souligne un étalement plus important de la plage de valeur de vitesse dans le macrograin **Z1** synonyme d'une plus grande variabilité de l'élasticité

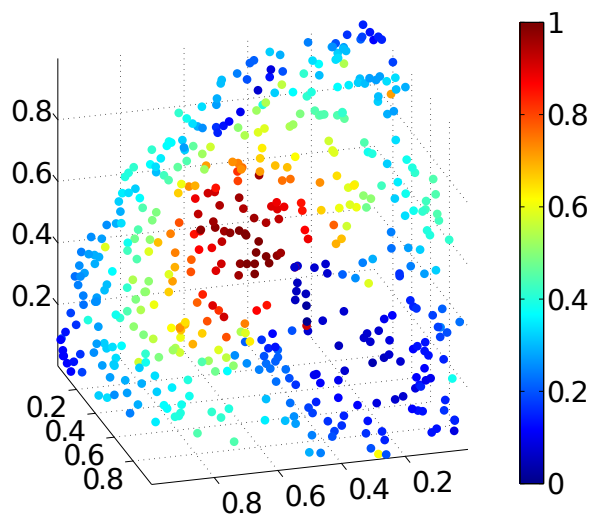


FIGURE 4.13 – Étalement maximal des vitesses de propagation de l’onde de surface indiqué par une couleur dans les plan de coupe représentés par leur normale au plan dans un cristal de fer.

locale (induite par la structure biphasique et/ou les désorientations cristallines locales). Finalement l’asymétrie démontre que les distributions ne sont pas gaussiennes mais déformées vers les valeurs maximales mais que ces déformations sont plus limitées dans le macrograin **Z2**. L’asymétrie est importante pour la configuration **Z2** (SCAN H) en conséquence d’une amplitude non nulle sur la bande 2800 – 3000 en comparaison au cas **Z2** (SCAN V).

En approfondissant les interprétations, le fait que chaque distribution soit continue indique une continuité du comportement élastique de chaque macrograin. De plus, comme souligné par les écart-type et asymétries semblables selon les configurations (SCAN V et SCAN H), les enveloppes de chaque distribution restent globalement semblables pour un grain donné. Une description sommaire de l’allure des distributions donne que le macrograin Z1 présente une distribution avec une coupure nette aux vitesses minimales et une diminution progressive à plus hautes valeurs alors que les distributions du macrograin Z2 se présentent quasiment sous la forme de gaussiennes légèrement déformées. La présence d’une asymétrie claire indique que les variations locales ne sont pas la conséquence unique d’une possible erreur de mesure, qui impliquerait des distributions gaussiennes, mais de la présence de changement des propriétés locales dus au milieu biphasique.

Afin de mieux comprendre l’effet de la présence de deux phases cristallines sur des mesures de distributions de vitesse, la section suivante s’attache à proposer une modélisation simplifiée d’un tel milieu.

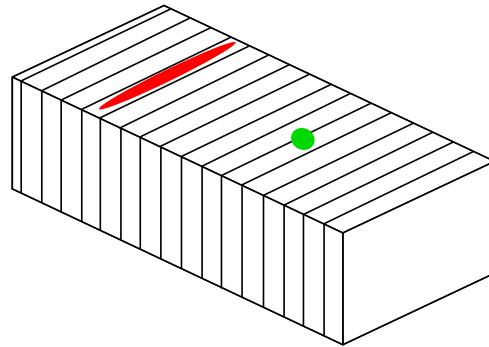
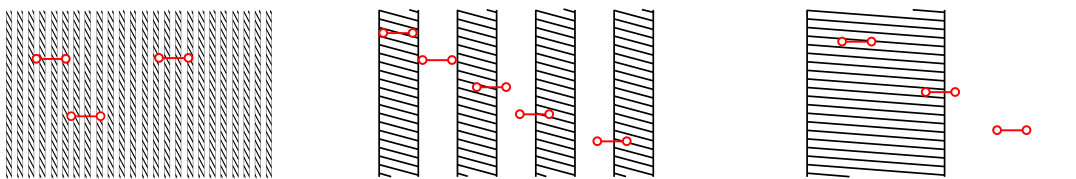


FIGURE 4.14 – Représentation schématique de la structure du milieu biphase.

4.4.2 Modélisation simplifiée du milieu biphase

La structure de l'acier moulé se présente comme un agencement de grains de forme étirée. Ainsi, il est raisonnable de considérer le milieu biphase comme un matériau multicouche pour les ondes de surface à l'image de la représentation schématique sur la Figure 4.14. Dans ce sens, le milieu n'est pas un multicouche dans la direction de l'épaisseur à l'image de matériaux composites mais comme une alternance des couches selon chaque phase respective à la surface de l'échantillon. Dans un premier temps, le cas $\Lambda = 0.5$ est considéré par simplicité, autrement dit les deux phases sont présentes dans des proportions volumiques identiques. Toutes les couches appartenant à la même phase sont supposées présenter des propriétés identiques, notamment la vitesse de propagation des ondes de surface est fixe dans l'ensemble des grains d'une phase donnée. La Figure 4.15 représente schématiquement les cas limite comparant la distance entre sports lasers (D) représentée par les lignes rouges comparée à la taille apparente des grains d considérés. Les grains de forme étirée sont ici simplifiés sous la forme de couches infinies dans le sens de la longueur des grains.

FIGURE 4.15 – Représentation schématique des cas limites des rapports $D \gg d$, $D = d$ et $D \ll d$ respectivement de gauche à droite.

Lors de la propagation d'ondes au travers d'un matériau multicouche, l'angle d'incident des ondes peut jouer un rôle important selon anisotropie du matériau considéré. Afin de procéder par étape, la propagation des ondes se fait dans un premier temps dans la direction normale aux interfaces entre couches. Si l'on souhaite approfondir cet aspect, le

paramètre θ est introduit traduisant l'angle de déviation de la direction de propagation par rapport à la normale aux interfaces. Ainsi, $\theta = 0$ signifie une direction de propagation normale aux interfaces et $\theta = \pi/2$ une propagation dans le sens des couches. Il est alors possible de distinguer plusieurs variations. Le fait d'avoir un angle d'incidence θ implique que les ondes se propageant transversalement dans les grains parcourent une distance plus grande que la taille minimale des grains. Aussi, les grains composant le milieu biphasique étant anisotropes l'augmentation de l'angle θ impliquera que le front d'onde subit une déformation d'autant plus importante. D'autant plus lorsque les couches sont composées de matériaux différents. Cet effet peut potentiellement être négligé dans le cas d'une propagation dans le sens des grains.

Cet aspect apportant nettement plus de variables au problème n'est pas considéré ici. Les questions d'influence de l'angle d'incidence lors des phénomènes de réfraction d'onde de surface à une interface cristalline sont une problématique à part entière nécessitant un large travail et de nombreux tests. Ces derniers ne sont pas explorés par manque de temps mais car il requiert de considérer de nombreux phénomènes physiques tels que la caractérisation d'interfaces entre grains comme présenté en Annexe 5.5.

4.4.3 Phases en proportions équivalentes

Les configurations présentées sur la Figure 4.15 représentant les cas limites entre taille de grains et distance de propagation permettent de déduire les fonctions de probabilité sur α correspondantes. La variable α représente la proportion de la phase 1, choisie arbitrairement, lors d'une mesure en une position aléatoire à la surface du milieu multicouches. Cependant, les cas présentés sont les cas extrêmes de rapport taille de grain/distance de propagation. Pour obtenir un raisonnement en toute généralité, le ratio $R = \frac{D}{d}$ est introduit traduisant le ratio entre distance de propagation et taille de grains. Les résultats principaux sont présentés en Table 4.2 et complétés par les modélisations sur la Figure 4.16 et 4.17 détaillés par la suite. Pour cela, un matériau multicouche est modélisé avec des épaisseurs de couches constantes et égales ($\Lambda = 0.5$), les vitesses dans chaque phases sont arbitrairement choisies telles que $V_1 = 2000$ et $V_2 = 3000$.

Ratio $R = \frac{D}{d}$	$R \gg 1$	$R = 1$	$R \ll 1$
$p(\alpha)$	Dirac en Λ	uniforme	Diracs en 0 et 1

TABLE 4.2 – Fonctions de probabilités sur alpha en fonction du rapport $\frac{D}{d}$ pour une fraction de phase $\Lambda = 0.5$

Si les grains sont de grande taille face à D alors, la majorité du temps la propagation ne se fera que dans un unique grain. La fonction de probabilité sur α sera donc composée de deux Diracs centrées en 0 et 1 avec un "bruit" de faible amplitude sur le reste des valeurs correspondant aux propagations au travers d'interfaces. À l'inverse, si les grains sont nettement plus petit que la distance de propagation, la fonction de probabilité sur

α sera une fonction Dirac centrée en $\Lambda = 0.5$. La configuration intermédiaire étant une distance de propagation de l'ordre de la largeur des grains. Dans ce cas précis α montre une fonction de probabilité uniforme car R implique que toutes les configurations sont équiprobables.

Pour la suite des interprétations on considère que pour toute valeur de $R = \frac{D}{d}$, le temps de vol apparent d'une onde est $T_{app} = T_1 + T_2$. Où T_1 et T_2 sont les durées que met l'onde à traverser chaque phase respective. La transmission des ondes au travers des interfaces cristallines est supposée instantané. La vitesse de propagation apparente V_{app} est donc

$$V_{app} = \frac{D}{T_{app}} = \frac{D}{T_1 + T_2} = \frac{D}{\frac{\alpha D}{V_1} + \frac{(1-\alpha)D}{V_2}} = \frac{V_1 V_2}{V_1 + \alpha(V_2 - V_1)} \quad (4.1)$$

Si un échantillon est composé deux phases cristallines à volume équivalent ($\Lambda = 0.5$) et qu'une large quantité de régions sont étudiées, plusieurs configurations sont possibles pour la fonction de probabilité de α . Les Figures 4.16 et 4.17 présentent quelques résultats pour des valeurs précises du ratio R obtenus après modélisation du matériau multicouche. Pour chaque courbe, 100000 tirs aléatoires à la surface du milieu multicouches sont opérés. Ainsi pour chaque essai α et la vitesse apparente en sont déduits. Les figures sont alors les distributions correspondantes pour l'ensemble des tirs dans pour un ratio R donné.

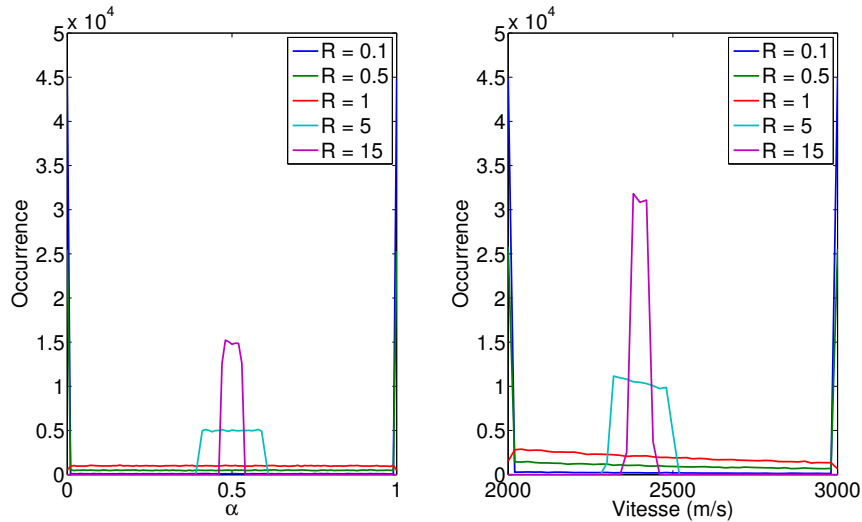


FIGURE 4.16 – Modélisations des variations de α et de vitesse de propagation dans un matériau multicouches représentant l'acier biphasique.

L'expression de V_{app} de l'équation (4.1) montre une dépendance en α non linéaire. Ainsi, comme montré sur la Figure 4.17 lorsque $R = 1$, même si la distribution de α est uniforme, la distribution de vitesse est non homogène. La discussion qui suit se centre sur

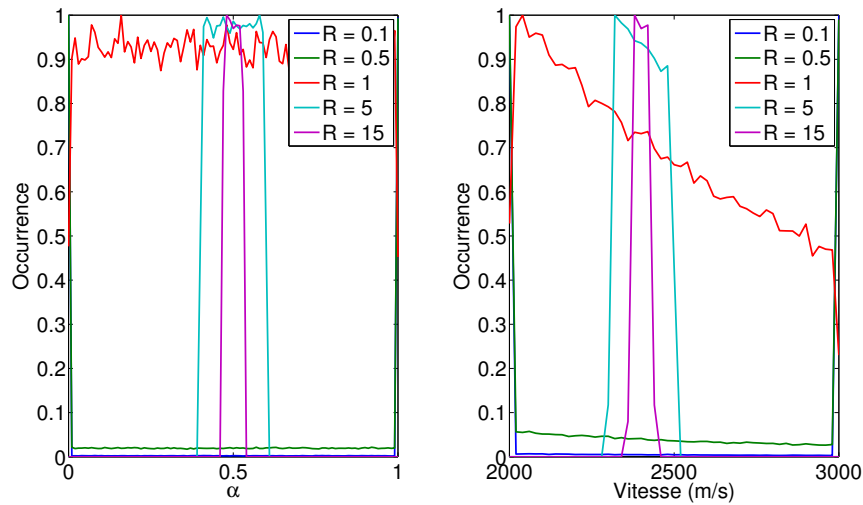


FIGURE 4.17 – Modélisations des variations de α et de vitesse de propagation dans un matériau multicouche représentant l'acier biphasique. Les distributions sont normalisées par leur maximum d'amplitude.

les variations de α induites par le milieu biphasique, la distribution de vitesse étant une déformation des variations de α suivant la formulation donnée par l'équation (4.1).

Maintenant que le lien entre taille des grains et distance de propagation est introduit, il est nécessaire de comprendre plus précisément l'impact des variabilités de tailles de grains afin de prédire l'allure des distributions expérimentales mesurées dans un milieu biphasé. Afin de s'approcher progressivement d'une modélisation réaliste d'un milieu biphasique, il est important de noter que la taille des grains contenus dans un macrograin n'est pas constante. En effet des variations locales sont attendues, cependant ce phénomène n'impacte que faiblement les résultats dans les configurations extrêmes où $R \ll 1$ et $R \gg 1$. En effet, si les grains sont petits, alors les variations seront moyennées et donc moins présentes. À l'inverse si les grains sont larges, la probabilité de propager au travers une interface reste toujours faible et l'impact sur les distributions sera limité.

Les Figures 4.18 et 4.19 présentent les variations continues des distributions sur α en fonction de R sans et avec un facteur de variabilité dans l'épaisseur des couches. Le pas de variation du paramètre R est 0,1 sur la plage $[0, 1; 15]$. Plusieurs phénomènes sont alors identifiés. Parmi les valeurs possible du ratio R , il convient de noter certaines valeurs spécifiques :

- si $R = 2N$, alors $\alpha = 0.5$
- si $R = 2N + 1$, alors α est uniforme sur la plage $\left[\frac{N}{2N+1}; \frac{N-1}{2N+1}\right]$

Ceci explique l'aspect "ondulatoire" des amplitudes des distributions. La conséquence d'une variabilité dans la taille des grains se traduit par un lissage de la fonction α . Ceci est nettement visible pour les valeurs faibles de R mais supérieures à 1 dans lesquelles

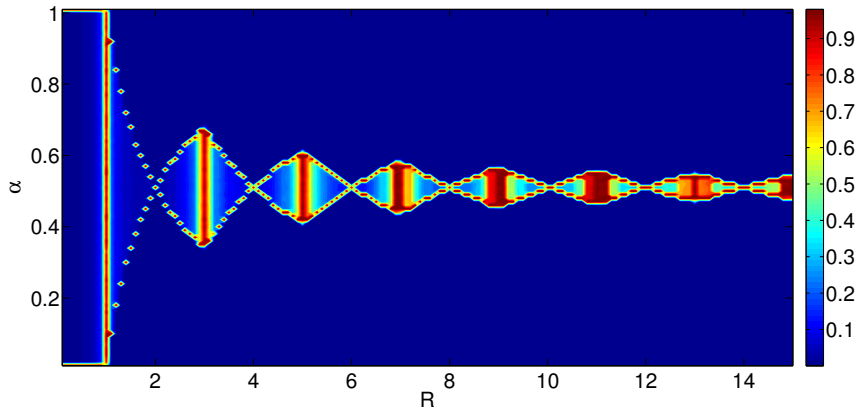


FIGURE 4.18 – Modélisations des variations de α et de vitesse de propagation dans un matériau multicouches représentant l'acier biphasique. Les distributions sont normalisées par leur maximum d'amplitude.

la fonction de probabilité n'est plus exactement composée de deux pics distincts mais un "bruit" est apparent entre les maximums.

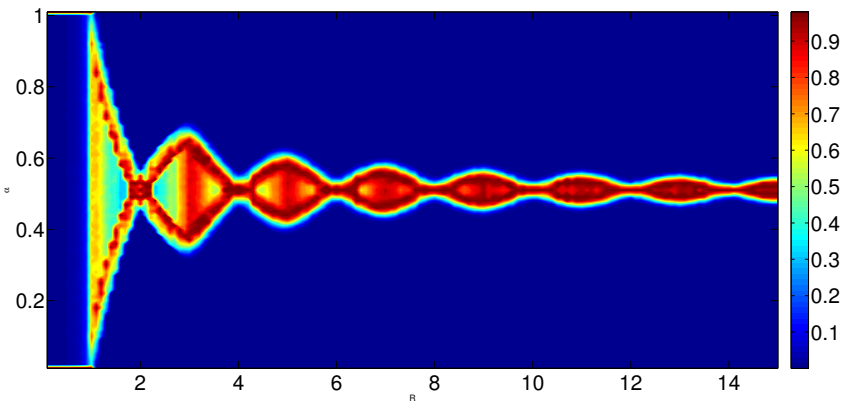


FIGURE 4.19 – Modélisations des variations de α et de vitesse de propagation dans un matériau multicouches représentant l'acier biphasique avec des variations locales de la taille des grains dans une plage de 10%. Les distributions sont normalisées par leur maximum d'amplitude.

4.4.4 Phases en proportions différentes

Considérons à nouveau un milieu biphasé composé d'une alternance des couches n telles que si n est pair, la couche est composée de la phase ϕ_1 et ϕ_2 sinon. De plus les couches ϕ_1 sont d'une épaisseur l_1 alors que les couches ϕ_2 sont d'une épaisseur l_2 . Dans le

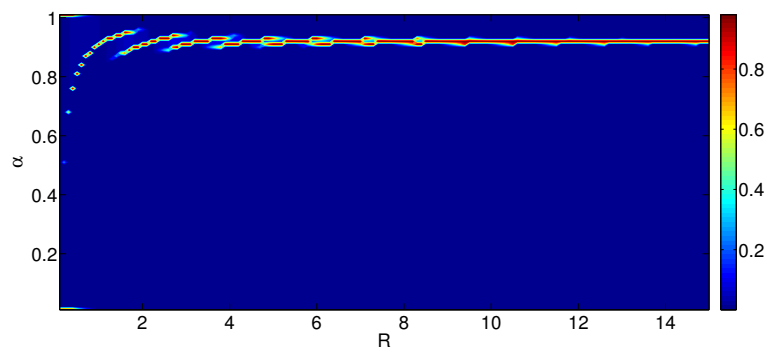


FIGURE 4.20 – Prédiction des distributions sur α en fonction du ratio R pour $r = 0.1$ ($\Lambda = \frac{10}{11}$).

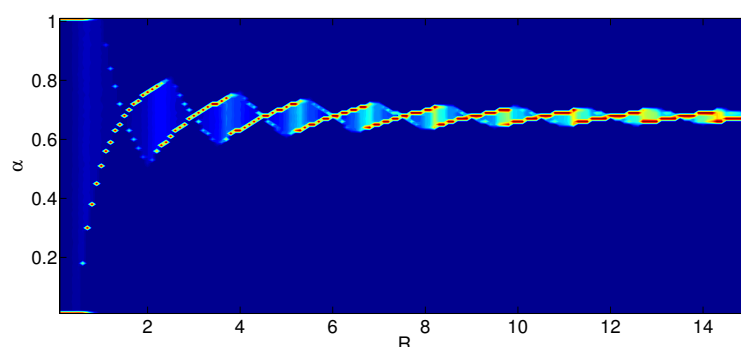


FIGURE 4.21 – Prédiction des distributions sur α en fonction du ratio R pour $r = 0.5$ ($\Lambda = \frac{5}{9}$).

cas présent, le ratio r décrit le rapport de taille entre les différentes phases tel que $r = \frac{l_2}{l_1}$ ($\Lambda = \frac{1}{1+r}$). À nouveau, le cas de couches de tailles constantes pour chaque phases est étudié.

Les Figures 4.20, 4.21 et 4.22 montrent les résultats des modélisations de milieux multicouches avec ratio de taille de couches $r = 0.1$, $r = 0.5$, et $r = 0.8$ respectivement. La première observation est que l'on retrouve bien une convergence de α vers la valeur attendue de Λ lorsque R augmente. Logiquement, les distributions sur alpha sont plus étroites lorsqu'une phase est moins présente confirmant que la phase en plus faible présence possède un impact diminué sur les distributions de vitesse. L'effet est d'autant plus important que les distributions de α tendent vers un unique pic d'amplitude lorsque r diminue. Pour résumer, moins une phase est présente, plus α est rapidement dévié vers Λ avec augmentation de R , mais aussi α est déformé pour tendre vers un pic faisant disparaître l'information de la phase présentant la plus petite portion de volume occupé.

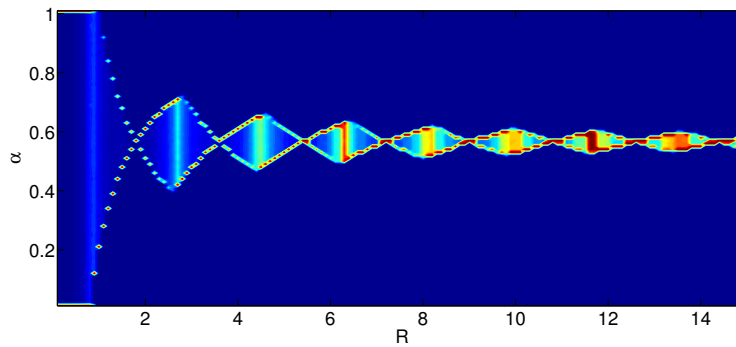


FIGURE 4.22 – Prédiction des distributions sur α en fonction du ratio R pour $r = 0.8$ ($\Lambda = \frac{2}{3}$).

4.4.5 Conclusions sur les distributions expérimentales

Nous avons montré par les résultats de modélisation de milieu biphasé de la section précédente que lorsqu'une phase domine le volume total de l'échantillon, la distribution sur α de deux pics présente des variations dans l'amplitude de ces derniers en faveur de la phase majoritaire. Ici, la présence de dendrites de ferrite peut être vu comme la présence en moindre volume de la phase de ferrite par rapport à l'austénite. Dans ce cas, la distribution de vitesse est composée d'un pic principal et d'un pic secondaire de plus faible amplitude. Les distributions du macrograin **Z1** présentent ces caractéristiques. Une légère asymétrie peut être interprétée comme la présence d'une phase en faible volume. Il est difficile d'arriver aux mêmes conclusions pour le macrograin **Z2** car la forme de la distribution est nettement plus étroite. Ceci n'empêche pas le macrograin **Z2** d'être biphasique avec des vitesses dans chaque phase proches empêchant une distinction claire sur les distributions.

4.5 Limitations techniques

Comme toute méthode expérimentale de cartographie, la résolution spatiale est le principal facteur limitant la qualité des images finales et donc la précision des interprétations. Hormis le traitement des données expérimentales qui influe directement sur l'information contenue dans les cartographies, la précision du résultat final est directement dépendante des limitations techniques de scan. Aussi, l'utilisation d'un système pompe-sonde pour lequel il est nécessaire de garder une distance minimale entre spots lasers implique que la vitesse mesurée ne correspond pas exactement à une vitesse locale ponctuelle. En approximation au premier ordre la vitesse mesurée peut être approximée à la vitesse locale au point équidistant de la source et la sonde.

La première limitation évidente est la limitation spatiale du scan induite par les diamètres des spots lasers à la surface de l'échantillon. En définissant les deux axes de scan par X et Y, respectivement colinéaire et perpendiculaire à la direction de propagation des

ondes, deux critères peuvent être déduits. Si on ne souhaite pas avoir de recouvrement des mesures, la distance de propagation des ondes est le facteur limitant dans l'axe X alors que dans l'axe Y la dimension de la sonde est la limitation au scan. Des mesures avec des pas de scans plus petits sont possible engendrant un recouvrement des chemins par lesquels se propagent les ondes. Dans ce cas, les variations de vitesses seront progressives mais les temps d'acquisition peuvent rapidement être irréalistes. Il a été choisi ici de ne pas avoir de recouvrement spatial des propagations pour éviter d'avoir une trop grande quantité de signaux à traiter. Le traitement des données n'est que partiellement automatique à cause de la complexité des signaux acquis dans l'acier moulé. Ceci reste néanmoins possible pour des zones plus localisées de surface réduite.

4.6 Conclusion

La problématique de caractérisation et d'étude des aciers biphasés par le biais d'ondes acoustiques est en grande partie inexplorée à cause des liens complexes entre les différents phénomènes dus à la structure morphologique et aux orientations cristallines. L'objet de la discussion ici est de lier les caractères des distributions avec des interprétations distinctes sur divers paramètres physiques (taille des structures, orientation, élasticité). Il est néanmoins difficile dans l'état actuel des capacités techniques de séparer avec certitude l'influence de la variation de taille de grains, de possible variation locale d'orientation, de l'erreur expérimentale.

Néanmoins, l'application du système pompe-sonde par lasers ouvre la porte à des observations inédites dans ces matériaux sous la forme de cartographies de vitesse de propagation locales. La qualité de ces dernières pourrait à l'avenir être améliorée, notamment si le pas de scan est inférieur à la distance de propagation, un phénomène de lissage et des variations progressives donnent un sens nouveau au moyennage actuel apporté par la configuration expérimentale. L'hypothèse de mesure de vitesse locale ponctuelle ne sera toujours pas atteinte mais les variations de propriétés seront mieux identifiées.

L'analyse des résultats sous la forme de distributions a toutefois permis de déduire des valeurs limites et tendance quant aux dimensions des structures et orientations. Un des facteurs limitant déterminant dans les interprétations est le manque de compréhension du comportement élastique d'un tel milieu. Une modélisation exacte impliquant l'ensemble des paramètres de dimensionnement d'un milieu biphasé pourrait, au vu des résultats obtenus lors de modèles simples, présenter des pistes d'interprétations intéressantes.

Bibliographie

- [1] J.Y. Choi, J. Lee, K. Lee, J.-Y. Koh, J.-H. Cho, H.N. Han, and K.-T. Park. Effects of the strain rate on the tensile properties of a TRIP-aided duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 666 :280–287, June 2016.
- [2] R. Dakhlaoui, C. Braham, and A. Baczmanski. Mechanical properties of phases in austeno-ferritic duplex stainless steel-Surface stresses studied by X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering : A*, 444(1-2) :6–17, January 2007.
- [3] S. Li, Y. Wang, and X. Wang. Effects of ferrite content on the mechanical properties of thermal aged duplex stainless steels. *Materials Science and Engineering : A*, 625 :186–193, February 2015.
- [4] T.R.G. Kutty, K.N. Chandrasekharan, J.P. Panakkal, S.K. Ghosal, and P.K. De. Use of ultrasonic velocity for nondestructive evaluation of ferrite content in duplex stainless steels. *NDT International*, 20(6) :359–361, December 1987.
- [5] A. Ruiz, N. Ortiz, A. Medina, J.-Y. Kim, and L.J. Jacobs. Application of ultrasonic methods for early detection of thermal damage in 2205 duplex stainless steel. *NDT & E International*, 54 :19–26, March 2013.
- [6] V.L. de Araújo Freitas, P.G. Normando, V.H.C. de Albuquerque, E. de Macedo Silva, A.A. Silva, and J.M.R.S. Tavares. Nondestructive Characterization and Evaluation of Embrittlement Kinetics and Elastic Constants of Duplex Stainless Steel SAF 2205 for Different Aging Times at 425°C and 475°C. *Journal of Nondestructive Evaluation*, 30(3) :130–136, September 2011.
- [7] K. Vijayalakshmi, V. Muthupandi, and R. Jayachitra. Influence of heat treatment on the microstructure, ultrasonic attenuation and hardness of SAF 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 529 :447–451, November 2011.
- [8] M.M. El Rayes, E.A. El-Danaf, and A.A. Almajid. Characterization and correlation of mechanical, microstructural and ultrasonic properties of power plant steel. *Materials Characterization*, 100 :120–134, February 2015.
- [9] E. de Macedo Silva, V.H.C. de Albuquerque, J.P. Leite, A.C.G. Varela, E.P. de Moura, and J.M.R.S. Tavares. Phase transformations evaluation on a UNS S31803 duplex

- stainless steel based on nondestructive testing. *Materials Science and Engineering : A*, 516(1-2) :126–130, August 2009.
- [10] M. Tane, T. Ichitsubo, H. Ogi, and M. Hirao. Elastic property of aged duplex stainless steel. *Scripta Materialia*, 48(3) :229–234, February 2003.
- [11] H. Du, C. Lonsdale, J. Oliver, B.M. Wilson, and J.A. Turner. Evaluation of Railroad Wheel Steel with Lamellar Duplex Microstructures Using Diffuse Ultrasonic Backscatter. *Journal of Nondestructive Evaluation*, 32(4) :331–340, December 2013.
- [12] Y. Kim, Y.M. Kim, J.-Y. Koh, T.-H. Lee, W.C. Woo, and H.N. Han. Evaluation of single crystal elastic constants and stacking fault energy in high-nitrogen duplex stainless steel by in-situ neutron diffraction. *Scripta Materialia*, 119 :1–4, July 2016.
- [13] W. Li, S.D. Sharples, R.J. Smith, M. Clark, and M.G. Somekh. Determination of crystallographic orientation of large grain metals with surface acoustic waves. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 132(2) :738, 2012.
- [14] Richard J Smith, Wenqi Li, Jethro Coulson, Matt Clark, Michael G Somekh, and Steve D Sharples. Spatially resolved acoustic spectroscopy for rapid imaging of material microstructure and grain orientation. *Measurement Science and Technology*, 25(5) :055902, May 2014.

Chapitre 5

Soudures - Texture morphologique et orientation cristallographique

Dans cette thèse différentes formes d'acier polycristallins ont été étudiées en utilisant le montage optoacoustique pour générer et détecter des ondes de surface dans les différentes structures cristallines. Le défi apporté par les soudures, comme évoqué dans le chapitre 1, est qu'elles se distinguent par la présence d'une texturation morphologique globale induisant alors une anisotropie des échantillons. Il est proposé dans ce chapitre d'utiliser la représentation en distributions afin de mettre en évidence les possibles orientations préférentielles des grains permettant de quantifier l'anisotropie élastique de l'échantillon. L'acquisition de cartographies en vitesse d'onde de surface permet de compléter les informations sur la structure morphologique et cristalline des grains.

5.1 Préambule

Lors de la fabrication de larges pièces industrielles, le soudage se réfère à un ensemble de techniques dont l'objectif est de créer une jonction solide entre deux éléments distincts. Généralement, le principe est de créer un lien continu entre deux pièces par échauffement et comblage de la zone d'interface par un matériau extérieur créant ce qui est appelé un joint de soudure. De nombreuses techniques de soudage existent mais ne seront pas détaillées ici [1].

Comme la majorité des défauts de fabrication et d'usure dans les structures industrielles apparaissent au niveau des discontinuités, la qualité de fabrication et le contrôle des soudures est facteur clé. Ainsi le suivi de vie et de conception de ces pièces est indispensable. Lors du soudage, les pièces sont soumises à une intense exposition à la chaleur qui implique une modification des propriétés physiques du matériau dans la zone voisine du joint de soudure. Les soudures en elles-même présentent des nouvelles structures cris-

tallines spécifiques à la technique de soudage utilisée. Chaque technique induit alors des performances variables lors de sollicitations mécaniques [2, 3, 4]. Le suivi de la création de fissures lors d'essais mécaniques a montré notamment un rôle prépondérant des interfaces entre grains présentant de grandes différences d'orientations cristallographiques dans la création de fissures [5]. Dans notre cas, le refroidissement de la soudure crée des dendrites orientées avec le champ de température [6]. La présence d'une croissance par épitaxie induit une cohérence dans la forme des grains. Des grains allongés sont créés, coordonnés morphologiquement avec une forme étirée caractéristique.

Le principal intérêt du travail est d'apporter plus d'information sur l'anisotropie élastique et ses conséquences via les orientations cristallines sur les propriétés physiques qui influent sur l'état et l'évolution d'un échantillon. Dans la suite, le travail porte dans la suite sur un échantillon de soudure en acier inoxydable extrait d'une plus large pièce de soudure. Une partie de la surface de l'échantillon de dimensions 10×30 mm est présentée en Figure 5.1. Les images sont des micrographies capturées avant préparation de l'échantillon par polissage mécanique dans lesquelles la bande brune inférieure étant le ruban adhésif permettant de protéger une partie de la surface lors des étapes de polissage. Il est observé que l'échantillon présente des grains orientés dans le sens de la largeur apparente de la pièce. Par ailleurs, le rapport technique (CEA Saclay) concernant cet échantillon informe de la présence de "grains fins, allongés et parallèles aux surfaces. La longueur des grains s'élève en moyenne à 10 mm environ pour une largeur de 0,6 mm environ".

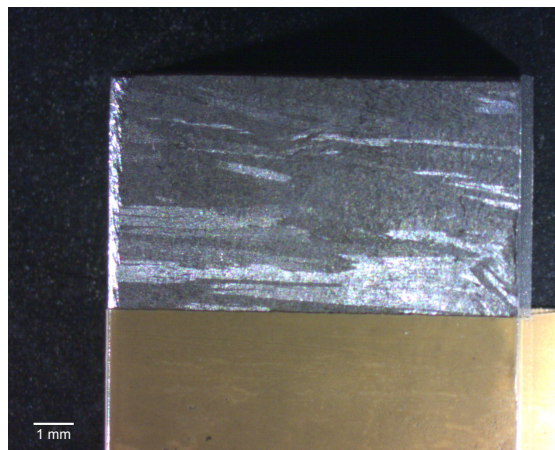


FIGURE 5.1 – Micrographie de la surface d'un échantillon de soudure avant polissage mécanique.

Les soudures peuvent être considérées comme le type d'échantillons présentant la structure cristalline la plus complexe à analyser dans cette thèse car elles couplent un ensemble de grains de morphologies spécifiques et *a priori* une homogénéité dans les orientations cristallines. La compréhension totale de la structure morphologique des grains dans une soudure est difficile. En effet, le fait que le matériau soit de symétrie non cubique et que à la large échelle, l'hypothèse d'un matériau isotrope n'est plus valide rend les interprétations difficiles. Des prédictions de texturations peuvent être néanmoins obtenues pour

la modélisation de la propagation d'ultrasons sur de large distances par différents modèles numériques (MINA [7], EF [8]). De plus, la fabrication de ces pièces sous contraintes thermiques implique la présence de contraintes résiduelles [9, 10] dans le matériau polycristallin qu'il est néanmoins possible de limiter par post traitement de la soudure.

Ce chapitre s'attache donc à mettre en évidence plusieurs caractéristiques physiques de l'échantillon de soudure. L'objectif principal est de confirmer l'existence d'un lien entre orientation morphologique et orientation cristallographique des grains composant les soudures par la méthode d'ultrasons laser exploitant les ondes de surface sans information au préalable sur la structure cristalline. De plus, le réseau cristallin cristallin présent est inconnu. Pour cela il est proposé de mesurer des surfaces de lenteurs pour la détermination des symétries. Ensuite, l'acquisition de distributions de vitesses est de nouveau utilisée pour l'étude d'un polycristal texturé. Finalement les cartographies en vitesse d'onde de surface sont exploitées afin de mettre en évidence différentes texturations morphologiques.

5.2 Identification de l'ordre symétrie - Surface de lenteurs

L'étude des variations de propriétés élastiques sous la forme de distributions de vitesses est d'avance bridée par le fait que ni la composition chimique (donc la masse volumique) ou la symétrie du réseau cristallin présent ne sont identifiées. En conséquence, il est proposé d'utiliser le set up sub-nanoseconde pour l'acquisition de surface de lenteurs pour mettre en évidence les symétries dans le plan de la surface d'un unique grain à la fois. Dans cette section plusieurs séries de mesures dans le but d'obtenir des surfaces de lenteur dans les cristaux composant la soudure sont faites dans le but d'identifier la symétrie des structures cristallines présentes. De plus un protocole expérimental est proposé dans l'objectif d'améliorer la qualité des signaux acquis.

Par ailleurs, la morphologie apparente sous la forme de grains étirés amène l'hypothèse d'une orientation cristalline des grains homogène entre les différents cristaux. Ainsi, si la présence de grains orientés est valide, alors l'échantillon étudié présente une orientation cristallographique préférentielle dans le sens de la longueur des grains (donc dans le sens de la largeur de l'échantillon). La mesure de surface de lenteur a pour objectif second de mettre en évidence de possibles orientations cristallines récurrentes des grains de la soudure. En effet selon l'hypothèse de départ il est raisonnable de considérer que dans cette configuration, sur le coté de l'échantillon, les mêmes plans cristallographiques sont exposés. La Figure 5.2 représente schématiquement l'échantillon et le raisonnement proposé.

Observation :

- scan dans l'axe x_2 = distribution large
- scan dans l'axe x_1 = distribution étroite

Supposition :

- orientation préférentielle cristallographique dans l'axe x_1 .

Proposition :

- plans x_2x_3 sont cristallographiquement identiques avec une rotation possible autour de x_1

Validation :

- mesures de surfaces de lenteur sur le côté fin de l'échantillon

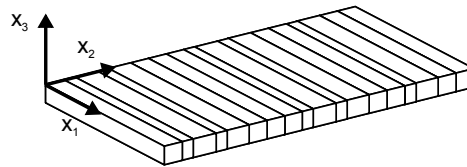


FIGURE 5.2 – Représentation schématique de la structure morphologique de l'échantillon de soudure et hypothèses sur les orientations cristallines correspondantes.

Les Figures 5.3, 5.4 et 5.5 présentent trois essais de mesure de surface de lenteur sur le côté de l'échantillon (face parallèle au plan x_2x_3). Le pas de rotation est de 5 degrés, la distance de propagation est conservée à $7 \times 5,35$ microns. À gauche de chaque figure est représentée la mesure brute ainsi qu'à droite la mesure annotée.

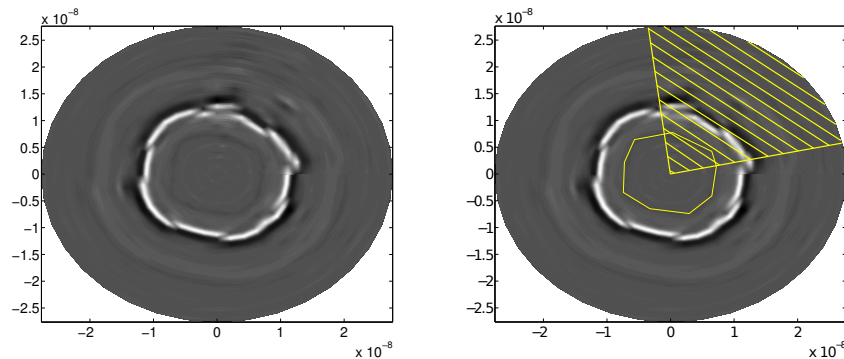


FIGURE 5.3 – Premier diagramme mesuré sur le côté de l'échantillon.

Les résultats présentés dans les Figures 5.3, 5.4 et 5.5 montrent que la méthode expérimentale n'est pas optimale. Par exemple, la zone soulignée par les hachures sur la Figure 5.3 montre une perte de cohérence avec le reste des mesures. Par la présence de réseaux atomiques réguliers, les surfaces de lenteurs acquises dans les cristaux doivent présenter au moins une symétrie d'ordre 2. Dans l'ensemble les diagrammes sont incomplets présentant des ruptures dans la continuité des variations de temps de vols. Les surfaces de lenteurs ne

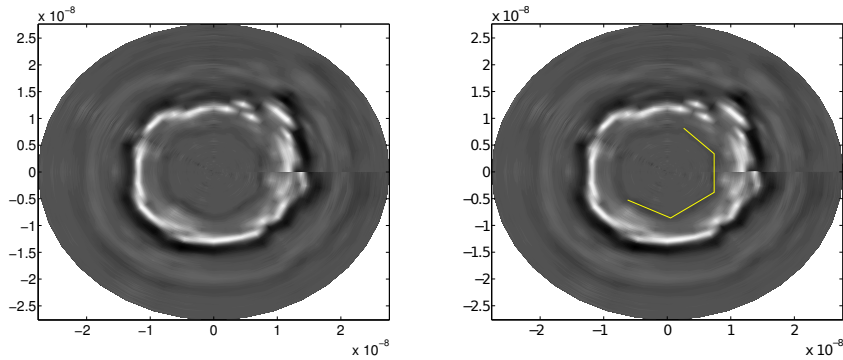


FIGURE 5.4 – Second diagramme mesuré sur le coté de l'échantillon.

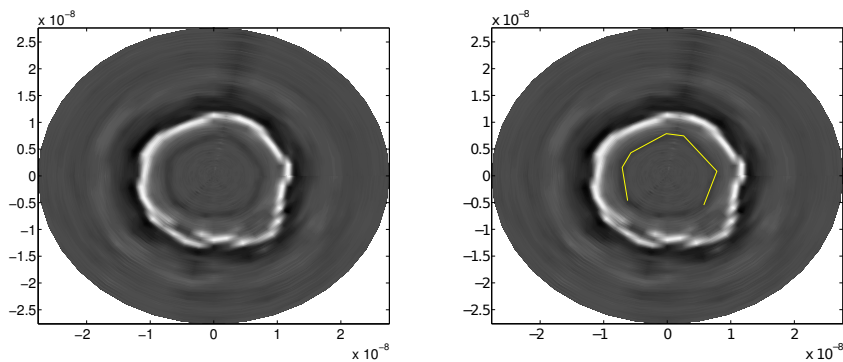


FIGURE 5.5 – Troisième diagramme mesuré sur le coté de l'échantillon.

sont pas symétriques et la précision des mesures est insuffisante pour identifier clairement les véritables variations de temps de vol dues à l'anisotropie du plan cristallin étudié. Ceci s'explique par plusieurs facteurs présents lors d'acquisition de surfaces de lenteurs inhérents à l'utilisation du montage ultrasons laser induisant des mesures incomplètes et de mauvaise qualité. Le principal facteur limitant est le déplacement des spots lasers au cours de la rotation de l'échantillon qui implique des mesures dans différents grains. En effet après mesures, il est constaté que certaines empreintes laissées par les spots laser forment des cercles de diamètre dans une zone de 0,3-0,5 mm. Cet étalement n'est pas optimal car la probabilité de changement de grain est trop importante. Il est nécessaire de créer un nouveau protocole expérimental dans le but d'obtenir des résultats plus précis.

Afin d'améliorer le système d'acquisition de surface de lenteurs, il est proposé le montage présenté sur la Figure 5.6 en remplacement du simple support d'échantillon utilisé précédemment. L'objectif est d'avoir un système expérimental et un protocole robuste permettant d'améliorer l'alignement de l'échantillon avec les rayons lasers. Le montage représenté en Fig 5.6 se résume en :

- l'échantillon à tester,
- un support trois points pour le réglage précis du parallélisme entre surface de

- l'échantillon et plan de rotation,
- et un support rotatif gradué. Ce dernier peut être remplacé par un support rotatif motorisé pour une acquisition automatique des signaux.

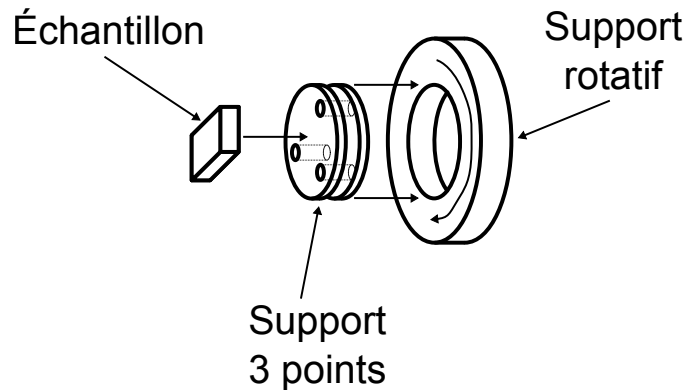


FIGURE 5.6 – Représentation schématique du support embarqué pour l'acquisition de surface de lenteur.

Pour une acquisition efficace et de bonne qualité il est proposé le protocole suivant. Les étapes à suivre sont :

- Polir la surface à étudier. Note : les échantillons de soudures conservent une légère irrégularité de surface après polissage pouvant localement perturber la qualité de la réflexion du laser sonde.
- Fixer le support trois points sur le support de rotation.
- Fixer l'échantillon sur le support trois points. La tenue des réglages suivants, et donc des mesures, tient sur la qualité de la fixation de l'échantillon.
- Aligner la surface de l'échantillon avec le plan de rotation du support tournant à l'aide du support trois points. Pour cela, il est proposé de projeter le laser sonde réfléchi par l'échantillon au loin (quelques mètres) pour faciliter le réglage. Un bon réglage doit minimiser la déviation du faisceau réfléchi lors de la rotation de l'échantillon.
- Utiliser le support tournant pour marquer le centre de rotation sur la surface au crayon.
- Régler la sonde pour être au maximum au centre du cercle précédent.
- Utiliser la caméra pour placer précisément le spot par rapport au centre de rotation.
- Tourner l'échantillon et assurer que le rayon incident soit au maximum normal à la surface. Si le centre de rotation a bien été identifié, l'erreur à corriger lors de cette étape est minime.

Les Figures 5.7 et 5.8 sont des surfaces de lenteur obtenues après mise en place du nouveau protocole de mesure. La distance pompe sonde a été augmentée à $8 \times 5,35$ microns pour améliorer la distinction des différentes composantes sur les signaux temporels. La

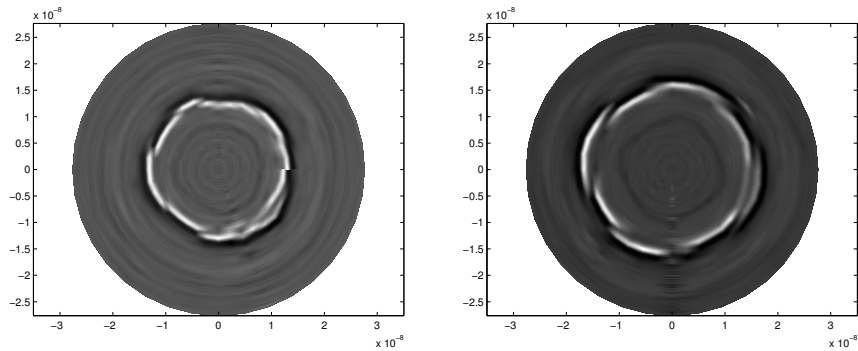


FIGURE 5.7 – Exemple de scan de la surface d'une soudure dans le sens de la largeur (gauche) et longueur (droite) des grains.

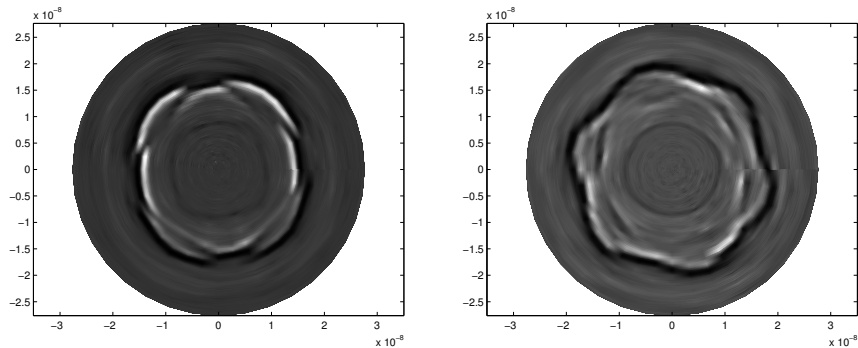


FIGURE 5.8 – Exemple de scan de la surface d'une soudure dans le sens de la largeur (gauche) et longueur (droite) des grains.

puissance de la pompe est minimisée pour avoir une génération plus linéaire sans détérioration de la surface de l'échantillon. Les résultats montrent une claire amélioration de la qualité des mesures lors de la mise en place du nouveau protocole de réglage. En effet, les diagrammes obtenus sont quasi complets et symétriques soulignant un bon alignement du montage expérimental.

La proposition de plans avec orientations cristallines identiques sur le côté semble se confirmer avec des diagrammes donc l'allure est proche des diagrammes théoriques du plan 100 d'un cristal cubique comme présenté par la Figure 2.6. L'alternance entre onde de surface et pseudo onde de surface marquée par de clairs sauts de vitesse est retrouvée. Seul le dernier diagramme en Fig 5.8 montre une allure totalement différente mais clairement de symétrie hexagonale.

Par ailleurs, les diagrammes montrent une surface de lenteur d'allure type hexagonale notamment soulignée par les variations de la vitesse de l'onde de surface sur le dernier diagramme de la Figure 5.8. Dans l'ensemble des surfaces de lenteurs acquises, les ondes longitudinales mettent en évidence une symétrie plus élevée que celle observable avec des

cristaux cubiques. Cependant plusieurs limites peuvent être énoncées :

- Combien faut-il de diagrammes pour démontrer une récurrence d'orientation sur l'ensemble des grains composant l'échantillon ?
- Par ailleurs, existe-t-il une autre approche pour montrer une corrélation entre les orientations ? Sur ce point il est proposé à nouveau d'utiliser les distributions de vitesses pour l'étude de matériaux polycristallins anisotropes.

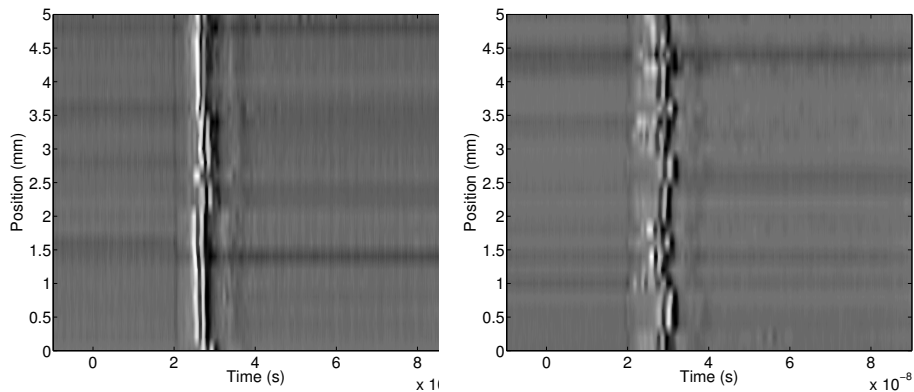
5.3 Distributions de vitesse et orientation préférentielle

La présence de grains étirés implique différents biais expérimentaux sur la mesure de distributions de vitesse. Il est donc essentiel pour l'exploitation des données de prédire les dimensions des grains et leur impact sur l'acquisition de distribution. Dans cette section, il est proposé par étapes progressives d'analyser les variations de vitesse de propagation des ondes de surface. En effet, les sauts dans les temps de vols des ondes sont typiquement le signe d'un changement de grains lors de balayage linéaire de l'échantillon. Ces variations permettent alors d'évaluer la dimension des grains. Par la suite, les différentes vitesses mesurées sont utilisées pour identifier la présence d'orientation cristalline préférentielle par le biais de distributions de vitesse d'onde de surface.

5.3.1 Variations locales de vitesse - Dimensions des grains

La méthode sub-nanoseconde permet principalement le pointage du temps de vol des ondes de surface mettant en évidence l'anisotropie élastique des échantillons testés. Au vu de l'anisotropie morphologique évidente de l'échantillon soulignée sur la Figure 5.1, la première idée proposée est d'observer les variations de vitesses d'ondes de surface mesurées par la méthode de déflexion laser dues à l'anisotropie et la texturation des grains du matériau dans l'objectif d'accéder à une estimation des variations d'élasticité et des dimensions des grains.

Deux configurations de balayage sont proposées : dans le sens de la longueur et de la largeur apparente des grains. La direction de propagation des ondes est toujours conservée colinéaire avec les directions de scan. Deux exemples de scans sont présentés sur la Figure 5.9 avec un pas de scan de 200 microns et une distance de propagation de 37,45 microns. En observant les mesures faites dans le sens des grains montrés sur la Figure 5.9 (a), la structure apparente semble plus simple. En effet, moins de changements de vitesses sont identifiés en comparaison avec le scan sur la Figure 5.9 (b). Ceci est la conséquence directe des dimensions de grains dans cet axe qui biaisent l'interprétation des résultats. Ce point soulève un aspect délicat de l'approche par distribution dans des matériaux polycristallins dont les grains présentent des formes spécifiques et orientés. Ces matériaux seront par la suite dits morphologiquement texturés. Afin de pouvoir comparer des mesures sans biais dû à la forme des grains, il est nécessaire de conserver des rapports entre distance de propagation - taille des grains - pas de scan constants et donc de faire des mesures dans des conditions expérimentales adaptées à chaque orientation.



(a) Scan dans le sens de la largeur des grains. (b) Scan dans le sens de la longueur des grains.

FIGURE 5.9 – Exemple de scan de la surface d’une soudure dans le sens de la largeur (a) et longueur (b) des grains.

Dans le cas concret de matériaux à morphologie inconnue, il faut prendre en compte de possibles variations dues à la forme des grains. Pour cela, de manière qualitative, il est d’ores-et-déjà possible d’exploiter les résultats obtenus par les deux types de scans en identifiant les sauts de temps de vol des ondes dans chaque configuration. Ceci offre la possibilité d’identifier la forme et taille des grains présents. Sachant par exemple que l’on fait plusieurs scans sur une distance de 5 mm en des endroits différents de la surface de l’échantillon dans deux directions de balayage perpendiculaires, il est noté un nombre moyen d’environ 12 et 4 sauts de vitesse selon la direction d’observation (à partir de 15 scans dans chaque configurations respectives). Il est raisonnable de considérer que $n + 1$ grains sont scannés lorsque n changements de vitesse sont observés permettant d’estimer des grains d’une taille de $0,38 \times 1$ mm.

Ces résultats sont très éloignés des observations micrographiques du rapport technique décrivant des grains étirés de dimensions moyennes d’environ $0,6 \times 10$ mm. Plusieurs pistes peuvent expliquer ces résultats. La morphologie exacte des grains est un facteur primaire de ces considérations. L’agencement imbriqué des grains de soudure comme représenté schématiquement sur la Figure 5.10 induit que l’on peut observer des variations de vitesses lors de balayage le long de la ligne rouge où les mêmes grains sont traversés plusieurs fois. L’exemple ici montre 6 sauts de vitesse pour seulement 3 grains différents. Aussi, les grains ne sont pas toujours exactement horizontaux ajoutant des passages de frontière dans la configuration de scan horizontal dans le sens de la longueur des grains.

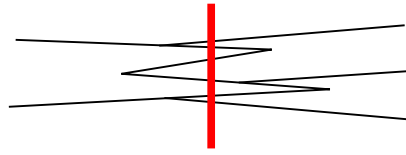


FIGURE 5.10 – Représentation schématique d'un scan dans l'échantillon de soudure pour lequel le nombre apparent de variations de vitesses est nettement supérieur au nombre de grains présents.

Une exploitation directe à partir des sauts de temps de vol est donc difficile car le biais dû à la morphologie est important. Néanmoins, cette approche ouvre la possibilité à des méthodes d'identification directe d'une morphologie spécifique et à l'avenir de pouvoir différencier des échantillons par leur taille de grain à partir de quelques balayages.

5.3.2 Distribution de vitesse en surface d'échantillon

Comme proposé dans la méthode d'évaluation des constantes élastiques d'échantillons d'acier austénitique dans le chapitre 3 et pour l'étude des aciers moulés, l'approche par distributions de vitesse d'onde de surface est par la suite utilisée pour l'analyse d'un échantillon de soudure. L'intérêt est ici de mettre en application l'approche statistique pour identifier de possibles textures cristallographiques dans un échantillon composé d'une unique phase de grains allongés et de lier ces dernières à la présence d'une orientation préférentielle. L'objectif final du travail est de préciser les potentielles implications d'une texturation sur les propriétés élastiques globales d'une soudure.

En effet, par mesures de propriétés effectives, des échantillons texturés morphologiquement et/ou cristallographiquement montreraient une anisotropie selon les directions d'observations. Le biais morphologique peut cependant être compensé par une statistique suffisante. Concrètement, il est attendu que les distributions de vitesses obtenues en observant différentes directions de propagation soient différentes au sein d'un unique échantillon. Cependant, comme mis en évidence par les photographies préliminaires, la forme des grains montre aussi une cohérence dans l'agencement des grains dans le volume de l'échantillon rendant l'interprétation des résultats plus difficile à cause d'un possible biais statistique.

Dans un premier temps deux groupes distincts de mesures sont faits à la surface de l'échantillon avec les paramètres expérimentaux :

- 20000 moyennes par point
- distance entre spots lasers de $7 \times 5,35 \mu m$
- pas de scan de 0,2 mm
- longueur de scan de 5 mm

Plusieurs séries de scans linéaires sont faites en différents endroits de la surface de l'échantillon afin d'obtenir une statistique représentative de l'ensemble des grains composant l'échantillon. Les deux configurations de mesure sont telles que la propagation des

ondes se fait dans le sens de la largeur de l'échantillon et dans la longueur de l'échantillon respectivement. La direction de propagation des ondes suit l'orientation des scans. Ceci donne deux groupes de 520 mesures de vitesses locales respectivement. Après pointage des temps de vol des ondes de surface, les groupes sont réduits à 482 et 509 valeurs. La perte d'information sur les signaux acquis lors des scans dans le sens de la largeur des grains est certainement due au fait que plus d'interfaces sont rencontrées et donc plus de signaux sont difficiles à exploiter.

Dans les distributions suivantes, l'axe des abscisses est divisé en bins d'une largeur de 50 m/s . La Figure 5.11 représente les distributions de vitesse brutes dans les deux directions d'observation suite au pointage des temps de vols. Sachant que la largeur moyenne des grains est de 0,6 mm, la probabilité d'avoir les spots lasers dans deux cristaux différents peut être estimée à moins de 10% d'après le rapport entre dimension des grains et distance de propagation et donc cet effet est négligé dans le raisonnement.

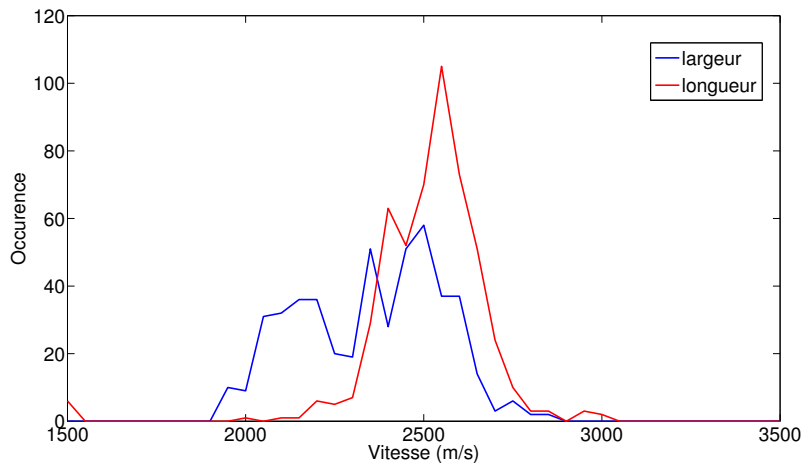


FIGURE 5.11 – Distributions de vitesses des ondes de surface dans les deux directions de scan.

La Figure 5.11 met en évidence que contrairement à un matériau morphologiquement homogène avec cristaux orientés aléatoirement, les distributions sont différentes selon les directions observées. Cependant, la forme allongée des grains implique que dans les mêmes conditions expérimentales les résultats obtenus dans les deux directions d'observation ne peuvent pas directement être confrontés. Moins de grains différents sont balayés lors des mesures dans le sens des grains et des vitesses identiques sont mesurées de manière répétée. Si une forme rectangulaire des cristaux est supposée, on peut définir le rapport entre la largeur et la longueur tel que $R = longueur/largeur$. Plus ce facteur est important, plus les observations sont biaisées en fonction de l'orientation relative entre la direction de propagation et les cristaux. La statistique mesurée dans le sens de la largeur des grains, et donc considérée comme la plus complète, se montre relativement homogène sur la plage de vitesse. La Table 5.1 présente différentes valeurs spécifiques de ces deux distributions.

	Min	Max	Moyenne	Écart type
Largeur	1930	2858	2352	199
Longueur	2013	3020	2525	127

TABLE 5.1 – Valeurs caractéristiques de deux distributions présentées sur la Figure 5.11.

Les écarts-type soulignent l'étroitesse de la distribution obtenue avec propagation dans le sens de la longueur des grains, même si les plages globales de vitesse sont proches et de même amplitude.

Il est difficile de conclure précisément à partir uniquement de ces deux séries de mesures. Les vitesses mesurées dans le sens des grains sont nettement plus concentrées autour d'une unique valeur, la distribution approche une étroite gaussienne à l'opposé de la seconde distribution plus homogène. Ceci implique la possible présence d'une orientation cristalline récurrente dans le sens des grains en comparaison à l'autre direction. La présence de signaux correspondant à une propagation passant par une interface cristalline est ici négligée au vu du rapport entre taille des cristaux et distance pompe-sonde. Afin de conclure de manière plus extensive, et de séparer l'impact de la morphologie de celui d'une orientation préférentielle, il peut être utile de comparer avec une distribution théorique simulant l'impact potentiel d'une orientation cristalline préférentielle.

5.3.3 Modélisation d'une orientation préférentielle

Il est courant de rencontrer des matériaux pour lesquels les grains ne se présentent plus orientés aléatoirement mais texturés. La méthode proposée pour simuler ce phénomène est la suivante. Afin de simuler un milieu orienté il est nécessaire de choisir des orientations de manière non uniforme. Chaque orientation en cristallographie est décrite par un vecteur unitaire assimilable à un point à la surface de la sphère unité. Ainsi, sans texture, la densité de points formée par les vecteurs d'orientation choisis est uniforme sur toute la sphère. La difficulté est de créer une densité de points non uniforme dont les paramètres tels que la désorientation sont contrôlés.

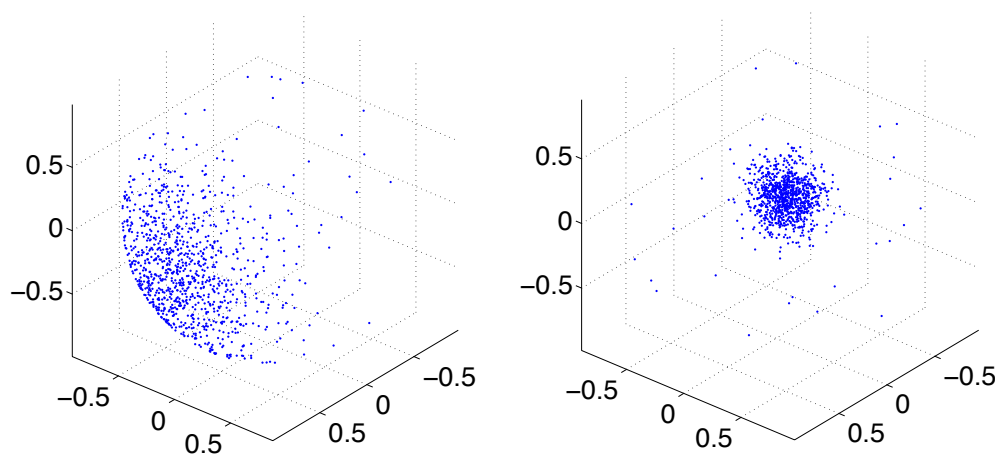
Dans un premier temps on s'intéresse au cas d'un groupe de grains orientés autour d'une même direction notée par le vecteur v_{dir} avec de faibles variations locales. Pour cela la densité locale de points est choisie sous la forme d'une Gaussienne avec un maximum dans la direction préférentielle. La densité de vecteurs décroît donc avec la distance à la surface de la sphère par rapport au vecteur v_{dir} , cette dernière étant directement liée à l'écart angulaire entre v_{dir} et la direction choisie. Pour modéliser cela la fonction de densité $f(x)$ est introduite sous la forme d'une Gaussienne telle que

$$f(x) = e^{-\frac{x^2}{2\sigma^2}} \quad (5.1)$$

où x est la distance sur la sphère unité par rapport au vecteur v_{dir} .

Dans le cas d'une sphère, la distance x est directement reliée à l'angle entre le vecteur considéré et la direction \vec{v}_{dir} . La largeur de la gaussienne à mi-hauteur étant $2\sqrt{2\ln(2)}\sigma$, on définit $\alpha = \sqrt{2\ln(2)}\sigma$ un angle traduisant la divergence des variations de densité. Le paramètre α est donc l'angle entre la direction préférentielle \vec{v} et les autres orientations au delà duquel la densité d'orientation doit être inférieure à 0,5.

Afin de produire un jeu de directions respectant la fonction de densité $f(x)$, le raisonnement suivant suppose de diviser la surface de la sphère en sous surfaces centrées sur la direction préférentielle \vec{v}_{dir} . Pour identifier le rayon d'une sous structure à l'intérieur de laquelle la densité de points doit être supérieure à y il suffit de renverser les termes de l'expression de la gaussienne : $\theta = \sqrt{-2\sigma^2\ln(y)}$. Il est ainsi possible d'approximer l'aire d'une bande horizontale sous la courbe de la gaussienne, sous condition que les valeurs de y soit divisées avec une précision suffisante, telle que $A(i) = \sqrt{-2\sigma^2\log(\frac{y(i+1)+y(i)}{2})}$. Le rayon de la sous-structure est défini comme $\theta(i) = \sqrt{-2\sigma^2\log(y(ii))}$. Pour la suite du raisonnement chaque aire $A(i)$ est transformée en une aire relative par rapport à l'aire totale. Ainsi, si l'on choisi un nombre N de vecteurs, alors pour respecter la fonction de densité f , il doit y avoir $N * A(i)$ vecteurs dans chaque structure de rayon $\theta(i)$.



(a) 1000 vitesses dans la direction 100 avec $\alpha = 30$. (b) 1000 vitesses dans la direction 111 avec $\alpha = 10$.

FIGURE 5.12 – Représentation des orientations préférentielles modélisées numériquement dans deux directions différentes.

L'obtention de distributions de vecteurs avec orientation préférentielle n'est donc pas une étape triviale. Le travail sur cette approche et son implémentation numérique pour l'obtention de distributions n'est pas atteint dans l'état d'avancement actuel du travail. De plus lors du travail avec des ondes de surface, deux vecteurs orthonormaux sont nécessaires pour identifier une orientation cristalline demandant une implémentation supplémentaire dans le programme de calcul. Finalement, le point le plus difficile à considérer est que la

présence de grains de symétrie non cubique requiert la création d'un programme de calcul de vitesse d'onde de surface dans des cristaux de différentes symétries. La modification du programme est limitée par le manque actuel de valeurs théoriques pour la validation des résultats obtenus. Néanmoins, par la suite l'analyse des résultats se base sur la comparaison de différentes distributions pour une meilleure compréhension de la structuration des grains dans l'échantillon.

5.3.4 Étude par distributions sur différentes faces de l'échantillon

La méthode des diagrammes de vitesse s'avère intéressante pour la mise en évidence de l'anisotropie élastique dans un unique plan de coupe des échantillons. L'acquisition de surface de lenteurs est généralement une méthode robuste pour l'identification de l'ordre de symétrie des grains voire de leur orientation cristalline, cependant l'application à l'échantillon soudure ne permet pas de conclure avec certitude. En effet, même si une tendance est observée en faveur d'une symétrie hexagonale il est difficile de confirmer les observations sans modèle théorique de surface de lenteurs de ondes de surface correspondant. Par ailleurs, le protocole expérimental spécifique proposé montre son efficacité mais la comparaison des résultats reste purement qualitative. Trop d'inconnues sont encore présentes (morphologie exacte, constantes élastiques,...) pour identifier avec exactitude une orientation préférentielle à partir des résultats des mesures expérimentales de surface de lenteurs.

Même si les résultats de meilleure qualité tendent à confirmer la présence d'une symétrie hexagonale, il est impossible pour le moment de valider le modèle de calcul numérique de distributions d'ondes de surface pour une symétrie cristalline hexagonale par le manque de données de référence. Ainsi, à l'image de l'application pour l'acier austénitique présentée dans le chapitre 3, la notion des ondes de surfaces détaillée sous la forme d'un problème reposant sur trois concepts (constantes élastiques - orientation - vitesse de propagation) est aggravée par le fait que les deux premiers jeux de paramètres sont inconnus. Tout du moins la morphologie des grains n'est de toute évidence pas aléatoire et il suppose la présence d'un lien avec l'orientation cristallographique de ces derniers. Cependant, le fait de ne scanner que dans deux directions indépendantes de la surface de l'échantillon texturé n'est pas suffisant pour conclure précisément tout en éliminant les conséquences de la différence de statistique apportée par la forme allongée des grains.

La Figure 5.13 présente une modélisation simplifiée en 3D de la structure cristalline supposée de l'échantillon de soudure étudié. L'échantillon se présente sous la forme d'une plaque dont les grains sont empilés sous la forme d'un stack et étirés dans les plans parallèles $(\vec{D1}, \vec{D2})$ dans la direction $\vec{D2}$. La face supérieure est nommée **F1** et la face latérale est **F2**. Les vecteurs $\vec{D1}$, $\vec{D2}$, $\vec{D3}$ et $\vec{D4}$ font référence aux différentes directions à la surface des faces de l'échantillon. Les directions $\vec{D1}$ et $\vec{D2}$ sont orthogonales tout comme $\vec{D3}$ et $\vec{D4}$. Les faces adjacentes de l'échantillon sont aussi supposées orthogonales.

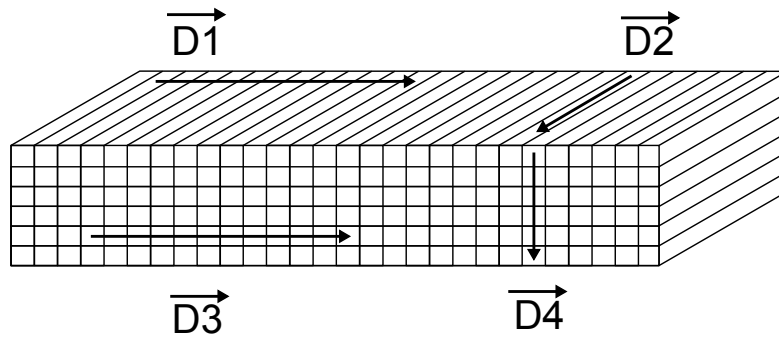


FIGURE 5.13 – Représentation schématique de la structure de l'échantillon étudié sous la forme d'un empilement uniforme de cristaux parallélépipédiques et les différentes orientations de scan $\vec{D1}$, $\vec{D2}$, $\vec{D3}$, et $\vec{D4}$.

En conséquence, il est raisonnable d'estimer que les faces des grains exposées sur la face **F2** seront de forme quasi-circulaire/carré de diamètre/côté 0,6 mm qui est la largeur des grains de la face **F1**. En mesurant des vitesses locales sur la face **F2** il est donc a priori possible d'obtenir des distributions de vitesse avec les mêmes rapports entre taille de grain, distance de propagation et pas de scan pour des scan selon $\vec{D1}$, $\vec{D3}$ et $\vec{D4}$ sans modifications du montage expérimental. Chaque distribution correspond à un ensemble de scans linéaires de 5 mm de long avec un pas de 200 microns. La distance entre spots lasers est de $7 \times 5,35$ microns. La position de chaque ligne à la surface de l'échantillon est choisie manuellement de telle sorte à balayer l'ensemble de la surface exposée.

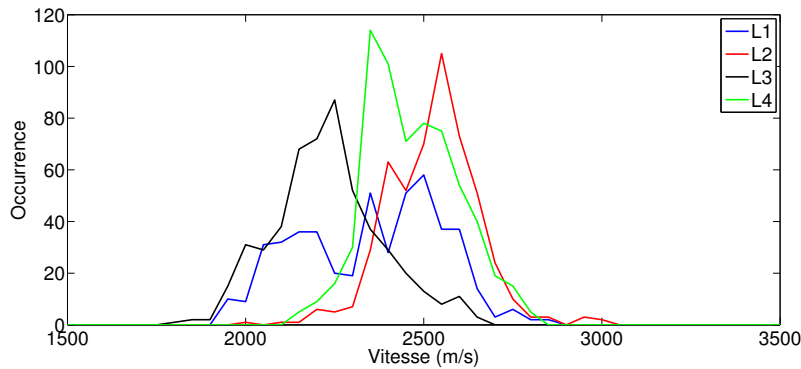


FIGURE 5.14 – Distributions de vitesses des ondes de surface dans les quatre directions de scan $L1(\vec{D1})$ (482), $L2(\vec{D2})$ (520), $L3(\vec{D3})$ (520) et $L4(\vec{D4})$ (634). La valeur entre parenthèse indique le nombre de valeurs de vitesse dans chaque distribution.

De premier abord, les distributions de la Figure 5.14 ainsi que les données de la Table 5.2 correspondante montrent que les distributions sont d'allure proche de gaussiennes de faible asymétrie centrées en différentes valeurs moyennes. Les écarts type confirment notamment que la distribution $L1$ est fortement plus homogène sur la plage de vitesse en

comparaison avec les trois autres distributions qui démontrent des variations plus fortes.

	L1	L2	L3	L4	L5
Moyenne	2352,7	2525,6	2228,0	2466,3	2359,0
Écart type	199,6	127,9	151,0	129,4	183,1
Asymétrie	-0,1219	0,0277	0,3073	0,2996	-0,0948

TABLE 5.2 – Valeurs statistiques caractéristiques des distributions $L1$, $L2$, $L3$, $L4$ et $L5$.

Si comme l'hypothèse de départ l'énonçait, il y a corrélation entre la forme apparente des grains et l'orientation cristallographique, alors les plans de la face **F2** possèdent tous la même orientation cristallographique du plan de coupe avec une rotation aléatoire dans le plan de la face **F2**, les distributions $L3$ et $L4$ devaient donc être identiques. Cependant, les distributions $L3$ et $L4$ mesurées sont non seulement différentes en position mais aussi en enveloppe. La structure cristalline de la face **F2** présente donc une morphologie plus complexe que celle espérée.

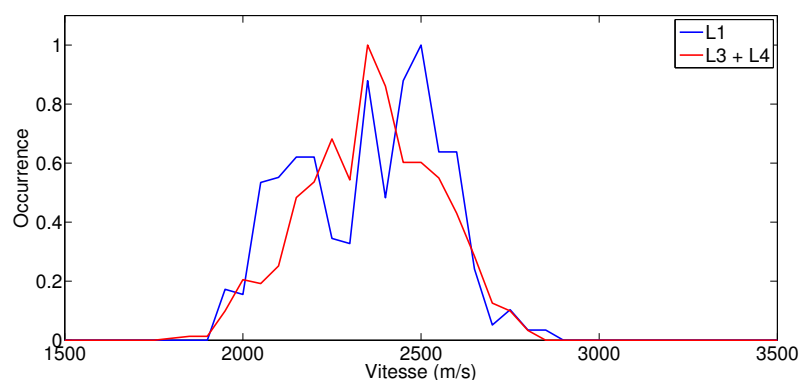


FIGURE 5.15 – Distributions de vitesses des ondes de surface normalisées dans les directions de scan $L1$ et $L5$.

En analysant les distributions, une nouvelle distribution nommée $L5$ combinant les données des distributions $L3$ et $L4$ montre une similarité forte avec la distribution $L1$. La Figure 5.15 souligne ce qui est aussi constaté dans la Table 5.2 montrant une grande similarité entre les distributions. Néanmoins quelques variations locales d'amplitude différencient les deux distributions.

La problématique soulevée par cet échantillon de soudure impose de faire un certain nombre d'hypothèses difficiles à confirmer. La matériau étant très mal identifié, les interprétations des résultats expérimentaux sont donc proposées avec une forte réserve. La symétrie hexagonale proposée peut en effet être remise en cause car dans le cas de soudure en acier austénitique, l'hypothèse la plus raisonnable est que la structure cristalline soit supposée orthotrope et que l'axe des grains coïncide avec la direction (100) [11, 12, 13].

Dans ce cas, le matériau pourrait donc présenter plus de paramètres élastiques indépendants. Cependant la présence d'une orientation préférentielle est observée.

Pour résumer les principales observations issues des mesures de distributions de vitesses sur les différentes face de l'échantillon, les distributions $L1$, $L3$ et $L4$ étant nettement différentes plusieurs interprétations sont possibles :

1. Soit la morphologie attendue n'est pas valide mais les plans présentent des orientations identiques avec rotation dans la face **F2**. Dans ce cas, les distributions de vitesse peuvent présenter des enveloppes différentes mais les valeurs de vitesses devraient être identiques. Cette hypothèse n'est donc pas retenue.
2. Soit l'hypothèse de la morphologie de départ présentée en Figure 5.13 est valide et les grains présentés sur la face **F2** sont quasi identiques et de diamètres d'environ 0,6 mm. Le rapport R étant constant, les distributions différentes soulignent la récurrence de certaines vitesses dans les direction $\vec{D3}$ et $\vec{D4}$ impliquant d'une orientation préférentielle des grains.
3. La dernière hypothèse est la combinaison d'une morphologie différente et d'une orientation préférentielle des plans cristallins exposés.

Une source additionnelle des variations de vitesse peut être la présence de contraintes résiduelles. Cependant l'effet acousto-élastique induit reste faible [14, 15], la variation de vitesse engendrée par la présence de contraintes peut généralement être négligée en comparaison de l'impact de l'erreur expérimentale. Cet aspect est une ouverture intéressante sur l'étude des champs de contraintes internes aux cristaux par l'utilisation d'ondes acoustiques.

5.4 Cartographie de surface

Le principal point de discussion ne permettant pas de conclure avec certitude sur les résultats acquis est la présence d'une morphologie spécifique. Sur la face supérieure de l'échantillon, les grains de forme étirée empêchent une interprétation directe des données acquises. D'un autre côté, l'analyse des résultats de mesures sur la face latérale **F2** de l'échantillon n'autorisent pas à conclure sans connaissance des la structuration des grains sur cette même face. Pour essayer de répondre à cette interrogation, le système d'acquisition de cartographie présenté dans le chapitre 4 est mis en place pour identifier la structuration cristalline via analyse précise des variations de vitesse de propagation. L'échantillon de soudure est cartographié en différentes zones des deux faces **F1** et **F2** et selon les directions de propagation $\vec{D1}$, $\vec{D2}$, $\vec{D3}$, et $\vec{D4}$, résultant en 4 cartographies distinctes.

5.4.1 Face supérieure F1

La Figure 5.16 présente les cartographies obtenues après scans de la face **F1**. Le scan de la Figure 5.16 (a) est le résultat de balayages avec des pas horizontaux et verticaux de 50 et 100 microns respectivement. Le scan de la Figure 5.16 (b) présente un pas de 50 microns dans les deux directions et résulte donc en une image de meilleure résolution. La première observation intéressante est la présence de larges zones à vitesse quasi constante identifiées sous la forme de bandes horizontales représentant bien la structure montrée sur la Figure 5.1. La structuration en cristaux étirés est clairement identifiée par les variations brutales de vitesses. Cependant des artefacts se présentent fréquemment au niveau des interfaces pour la cartographie 5.16 (a) sous la forme de points à vitesse très élevée. Ceci s'explique par le fait qu'un polissage a de nouveau été effectué juste avant la seconde mesure impliquant une meilleure qualité des signaux. En effet, un matériau de ce type exposé à l'environnement ambiant peut entraîner de possibles dépôts de corrosion aux interfaces.

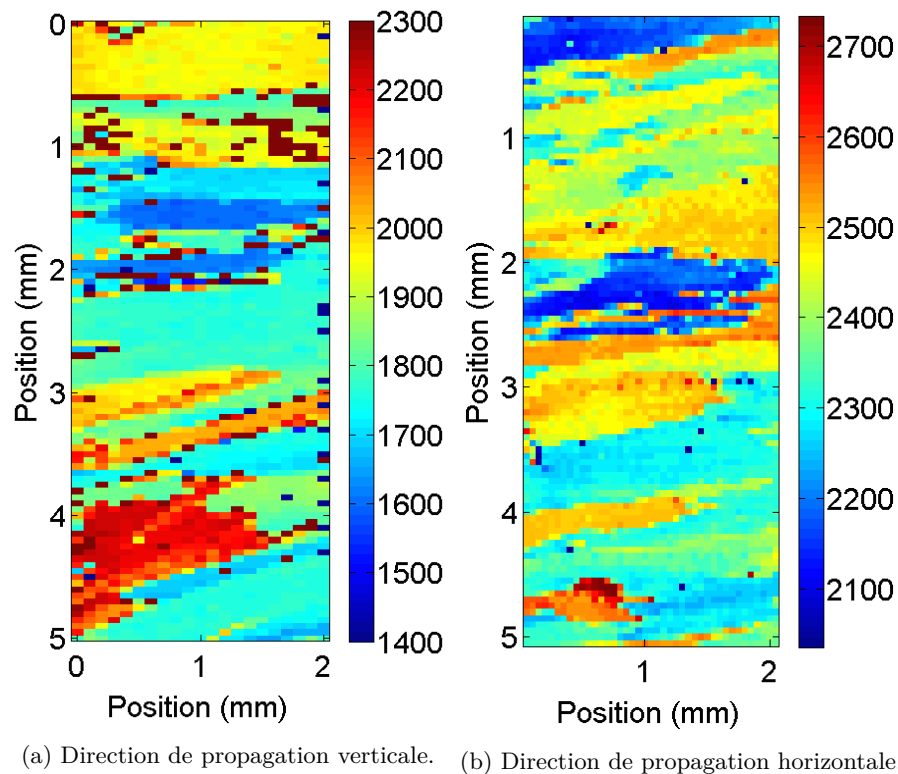


FIGURE 5.16 – Cartographie en vitesse d'onde de surface de la surface coté L1 L2 de l'échantillon de soudure.

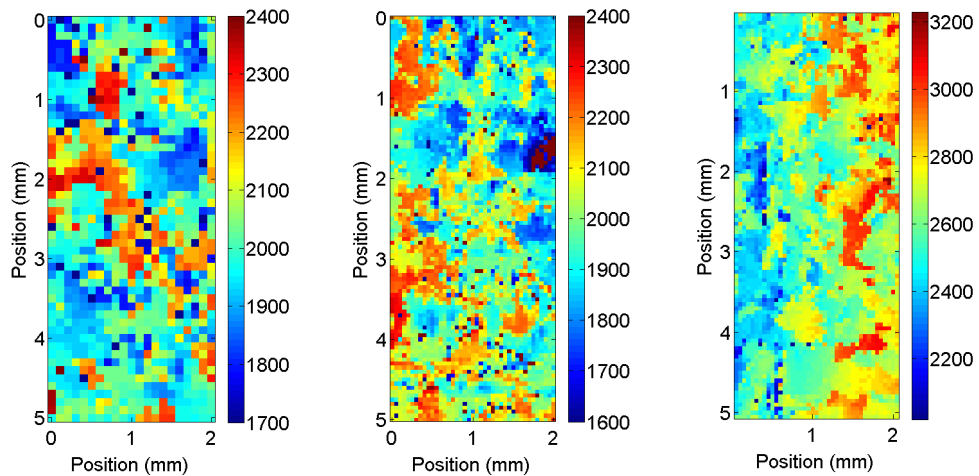
Les problèmes d'estimation de taille de grain dans la section 5.3.1 sont ici résolus lors de la cartographie. S'il reste difficile d'estimer la longueur moyenne des grains car elle

excède largement la largeur de la zone scannée, la largeur des grains est accessible. Par ailleurs, un des atouts de la cartographie est que la résolution spatiale est suffisante pour analyser la forme des extrémités des grains. Ceci permet ici de confirmer l'hypothèse selon laquelle l'enveloppe des grains n'est pas continue mais présente des discontinuités comme proposé dans la Figure 5.10. Toutefois il est intéressant de remarquer que si les grains sont clairement identifiés, la vitesse n'est pas exactement constante lors de mesures en différentes positions d'un même grain. Ce phénomène est particulièrement visible dans le cas (b) par exemple à la position $y = 4,5 - 5\text{mm}$ où le grain à vitesse faible présente des vitesses sur une bande de 2250 à 2350 m/s environ. Ce phénomène est d'autant plus intéressant car ces variations de vitesse de propagation ne se présentent pas sous la forme d'unique pixels isolés mais comme des zones étalées de la surface des grains. Ceci indique la présence de variations de propriétés élastiques et non de possibles variations dues au montage expérimental. Notamment, les variations locales d'élasticité peuvent s'expliquer par la présence de champs de contraintes résiduelles dans les soudures. En effet lors de la fabrication de soudures le champ de température à l'origine de la morphologie spécifique des cristaux est aussi à l'origine de contraintes mécaniques résiduelles dans le joint de soudure après refroidissement de la pièce. De plus lors de la coupe de l'échantillon, ces contraintes internes sont modifiées par la libération des faces des éprouvettes.

5.4.2 Face latérale F2

Le même type de mesure est opéré sur le côté de l'échantillon en deux régions de la surface distinctes et pour deux configurations de scan. Présenté en Figure 5.17 les aires scannées sont égales en surface totale mais le pas est 100 microns dans le cas (a) puis 50 microns permettant d'obtenir une résolution d'image 4 fois supérieure.

Les cartographies de la Figure 5.17 présentent des morphologies complexes et une anisotropie prononcée. La première remarque est que l'on ne retrouve pas clairement la structure morphologique attendue sous la forme d'un agencement homogène de grains. Au contraire les interfaces entre grains ne sont pas clairement identifiables, les transitions de vitesses se font progressivement en se déplaçant sur la surface. Cependant, quelques comportements récurrents sont observés. Notamment, les zones de vitesse extrêmes sont incluses dans de plus large aires de vitesse modérées. Ceci est surprenant car lors des cartographies de la face **F1** une délimitation nette des grains est observée avec de large sauts de vitesse de propagation entre les différents grains. La présence de variations de vitesse de propagation souligne que les propriétés élastiques varient progressivement dans le volume des grains. La présence de contraintes résiduelles dans les soudures peut être un facteur d'explication. L'échantillon présenté est une portion d'une large soudure impliquant des changements des conditions en contraintes lors de la découpe du matériau. Par ailleurs, la présence d'une orientation préférentielle des grains traduite par la présence de plans d'orientations cristallines similaires sur le côté de l'échantillon peut être à l'origine de ces observations.



(a) Direction de propagation verticale. (b) Direction de propagation verticale. (c) Direction de propagation horizontale.

FIGURE 5.17 – Cartographie en vitesse d’onde de surface de la surface coté L3 L4 de l’échantillon de soudure.

De plus des inhomogénéités globales des cartographies sont visibles. La cartographie (b) présente une division diagonale (du haut gauche vers le haut droit) alors que (c) présente une division verticale. Ces variations vont au delà de possibles erreurs de réglages lors des manipulations et indiquent donc la présence d’une anisotropie dans le volume de la soudure.

5.4.3 Confrontation des données entre scans et cartographies

Par les deux méthodes de mesure proposées, cartographies locales et scans globaux, il est possible d’obtenir différentes distributions de vitesse. Notamment, L’obtention de cartographie permet de détailler à la fois la morphologie des échantillons mais contient aussi de l’information sur les orientations cristallines en comparant les données avec les distributions de vitesses locales. Néanmoins, l’inconvénient principal des cartographies est qu’elles ne sont représentatives des variations que sur une petite surface par rapport à des mesures sur l’ensemble de l’échantillon.

Afin de mettre en évidence ces différences de résultat, la Figure 5.18 représente les différentes distributions obtenues sur la face **F1** de l’échantillon selon les méthodes de mesure. Des similarités sont identifiées dans une certaine mesure, cependant les distributions MAP L2 et SCAN L2 sont très différentes. Sachant que les cartographies ne représentent qu’une partie de la surface il est normal d’avoir des différences dans les enveloppes des distributions. Néanmoins la présence de différences sur les plage de vitesse ne présente aucune explication clairement identifiée. La possibilité d’erreur expérimentale n’est pas rejetée même si la vérification de l’ensemble des paramètres ne montre pas d’origine précise.

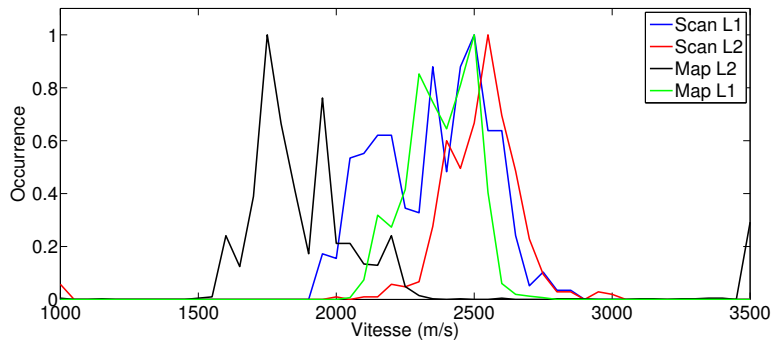


FIGURE 5.18 – Comparaison des données entre scan global de la face supérieure de l'échantillon et cartographie locale.

	SCAN 1	SCAN 2
Moyenne	2017,4	1992,2
Écart type	136,67	146,47
Asymétrie	0,1546	-0,0714

TABLE 5.3 – Caractéristiques statistiques spécifiques des distributions SCAN 1 et SCAN 2

Concernant la face **F2** l'acquisition de cartographies avec des pas de scans différents permet de comparer approximativement l'impact du nombre de données sur les distributions. La Figure 5.19 présente les distributions correspondantes normalisées par leur maximum d'amplitude sur des bins de $50m/s$ de large. Les données caractéristiques sont présentées en Table 5.3. Les distributions obtenues sont d'allure semblables, il est possible de conclure que l'augmentation de la résolution n'induit donc qu'une amélioration de la qualité d'image sans conséquence importante sur l'information statistique contenue.

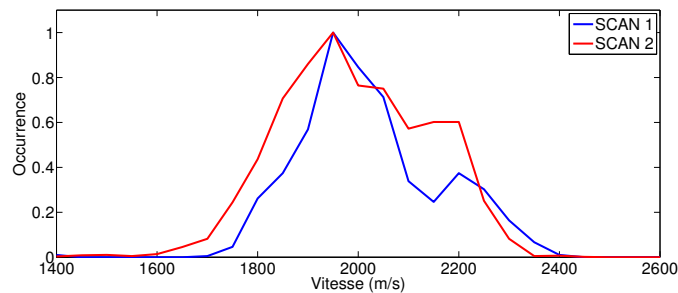


FIGURE 5.19 – Variation des distributions en fonction du pas de scan

Aussi, il est de nouveau possible de comparer les données obtenues par scans globaux en comparaison des données contenues dans les cartographies 5.17. Les distributions obtenues ici ne présentent que peu de cohérence et les différences entre distributions ne valident

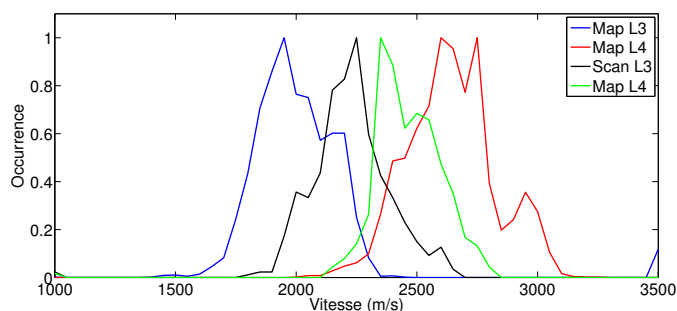


FIGURE 5.20 – Comparaison des données entre scan global de la face supérieure de l'échantillon et cartographie locale.

pas une possible erreur dans l'évaluation des distances de propagation.

5.5 Conclusion

Les soudures sont parmi les matériaux polycristallins les plus difficiles à étudier. La morphologie cristalline présente sous forme de grains étirés rend l'analyse des données statistiques difficile et différentes approches doivent être utilisées. Notamment l'implémentation d'un système de mesure de surface de lenteurs montre des résultats de bonne qualité et autorisent de supposer la présence d'une symétrie hexagonale des grains composant l'échantillon de soudure.

En analysant les variations de vitesses sur différentes faces de l'échantillon, il est constaté de nettes différences dans les distributions de vitesse obtenus traduisant la présence de grains présentant différentes orientations selon les directions d'observations et face de l'échantillon. Pour une meilleure compréhension de la morphologie de l'échantillon, la méthode de cartographies a montré de nouveaux des résultats intéressants pour la visualisation de la texturation de surface spécifique. Notamment par l'étude sur la face latérale de l'échantillon montre une structuration complexe dans laquelle il reste néanmoins difficile de différencier les grains composant la soudure. Ceci peut s'expliquer dans une certaine mesure par la présence d'orientations préférentielles mises en évidence par les distributions correspondantes. En effet même si les enveloppes sont à reconsidérer, les plages de vitesses sont différentes selon les directions de propagations. Par ailleurs une interprétation retenue pouvant être l'origine des variations locales de propriétés élastiques est la présence de champ de contraintes inhomogènes dans les soudures. la présence de contraintes pourrait être une explication aux variations internes de vitesse observées au sein d'unique grains par les cartographies.

Beaucoup de phénomènes restent à être étudiés sur la quantification des variations d'orientations lors d'une texturation cristalline. Notamment l'aspect statistique pourrait

être complété pour prendre en compte l'influence de la forme spécifique des grains et surtout d'une orientation préférentielle. Le fait de ne plus avoir un agencement aléatoire des grains induit le besoin de considérer de nombreux ratios de dimensionnement pour décrire complètement la structure de l'échantillon avant même de pouvoir traiter les données à propos de l'élasticité locale contenues dans les mesures.

Bibliographie

- [1] *Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steel*. International Molybdenum Association, 2014.
- [2] M.M.Z. Ahmed, B.P. Wynne, M.M. El-Sayed Seleman, and W.M. Rainforth. A comparison of crystallographic texture and grain structure development in aluminum generated by friction stir welding and high strain torsion. *Materials & Design*, 103 :259–267, August 2016.
- [3] J. Ye, J. Moysan, S.-J. Song, H.-J. Kim, B. Chassignole, C. Gueudré, and O. Dupond. Influence of welding passes on grain orientation – The example of a multi-pass V-weld. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 93-94 :17–21, May 2012.
- [4] A. Eghlimi, M. Shamanian, M. Eskandarian, A. Zabolian, and J.A. Szpunar. Characterization of microstructure and texture across dissimilar super duplex/austenitic stainless steel weldment joint by austenitic filler metal. *Materials Characterization*, 106 :208–217, August 2015.
- [5] A.S. Azar, L.-E. Svensson, and B. Nyhus. Effect of crystal orientation and texture on fatigue crack evolution in high strength steel welds. *International Journal of Fatigue*, 77 :95–104, August 2015.
- [6] S. A. David, S. S. Babu, and J. M. Vitek. Welding : Solidification and microstructure. *JOM*, 55(6) :14–20, June 2003.
- [7] J. Moysan, A. Apfel, G. Corneloup, and B. Chassignole. Modelling the grain orientation of austenitic stainless steel multipass welds to improve ultrasonic assessment of structural integrity. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 80(2) :77–85, February 2003.
- [8] B. Chassignole, R. El Guerjouma, M.-A. Ploix, and T. Fouquet. Ultrasonic and structural characterization of anisotropic austenitic stainless steel welds : Towards a higher reliability in ultrasonic non-destructive testing. *NDT & E International*, 43(4) :273–282, June 2010.
- [9] J.-I. Jang, D. Son, Y.-H. Lee, Y. Choi, and D. Kwon. Assessing welding residual stress in A335 P12 steel welds before and after stress-relaxation annealing through instrumented indentation technique. *Scripta Materialia*, 48(6) :743–748, March 2003.

-
- [10] M. Prime, T. Gnaupelherold, J. Baumann, R. Lederich, D. Bowden, and R. Sebring. Residual stress measurements in a thick, dissimilar aluminum alloy friction stir weld. *Acta Materialia*, 54(15) :4013–4021, September 2006.
 - [11] B. Chassignole. Ultrasonic propagation in austenitic stainless steel welds approximate model and numerical methods results and comparison with experiments. volume 509, pages 153–160. AIP, 2000.
 - [12] D.S. Kupperman and K.J. Reimann. Deviation of longitudinal and shear waves in austenitic stainless steel weld metal. 1980.
 - [13] L Adler, K. V. Cook, and D. W. Fitting. Ultrasonic characterization of autenitic welds.
 - [14] Y. Zhang. *Contrôle de santé des matériaux et structures par analyse de la coda ultrasonore*. PhD thesis, Université du Maine, Le Mans, FRANCE, 2013.
 - [15] S. Eldevik, Å.A.F. Olsen, and P. Lunde. Sound velocity change owing to the acousto-elastic/plastic effect in steel measured using Acoustic Resonance Technology (ART). Geilo, 2012.

Conclusion

Dans cette thèse est proposée, développée et testée dans différentes configurations une méthode expérimentale optoacoustique pour la caractérisation et l'étude d'échantillons d'acier. Les aciers étant des matériaux polycristallins, ils soulèvent des problématiques complexes de contrôle non destructif qui nécessitent des approches innovantes. Le montage permettant de propager des ondes de surface sur des distances de l'ordre de quelques dizaines de microns autorise la mesure des vitesses locales de propagation à l'échelle des cristallites composant les aciers. L'intérêt est donc de quantifier les propriétés élastiques et leurs variations dues à l'anisotropie ainsi qu'aux orientations cristallines différentes des grains.

La première méthodologie proposée s'attache à évaluer les constantes élastiques des grains composant un échantillon d'acier austénitique. Pour cela, l'utilisation du montage expérimental permet d'acquérir les vitesses de propagation d'onde de surface locales et de générer des distributions de vitesses caractéristiques de l'échantillon. Un protocole d'inversion permet finalement de déduire la valeur des trois constantes élastiques des cristaux cubiques de composition chimique identique composant l'échantillon mais d'orientations inconnues.

Par la suite, le montage expérimental est modifié pour l'acquisition de cartographies de la vitesse des ondes de surface locales. Cette représentation est utilisée afin de visualiser la structure interne d'un échantillon d'acier moulé présentant de larges cellules biphasiques orientées composées de sous-structures cohérentes mais variables. La représentation en distribution est à nouveau exploitée pour étudier les variations de vitesse de propagation avec une direction de propagation d'onde différente.

Finalement des échantillons texturés de soudures sont analysés selon les mêmes objectifs de caractérisation morphologie et mécanique. La présence ici d'une morphologie spécifique avec des grains étirés est étudiée afin de mettre en évidence la présence d'une anisotropie globale d'un échantillon. L'approche statistique est appliquée dans le cas présent afin de visualiser la présence d'une orientation préférentielle des grains dépendante de leur morphologie. L'étude proposée est complétée par l'acquisition de cartographies pour identifier la structure cristalline complexe. Ces dernières montrent par ailleurs la présence de variations locales de propriétés élastiques pouvant être la conséquence de contraintes résiduelles locales.

Perspectives

Cette thèse se pose comme une première étape dans des problématiques confrontant les ultrasons lasers à des besoins de caractérisation précise d'échantillons polycristallins. La résolution et propositions de méthodes d'analyse contenues dans ce manuscrit donnent ouvertent des perspectives pour de futures applications.

Outre

Le premier aspect est d'améliorer le montage expérimental pour l'obtention de données de manière plus efficace et notamment avec une meilleure résolution spatiale dans le cas des cartographies. Par ailleurs, la méthode d'inversion des distributions proposée peut être améliorée en introduisant d'autres approches numériques, e.g. Monte-Carlo. En effet, la résolution numérique deviendrait plus stable et indépendante des paramètres d'entrée. Par ailleurs il est possible de proposer une autre fonction pour comparer les distributions en introduisant par exemple un estimateur par noyau.

Un large domaine de travail dont l'exploration a été débutée est la résolution des problèmes de réfraction d'une onde de surface aux interfaces entre grains. Les premiers essais montrent que la résolution analytique reste difficile mais des approches par simulations numériques basées sur les éléments finis pourraient permettre d'accéder à des prédictions du comportement d'une onde élastique incidente sur une interface entre grains de différentes orientations cristallines. Ceci serait une première étape d'intérêt dans la compréhension des interactions entre grains notamment lors de la propagation dans les milieux biphasiques.

Globalement, la proposition d'observer l'ensemble des variations de la vitesse de propagation d'onde de surface est ouverte. En effet, ces dernières sont le résultat du couplage de l'ensemble des paramètres mécaniques d'un matériau. L'acquisition de distributions de vitesse est donc intéressante pour tout la caractérisation (élasticité, morphologie et orientations cristallines) de matériaux composés de sous structures dont font partie les polycristaux.

Annexe A

Interfaces cristallines

La propagation d'ondes élastiques dans les matériaux polycristallins est à large échelle fortement dépendante des propriétés des contacts entre grains. Un aspect mis de côté dans le corps de ce rapport est les propriétés des interfaces entre grains traduisant la cohésion globale d'un échantillon. Cette annexe introduit un exemple de mesure dont le but est de déterminer la qualité du contact entre deux grains. Pour cela, le travail se déroule en plusieurs étapes appliqué ici à un échantillon d'acier austénitique.

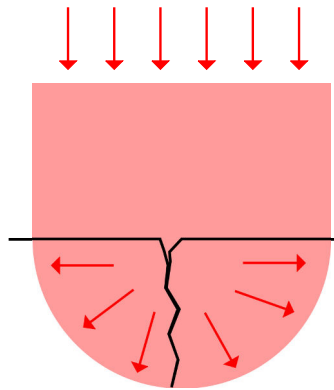


FIGURE A.1 – Schéma du phénomène attendu lors du chauffage local d'une fissure.

Une zone de l'échantillon est scannée sur une large distance. Le résultat obtenu est présenté en Figure A.2 (a). Après sélection d'une interface, cette dernière est précisément identifiée en procédant à d'autres scans successifs localisés comme sur la Figure A.2 (b) et (c). L'interface entre deux grains peut être vue comme une fissure ou un défaut cependant, les deux grains orientés différemment présentent un contraste d'impédance pouvant créer des échos sans présence de défaut. Afin de discriminer l'origine des échos, un troisième laser de type diode est ajouté au setup et permet de chauffer la surface de l'échantillon. Ainsi, dans l'idée de [1, 2] l'objectif est de solliciter thermiquement l'interface et si il ya des trous engendrant la présence d'échos, de les fermer par dilatation thermique.

La Figure A.2 (d) présente le résultat final sous la forme d'une carte représentant la différence entre les signaux obtenus avec et sans chauffage local. L'image obtenue n'est pas une unique carte de bruit blanc mais des composantes sont visibles aux temps de vol des échos ce qui traduit la présence d'une modification des paramètres physiques locaux. Ces résultats préliminaires sont encourageants pour la caractérisation de contact et la détection de défaut aux interfaces entre grains. Afin d'amplifier ces phénomènes, un système de flexion trois points embarqué sur le banc expérimental a été créé pour solliciter mécaniquement les contacts entre grains.

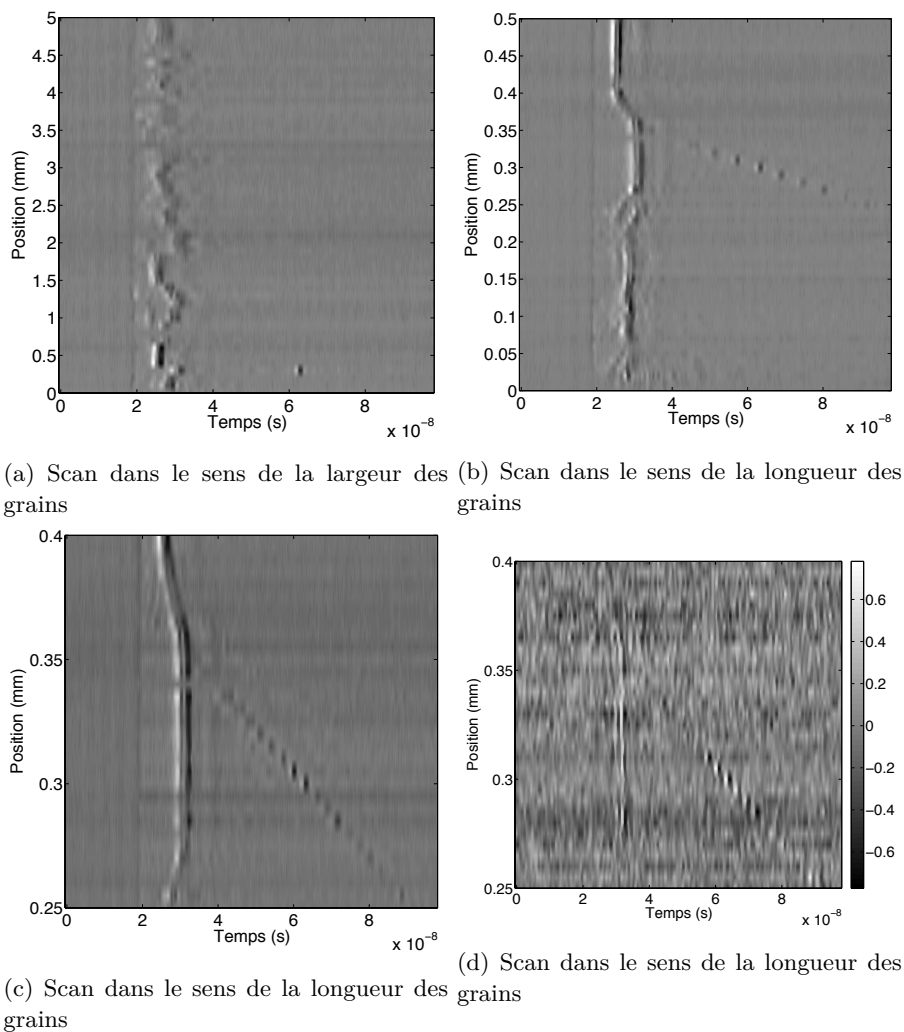


FIGURE A.2 – Exemple de scan de la surface d'une soudure dans le sens de la largeur (a) et longueur (b) des grains.

Bibliographie

- [1] Chen-Yin Ni, Nikolay Chigarev, Vincent Tournat, Nicolas Delorme, Zhong-Hua Shen, and Vitalyi E. Gusev. Probing of laser-induced crack modulation by laser-monitored surface waves and surface skimming bulk waves. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 131(3) :EL250, 2012.
- [2] C. Ni, N. Chigarev, V. Tournat, N. Delorme, Z. Shen, and V. E. Gusev. Probing of laser-induced crack closure by pulsed laser-generated acoustic waves. *Journal of Applied Physics*, 113(1) :014906, 2013.

Annexe B

Informations

B.1 Thèse

Thèse financée en totalité par le CEA et réalisée à la quasi totalité sur le site du LAUM.
Encadrement officiel :

- Vincent TOURNAT
- Nikolay CHIGAREV
- Lili DUCOUSSO-GANJEHI

Correspondants scientifiques - initiateurs du projet coté CEA :

- Pierre CALMON
- Frédéric JENSON (Parti du CEA fin 2015)
- Steve MAHAUT (en charge après départ de Frédéric)

B.2 Production scientifique

La thèse a donné l'occasion à plusieurs présentations orales dans différents congrès. La liste suivante précise les lieu date titres et orateur en gras

Janvier 2015 : AFPAC (Anglo French Physical Acoustic Conference) Fréjus - FRANCE

"Evaluation of the elastic parameters of steel by all-optical monitoring of surface and pseudo-surface bulk acoustic waves" **D. Gasteau**, N. Chigarev, L. Ducoussou-Ganjehi, V. Tournat et V. Gusev ;

Mai 2015 : ICU (International Congress on Ultrasonics) Metz - FRANCE

"Evaluation of the elastic parameters of steel by all-optical monitoring of surface and pseudo-surface bulk acoustic waves" **D. Gasteau**, N. Chigarev, L. Ducoussou-Ganjehi, V. Tournat et V. Gusev ;

Mai 2015 : 11th ICNDE, Jeju CORÉE

"Assessment of reliability of NDE for CSS and DMW components" **L. Ducoussou-Ganjehi**, D. Gasteau, F. Jenson, S.Mahaut, G.Cattiaux et T.Sollier ;

Juin 2015 : Doctoriales de la COFREND Marne-la-Vallée - FRANCE

"Caractérisation de la structure métallurgique de matériaux polycristallins" **D.Gasteau**, N. Chigarev, V. Tournat, L. Ducouso-Ganjehi et V.Gusev ;

Avril 2016 : CFA (Congrès Français d'Acoustique) Le Mans -FRANCE

"Caractérisation d'échantillons d'acier par méthode ultrasons laser" **D.Gasteau**, N. Chigarev, V. Tournat, L. Ducouso-Ganjehi et V.Gusev ;

Juillet 2016 : QNDE Atlanta - États-Unis

"All optical pump probe setup for austenitic and casted stainless steel" **D.Gasteau**, N.Chigarev, L.Ducouso-Ganjehi, V.Tournat et V. Gusev.

Les travaux de cette thèse ont permis la publication d'un article et la préparation d'un second :

- *"Single crystal elastic constants evaluated with surface acoustic waves generated and detected by lasers within polycrystalline steel samples"*, D. Gasteau, N. Chigarev, L. Ducouso-Ganjehi, V. E. Gusev, F. Jenson, P. Calmon, et V. Tournat. **Journal of Applied Physics** 119, 043103 (2016) ; doi : 10.1063/1.4940367.
- *"Reavealing structure in duplex steel with an all optical pump probe setup"*

Les thématiques soulevées dans cette thèse ont permis la collaboration sur les problématiques de milieux sous hautes pressions résultant en la participation à deux articles :

- *"Picosecond laser ultrasonics for imaging of transparent polycrystalline materials compressed to megabar pressures"* Kuriakose M, Raetz S, Chigarev N, Nikitin SM, Bulou A, Gasteau D, Tournat V, Castagnede B, Zerr A, Gusev VE. **Ultrasonics**. 2016 Jul ; 69 :259-67. doi : 10.1016/j.ultras.2016.03.007.
- *"Revealing sub- μm and μm -scale textures in H₂O ice at megabar pressures by time-domain Brillouin scattering"* SM. Nikitin, N. Chigarev, V. Tournat, A. Bulou, D. Gasteau, B. Castagnede, A. Zerr et VE. Gusev. **Scientific Reports** 5, Article number : 9352 (2015) doi :10.1038/srep09352

Thèse de Doctorat

Damien GASTEAU

Méthodes ultrasons laser pour la caractérisation locale d'aciers polycristallins

Résumé

Les ultrasons laser font partie des techniques expérimentales d'inspection en développement pour des problématiques de contrôle non destructif toujours plus exigeantes. Ces méthodes sans contact permettent dans notre cas de générer et détecter des ondes de surface se propageant sur des distances de quelques dizaines de microns. L'objectif de cette thèse est de mettre au point et tester une méthode ultrasons lasers pour l'étude d'échantillons d'aciers polycristallins. En effet ces matériaux à la base d'un ensemble de pièces manufacturées sont composés d'une multitude de cristaux anisotropes de tailles et d'orientations variables. Parmi les paramètres physiques d'intérêt l'évaluation des constantes élastiques ainsi que la détermination de texturations sont des facteurs essentiels dans toute application CND et leur simulation numérique. Dans un premier temps, les variations de vitesses de propagation dues à l'anisotropie et aux l'orientation différentes des cristaux sont mesurées grâce au montage expérimental en surface d'échantillons d'acier austénitique. Les résultats sont exploités sous la forme de distributions statistiques de vitesses de propagation et un protocole d'inversion est proposé pour l'évaluation des constantes élastiques. Dans une seconde partie, un échantillon d'acier moulé présentant de larges macrograins est analysé pour la mise en évidence de sous-structures au sein d'un milieu biphasique. Finalement un échantillon de soudure possédant une texturation typique avec grains allongés est étudié et la présence d'une orientation préférentielle est soulignée.

Mots clés

Ultrasons lasers, ondes de surface, polycristaux, distributions de vitesses de propagation.