

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université des Sciences et de la Technologie  
Houari Boumediene

Faculté de Physique



## **MEMOIRE**

Présenté pour l'obtention du diplôme de **MAGISTER**

*En Physique*

Spécialité : **Physique des Matériaux**

Par :

**M. Mohand AIT OUARABI**

Sujet :

**Utilisation de la vitesse ultrasonore pour  
évaluer le phénomène de recristallisation dans  
un acier doux tréfilé à froid**

Soutenu publiquement le : 29/ 04/2009, devant le Jury composé de :

|                  |                       |                      |                    |
|------------------|-----------------------|----------------------|--------------------|
| M. M. KECHOUANE  | Professeur            | U.S.T.H.B.           | Président          |
| M. F. BOUBENIDER | Professeur            | U.S.T.H.B.           | Directeur de thèse |
| M. Z. BOUMERZOUG | Professeur            | Université de BISKRA | Examineur          |
| M. D. BRADAÏ     | Professeur            | U.S.T.H.B.           | Examineur          |
| Melle. B. ALILI  | Maître de Conférences | U.S.T.H.B.           | Examineur          |

*A la mémoire de mon père*

*A ma mère qui m'a comblé de son affection  
et dont les conseils m'ont amené à bon port*

*A mes frères et sœurs qui ont su me supporter durant toutes ces années.  
A ma belle sœur.*

*A Dadi*

## *Remerciements*

*Ce travail a été réalisé au laboratoire de Physique des Matériaux, équipe de recherche « Ondes et Acoustique » de la faculté de physique de l'Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene.*

*Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à l'égard du Professeur **Fouad BOUBENIDER** d'avoir accepté de m'accueillir au sein de son équipe de recherche. Tout au long de ma formation, j'ai tant profité de sa riche expérience pour approfondir mes connaissances dans tous les domaines, surtout la physique des ultrasons. Je le remercie pour sa disponibilité et son soutien infaillible quant au suivi de l'avancement de mon travail. Qu'il trouve ici l'expression de ma profonde reconnaissance pour la quantité et la qualité de son apport scientifique ainsi que sa confiance en ma personne et ses encouragements, sans lesquels ce travail n'aurait abouti.*

*C'est un honneur pour moi que Monsieur **M. KECHOUANE**, Professeur à l'U.S.T.H.B., ait accepté d'être président de ce jury. Je le remercie vivement pour l'intérêt qu'il porte à mon travail.*

*Je remercie vivement Monsieur **Z. BOUMERZOUG**, Professeur à l'Université de Biskra, de m'avoir fourni les premiers échantillons pour ce travail et d'avoir accepté de le juger.*

*Que Monsieur **D. BRADAÏ**, Professeur à l'U.S.T.H.B, trouve ici l'expression de ma reconnaissance pour être à l'origine de l'idée de ce travail et pour ses conseils et orientations à la réalisation des caractérisations métallurgiques. Je le remercie également d'avoir accepté de juger ce travail.*

*Je tiens aussi à remercier profondément Mademoiselle **B. ALILI**, Maître de Conférences à l'U.S.T.H.B., d'avoir accepté la charge d'examiner ce travail.*

*Je ne saurais oublier de remercier les cadres de l'entreprise de tréfilage « **TREFISOUD** » d'El Eulma(Sétif) en les personnes du **P.D.G. BOUKEHIL**, du Directeur du Développement **DAOUD**, de Monsieur **T. ABID** et Monsieur **M. REDOUANE**, pour leur chaleureux accueil au sein de l'entreprise et pour m'avoir offert gracieusement les échantillons en acier doux tréfilé ainsi que pour tous leurs conseils avisés.*

*Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à mes amis : le Dr Achour TERBOUCHE du C.R.A.P.C., le Dr Omar ADJAOUD de l'université de Bayreuth, le Dr Tarik MEHADDENE de l'université de Munich et le Dr Hand ZENIA de l'université de Georgetown, pour la documentation qu'ils m'ont envoyé ainsi que pour leurs conseils, leurs encouragements pour revenir sur les bancs de l'université et accomplir ce travail.*

*Je remercie aussi Monsieur S. MANSOUR (U.S.T.H.B.), Monsieur D. SEMAM (faculté de physique), et spécialement Monsieur S. Mammeri de la faculté d'électronique, ainsi que Messieurs LOUHIBI et KERDJA et tout le personnel du C.D.T.A.*

*Je ne saurais oublier de remercier vivement Messieurs R. LOUNI, R.REZZOUG, A. DAHEL et A. BENAAMANE pour leur soutien, leur aide ainsi que pour leurs encouragements.*

*Je remercie chaleureusement tous mes collègues de l'équipe « Ondes et Acoustique » qui ont su créer l'ambiance favorable à la réalisation de ce travail et spécialement mes amis : H. ZITOUNE, S. TOUMI, Y. ABBAS, S. SAIT., N. BELKAHLA, A. KAIBI., N. DJOUHRI, O. ALLOUANE, D. BEDHOUCHE.*

*Je remercie aussi tous les membres de l'équipe « Transformations de phases, Microstructures et Texture » pour leur soutien et leurs encouragements.*

*Que tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à l'aboutissement de ce travail et tous ceux que je n'ai pu citer trouvent ici l'expression de ma gratitude.*

# Sommaire

|                                                                           |    |
|---------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Introduction générale</b> .....                                        | 1  |
| <br><b>Chapitre I : Métallurgie physique de l'état métallique déformé</b> |    |
| <b>I. 1. Introduction</b> .....                                           | 4  |
| <b>I. 2. Ecrouissage</b> .....                                            | 5  |
| <b>I. 3. Procédé de mise en forme des métaux</b> .....                    | 5  |
| <b>I. 3. 1. Forgeage</b> .....                                            | 5  |
| <b>I. 3. 2. Laminage</b> .....                                            | 5  |
| <b>I. 3. 3. Estampage</b> .....                                           | 6  |
| <b>I. 3.4. Filage</b> .....                                               | 6  |
| <b>I. 3.5. Emboutissage</b> .....                                         | 7  |
| <b>I. 3. 6. Frittage</b> .....                                            | 8  |
| <b>I. 3. 7. Tréfilage</b> .....                                           | 8  |
| <b>I.3.7.1. Principe du tréfilage</b> .....                               | 8  |
| <b>I.3.7.2. Outils et équipements industriels de tréfilage</b> .....      | 10 |
| <b>I.3.7.3. Tréfileuse simple</b> .....                                   | 10 |
| <b>I.3.7.4. Tréfileuses multiples</b> .....                               | 10 |
| <b>I. 3. 7. 5. Filière</b> .....                                          | 11 |
| <b>I.3.7.6. Préparation des fils avant tréfilage</b> .....                | 11 |
| <b>I.3.7.6.1. Procédé chimique (décapage)</b> .....                       | 12 |
| <b>I.3.7.6.2. Procédé mécanique (Décalaminage)</b> .....                  | 12 |
| <b>I.4. Défauts cristallins</b> .....                                     | 12 |
| <b>I. 4. 1. Défauts ponctuels</b> .....                                   | 13 |
| <b>I. 4. 2. Défauts linéaires (dislocations)</b> .....                    | 14 |
| <b>I. 4. 3. Défauts de surface</b> .....                                  | 15 |
| <b>I. 4. 3. 1. Joints de grains</b> .....                                 | 15 |
| <b>I.4.3.2. Macles</b> .....                                              | 15 |
| <b>I. 4. 4. Défauts volumiques (Précipités)</b> .....                     | 16 |

|                                                                                                 |           |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>I. 5. Mécanismes de restauration et de recristallisation après déformation à froid .....</b> | <b>17</b> |
| <b>I. 5. 1. Restauration .....</b>                                                              | <b>17</b> |
| <b>I. 5. 2. Recristallisation .....</b>                                                         | <b>18</b> |

## **Chapitre II : Propagation des ondes élastiques dans un milieu solide**

|                                                                                             |           |
|---------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>II. 1. Introduction .....</b>                                                            | <b>20</b> |
| <b>II. 2. Propagation des ondes ultrasonores dans un milieu infini .....</b>                | <b>20</b> |
| <b>II.2.1. Tenseur des contraintes .....</b>                                                | <b>20</b> |
| <b>II.2.2. Tenseur des déformations .....</b>                                               | <b>21</b> |
| <b>II.2.3. Relation Contrainte-déformation (Loi de HOOKE) .....</b>                         | <b>22</b> |
| <b>II.2.4. Equation de propagation des ondes acoustiques .....</b>                          | <b>22</b> |
| <b>II.2.4.1. Cas général .....</b>                                                          | <b>22</b> |
| <b>II.2.4.2. Equation de propagation pour un solide homogène, isotrope et illimité.....</b> | <b>24</b> |
| <b>II.3. Ondes élastiques guidées dans un cylindre.....</b>                                 | <b>26</b> |
| <b>II.3.1. Ondes de compression .....</b>                                                   | <b>31</b> |
| <b>II.3.2. Ondes de Torsion .....</b>                                                       | <b>34</b> |
| <b>II.3.3. Ondes de Flexion .....</b>                                                       | <b>37</b> |
| <b>II.4. Conclusion.....</b>                                                                | <b>39</b> |

## **Chapitre III : Techniques de caractérisation et montage expérimental**

### **Partie A : Préparation des échantillons et techniques classiques de caractérisation**

|                                                   |           |
|---------------------------------------------------|-----------|
| <b>III.A.1. Introduction.....</b>                 | <b>41</b> |
| <b>III.A.2. Matériau étudié.....</b>              | <b>41</b> |
| <b>III.A.3. Préparation des échantillons.....</b> | <b>43</b> |
| <b>III.A.3.1. Découpage et polissage .....</b>    | <b>43</b> |
| <b>III.A.3.2. Traitements thermiques .....</b>    | <b>44</b> |

|                                                                |    |
|----------------------------------------------------------------|----|
| <b>III.A.4. Techniques classiques de caractérisation</b> ..... | 45 |
| <b>III.A.4.1. La métallographie</b> .....                      | 45 |
| <b>III.A.4.2. Diffraction des Rayons X</b> .....               | 46 |
| <b>III.A.4.3. Microdureté Vickers</b> .....                    | 46 |

## **Partie B : Caractérisation par ondes ultrasonores**

|                                                                       |    |
|-----------------------------------------------------------------------|----|
| <b>III.B.1. Transducteur ultrasonore</b> .....                        | 48 |
| <b>III.B.2. Caractérisation de la sonde ultrasonore</b> .....         | 49 |
| <b>III.B.3. Les différents modes de contrôle</b> .....                | 49 |
| <b>III.B.3.1. Mode par transmission</b> .....                         | 49 |
| <b>III.B.3.2. Mode écho</b> .....                                     | 50 |
| <b>III.B.4. Choix de la méthode</b> .....                             | 51 |
| <b>III.B.5. Choix du mode à générer</b> .....                         | 51 |
| <b>III.B.6. Dispositif expérimental adopté pour les mesures</b> ..... | 56 |

## **Chapitre IV : Résultats expérimentaux et discussion**

|                                                                              |    |
|------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>IV.1. Introduction</b> .....                                              | 59 |
| <b>IV.2. Microdureté Vickers</b> .....                                       | 59 |
| <b>IV.3. Caractérisation par Rayons X des fils tréfilés et recuits</b> ..... | 62 |
| <b>IV.4. Evolution du paramètre de maille</b> .....                          | 65 |
| <b>IV.5. Métallographie</b> .....                                            | 70 |

|                                                                  |               |
|------------------------------------------------------------------|---------------|
| <b>IV.6. Mesure de la vitesse ultrasonore longitudinale.....</b> | <b>73</b>     |
| <b>IV.7. Conclusion.....</b>                                     | <b>78</b>     |
| <br><b>Conclusion générale .....</b>                             | <br><b>79</b> |
| <b>Annexe A .....</b>                                            | <b>81</b>     |
| <b>Références bibliographiques .....</b>                         | <b>82</b>     |

# Introduction générale

## **Introduction générale**

L'important essor de l'industrie et de l'économie, au niveau mondiale, d'une manière générale, a engendré une véritable dynamique de développement qui s'est traduite par une demande accrue en matériaux. La tendance à la recherche et au développement de nouveaux matériaux et alliages a permis l'introduction de nouveaux métaux sur le marché. Ces développements se poursuivent constamment dans le but d'optimiser la conception et la mise en forme de ces matériaux, en ayant pour but une réduction du poids et une amélioration au niveau des propriétés mécaniques.

Cependant, la majorité des procédés de mise en forme [1], à chaud ou à froid, donnent naissance à des défauts ou à des propriétés mécaniques inappropriées. Pour remédier à ces problèmes, il est souvent nécessaire de faire subir à ces matériaux des traitements thermiques adaptés pour leur donner les propriétés mécaniques recherchées. Ces matériaux, au cours de leur exploitation, sont souvent soumis à des conditions d'environnement très agressives. Ils sont assujettis à d'importantes variations de températures, causant des vieillissements thermiques, ou carrément soumis à des vieillissements par irradiation, affectant, significativement, leurs propriétés mécaniques. De ce fait, que ce soit à cause des propriétés mécaniques inadéquates, dues à de mauvais traitements thermiques au cours des procédés de mise en forme, ou bien à cause d'une détérioration de ces propriétés par un vieillissement thermique au cours de son utilisation, l'intégrité du matériau risque d'être compromise, donc d'affecter l'utilisation normale pour laquelle il est destiné.

Ces inconvénients obligent la nécessité du contrôle de la qualité et de l'état de santé des matériaux.

Le contrôle des structures et de l'état de santé des matériaux peut se faire de deux manières : par contrôle **destructif**, tels que les essais mécaniques [1]. Ce contrôle nécessite le démantèlement des structures et/ou un arrêt de production, dans les cas d'une chaîne au niveau des usines, pour des prélèvements d'échantillons. Ce type de contrôle s'avère très coûteux à cause de la manière dont on procède. Il est parfois impossible de démanteler ou de détruire certaines structures, comme un avion par exemple, pour faire les contrôles nécessaires à la préservation de son intégrité. D'où, le second type de contrôle qui est **non destructif** [2], qui s'avère le mieux placé et le plus prisé à cause de la préservation de l'état du matériau et de la structure.

Une multitude de techniques de contrôle non destructif existe, telles que : la radiographie, le ressuage, les courants de Foucault, les ultrasons, etc. [2] elles sont utilisées pour vérifier l'intégrité et la qualité des pièces en cours de fabrication, de leur mise en forme ou bien lors de leur mise en service.

Le contrôle non destructif, notamment le contrôle « in situ », est généralement axé sur la détection de fissures et autres aspects macroscopiques des matériaux [3,4]. Il sert aussi à l'évaluation des propriétés mécaniques de ces derniers. Cependant, les variations de la microstructure du matériau restent difficiles à mettre en évidence par certaines méthodes d'évaluation non destructive [5]. Dans certains cas, il est impossible d'évaluer correctement des structures en service d'où la nécessité de faire appel à des méthodes complémentaires de contrôle, qui risquent de nuire à l'intégrité de la structure à évaluer.

Pour l'évaluation des propriétés mécaniques des matériaux et de la microstructure, le contrôle non destructif par ultrasons, de par son coût et la facilité de sa mise en œuvre, génère un engouement très important dans les recherches en laboratoire [6,7]. Il devient, au cours des années, un moyen complémentaire de poids. Plusieurs travaux ont porté sur l'utilisation des ondes ultrasonores pour étudier les transformations de phases, caractériser l'état de la microstructure et estimer la taille des grains : Vasudevan, Jayakumar, Baldev et Palanichamy [4,6,8-12] ont étudié la microstructure, la recristallisation et la taille des grains dans des aciers austénitiques. Plusieurs autres chercheurs ont démontré la capacité des ondes ultrasonores à caractériser différents phénomènes en métallurgie [13,14].

Le phénomène de la recristallisation dans des aciers doux tréfilés à froid nous a interpellé par le fait qu'il est impossible de dire avec précision, en utilisant un contrôle non invasif, où se situent le début et la fin de la recristallisation d'un acier doux. L'acier doux tréfilé a été choisi pour sa grande disponibilité (il existe une entreprise de tréfilage située à Sétif : TREFISOUD) et au fait que le phénomène de recristallisation est plus simple dans ce type d'alliage [15].

A l'instar des travaux sus-cités, notre étude se veut une contribution à l'évaluation des effets des traitements thermiques, des transformations de phases et de l'état microstructural des matériaux à l'aide des ondes ultrasonores, donc de manière **non destructive**. Ce travail consiste à évaluer la cinétique de la recristallisation à partir des mesures de vitesses des ondes ultrasonores dans des tréfilés d'acier doux et de le comparer aux autres méthodes de

caractérisation « **destructives** », habituellement utilisées en métallurgie, comme la **D.R.X.** (Diffraction des **R**ayons **X**), la métallographie et la microdureté [1,16].

Le présent manuscrit est structuré en quatre chapitres :

Le premier chapitre a pour objet l'étude de la métallurgie physique de l'état métallique déformé. Dans ce chapitre, nous faisons un rappel sur les différents procédés de mise en forme des matériaux. Nous nous sommes intéressés, en particulier, au procédé de mise en forme à froid par tréfilage. Les défauts pouvant être engendrés par un tel procédé, ainsi que les phénomènes de la restauration et de la recristallisation sont discutés.

Le second chapitre traite de manière théorique du comportement des ondes ultrasonores dans des structures cylindriques pleines, pour accéder à la relation de dispersion, de laquelle nous déduisons les courbes des vitesses de phase et de groupe en fonction de la fréquence, ce qui nous permettra de faire le choix du mode acoustique à générer dans nos échantillons.

Le troisième chapitre traite de la préparation des échantillons et des techniques d'analyse expérimentales que nous utilisons. Il est subdivisé en deux parties ; la première est consacrée aux différentes méthodes de caractérisation de l'état microstructural classiquement utilisées : Microdureté Vickers, DRX et métallographie. La procédure et les paramètres utilisés seront détaillés pour chacune d'entre elles. La deuxième partie, quant à elle, est réservée à la technique de caractérisation utilisant les ondes ultrasonores, pour laquelle nous présenterons les différentes procédures et la schématique du montage expérimental adopté.

Dans le dernier chapitre sont regroupés les résultats expérimentaux, obtenus par toutes les méthodes de caractérisation. Les résultats issus de la mesure de vitesses des ondes ultrasonores sont comparés à ceux des méthodes habituellement utilisées en métallurgie.

Nous terminons ce mémoire par une conclusion et les perspectives que ce travail ouvre.

# Partie Théorique

# **CHAPITRE I**

## **Métallurgie physique de l'état métallique déformé**

**Chapitre I****Métallurgie physique de l'état métallique déformé****I.1. Introduction**

L'une des raisons principales de l'emploi très généralisé des métaux est leur propriété d'être malléables, c'est-à-dire déformables sans rupture sous l'effet de sollicitations mécaniques plus au moins élevées [15]. En effet, tout solide soumis à un effort mécanique (contrainte) se déforme. Cette déformation peut se manifester sous deux formes : réversible ou irréversible. Dans le cas de l'application d'une contrainte inférieure à une valeur limite, appelée *limite élastique*, le solide peut retrouver sa forme initiale après suppression de la contrainte, c'est le cas de la déformation élastique. Lorsqu'un solide est déformé au-delà de la limite élastique, une déformation subsiste après suppression des contraintes appliquées, cela s'appelle une déformation plastique [1,17].

L'aptitude des métaux à se déformer plastiquement dépend de plusieurs facteurs qu'il est nécessaire de connaître, en vue d'une part, de maîtriser les procédés de mise en forme, à chaud ou à froid (laminage, emboutissage, forgeage, tréfilage, etc.) [1,18-23], et d'autre part, comprendre l'évolution dans le temps des pièces sollicitées mécaniquement pour lesquelles on cherche à contrôler ou à éviter complètement la déformation plastique. La compréhension du phénomène de la déformation plastique revêt donc une importance majeure pour les secteurs de l'industrie travaillant dans la fabrication ou l'utilisation des produits à propriétés mécaniques spécifiques : sidérurgie, industrie automobile, aérospatiale, navale, nucléaire, etc.

Nous allons nous limiter à la définition de l'écrouissage qui est un cas de déformation plastique intéressant puisqu'on le retrouve dans la plupart des procédés de mise en forme.

## **I.2. Ecrouissage**

L'écrouissage est défini comme la modification de l'état structural d'un métal ou d'un alliage, résultant de l'action d'un corroyage (forgeage à chaud) ou d'une déformation plastique [1], au-delà de sa limite élastique et au dessous de sa température de recuit, afin de le durcir. Le résultat est une augmentation de la limite élastique, une augmentation de la dureté et une perte de la ductilité.

## **I.3. Procédé de mise en forme des métaux**

La mise en forme des matériaux sert, soit à la préparation de ces derniers pour les retravailler encore, soit à l'utilisation directe comme produits finis destinés aux différents domaines de l'industrie. Mettre en forme un matériau, c'est lui conférer, de manière contrôlée et reproductible, trois types de propriétés :

- Une forme géométrique.
- Des propriétés mécaniques qui requièrent une microstructure convenable.
- Des propriétés de surface, au premier plan l'aspect visuel, lié à la rugosité.

Les opérations de mise en forme, se font par déformation plastique. Les principaux procédés qui peuvent être réalisés, à chaud ou à froid, selon la nature du matériau et son utilisation finale, sont : le forgeage, le laminage, l'estampage, le filage, l'emboutissage, le frittage et le tréfilage.

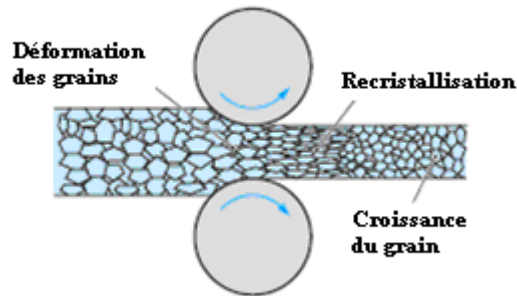
### **I.3.1. Forgeage**

C'est la déformation d'un lingot lorsqu'on exerce des efforts de pression ou de percussion sur le métal chaud. A cet effet, le marteau, le marteau-pilon (plusieurs tonnes) ou une presse sont utilisés. Les pièces forgées présentent une texture bien définie, donc des caractéristiques mécaniques précises [1,24].

### **I.3.2. Laminage**

C'est l'opération consistant à faire passer un métal entre deux cylindres dont l'écartement est inférieur à l'épaisseur initiale du lingot métallique (**Figure I.1**). Le métal

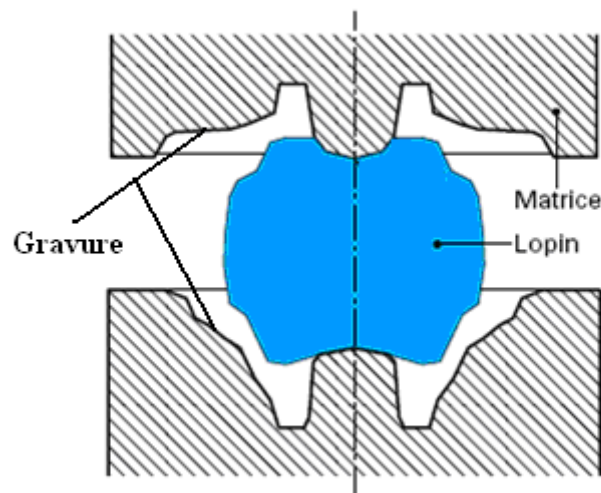
laminé est entraîné par les cylindres au fur et à mesure de la réduction de la section. Le laminage peut se faire à chaud ou à froid, selon les propriétés finales souhaitées [1,24].



**Figure I.1** : Mise en forme par laminage

### I.3.3. Estampage

L'estampage (**Figure I.2**) est un procédé de mise en forme très économique en termes de matière et de temps. Aussi permet-il l'amélioration des propriétés mécaniques du produit final. Il est réalisé à l'aide de machines spéciales tels que : le marteau-pilon, la presse verticale, la machine à forger horizontale, etc. Un morceau de demi-produit, appelé *lopin*, est placé entre des outillages appelés *matrices* sur lesquelles est usinée une gravure qui représente la forme de l'avant-produit à obtenir. Le lopin est contraint d'épouser la forme de la gravure en subissant une pression ou un choc [18, 24].



**Figure I.2** : Schéma d'une opération d'estampage

### I.3.4. Filage

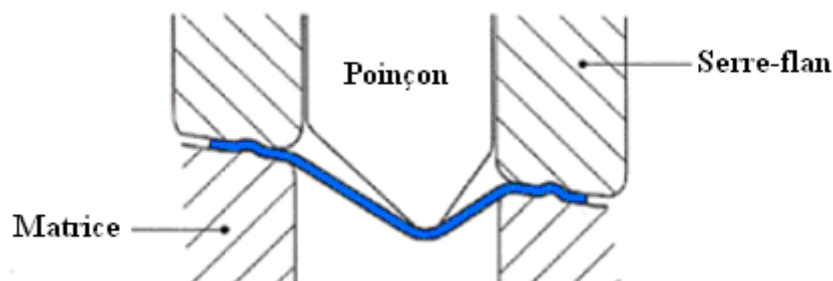
C'est l'opération de mise en forme par déformation plastique d'un bloc métallique (*billette*), chauffé à une température dite de *filage*, introduit dans un conteneur lui-même

chauffé, dont l'orifice présente la forme que l'on veut donner à la pièce. La billette est poussée à l'aide d'un fouloir solidaire du piston d'une presse, le métal s'écoule, ainsi, à travers la filière. La filière, qui définit les dimensions et la géométrie de la section du produit fini, doit avoir une dureté élevée et une bonne résilience (degré de résistance aux chocs des matériaux), est généralement à base d'un acier au chrome-tungstène. Le conteneur, construit pour résister aux fortes pressions, est généralement de forme cylindrique, mais il peut être rectangulaire pour le besoin du filage de profilés larges. La pression de poussée est réalisée à l'aide de presses hydrauliques [1].

### I.3.5. Emboutissage

L'emboutissage des tôles est une opération qui permet d'obtenir des pièces de formes complexes non développables et sans recourir à la fusion. L'opération peut se faire à froid ou à chaud, manuellement ou par l'intermédiaire de machines (presse à emboutir) (**Figure I.3**). La pièce est formée à l'aide d'estampes (poinçon et matrices) adéquates, où un effort est appliqué par celle-ci sur la tôle maintenue dans un serre-flan. L'emboutissage engendre une déformation élastique très importante par rapport à la déformation totale. Ceci ne permet pas d'obtenir des pièces peu déformées. La pièce obtenue n'est pas écrouie quand la procédure se fait à chaud, à une température supérieure à celle de recristallisation. Par contre, lorsque l'emboutissage se fait à froid, le métal est écroui. On aura donc une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance à la rupture, et une diminution de l'allongement à la rupture [1,21].

Ce procédé, d'utilisation très générale, permet de fabriquer les pièces de carrosserie automobile, des appareils électroménagers ou des ustensiles de cuisine, des emballages métalliques, des pièces mécaniques, etc.



**Figure I.3 :** Principe d'emboutissage

### I.3.6. Frittage

C'est une opération qui a pour but l'obtention d'un solide à partir de poudre, sans passer par l'état liquide. Le frittage qui consiste à entasser des poudres à une température qui laisse tous les constituants à l'état solide (80% de la plus basse température de fusion des corps composants) est dit frittage en phase solide. Il est réalisé en appliquant une pression ou charge sur des particules d'une seule espèce ou d'espèces différentes. Lorsqu'il se fait en phase liquide, au moins l'un des constituants de la poudre doit rester à la phase solide [1].

Le procédé du frittage est très utilisé pour la préparation de composés à point de fusion très élevé comme les oxydes réfractaires, les carbures, les nitrures, les borures, etc.

### I.3.7. Tréfilage

La nécessité d'avoir des propriétés physiques et mécaniques variées, pour un matériau donné, a fait qu'il y a plusieurs procédés de fabrication et de mise en forme. Ainsi la mise en forme à froid nous permet de procurer au matériau certaines propriétés mécaniques souhaitées par l'industrie. Parmi ces procédés de mise en forme à froid, on trouve le tréfilage [1,15,19,25]. En Algérie, plusieurs entreprises font le tréfilage, à l'exemple de « TREFISOUD » (El Eulma, SETIF). Cette entreprise fabrique du fil de différents diamètres, allant de 2 mm à 4 mm, pour différents usages (clôtures, armatures pour béton, électrode de soudage, câbles, fils ressort pour matelas, etc.) [15,18].

#### I.3.7.1. Principe du tréfilage

Le tréfilage est le procédé de mise en forme à froid des métaux qui permet la réduction de la section d'un fil, par déformation plastique, à travers un orifice calibré, sous l'action d'une force de traction et en présence d'un lubrifiant. Ce procédé permet l'obtention de fils de sections plus petites (inférieures à 5 mm). Il permet aussi de conférer des caractéristiques et des propriétés mécaniques souhaitées par écrouissage. Les matériaux les plus utilisés dans ce genre d'applications sont l'acier (avec ses différentes nuances), le cuivre, l'aluminium et le tungstène [25].

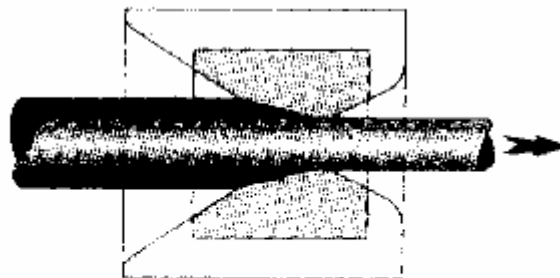


Figure I.4 : principe du tréfilage

Pour une bonne description du tréfilage, on définit certaines grandeurs mécaniques, comme suit :

➤ **L'allongement du fil ( $\lambda$ )**

La conservation du volume, entre l'entrée et la sortie de la filière, au cours de la déformation

plastique, permet d'écrire que  $S_i.L_i = S_f.L_f$ , donc :  $\lambda = \frac{L_f}{L_i} = \left( \frac{R_i}{R_f} \right)^2$

$L_i, L_f$  sont respectivement les longueurs initiale et finale du fil.

➤ **La réduction (r)**

On peut définir la réduction du fil par le paramètre :  $r = 1 - \left( \frac{R_f}{R_i} \right)^2$

➤ **la déformation ( $\varepsilon$ )**

Elle est définie à l'aide de l'équation suivante :  $\varepsilon = \ln(\lambda) = 2 \ln \left( \frac{R_i}{R_f} \right)$



**Figure I.5** : Schéma d'une passe de tréfilage

On définit aussi le taux de déformation par tréfilage :  $\varepsilon\% = \left( \frac{S_i - S_f}{S_i} \right) \times 100$

Avec  $S_i, S_f$  respectivement les sections initiale et finale du fil.

Pour des limites dues à l'industrie, les taux de déformation ne peuvent jamais être inférieurs à 10-15% [25].

### I.3.7.2. Outils et équipements industriels de tréfilage

Deux types de machine tréfileuse existent : les tréfileuses dites mono passe et celles dites multi passes.

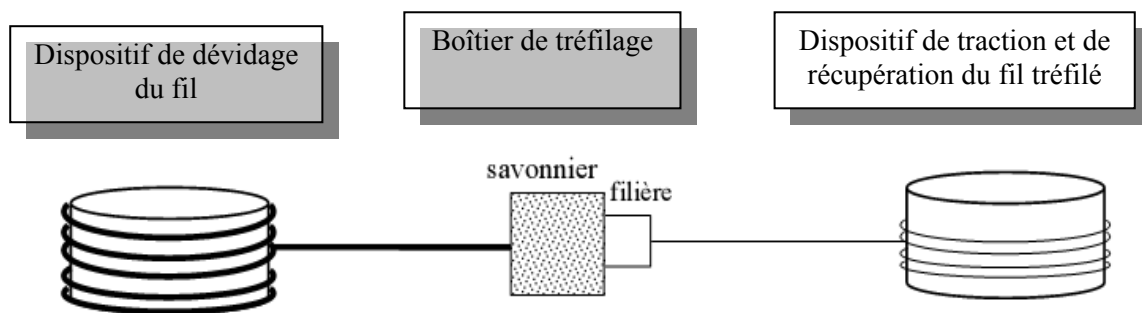
Cet ensemble est constitué :

- d'un dispositif de dévidage du fil ;
- Une machine à tréfiler ;
- Un dispositif de réception du fil tréfilé.

Selon le diamètre souhaité, le tréfileur utilise la machine mono-passe ou multi-passes. Les mono-passes sont utilisées pour des taux de réduction inférieurs à 35%, dans les phases de calibrage ou pour un besoin d'obtention d'une surface particulière. Sinon, les machines multiples (multi-passes) sont utilisées [15,19,25].

### I.3.7.3. Tréfileuse simple

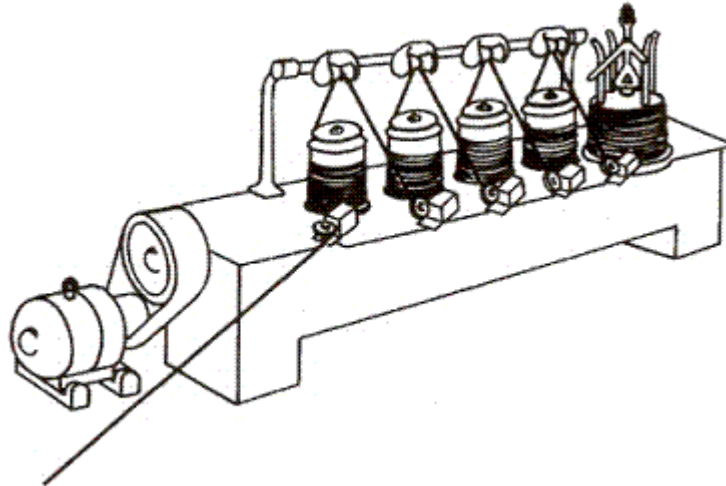
C'est une machine avec une configuration de base, qu'on appelle aussi **tréfileuse mono-passe**, qui ne peut effectuer qu'une seule passe, donc une seule réduction. Elle est constituée d'un dispositif de dévidage du fil, d'une **filière** et d'un dispositif traction/réception (Figure I.6).



**Figure I.6** : Schématisation d'une tréfileuse mono passe

### I.3.7.4. Tréfileuses multiples

Ce sont des machines dites multi-passes (**Figure I.7**) utilisées pour des taux de réduction supérieurs à 35%. Elles sont constituées des mêmes composants que la mono passe avec en plus plusieurs **filières**.

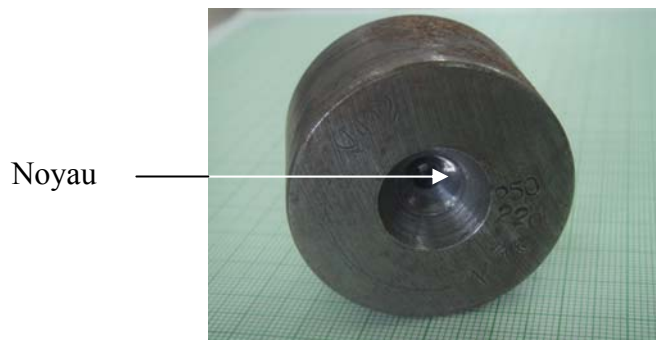


**Figure I.7 :** Tréfileuse multi passes

#### **I.3.7.5. Filière**

Nous avons parlé du tréfilage et nous avons cité les différents éléments le composant : le plus important entre tous, c'est la filière ; sans elle, il ne peut y avoir de tréfilage.

La filière est, en général, un bloc de forme cylindrique contenant un noyau dur à base de carbure de tungstène fritté (**Figure I.8**). Pour obtenir tous les diamètres voulus dans une opération de tréfilage, le tréfileur utilise des filières de différents diamètres convenant à la section finale désirée du fil [19].



**Figure I.8 :** Filière utilisée à l'usine de tréfilage « TREFISOUD »

#### **I.3.7.6. Préparation des fils avant tréfilage**

Le matériau de départ utilisé pour le tréfilage est appelé fil machine. Son diamètre initial est de l'ordre de 5.5 mm (TREFISOUD). Il provient du laminage à chaud de billettes produites par coulée continue et se présente sous forme de couronnes, refroidies à l'air. La surface du fil machine est recouverte d'une couche d'oxyde métallique, appelée calamine,

dont l'épaisseur est fonction de la température de sortie du fil. La calamine est formée de la superposition de trois couches d'oxydes : l'oxyde ferreux ( $\text{FeO}$ ) avec une proportion de 90%, l'oxyde magnétique ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) avec une proportion d'environ 5% et 5% de l'oxyde ferrique ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). A cause de son caractère abrasif, de sa dureté et de son absence de ductilité, cette couche doit être éliminée avant tréfilage. Différentes procédures de nettoyage de la surface sont utilisées : par action chimique, mécanique ou bien la combinaison des deux [15,29].

#### **I.3.7.6.1. Procédé chimique (décapage)**

L'élimination de la calamine qui se forme sur la surface du fil machine se fait par l'action d'un acide. Selon la nature du métal, plusieurs acides peuvent être utilisés. Dans le cas d'un acier doux, les couronnes d'aciers sont introduites dans un bain d'acide sulfurique chauffé, puis rincé à l'eau et enfin introduit dans un bain d'acide chlorhydrique pour éliminer les particules d'acides restantes [15,25,29].

#### **I.3.7.6.2. Procédé mécanique (Décalaminage)**

Le décapage chimique à base d'acides coûte cher : il revient à 10% du coût de fabrication du tréfilé. Il est possible d'éviter ce surcoût de fabrication en faisant appel au procédé mécanique : le décalaminage. Ce procédé se fait de deux manières : soit par flexion soit par grenaillage [15,19].

Le décalaminage par flexion se fait en faisant subir au fil machine plusieurs flexions alternées dans différents plans.

Le décalaminage par grenaillage se fait en bombardant le fil à l'aide d'un flux de grenailles dont la disposition permet de toucher la totalité de la périphérie [15,19].

### **I.4. Défauts cristallins**

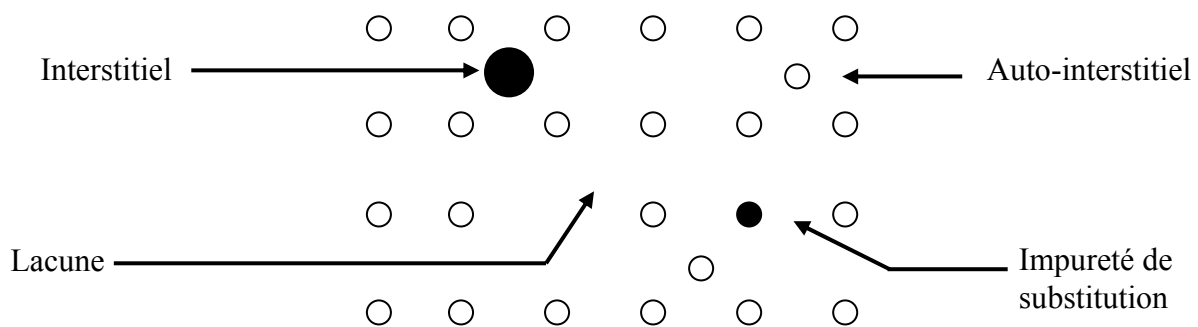
Les métaux sont les matériaux les plus utilisés pour leurs multiples propriétés. Parmi les plus intéressantes d'entre elles, la malléabilité. L'aptitude à la déformation plastique dépend de plusieurs facteurs. Leur connaissance est nécessaire pour le choix des mises en forme ainsi que le calcul des pièces de construction, dans lesquelles les déformations plastiques sont indésirables lors des mises en service.

Toute déformation à froid d'un matériau conduit à l'écrouissage de ce dernier. Ceci fait accroître son durcissement. Le taux et les conditions de déformation (vitesse, température, etc.) ainsi que la composition chimique du matériau contrôlent l'écrouissage [1]. La déformation à froid d'un matériau engendre un déplacement de matière, ceci fait

augmenter la densité de dislocations dans le matériau, ce qui signifie l'augmentation de l'énergie élastique emmagasinée. La microstructure et la texture cristallographique à l'intérieur des grains deviennent hétérogènes. Pour redonner au matériau les propriétés mécaniques souhaitées, on lui fait subir des recuits. Le recuit conduit à la suppression des plus importants obstacles qui gênent le mouvement des dislocations, ce qui facilite la réorganisation de la microstructure. Lors des traitements thermiques après déformation à froid, deux phénomènes peuvent avoir lieu : la restauration et la recristallisation [30-33]. La force motrice de ces deux types d'évolution est l'énergie élastique emmagasinée [1,15].

#### I.4.1. Défauts ponctuels

On appelle défaut ponctuel, toute perturbation d'un cristal que l'on peut localiser dans un volume de l'ordre du volume atomique. Plusieurs types de défauts ponctuels existent : lacune, impureté de substitution, interstitiel, auto-interstitiel. (**Figure II.9**) [1,26].



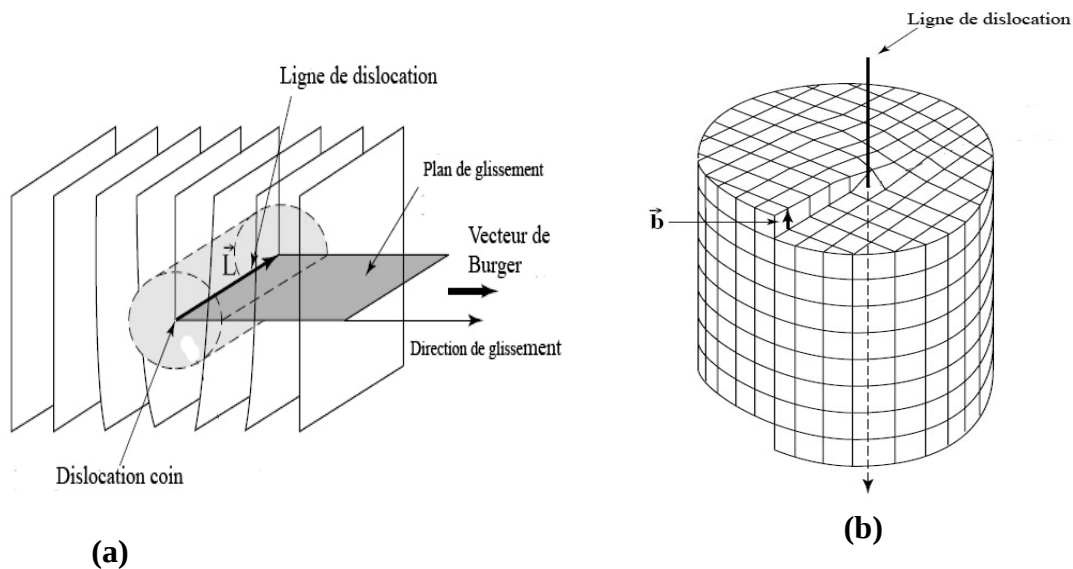
**Figure I.9** : Défauts ponctuels dans un cristal

La présence des défauts ponctuels dans les métaux est due à différentes sources. La trempe d'un métal, chauffé au voisinage de son point de fusion, les lacunes créées à hautes températures sont retenues et elles n'ont pas le temps de migrer. Aussi, l'irradiation des métaux par des électrons rapides, neutrons rapides, ions, protons ou particules  $\alpha$ , peut donner lieu à des défauts ponctuels dans le métal. Enfin, l'écrouissage qui consiste à déformer plastiquement à basse température un métal, peut aussi augmenter la densité des défauts ponctuels par mécanismes de rencontre des dislocations [1,24].

### I.4.2. Défauts linéaires (dislocations)

La contrainte nécessaire à la déformation plastique d'un cristal réel est très inférieure par rapport à la contrainte, théoriquement calculée, nécessaire à la déformation plastique d'un cristal parfait. Pour expliquer cette différence, la notion de dislocation a été introduite [1,17,28,30]. Il existe essentiellement deux types de dislocations modèles : la dislocation coin et la dislocation vis.

La dislocation coin ne peut être représentée que suivant le plan perpendiculaire à la ligne de dislocation  $L$  qui correspond à la limite du demi-plan supplémentaire inséré à la manière d'un coin dans le cristal (**Figure I.10.a**) [28]. Dans ce cas la dislocation se propage dans la direction de la contrainte, donc du glissement.



**Figure I.10 : a) Dislocation coin, b) Dislocation vis**

La dislocation vis (**Figure I.10.b**) tire son nom du fait que chaque point sur le « plan » atomique perpendiculaire à la ligne de dislocation  $L$  monte d'un pas égal à  $\vec{b}$  (vecteur de Burgers) à chaque tour d'une trajectoire qui enroule la dislocation. La topologie du champ de contrainte autour de la dislocation est donc celle d'une hélice, ou encore, si on fait le tour de la ligne en sautant d'atome en atome, on monte de  $\vec{b}$  lorsque l'on fait un tour. Dans ce cas, la ligne de dislocation se propage perpendiculairement à la direction de la contrainte et de la déformation [1,28].

Le glissement des dislocations, suivant des plans compacts définis par la paire  $(L, \vec{b})$ , avec  $L$  ligne de dislocation et  $\vec{b}$  vecteur de Burgers, est la source même des déformations plastiques. D'une manière générale, les dislocations perturbent le comportement mécanique

du matériau, d'une part, en raison du champ de contrainte qui leur est associé, d'autre part, par le fait que leur position d'équilibre dépend de la contrainte appliquée [28].

### I.4.3. Défauts de surface

#### I.4.3.1. Joints de grains

Les matériaux métalliques sont formés de nombreux petits cristaux appelés aussi grains, orientés aléatoirement les uns par rapport aux autres. Les surfaces séparant ces petits cristaux, qui sont donc des zones de transition raccordant ces différents petits grains, sont appelées joints de grains. [1,32].

Deux types de joints de grains existent [1,32] :

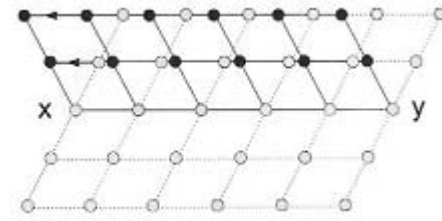
- joints de faible désorientation : connus sous le nom de sous-joints, ils relient les cristaux faiblement désorientés les uns aux autres. Dans ce cas, ils peuvent être décrits en termes de dislocations. Une telle description ne peut être valable, que si l'angle de désorientation est suffisamment faible ( $< 10^\circ$ ) ;
- Joint de forte désorientation : lorsque la désorientation augmente, la distance entre dislocations devient si faible qu'elle n'a plus de sens physique. Le joint se présente comme étant une zone amorphe dont l'épaisseur est de quelques distances interatomiques.

Les joints de grains peuvent jouer le rôle de sources de défauts ponctuels (lacunes, interstitiels) et de dislocations. Au cours d'une trempe, les lacunes s'éliminent plus vite au voisinage des joints qu'à l'intérieur des grains. De plus, ils peuvent bloquer les glissements des dislocations au cours d'une déformation plastique, comme ils peuvent émettre des dislocations sous l'action de concentration de contrainte [1,24,32].

#### I.4.3.2. Macles

Une macle est une association orientée de deux ou plusieurs cristaux identiques, reliés par une opération de symétrie. Quand deux cristaux sont accolés de façon à ce que l'un soit le miroir de l'autre, l'ensemble formé est dit une *macle* (**Figure I.11**). Le plan miroir est appelé *plan de macle*. On voit que le maclage peut être obtenu par déformation de cisaillement de la partie supérieure du cristal, l'amplitude du cisaillement étant proportionnelle à la distance au plan de macle **xy**. Ce cisaillement amène les atomes positionnés sur les cercles blancs dans les

positions repérées par les cercles noirs (voir **Figure I.11**). Une faute d'empilement peut être considérée comme la succession de deux macles sur des plans d'empilement voisins [17,24].



**Figure I.11 : Macle**

Les macles sont produites fréquemment dans de nombreux métaux par déformation plastique à basses températures, lors de la trempe (contraintes dues au gradient de température), ou au contraire lors des recuits à hautes températures, surtout lorsque l'énergie de faute d'empilement est faible.

Le glissement des dislocations et le maclage sont les deux principaux mécanismes permettant d'accommoder la déformation plastique, mais alors que le glissement produit des déplacements, qui sont des multiples entiers de la distance interatomique, lors du maclage, les atomes se déplacent de moins d'une distance interatomique. De plus, ce déplacement coordonné des atomes induit une désorientation cristallographique de la région mâclée par rapport au reste du cristal.

Toutefois, les mécanismes de maclage peuvent aussi s'interpréter à partir du mouvement des dislocations, en considérant le déplacement de dislocations partielles. En changeant localement l'orientation du cristal, le maclage est susceptible d'autoriser l'activation de nouveaux systèmes de glissement. Par conséquent, l'importance du maclage sur la déformation totale est particulièrement marquée dans les matériaux où le nombre de systèmes de glissement est réduit, comme ceux de la structure hexagonale compacte [15,17,24].

#### **I.4.4. Défauts volumiques (Précipités)**

Il s'agit de petites particules de seconde phase apparaissant au sein d'un échantillon préalablement monophasé (matrice) [34]. La création de précipités se fait généralement par transformation de phases à l'état solide. Ces transformations s'effectuent dans un métal ou un alliage initialement homogène (matrice) par apparition (ou germination) de petites particules d'une seconde phase. La dimension de ces particules croît rapidement, et elles

peuvent soit envahir l'ensemble de l'échantillon, soit cesser de s'accroître lorsque l'alliage a atteint son nouvel état d'équilibre (précipitation d'un composé intermétallique lors du refroidissement d'une solution sursaturée). Un précipité est dit *cohérent* s'il y a une relation d'orientation cristallographique bien définie entre la particule de la nouvelle phase et la matrice environnante, *incohérent* dans le cas contraire. Une interface cohérente a une orientation définie et est descriptible en termes de dislocations (il y a donc relation d'épitaxie entre précipité et matrice), alors qu'une interface incohérente est analogue à un joint de grains sans structure particulière. L'énergie d'une interface cohérente est beaucoup plus faible et dépend en particulier des contraintes nées des variations de volume entre les deux phases. La cohérence des précipités est en général étudiée par microscopie électronique ; leur forme est souvent celle de plaquettes ou de bâtonnets [1,24].

Les précipités se localisent très souvent préférentiellement aux joints de grains. Les phénomènes de précipitation revêtent dans les solutions solides métalliques une importance pratique considérable, car ils modifient profondément leurs propriétés [22].

### **I.5. Mécanismes de restauration et de recristallisation après déformation à froid**

Du point de vue de la thermodynamique, l'état déformé représente un état d'instabilité due à la concentration ou à l'accumulation des dislocations au sein de la microstructure. Un apport externe en énergie thermique, c'est-à-dire en chaleur, permet le retour vers l'état d'équilibre recherché. Cela peut être continu, c'est ce que l'on appelle restauration, ou bien discontinu, ce qu'on appelle recristallisation [15].

#### **I.5.1. Restauration**

Le recuit d'un métal écroui donne lieu à un premier stade de restauration des propriétés physiques et mécaniques : diminution de la dureté, modification de la résistivité électrique [16,32], par exemple. Au cours de cette étape, il n'y a ni création de nouveaux grains, ni migration des joints de grains existants, mais uniquement la réduction de la densité de défauts ponctuels : les lacunes et interstitielles s'annihilent réciproquement ou disparaissent à la surface du métal. Il y a aussi l'annihilation des dislocations de signe opposé ainsi que la résorption des boucles de dislocations [15,32,33]. Le réseau cristallin garde son orientation. Il y a diminution de l'énergie libre du matériau.

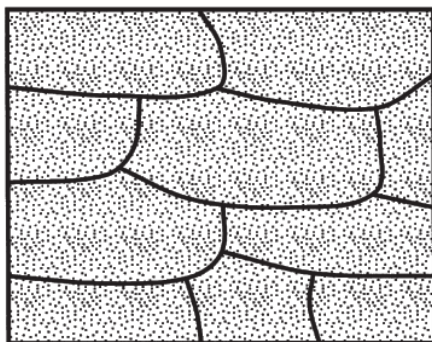
Cependant, la densité globale des dislocations varie peu au stade de la restauration. Celles qui restent se réarrangent en un réseau plus stable, en parois qui délimitent des cellules dites de polygonisation ou en sous-joints de grains par le mécanisme de montée [35].

Donc, on peut dire que la restauration s'effectue en trois étapes : annihilation des dislocations, formation de sous-grains et croissance de sous-grains. La croissance peut être influencée par le taux de déformation, la température du recuit ainsi que les caractéristiques du matériau telles que : l'énergie des défauts d'empilement, les éléments en solution solide et les précipités. Plus la déformation est grande, plus l'énergie stockée est élevée et plus la température nécessaire est basse et la restauration devient rapide [15].

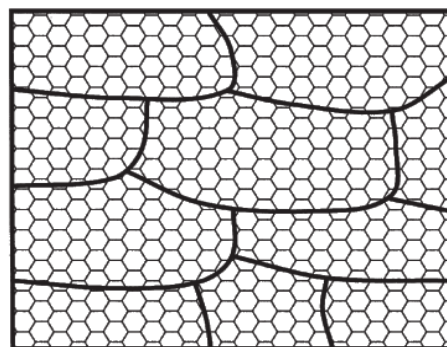
Durant la restauration, les changements qui surviennent sont fins et à petite échelle. L'observation par microscopie optique ne révèle absolument rien, c'est pour cela que les mesures de la restauration se font généralement par des méthodes indirectes ; par le suivi des changements de quelques propriétés physiques et mécaniques. La mesure des variations de l'énergie emmagasinée par calorimétrie est l'une des méthodes du suivi du phénomène de restauration dans les matériaux, parce que l'énergie stockée est liée au nombre et à la configuration des dislocations dans le matériau [32].

### I.5.2. Recristallisation

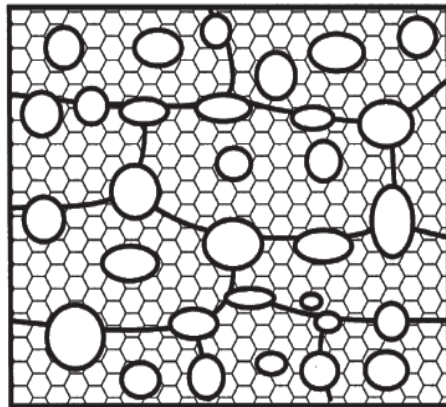
Les propriétés physiques et mécaniques sont altérées lors d'une déformation plastique. Après déformation, soit par tréfilage ou tout autre procédé de mise en forme, le matériau est dans un état dit écroui, caractérisé par une densité de défauts supérieure à la densité d'équilibre. Le réarrangement et l'élimination des défauts d'écrouissage, lors des recuits à des températures supérieures à la température de déformation, conduisent à la formation de nouveaux cristaux d'orientations différentes de celle de la matrice mère : c'est la recristallisation [32,35,36]. Le phénomène de recristallisation se distingue de la restauration par le fait qu'il y a germination et croissance de nouveaux grains [37] [figure I.12 (c, d, e)]. Elle se caractérise par l'appauvrissement en dislocations. L'énergie stockée après écrouissage est l'énergie motrice [31] de cette transformation. La recristallisation d'un matériau écroui engendre une diminution de sa dureté [15,31].



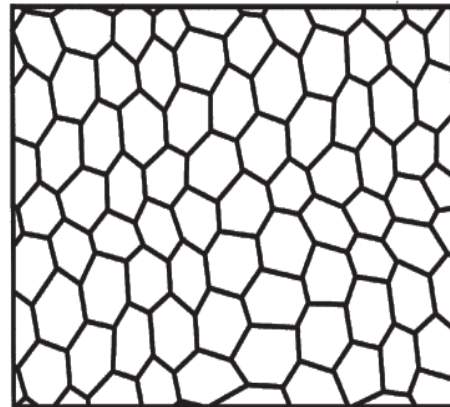
(a) Etat déformé



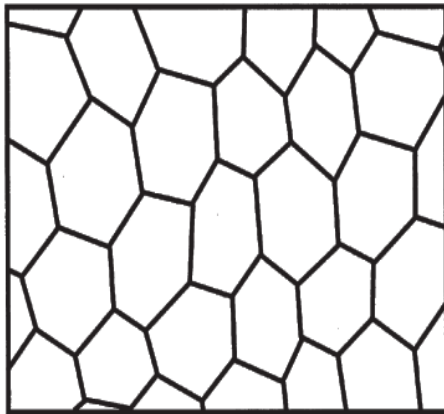
(a) Etat restauré



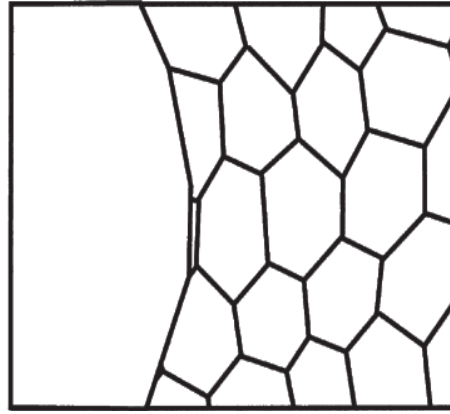
(c) Etat partiellement recristallisé



(d) Etat complètement recristallisé



(e) Croissance des grains



(f) Croissance anormale des grains

**Figure I.12. (a, b, c, d, e, f) : Diagramme schématique des principaux phénomènes**

Les différents procédés de mise en forme d'un matériau ont été détaillés. Le chapitre suivant sera consacré à l'étude du comportement d'un milieu solide sous l'effet d'une onde acoustique.

## **CHAPITRE II**

### **Propagation des ondes élastiques dans un milieu solide**

## **Chapitre II**

### **Propagation des ondes élastiques dans un milieu solide**

#### **II.1. Introduction**

Avant d'entamer une étude expérimentale, il faut cerner les différents phénomènes liés à la propagation d'une onde élastique sur la structure à étudier (le matériau). Nous ferons, au préalable, un rappel sur les notions générales régissant les lois de l'acoustique ultrasonore. A partir de la définition des ondes de volume, des ondes guidées et des différents paramètres physiques et mécaniques, en se basant sur la loi de HOOKE [40,41], nous résoudrons les équations de propagation des ondes guidées dans un guide cylindrique : forme définissant la géométrie des échantillons utilisés dans nos expériences.

Les courbes de dispersion des modes guidés, susceptibles de se propager dans un cylindre, seront tracées et étudiées en vue de choisir le mode le mieux approprié pour exciter nos échantillons.

#### **II.2. Propagation des ondes ultrasonores dans un milieu infini**

Avant d'écrire les équations de propagation décrivant le comportement d'un milieu élastique, limité, subissant une rupture d'équilibre, il est important d'étudier ce qu'il en est d'un milieu illimité. Au préalable, définissons le tenseur des contraintes, le tenseur des déformations et la relation qui les lie.

##### **II.2.1. Tenseur des contraintes**

Le fait d'exercer des forces extérieures sur un corps solide engendre des déformations dans ce solide, qui dans le cas de l'élasticité linéaire sont réversibles, donnant naissance à des tensions mécaniques ayant pour effet de ramener le corps à son état d'équilibre. Ces tensions s'appellent **contraintes** [38]. Ces contraintes se transmettent par propagation de voisin en

voisin à l'échelle des liaisons atomiques. Le tenseur des contraintes est désigné par le symbole  $T_{ij}$  qui signifie : la contrainte dans la direction  $i$ , agissant sur le plan perpendiculaire d'indice  $j$ . Il est défini comme la limite du rapport  $\frac{\Delta F_i}{\Delta S_j}$  lorsque l'élément de surface  $\Delta S_j$  tend vers zéro ( $F_i$  : étant la composante de la force agissant sur l'élément de volume) [43].

Dans ce cas, le tenseur des contraintes peut s'écrire sous la forme :

$$T_{ij} = \lim_{\Delta S_j \rightarrow 0} \left( \frac{\Delta F_i}{\Delta S_j} \right) \quad (\text{II.1})$$

Si l'on tient compte des conditions d'équilibre, indépendamment du volume, dans l'hypothèse d'un milieu élastique isotrope, le tenseur est symétrique ( $T_{ij}=T_{ji}$ ) [38,43] : car ce solide ne peut être soumis à l'unique force  $F_i$  s'appliquant sur le plan  $j$ , sinon il serait mis en mouvement de translation et/ou de rotation. D'autres forces, également associées à des contraintes, doivent intervenir pour assurer l'équilibre en translation et en rotation du volume considéré au sein du solide. Les conséquences de cette condition d'équilibre font que le tenseur des contraintes est symétrique et que ses 9 composantes peuvent s'exprimer en fonction de 6 termes indépendants avec trois composantes normales et trois autres tangentielles permettant la description complète de l'état de contrainte du matériau [38,40,42].

## II.2.2. Tenseur des déformations

Tout corps solide, soumis à des forces extérieures, subit des déformations engendrant des variations de la forme et du volume de ce dernier. Ces déformations sont quantifiées par un tenseur, appelé tenseur des déformations. Ce tenseur, de **rang 2**, est symétrique ( $\mathcal{E}_{ij} = \mathcal{E}_{ji}$ ) par définition et ses éléments sont sans dimension, on le note  $\mathcal{E}_{ij}$  [38,40-42].

$$\mathcal{E}_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_k}{\partial x_i} \frac{\partial u_k}{\partial x_j} \right) \quad (\text{II.2})$$

L'hypothèse des faibles déplacements, dans le cas de l'élasticité linéaire, permet de négliger les termes du second ordre dans l'équation (II.2), ce qui permet d'écrire le tenseur des déformations sous la forme :

$$\mathcal{E}_{ij} = \mathcal{E}_{ji} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (\text{II.3})$$

Les éléments  $\mathcal{E}_{ii}$  de la diagonale du tenseur des déformations représentent les déformations longitudinales ou de compression et les éléments non diagonaux  $\mathcal{E}_{ij}$  ( $i \neq j$ ) représentent les déformations transversales ou de cisaillement [38,41].

### II.2.3. Relation Contrainte-déformation (Loi de HOOKE)

Hooke [40-42] a défini l'élasticité comme étant le retour à l'état initial ou d'équilibre d'un corps subissant l'action de forces extérieures après la suppression de ces dernières. Dans ce cas, il existe une relation linéaire entre les contraintes et les déformations s'exprimant comme suit :

$$T_{ij} = C_{ijkl} \cdot \mathcal{E}_{kl} \quad (\text{II.4})$$

L'élément  $C_{ijkl}$  est défini comme le tenseur de rigidité élastique d'ordre quatre (81 composantes) exprimant la relation de linéarité entre le tenseur des contraintes  $T_{ij}$  et le tenseur des déformations  $\mathcal{E}_{kl}$  [38,40].

$$C_{ijkl} = \left( \frac{\partial T_{ij}}{\partial \mathcal{E}_{kl}} \right)_{\mathcal{E}_{kl}=0} \quad (\text{II.5})$$

La symétrie du tenseur laisse inchangées les constantes élastiques lors d'une permutation d'indices ( $C_{ijkl} = C_{jikl}$  et  $C_{ijkl} = C_{ijlk}$ ).

La notation condensée permet la réduction du nombre d'indices :  $\alpha \leftrightarrow (ij)$ ,  $\beta \leftrightarrow (kl)$  :

(11)  $\leftrightarrow$  1; (22)  $\leftrightarrow$  2; (33)  $\leftrightarrow$  3; (23) = (32)  $\leftrightarrow$  4; (13) = (31)  $\leftrightarrow$  5; (12) = (21)  $\leftrightarrow$  6

D'où pour la loi de Hooke :

$$T_{\alpha} = C_{\alpha\beta} \cdot S_{\beta} \quad (\text{II.6})$$

Puisqu'un solide qui subit une rupture d'équilibre devient le siège d'un ébranlement mécanique, plus ou moins complexe, qui se propage dans le matériau, étudions ce phénomène de propagation.

### II.2.4. Equation de propagation des ondes acoustiques

#### II.2.4.1. Cas général

A partir de la seconde loi de NEWTON et du principe de la conservation de la masse appliqués à un solide élastique de volume quelconque [42], on peut écrire les équations d'Euler du mouvement. Ces équations du mouvement relient le champ de déplacement

particulière  $\vec{U}(x,t)$  qui est une fonction de la position  $\mathbf{x}$  et du temps  $\mathbf{t}$ , au tenseur des contraintes  $T_{ij}$ , en supposant que la densité du solide est constante et que les forces externes (gravitation) négligeables, comme suit:

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \frac{\partial T_{ij}}{\partial x_j}, \quad i, j = 1, 2, 3 \quad (\text{II.7})$$

Pour des raisons de symétrie et la nécessité d'avoir des énergies de déformation positives, le tenseur des constantes élastiques contient 21 éléments indépendants au lieu de 81 [38,40,42].

$$T_{ij} = C_{ijkl} \frac{\partial u_l}{\partial x_k} \quad (\text{II.8})$$

L'équation de propagation (II.7) peut s'écrire :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = C_{ijkl} \frac{\partial u_l}{\partial x_j \partial x_k} \quad (\text{II.9})$$

Choisissons une solution sous forme d'une onde plane progressive se propageant dans la direction  $\vec{n}(n_1, n_2, n_3)$  perpendiculaire aux fronts d'onde définis par le produit scalaire  $\vec{n} \cdot \vec{x}$  qui est égale à une constante :

$$u_i = {}^\circ u_i F\left(t - \frac{n_j x_j}{V}\right) \quad (\text{II.10})$$

${}^\circ u_i$ , étant la polarisation ou la direction du déplacement des particules, qui est constante et indépendante de  $x_i$  et de  $t$ . En injectant l'équation (II.10) dans l'équation de propagation (II.9), nous obtenons l'équation de Christoffel [38,40] :

$$\rho V^2 {}^\circ u_i = C_{ijkl} n_j n_k {}^\circ u_l \quad (\text{II.11})$$

Qui s'écrit, en introduisant le tenseur de Christoffel  $\Gamma_{il} = C_{ijkl} n_j n_k$  :

$$\Gamma_{il} {}^\circ u_l = \rho V^2 {}^\circ u_i \quad (\text{II.12})$$

$|\Gamma_{il} - \rho V^2| = 0$ , les valeurs propres de cette équation séculaire donnent les vitesses et les vecteurs propres donnent les polarisations.

Pour une direction donnée, il y a trois vitesses de phase pour trois ondes : une onde quasi-longitudinale et deux ondes quasi-transversales [38,42]. Comme  $|\Gamma_{il}|$  est symétrique, les vecteurs propres sont orthogonaux et les valeurs propres sont réelles.

### II.2.4.2. Equation de propagation pour un solide homogène, isotrope et illimité

Dans l'approximation d'un solide isotrope homogène et illimité, rien ne dépend de la direction ; la solution est plus simple. L'isotropie signifie que les propriétés physiques sont indépendantes des positions et des directions choisies. Dans ce cas, le tenseur des constantes élastiques du matériau est invariant quelle que soit la direction (ou l'axe) choisi [38,42].

Le tenseur des constantes élastiques peut être réécrit en utilisant un paramètre insensible aux transformations orthogonales, le tenseur unité  $\delta_{ij}$  ( $\delta_{ij}$  symbole de Kronecker).

$$C_{ijkl} = \lambda \delta_{ij} \delta_{kl} + \mu (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \quad (\text{II.13})$$

$$C_{11} = C_{22} = C_{33} = \lambda + 2\mu$$

$$C_{12} = C_{23} = C_{13} = \lambda$$

$$C_{44} = C_{55} = C_{66} = \mu$$

Toutes les autres constantes élastiques sont nulles. Les propriétés mécaniques d'un matériau isotrope sont complètement définies par les deux coefficients de Lamé ( $\lambda$  et  $\mu$ ) [38,41,42] et l'équation de propagation peut s'écrire sous la forme suivante :

$$(\lambda + \mu) \vec{\nabla}(\vec{\nabla} \cdot \vec{u}) + \mu \nabla^2 \vec{u} = \rho \frac{\partial^2 \vec{u}}{\partial t^2} \quad (\text{II.14})$$

En utilisant la décomposition d'Helmholtz [38,42], qui définit le vecteur déplacement comme étant la somme de la divergence d'un potentiel scalaire  $\phi$  et du rotationnel d'un potentiel vecteur  $\vec{\Psi}$ .

$$\vec{u} = \vec{\nabla} \phi + \vec{\nabla} \times \vec{\Psi} \quad (\text{II.15})$$

Avec :

$$\vec{u}_L = \vec{\nabla} \phi \text{ déplacement longitudinal,}$$

$$\vec{u}_T = \vec{\nabla} \times \vec{\Psi} \text{ déplacement transversal,}$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{\nabla} \phi = \nabla^2 \phi, \quad \nabla^2 (\vec{\nabla} \phi) = \vec{\nabla} (\nabla^2 \phi), \quad \vec{\nabla} \cdot \vec{\nabla} \times \vec{\Psi} = \vec{0}$$

Injectons l'équation (I.15) dans l'équation (I.14) :

$$\vec{\nabla} \left[ (\lambda + 2\mu) \nabla^2 \phi - \rho \left( \frac{\partial^2 \phi}{\partial t^2} \right) \right] + \vec{\nabla} \times \left[ \mu \nabla^2 \vec{\Psi} - \rho \left( \frac{\partial^2 \vec{\Psi}}{\partial t^2} \right) \right] = \vec{0} \quad (\text{II.16})$$

Cette équation admet des solutions si chacun de ses deux termes s'annule.

$$V_L^2 \nabla^2 \phi = \frac{\partial^2 \phi}{\partial t^2} \quad (\text{II.17})$$

$$V_T^2 \nabla^2 \vec{\Psi} = \frac{\partial^2 \vec{\Psi}}{\partial t^2} \quad (\text{II.18})$$

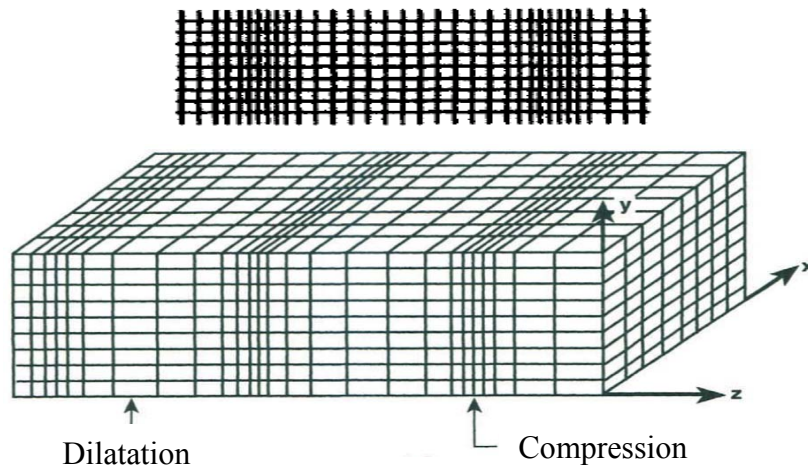
Avec :

$$V_L = \sqrt{\left(\frac{\lambda + 2\mu}{\rho}\right)} \quad \text{vitesse de phase longitudinale} \quad (\text{II.19})$$

$$V_T = \sqrt{\left(\frac{\mu}{\rho}\right)} \quad \text{vitesse de phase transversale} \quad (\text{II.20})$$

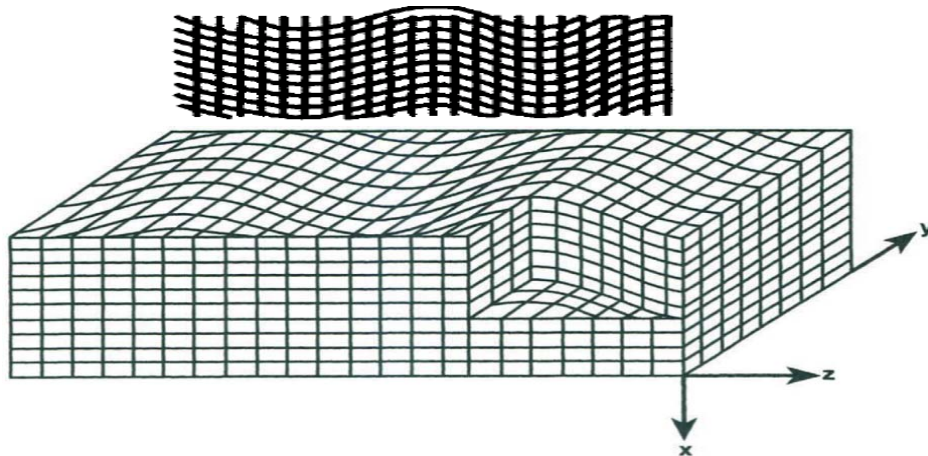
Dans un milieu isotrope homogène et illimité, il se propage alors, deux types d'ondes de volume :

Les ondes dites longitudinales ou de compression se propagent de façon colinéaire à leur polarisation (Figure II.1) [38,40,43].



**Figure II.1** : Ondes longitudinales

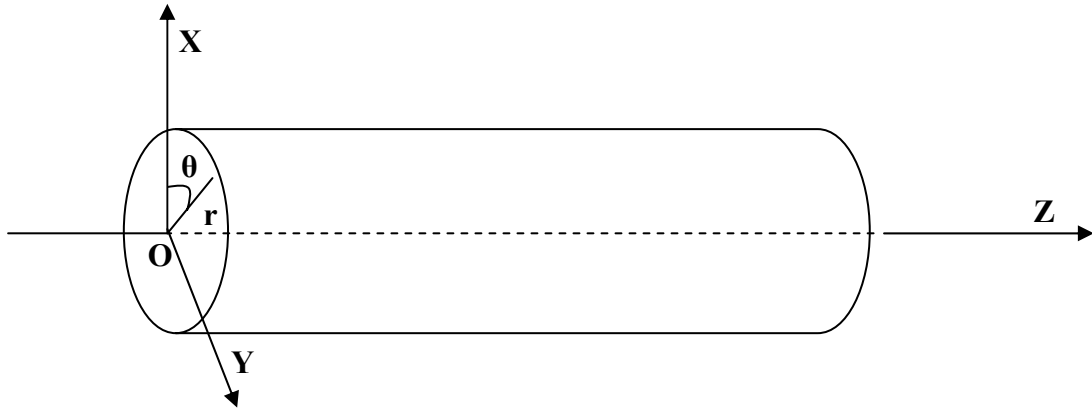
Les ondes transversales, qui elles, se propagent perpendiculairement à leur polarisation (Figure II.2) [38,40,43].



**Figure II.2** : Ondes transversales

Dans le cas où le solide est limité, le problème devient relativement complexe, selon la structure qui guide l'onde. Le guide d'onde qui nous intéresse, ici, est une tige cylindrique. Etudions son comportement lorsqu'elle est le siège d'un ébranlement :

### II.3. Ondes élastiques guidées dans un cylindre



**Figure II.3** : Coordonnées cylindriques

Pour étudier la propagation suivant l'axe  $z$  d'un cylindre, on adopte les coordonnées cylindriques  $r, \theta, z$  (Figure II.3) [38,39,42,44]. L'équation de propagation pour le cas d'un cylindre isotrope s'écrit comme suit :

$$\mu \nabla^2 \vec{U} + (\lambda + \mu) \vec{\nabla} \vec{\nabla} \cdot \vec{U} = \rho \left( \frac{\partial^2 \vec{U}}{\partial t^2} \right) \quad (\text{II.21})$$

$$V_L^2 \nabla^2 \phi = \frac{\partial^2 \phi}{\partial t^2} \quad (\text{II.22})$$

$$V_T^2 \nabla^2 \vec{\Psi} = \frac{\partial^2 \vec{\Psi}}{\partial t^2} \quad (\text{II.23})$$

Et en injectant l'opérateur de Laplace  $\nabla^2$  et le gradient  $\vec{\nabla}$  en coordonnées cylindriques [39], dans les équations (II.22) et (II.23), nous obtenons :

$$\nabla^2 = \frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}, \quad \vec{\nabla} = \frac{\partial}{\partial r} \cdot \vec{e}_r + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \theta} \cdot \vec{e}_\theta + \frac{\partial}{\partial z} \cdot \vec{e}_z \quad (\text{II.24})$$

$$\frac{\partial^2 \phi}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \phi}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \phi}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 \phi}{\partial z^2} = \frac{1}{V_L^2} \frac{\partial^2 \phi}{\partial t^2} \quad (\text{II.25})$$

$$\frac{\partial^2 \vec{\Psi}}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \vec{\Psi}}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \vec{\Psi}}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 \vec{\Psi}}{\partial z^2} = \frac{1}{V_T^2} \frac{\partial^2 \vec{\Psi}}{\partial t^2} \quad (\text{II.26})$$

En admettant que le potentiel scalaire de l'onde guidée peut s'écrire comme une fonction de  $r$ ,  $\theta$ ,  $z$  [42,47] :

$$\phi = f(r)g(\theta)e^{i(\omega t - kz)} \quad (\text{II.27})$$

Et en utilisant la séparation des variables, l'équation (II.25) devient :

$$\frac{d^2 g}{d\theta^2} + n^2 g(\theta) = 0 \quad (\text{II.28.a})$$

$$\frac{d^2 f}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{df}{dr} + \left( \frac{\omega^2}{V_L^2} - k^2 \right) f - \frac{n^2}{r^2} f(r) = 0 \quad (\text{II.28.b})$$

Le développement du potentiel vecteur donne :

$$\nabla^2 \Psi_z + \frac{\omega^2}{V_T^2} \Psi_z = 0 \quad (\text{II.29.a})$$

$$\nabla^2 \Psi_r - \frac{\Psi_r}{r^2} - \frac{2}{r^2} \frac{\partial \Psi_\theta}{\partial \theta} + \frac{\omega^2}{V_T^2} \Psi_r = 0 \quad (\text{II.29.b})$$

$$\nabla^2 \Psi_\theta - \frac{\Psi_\theta}{r^2} + \frac{2}{r^2} \frac{\partial \Psi_r}{\partial \theta} + \frac{\omega^2}{V_T^2} \Psi_\theta = 0 \quad (\text{II.29.c})$$

Les solutions de l'équation (II.29.a) sont de la même forme que celles de l'équation (II.23).

Par contre les composantes radiale et angulaire du potentiel vecteur sont couplées.

Dans l'équation (II.28.a), pour assurer la continuité de  $g(\theta)$  et de ses dérivées,  $n$  doit être un entier, et les solutions de cette équation sont en fonction de ***sin (nθ)*** ou ***cos (nθ)***. Les solutions de l'équation (II.28.b), en tenant compte du fait que toutes les grandeurs sont finies en  $r = 0$ , sont des fonctions de Bessel de première espèce de la forme [38,42] :

$$J_n(pr) \quad \text{avec} \quad p^2 = (\omega^2/V_L^2) - k^2$$

La solution du potentiel scalaire s'écrit :

$$\phi = AJ_n(pr)\cos(n\theta)e^{i(\omega t - kz)} \quad (\text{II.30})$$

Et la solution de la composante axiale du potentiel vecteur s'écrit aussi :

$$\Psi_z = BJ_n(qr)\cos(n\theta)e^{i(\omega t - kz)} \quad \text{Avec} \quad q^2 = \frac{\omega^2}{V_T^2} - k^2 \quad (\text{II.31.a})$$

La présence d'un signe opposé dans la dérivée par rapport à  $\theta$  dans les équations (II.29.b) et (II.29.c) suppose la présence d'un sinus et d'un cosinus dans les expressions des deux composantes radiale et angulaire du potentiel vecteur qu'on écrit alors [38,42] :

$$\Psi_r = \Psi_r(r)\sin(n\theta)e^{i(\omega t - kz)} \quad (\text{II.31.b})$$

$$\Psi_\theta = \Psi_\theta(r)\cos(n\theta)e^{i(\omega t - kz)} \quad (\text{II.31.c})$$

La substitution de (II.31.b) et (II.31.c) dans (II.29.b) et (II.29.c) donne :

$$\frac{d^2\Psi_r}{dr^2} + \frac{1}{r}\frac{d\Psi_r}{dr} + \frac{1}{r^2}(-n^2\Psi_r + 2n\Psi_\theta - \Psi_r) + q^2\Psi_r = 0 \quad (\text{II.32.a})$$

$$\frac{d^2\Psi_\theta}{dr^2} + \frac{1}{r}\frac{d\Psi_\theta}{dr} + \frac{1}{r^2}(-n^2\Psi_\theta + 2n\Psi_r - \Psi_\theta) + q^2\Psi_\theta = 0 \quad (\text{II.32.b})$$

L'addition et la soustraction de (II.32.a) et (II.32.b) donne les solutions suivantes :

$$\Psi_r - \Psi_\theta = 2CJ_{n+1}(qr)$$

$$\Psi_r + \Psi_\theta = 2DJ_{n-1}(qr)$$

Donc :

$$\Psi_r = DJ_{n-1}(qr) + CJ_{n+1}(qr) \quad (\text{II.33.a})$$

$$\Psi_\theta = DJ_{n-1}(qr) - CJ_{n+1}(qr) \quad (\text{II.33.b})$$

Nous avons quatre équations avec quatre inconnues (A, B, C, D) qu'il faut déterminer.

Les conditions aux limites pour la surface libre du cylindre imposent l'annulation de toutes les contraintes à  $\mathbf{r} = \mathbf{a}$  :  $T_{rr} = 0$ ,  $T_{rz} = 0$ ,  $T_{r\theta} = 0$ . Cependant elles sont insuffisantes pour déterminer les quatre inconnues, le choix de  $\Psi_r = -\Psi_\theta$  permet d'annuler D ( $D = 0$ ) [38,42,47].

Nous pouvons réécrire les expressions du potentiel scalaire et les trois composantes du potentiel vecteur sous la forme suivante :

$$\phi = AJ_n(pr) \begin{Bmatrix} \cos n\theta \\ \sin n\theta \end{Bmatrix} e^{i(\omega t - kz)} \quad (\text{II.34})$$

$$\Psi_z = BJ_n(qr) \begin{Bmatrix} \sin n\theta \\ \cos n\theta \end{Bmatrix} e^{i(\omega t - kz)} \quad (\text{II.35})$$

$$\Psi_r = CJ_{n+1}(qr) \begin{Bmatrix} \sin n\theta \\ \cos n\theta \end{Bmatrix} e^{i(\omega t - kz)} \quad (\text{II.36})$$

$$\Psi_\theta = -CJ_{n+1}(qr) \begin{Bmatrix} \cos n\theta \\ \sin n\theta \end{Bmatrix} e^{i(\omega t - kz)} \quad (\text{II.37})$$

Nous pouvons écrire les expressions des trois composantes du déplacement  $\mathbf{u}$  en fonction des deux potentiels scalaire et vecteur comme suit :

$$u_r = \frac{\partial \phi}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial \Psi_z}{\partial \theta} - \frac{\partial \Psi_\theta}{\partial z} \quad (\text{II.38})$$

$$u_\theta = \frac{1}{r} \frac{\partial \phi}{\partial \theta} + \frac{\partial \Psi_r}{\partial z} - \frac{\partial \Psi_z}{\partial r} \quad (\text{II.39})$$

$$u_z = \frac{\partial \phi}{\partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial (r\Psi_\theta)}{\partial r} - \frac{1}{r} \frac{\partial \Psi_r}{\partial \theta} \quad (\text{II.40})$$

Les expressions des contraintes vont s'écrire :

$$T_{rr} = \lambda \left( \frac{\partial u_r}{\partial r} + \frac{u_r}{r} + \frac{1}{r} \frac{\partial u_\theta}{\partial \theta} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + 2\mu \frac{\partial u_r}{\partial r} \quad (\text{II.41})$$

$$T_{\theta\theta} = \lambda \left( \frac{\partial u_r}{\partial r} + \frac{u_r}{r} + \frac{1}{r} \frac{\partial u_\theta}{\partial \theta} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + 2\mu \left( \frac{u_r}{r} + \frac{1}{r} \frac{\partial u_\theta}{\partial \theta} \right) \quad (\text{II.42})$$

$$T_{zz} = \lambda \left( \frac{\partial u_r}{\partial r} + \frac{u_r}{r} + \frac{1}{r} \frac{\partial u_\theta}{\partial \theta} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + 2\mu \frac{\partial u_z}{\partial z} \quad (\text{II.43})$$

$$T_{r\theta} = \mu \left( \frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r} + \frac{1}{r} \frac{\partial u_r}{\partial \theta} \right) \quad (\text{II.44})$$

$$T_{\theta z} = \mu \left( \frac{1}{r} \frac{\partial u_z}{\partial \theta} + \frac{\partial u_\theta}{\partial z} \right) \quad (\text{II.45})$$

$$T_{zr} = \mu \left( \frac{\partial u_r}{\partial z} + \frac{\partial u_z}{\partial r} \right) \quad (\text{II.46})$$

En introduisant les expressions des déplacements en fonction des deux potentiels scalaire et vecteur dans les expressions des contraintes, nous obtenons ce qui suit :

$$T_{rr} = \lambda \frac{\partial^2 \phi}{\partial r^2} + 2\mu \left( \frac{\partial^2 \phi}{\partial r^2} - \frac{\partial^2 \Psi_\theta}{\partial r \partial z} - \frac{1}{r^2} \frac{\partial \Psi_z}{\partial \theta} + \frac{1}{r} \frac{\partial^2 \Psi_z}{\partial r \partial \theta} \right) \quad (\text{II.47})$$

$$T_{\theta\theta} = \lambda \frac{\partial^2 \phi}{\partial r^2} + 2\mu \left( \frac{1}{r} \frac{\partial \phi}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \phi}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial^2 \Psi_r}{\partial \theta \partial z} - \frac{1}{r} \frac{\partial \Psi_\theta}{\partial z} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial \Psi_z}{\partial \theta} - \frac{1}{r} \frac{\partial^2 \Psi_z}{\partial r \partial \theta} \right) \quad (\text{II.48})$$

$$T_{zz} = \lambda \frac{\partial^2 \phi}{\partial r^2} + 2\mu \left( \frac{\partial^2 \phi}{\partial z^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial^2 \Psi_r}{\partial \theta \partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial \Psi_\theta}{\partial z} + \frac{\partial^2 \Psi_\theta}{\partial r \partial z} \right) \quad (\text{II.49})$$

$$T_{r\theta} = \mu \left( \frac{2}{r} \frac{\partial^2 \phi}{\partial r \partial \theta} - \frac{2}{r^2} \frac{\partial \phi}{\partial \theta} - \frac{1}{r} \frac{\partial \Psi_r}{\partial z} + \frac{\partial^2 \Psi_r}{\partial r \partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial^2 \Psi_\theta}{\partial \theta \partial z} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \Psi_z}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \Psi_z}{\partial r} - \frac{\partial^2 \Psi_z}{\partial r^2} \right) \quad (\text{II.50})$$

$$T_{z\theta} = \mu \left( \frac{\partial^2 \Psi_r}{\partial z^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial \Psi_\theta}{\partial \theta} + \frac{2}{r} \frac{\partial^2 \phi}{\partial z \partial \theta} - \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \Psi_r}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 \Psi_z}{\partial r \partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial^2 \Psi_\theta}{\partial r \partial \theta} \right) \quad (\text{II.51})$$

$$T_{zr} = \mu \left( -\frac{1}{r^2} \Psi_\theta - \frac{\partial^2 \Psi_\theta}{\partial z^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial \Psi_r}{\partial \theta} + \frac{1}{r} \frac{\partial^2 \Psi_z}{\partial \theta \partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial \Psi_\theta}{\partial r} + 2 \frac{\partial^2 \phi}{\partial z \partial \theta} - \frac{1}{r} \frac{\partial^2 \Psi_r}{\partial r \partial \theta} + \frac{\partial^2 \Psi_\theta}{\partial r^2} \right) \quad (\text{II.52})$$

Appliquons les conditions aux limites sur les contraintes à la surface de la tige cylindrique : L'annulation des trois contraintes  $T_{rr}$ ,  $T_{r\theta}$ ,  $T_{rz}$  à la surface du cylindre pour  $\mathbf{r} = \mathbf{a}$  conduit à un système linéaire et homogène de trois équations à trois inconnues A, B et C qui admet des solutions non triviales si le déterminant des coefficients est nul (**voir Annexe A**).

Le développement de ce déterminant conduit à l'équation de dispersion reliant la pulsation  $\omega$  de l'onde, le vecteur d'onde  $\mathbf{k}$  et l'ordre circonferentiel  $n$  :  $\mathbf{f}(\omega, \mathbf{k}) = \mathbf{0}$  ; la résolution de cette équation de dispersion, pour un  $n$  entier quelconque, n'est pas possible sauf avec des méthodes numériques [38]. Pour un  $n$  et  $\mathbf{k}$  réels correspond un nombre infini de racines. Cependant, trois familles de modes de propagation sont à prévoir : les ondes de compression ( $n = 0$ ), qui sont symétriques axialement, avec des déplacements  $u_r$  et  $u_z$  indépendant de  $\theta$  ; les ondes de torsion ( $n = 0$ ), avec un déplacement circonferentiel  $u_\theta$  indépendant de  $\theta$  et les ondes de flexion ( $n \geq 1$ ), avec des déplacements  $u_r$ ,  $u_z$ ,  $u_\theta$  dépendant de  $r$ ,  $\theta$  et  $z$  [38,42].

Dans ce qui suit, nous allons écrire l'équation de dispersion pour chaque famille de modes de propagation.

### II.3.1. Ondes de compression

Les ondes de compression ont un mouvement décrit par la résultante des deux composantes  $u_r$ ,  $u_z$  du déplacement et qui sont indépendantes de  $\theta$ . Pour les ondes de compression, l'ordre circonférentiel est nul ( $n = 0$ ) [38,42,47]. Les expressions des deux potentiels se réduisent à :

$$\phi = AJ_0(pr)e^{i(\omega t - kz)} \quad (\text{II.53})$$

$$\Psi_\theta = -CJ_1(qr)e^{i(\omega t - kz)} \quad \text{avec } \Psi_r = \Psi_z = 0 \quad (\text{II.54})$$

Compte tenu des relations des fonctions de Bessel :

$$\frac{d}{dx}[J_0(x)] = -J_1(x) \quad (\text{a}) \quad \text{et} \quad \frac{d}{dx}[J_1(x)] = J_0(x) - \frac{J_1(x)}{x} \quad (\text{b}) \quad (\text{II.55})$$

Nous pouvons écrire les composantes, axiale et radiale, du déplacement comme suit :

$$u_z = -[ikAJ_0(pr) + qCJ_0(qr)]e^{i(\omega t - kz)} \quad (\text{II.56})$$

$$u_r = -[pAJ_1(pr) + ikCJ_1(qr)]e^{i(\omega t - kz)} \quad (\text{II.57})$$

En portant les expressions des équations (II.56) et (II.57) dans les expressions des contraintes (II.47) et (II.52) et en annulant ces dernières à  $r = a$ , on obtient :

$$T_{rr} = \left\{ [-\lambda(p^2 + k^2) - 2\mu p^2]J_0(pa) + 2\mu \frac{p}{a}J_1(pa) \right\} A + 2\mu ik \left[ -qJ_0(qa) + \frac{1}{a}J_1(qa) \right] C = 0$$

$$T_{rz} = -2\mu ikpJ_1(pa)A - \mu(q^2 - k^2)J_1(qa)C = 0$$

En tenant compte de  $p^2 = (\omega^2/V_L^2) - k^2$ ,  $q^2 = \frac{\omega^2}{V_T^2} - k^2$ ,  $V_L = \sqrt{\left(\frac{\lambda + 2\mu}{\rho}\right)}$  et  $V_T = \sqrt{\left(\frac{\mu}{\rho}\right)}$  nous

pouvons déduire l'égalité suivante :

$$\lambda(p^2 + k^2) + 2\mu p^2 = \mu(q^2 - k^2)$$

Les expressions de  $T_{rr}$  et  $T_{rz}$  deviennent :

$$\left\{ \begin{aligned} & \left[ -(q^2 - k^2)J_0(pa) + 2\frac{p}{a}J_1(pa) \right] A + 2ik \left[ -qJ_0(qa) + \frac{1}{a}J_1(qa) \right] C = 0 \\ & -2\mu ikpJ_1(pa)A - \mu(q^2 - k^2)J_1(qa)C = 0 \end{aligned} \right. \quad (\text{II.58})$$

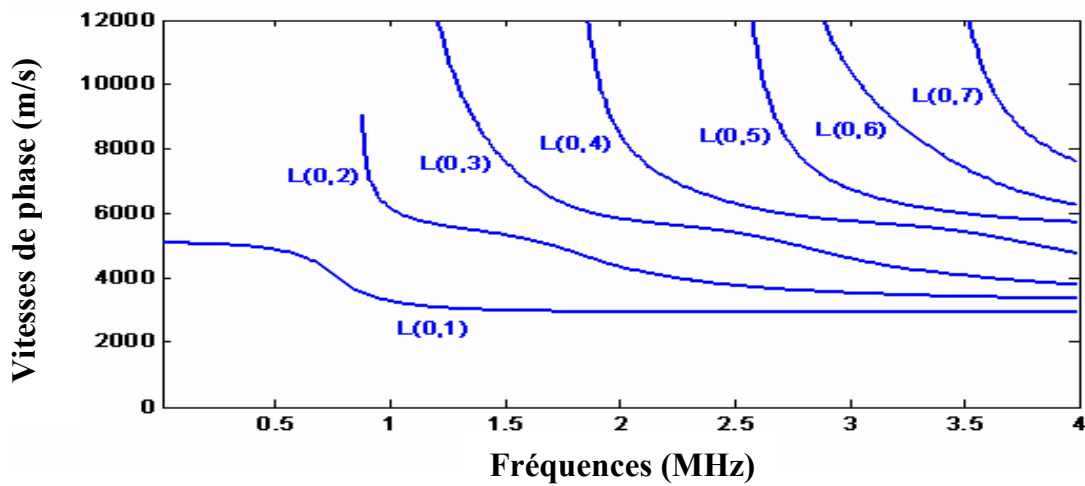
$$2ikpJ_1(pa)A + (q^2 - k^2)J_1(qa)C = 0 \quad (\text{II.59})$$

Ce système linéaire de deux équations est satisfait quand son déterminant est nul [38], soit :

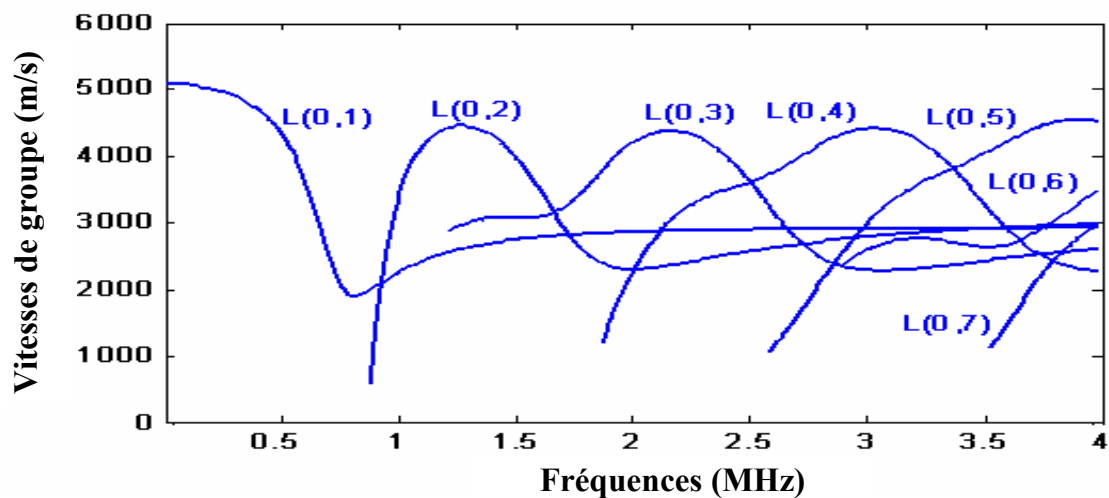
$$\frac{2p}{a}(q^2 + k^2)J_1(pa)J_1(qa) - (q^2 - k^2)^2 J_0(pa)J_1(qa) - 4k^2 pqJ_1(pa)J_0(qa) = 0 \quad (\text{II.60})$$

Cette relation est l'équation de dispersion de la famille des modes de compression, elle est connue sous le nom de l'équation de **Pochhammer-Chree** [38,41,44,45,47].

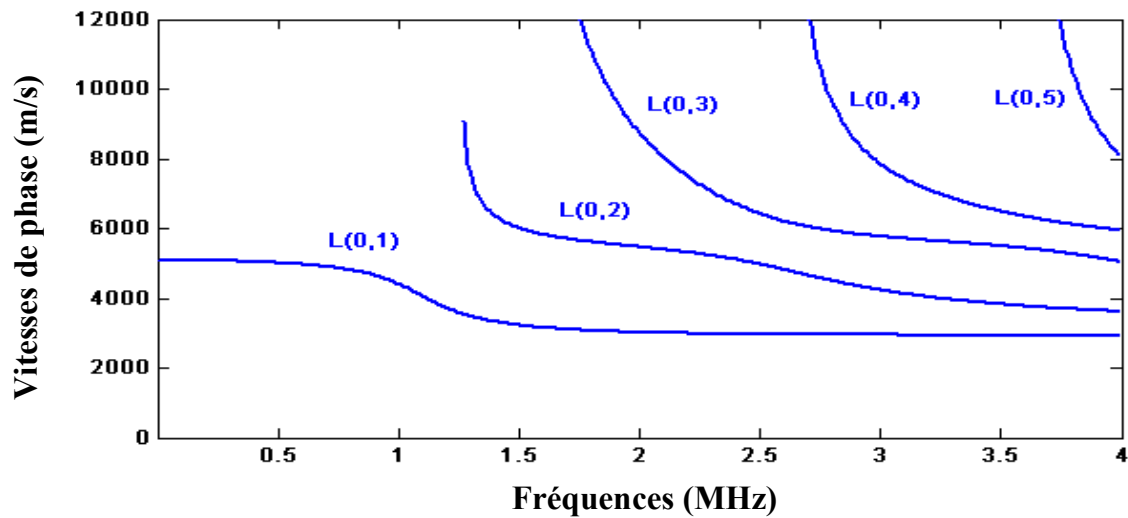
Nous traçons, en utilisant le programme **PCDISP** [46], écrit sous Matlab, les courbes de dispersion des vitesses de groupe et de phase pour la famille des modes de compression.



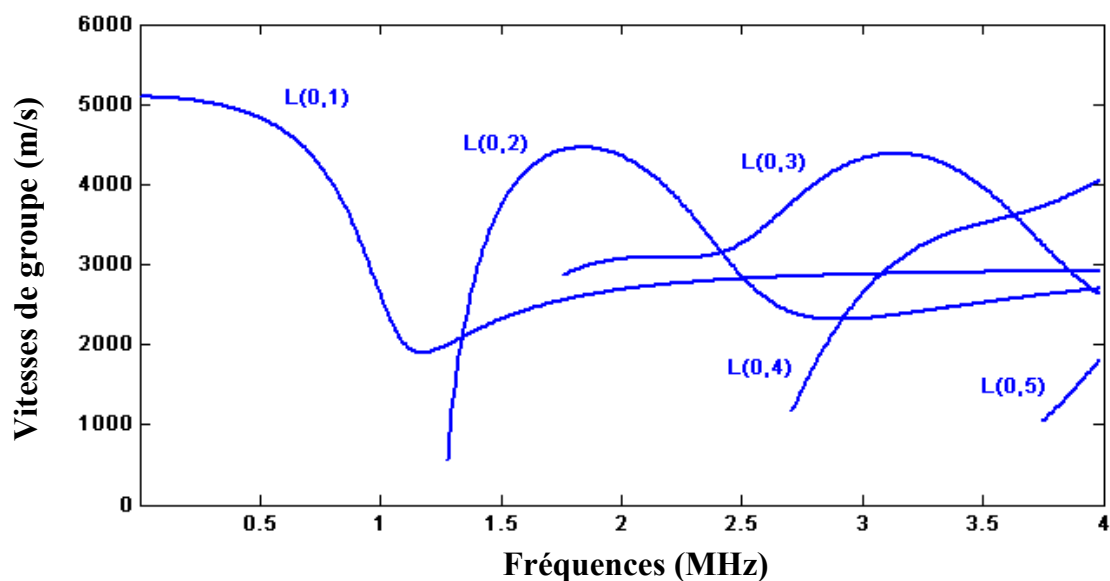
**Figure II.4** : Courbes de dispersion des vitesses de phase des modes de compression pour une tige d'acier de diamètre 4mm



**Figure II.5** : Courbes de dispersion des vitesses de groupe des modes de Compression pour une tige d'acier de diamètre 4mm



**Figure II.6 :** Courbes de dispersion des vitesses de phase des modes de Compression pour une tige d'acier de diamètre 2.75mm



**Figure II.7 :** Courbes de dispersion des vitesses de groupe des modes de Compression pour une tige d'acier de diamètre 2.75mm

Les courbes de dispersion des vitesses de groupe et de phase pour les modes de compression  $L(0, m)$  sont tracées pour des cylindres pleins en acier, de densité  $\rho = 7.789 \text{ g/cm}^3$  et de vitesse longitudinale  $V_L = 5090 \text{ m/s}$ .

Le tracé des courbes de dispersion des vitesses met en évidence la présence de plusieurs modes de compression. Mais, seul le mode  $L(0, 1)$  ne présente pas de fréquence de

coupure. Tous les autres modes ont des fréquences de coupure supérieures à 0.5 MHz pour les cylindres d'un diamètre de 4 mm et supérieures à 1 MHz pour des tiges de 2.75 mm de diamètre. Ceci, signifie que plus le diamètre est petit plus les fréquences de coupure augmentent, entraînant un décalage des modes vers les hautes fréquences. Dans la région des basses fréquences, allant de 0 à 0.5 MHz, seul le mode **L (0, 1)** est présent, il est peu dispersif. Lorsque le diamètre du cylindre diminue, comme pour les tiges de 2.75 mm de diamètre, la zone de non dispersion s'étale dans l'espace des fréquences, avoisinant 1 MHz.

Si on regarde dans la gamme des basses fréquences, pour des longueurs d'ondes suffisamment grandes par rapport aux dimensions du guide cylindrique, on peut effectuer les approximations suivantes [38] :

Pour un  $x$  très petit, le développement limité des fonctions de Bessel donne :

$$J_0(x) = 1 - \frac{x^2}{4} + \dots \quad J_1(x) = \frac{x}{2} - \frac{x^3}{16} + \dots$$

$$\text{Ceci donne } J_0(pa) \approx 1 - \frac{(pa)^2}{4} \quad \text{et} \quad J_0(qa) \approx 1 - \frac{(qa)^2}{4}, \quad J_1(pa) \approx \frac{pa}{2} \quad \text{et} \quad J_1(qa) \approx \frac{qa}{2}$$

En utilisant ces développements, nous obtenons la formule de Rayleigh [38] donnant la vitesse de barre  $V_b$  qui est une fonction du module de Young  $E$ , du coefficient de Poisson  $\nu$ , de la densité  $\rho$ , du rayon  $a$  du cylindre et du vecteur d'onde  $k$ .

$$V_b = \sqrt{\frac{E}{\rho} \left[ 1 - \nu^2 \left( \frac{ka}{2} \right)^2 \right]} \quad (\text{II.61})$$

Le premier mode de compression **L (0, 1)**, très peu dispersif dans la région des basses fréquences, a une vitesse de phase égale à la vitesse de groupe. Cette valeur constante de la vitesse est appelée « vitesse de barre » ; aux basses fréquences, elle tend vers la vitesse de l'onde longitudinale  $V_L$  [38].

$$V_b \approx \sqrt{\frac{E}{\rho}} \rightarrow V_L \quad (\text{II.62})$$

### II.3.2. Ondes de Torsion

Dans le cas des ondes de Torsion, le déplacement mécanique est indépendant de l'angle  $\theta$  [38] et a pour composante unique  $u_\theta(r, z, t)$ . Cette composante dérive du seul potentiel vecteur  $\Psi_z$  ; d'après l'équation (II.39) :

$$\Psi_z = BJ_0(qr)e^{i(\omega t - kz)}, u_\theta = -\frac{\partial \Psi_z}{\partial r} = -BqJ_1(qr)e^{i(\omega t - kz)}$$

En annulant la contrainte  $T_{r\theta}$  à la surface libre  $r = a$  du cylindre, on obtient :

$$T_{r\theta} = \mu \left( \frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r} \right)_{r=a} = 0$$

Tenant compte de la relation **(II.55.b)**, on obtient :  $qaJ_0(qa) - 2J_1(qa) = 0$

Cette équation admet comme première solution  $qa = 0$ .

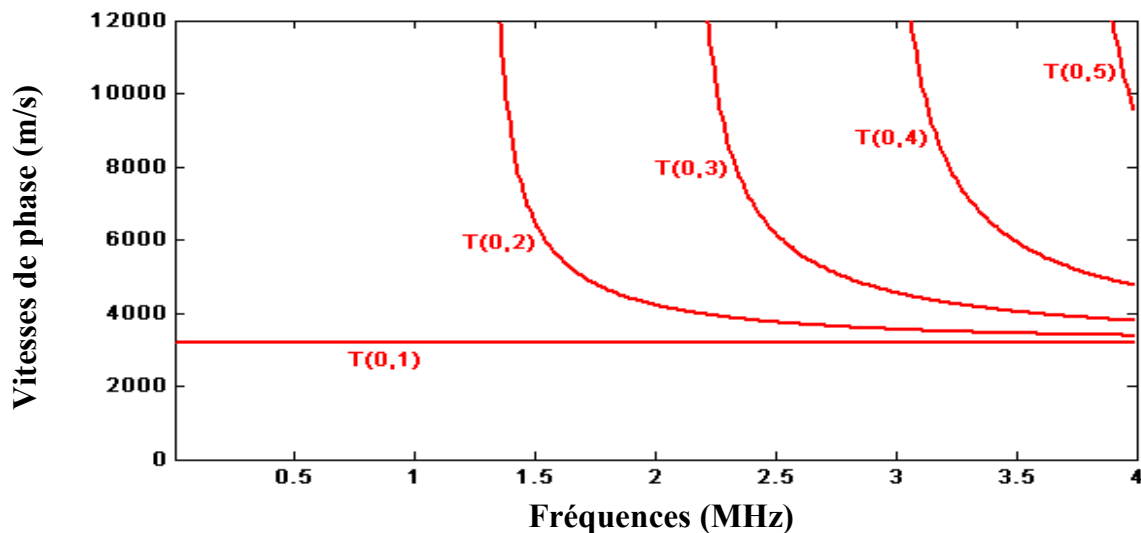
Lorsque  $q \rightarrow 0$ , l'expression de  $u_\theta$  devient :  $u_\theta = -\frac{Bq^2 r}{2} e^{i(\omega t - kz)}$

Cette expression du déplacement  $u_\theta$  est du premier mode de Torsion, ce mode fait tourner chaque section du cylindre sur son centre du fait de la proportionnalité du déplacement au rayon  $r$  du cylindre [38].

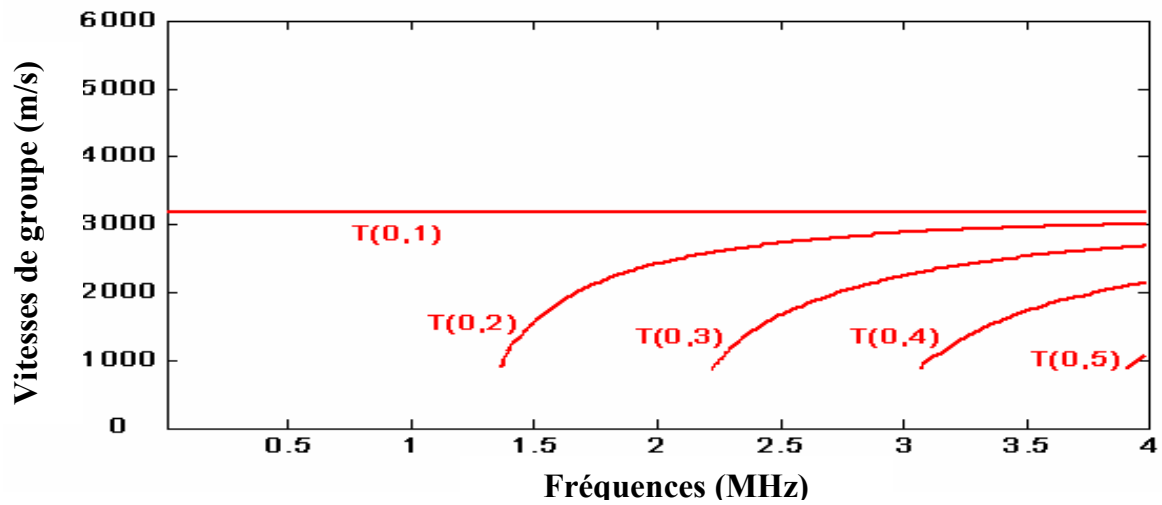
$q^2 = \frac{\omega^2}{V_T^2} - k^2 = 0 \Leftrightarrow V_\phi = \frac{\omega}{k} = V_T$ , la vitesse de phase de ce mode est égale à la vitesse transversale, ce qui signifie que le mode de Torsion **T(0,1)** n'est pas dispersif. Pour les autres modes, qui sont dispersifs, leurs vitesses sont données par la relation [38] qui suit :

$$\frac{\omega a}{V_T} = \sqrt{(ka)^2 + (q_n a)^2}$$

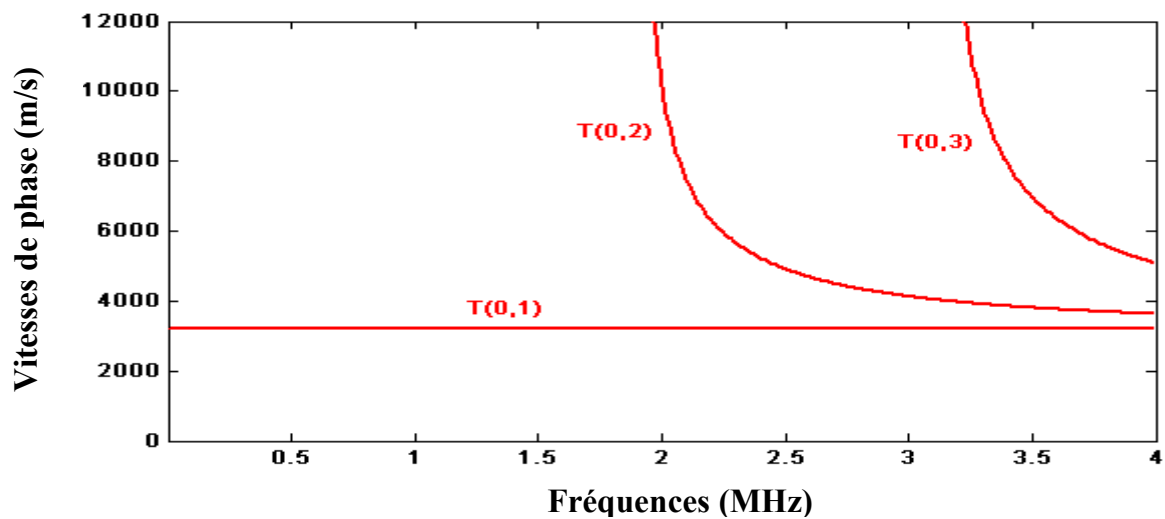
Nous avons tracé les courbes de dispersion des vitesses de phase (**Figure II.8, Figure II.10**) et de groupe (**Figure II.9, Figure II.11**) pour des tiges d'acier de diamètre de 4mm et 2.75mm :



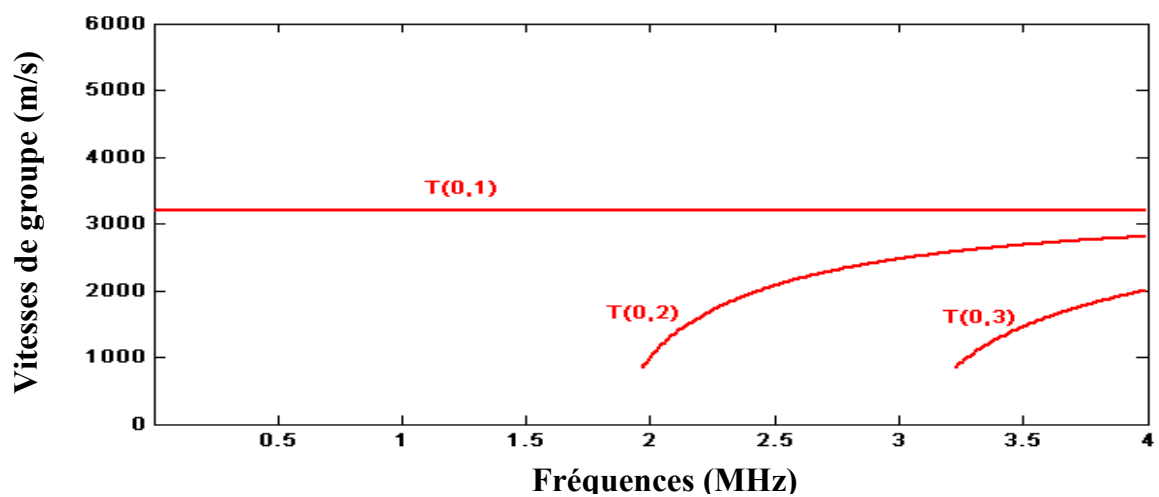
**Figure II.8 :** Courbes de dispersion des vitesses de phase des modes de Torsion pour une tige d'acier de diamètre 4mm



**Figure II.9 :** Courbes de dispersion des vitesses de groupe des modes de Torsion pour une tige d'acier de diamètre 4mm



**Figure II.10 :** Courbes de dispersion des vitesses de phase des modes de Torsion pour une tige d'acier de diamètre 2.75mm



**Figure II.11** : Courbes de dispersion des vitesses de groupe des modes de Torsion pour une tige d'acier de diamètre 2.75mm

Le tracé des courbes de dispersion des vitesses de groupe et de phase pour la famille des modes de Torsion pour des cylindres de diamètre de 4 mm et 2.75 mm [Figures (II.8 ,II.9 ,II.10 ,II.11)], montre que le premier mode de Torsion **T(0,1)** est non dispersif. Par contre les autres modes de Torsion sont dispersifs et ont des fréquences de coupure supérieures à 1 MHz dans le cas d'un diamètre de 4 mm, supérieures à 1.5 MHz pour le diamètre de 2.75 mm. On remarque, aussi, que le nombre de modes diminue avec la diminution du diamètre du cylindre et ceci en prenant en considération uniquement la plage de fréquences allant de 0 à 4 MHz. Cela signifie un décalage vers les hautes fréquences. Dans la zone de 0 à 0.5 MHz, seul le mode **T(0,1)** existe pour la famille des modes de torsion. Cependant, selon la littérature, il reste très difficile de générer des modes de torsion.

### II.3.3. Ondes de Flexion

Les ondes de Flexion ont un mouvement décrit par les trois composantes du déplacement  $u_r$ ,  $u_\theta$ ,  $u_z$  qui varient en fonction de  $\theta$ . La famille des modes de Flexion est donnée pour un ordre circonférentiel  $n = 1$  [38,42,47]. La composante du potentiel scalaire et les trois composantes du potentiel vecteur s'écrivent :

$$\begin{aligned}\phi &= AJ_1(pr)(\cos \theta)e^{i(\omega t - kz)}, \quad \Psi_z = BJ_1(qr)(\sin \theta)e^{i(\omega t - kz)} \\ \Psi_r &= CJ_2(qr)(\sin \theta)e^{i(\omega t - kz)}, \quad \Psi_\theta = -CJ_2(qr)(\cos \theta)e^{i(\omega t - kz)}\end{aligned}$$

Les déplacements vont s'écrire comme suit :

$$u_r = U_r(r)\cos \theta, \quad u_\theta = U_\theta(r)\sin \theta, \quad u_z = U_z(r)\cos \theta$$

Où:  $U_r(r)$ ,  $U_\theta(r)$ ,  $U_z(r)$  ne dépendent que de  $r$ .

La relation de dispersion s'obtient en substituant l'expression des déplacements dans les expressions des contraintes  $T_{rr}$ ,  $T_{r\theta}$ ,  $T_{rz}$  et en les annulant ensuite. La résolution de l'équation de dispersion donne la famille des modes de flexion.

Nous avons tracé les courbes de dispersions des vitesses de phase et de groupe des modes de Flexion pour une tige d'acier d'un diamètre de 4 mm (Figure II.12, Figure II.13) et d'un diamètre de 2.75 mm (Figure II.14, Figure II.15).

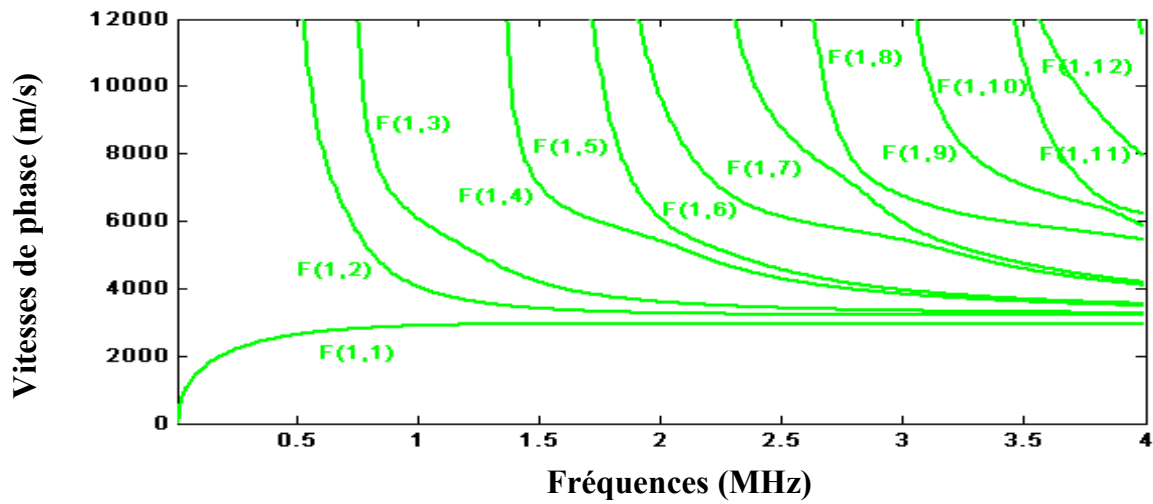


Figure II.12 : Courbes de dispersion des vitesses de phase des modes de Flexion pour une tige d'acier de diamètre 4mm

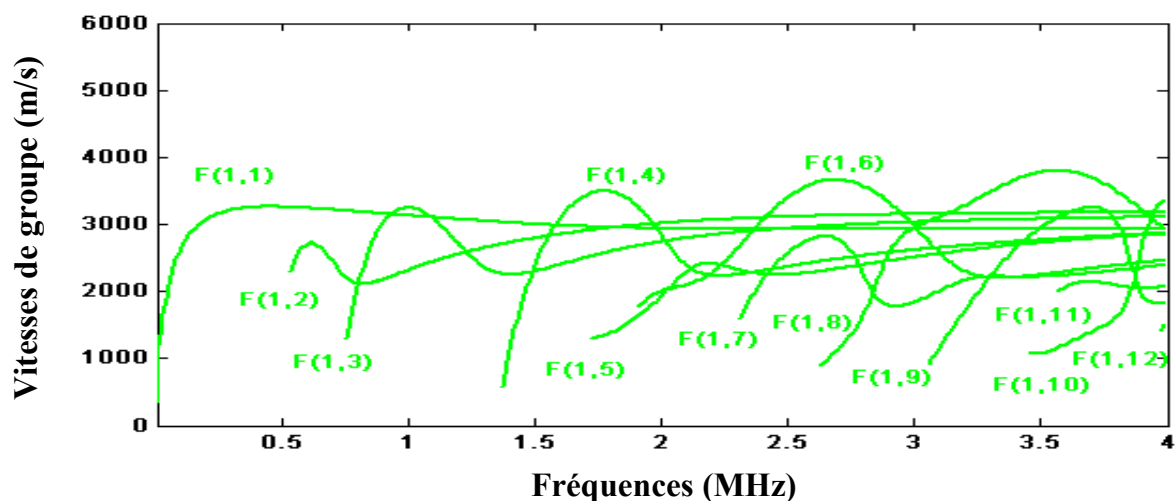


Figure II.13 : Courbes de dispersion des vitesses de groupe des modes de Flexion pour une tige d'acier de diamètre 4mm

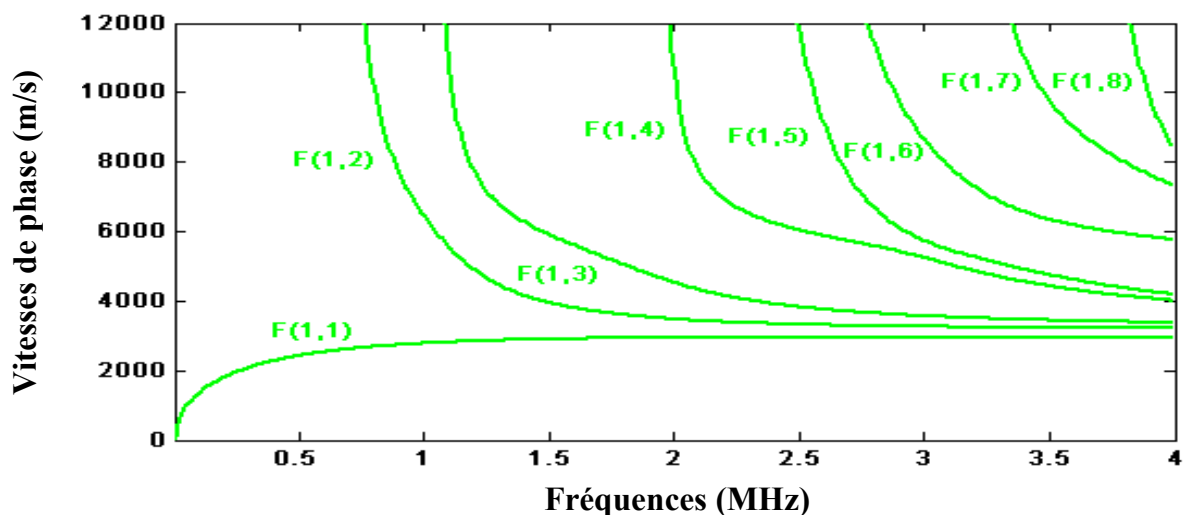
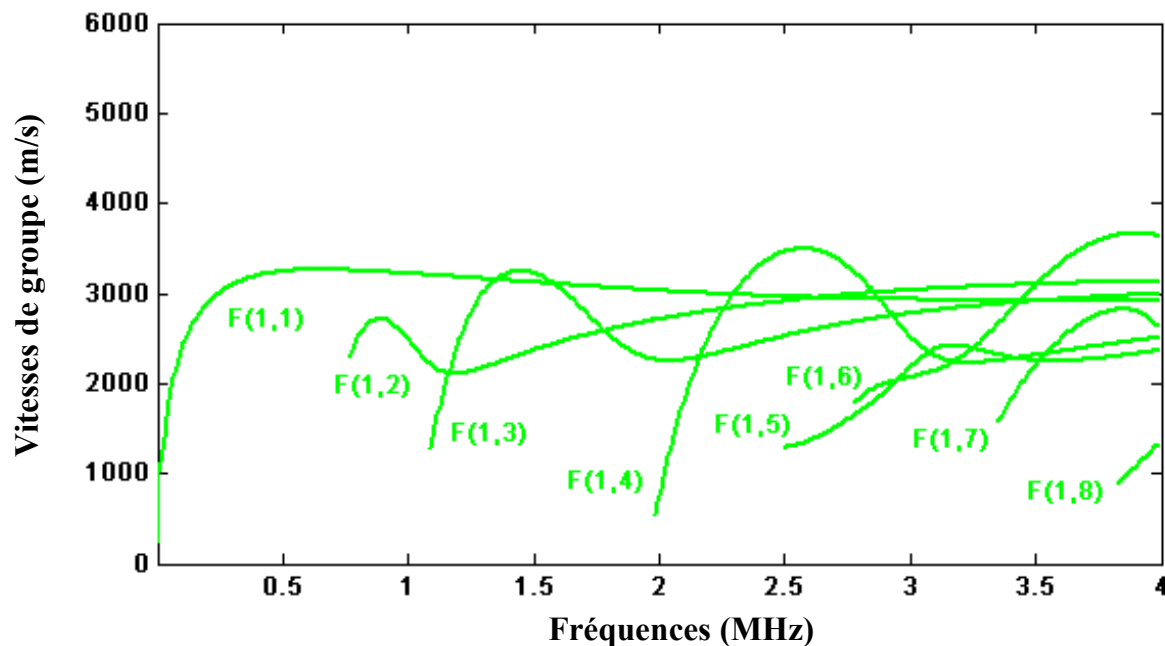


Figure II.14 : Courbes de dispersion des vitesses de phase des modes de Flexion pour une tige d'acier de diamètre 2.75mm



**Figure II.15** : Courbes de dispersion des vitesses de groupe des modes de Flexion pour une tige d'acier de diamètre 2.75mm

Le tracé des courbes de dispersions des vitesses de groupe et de phase des modes de Flexion pour des tiges en acier, avec un diamètre de 4 mm et 2.75 mm, montre l'existence de plusieurs modes de Flexion. Cependant, seul le premier mode **F (1, 1)** ne présente pas de fréquence de coupure. Tous les autres modes en ont. En passant du diamètre de 4 mm à celui de 2.75 mm, la fréquence de coupure se décale vers les hautes fréquences. Elle est de l'ordre de 0.5 MHz pour un guide de 4 mm de diamètre et de l'ordre de 0.75 MHz pour un guide de 2.75 mm de diamètre. Il reste que, du point de vue expérimental, il est très difficile de générer les modes de Flexion.

#### II.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons fait un rappel des notions de base de l'élastodynamique qui nous permettent d'étudier le comportement des structures cylindriques pleines lorsqu'elles sont le siège d'un ébranlement. Nous avons écrit les équations et retrouvé les relations de dispersion des vitesses pour les différentes familles de modes pouvant se propager dans un guide cylindrique. La caractérisation par voie acoustique d'un milieu dont les dimensions sont grandes devant la longueur d'onde, se fait en utilisant une onde de compression ou de

cisaillement. Nos échantillons étant de diamètres très réduits, il nous faut trouver un mode qui sollicite le guide de manière équivalente à une onde de compression, par exemple, dans un milieu illimité. L'étude attentive des courbes de dispersion, nous permet de faire un premier choix quant au mode à utiliser pour caractériser nos échantillons. En effet, ce mode doit avoir un déplacement mécanique à prédominance longitudinale donc un mouvement de compression, de plus, pour avoir des signaux exploitables, il est préférable de ne générer qu'un mode unique dans le guide à étudier. Pour ce faire, les basses fréquences s'imposent, les premiers modes de flexion et de torsion (**F (1, 1) ; T (0, 1)**) à ces fréquences, sont techniquement difficiles à engendrer et ne sollicitent pas le volume de manière compressive. Le mode qui s'impose est le premier mode longitudinal **L (0, 1)** pour une plage de fréquences de 0 à 0.5 MHz. A ces fréquences, il s'agit du mode longitudinal classique dont la vitesse de propagation en basses fréquences est déterminée principalement par la valeur du module de Young du matériau (vitesse de barre  $V_b \approx (E / \rho)^{1/2}$  avec  $E$  module de Young et  $\rho$  la masse volumique du matériau). Le déplacement à basses fréquences est surtout axial (**voir chapitre III**). Quand la fréquence augmente, la vitesse de phase passe par un minimum légèrement inférieur à la vitesse de Rayleigh ( $V_R$ ) puis tend asymptotiquement vers cette dernière. À très hautes fréquences la distribution du déplacement est concentrée à la surface du cylindre, le comportement de l'onde se rapproche de celui d'une onde de Rayleigh [38,41].

Le chapitre qui suit, sera consacré à l'étude des différentes techniques de caractérisation que nous avons utilisé pour l'étude du phénomène de recristallisation dans un acier doux tréfilé à froid.

# **Partie Expérimentale**

## **CHAPITRE III**

### **Techniques de caractérisation et montage expérimental**

**Chapitre III****Techniques de caractérisation et montage expérimental****Partie A****Préparation des échantillons et techniques classiques de caractérisation****III.A.1. Introduction**

L'étude expérimentale, passage crucial entre la connaissance théorique et la commercialisation d'un savoir faire, est seule à pouvoir valider les hypothèses émises théoriquement. Dans notre cas, elle nous permet d'expliquer et d'interpréter les mécanismes de la recristallisation, ainsi que d'autres phénomènes qui interviennent lors des différents processus de fabrication. Dans ce qui suit, nous présenterons le matériau étudié et l'ensemble des traitements thermiques subis par celui-ci. L'ensemble des techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation métallurgique sera présenté.

**III.A.2. Matériau étudié**

A l'entreprise TREFISOUD d'El Eulma (Sétif), différentes nuances d'aciers (S2M0, F10, S1, F5, et 1KP) sont utilisées dans le procédé de tréfilage à froid. Notre choix s'est porté sur le fil machine 1KP, du fait de sa disponibilité, et du fait que c'est l'une des nuances utilisée pour le tréfilage à TREFISOUD. L'acier doux 1KP est de composition très proche de

l'acier doux F10. Les échantillons sur lesquels nous travaillons sont en acier 1KP, qui est un acier doux à 0.06 % C. Sa nuance, selon la norme américaine ASTM, est SAE 1006 [48]. Nous avons obtenu des couronnes de fil machine 1KP de diamètre 5.5 mm, dont la composition chimique est portée sur le **Tableau III.1**.

| Eléments | C    | Mn   | Si   | S     | P    | Ni   | Cr   | Cu   |
|----------|------|------|------|-------|------|------|------|------|
| Min (%)  | 0.05 | 0.30 |      |       |      |      |      |      |
| Max (%)  | 0.10 | 0.60 | 0.10 | 0.025 | 0.02 | 0.12 | 0.12 | 0.12 |

**Tableau III.1** : Composition chimique du fil d'acier doux utilisé à «TREFISOUD»

L'acier est un alliage de fer et de carbone [37,50]. Le fer, élément métallique, a une température de fusion de 1539°C. Il y a deux formes polymorphes du fer : le fer  $\alpha$  a un réseau cubique centré, sa densité est de 7.68 g/cm<sup>3</sup>, il existe aux températures inférieures à 910°C et supérieures à 1392°C ; le fer  $\gamma$  a un réseau cubique à faces centrées, sa densité est de 8 à 8.1 g/cm<sup>3</sup>, il existe dans le domaine de température situé entre 910°C et 1392°C. Le carbone est un élément non métallique, d'une densité de 2.5 g/cm<sup>3</sup>, il est soluble dans le fer à l'état liquide et solide. L'alliage fer-carbone appelé acier se présente sous différentes phases : ferrite, austénite, cémentite, perlite et lédeburite [voir diagramme de phase (**Figure III.2**) [49,50,51,52].

**La ferrite** : est une solution solide de carbone dans le fer à une température inférieure à 768°C et a une teneur en carbone de 0.02 % à 723°C.

**La cémentite** : appelée aussi carbure de fer a une teneur en carbone de 6.67 %, elle est très dure (HV~1000) [37].

- Elle est primaire si elle est obtenue par cristallisation de la phase liquide.
- Elle est secondaire si elle est obtenue par recristallisation à l'état solide.

**La perlite** : est un agrégat de ferrite et de cémentite, elle a une teneur en carbone d'environ 0.8 % [37].

**L'austénite** est une solution solide de carbone dans le fer  $\gamma$  (au dessus de 912 °C) et sa teneur maximale en carbone vaut 2.1% [51].

**La lédeburite** a une teneur en carbone de 4.3%, elle est constituée de :

- Austénite et cémentite au dessus de 723°C.
- Perlite et cémentite secondaire en dessous de 723°C.

L'acier est dit hypoeutectoïde pour une teneur en carbone inférieure à 0.77 %, il est essentiellement constitué de ferrite et de perlite. Pour une teneur en carbone de 0.77 %, l'acier est dit eutectoïde et composé de perlite lamellaire. Lorsque la teneur en carbone est comprise entre 0.85% et 1.2%, il est dit hypereutectoïde, et il est composé de perlite et de cémentite [49,50].

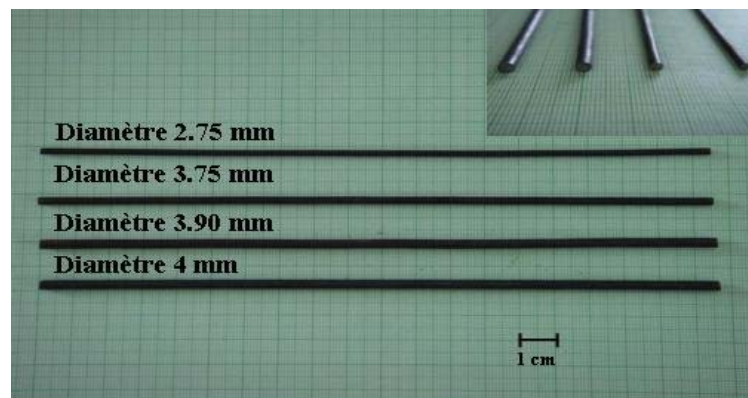
### III.A.3. Préparation des échantillons

#### III.A.3.1. Découpage et polissage

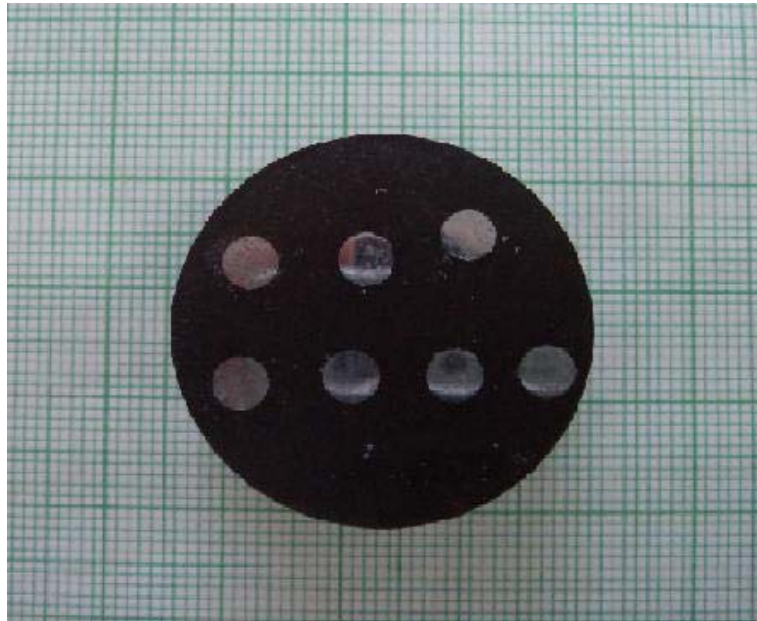
Les échantillons d'acier tréfilé étudiés proviennent de l'entreprise de tréfilage « TREFISOUD ». L'entreprise nous a fourni des rouleaux, de 14 mètres, d'acier tréfilé, avec différents taux de tréfilage dont les diamètres finaux sont : 4 mm, 3.90 mm, 3.75 mm et 2.75 mm. En plus d'un rouleau de fil machine, dont le diamètre nominale est de 5.5 mm.

Au laboratoire, nous avons découpé des tiges d'une longueur de 20 cm (**Figure III.1.a**) ; le choix de la dimension est dicté par l'indisponibilité de grands fours pour les traitements thermiques. Ces tiges ont été redressées pour être droites autant que possible.

Pour les besoins des mesures acoustiques, microdureté et microscopie optique, les échantillons sont polis mécaniquement au papier abrasif de désignation : 80, 300, 600, 1000, 1200, 1500, 2000 et 2000 ultrafin. Une fois les mesures acoustiques accomplies, des échantillons de petites dimensions sont coupés pour servir dans les caractérisations par : microdureté, microscopie optique et DRX. Ces derniers sont enrobés dans une résine (**Figure III.1.b**) [tout type de résine peut être utilisé, même la résine dentaire], nous avons utilisé une résine dentaire auto-polymérisable. Ces tiges ont subi un polissage miroir avec du papier abrasif de même désignation que précédemment.



**Figure III.1.a** : Tiges en acier doux tréfilé de différents diamètres



**Figure III.1.b :** Echantillons d'acier enrobés et polis

### III.A.3.2.Traitements thermiques

En nous basant sur des études antérieures traitant du domaine des températures de recristallisation dans les aciers doux tréfilés [15], nous avons choisi un cycle de traitements thermiques de recristallisation de trois températures (500, 600, 680 °C) au dessous du palier eutectoïde [51] (**Figure III.2**), la quatrième température est à 730 °C avec des temps de maintien variant comme suit : 5 minutes, 20 minutes, 80 minutes et 6 heures. Une partie de ces traitements a été effectuée au « Centre de Recherche Nucléaire de DRARIA », sous atmosphère contrôlée, avec comme gaz de l'argon, ceci, pour éviter les phénomènes d'oxydation ; la deuxième partie a été réalisée au niveau du « Centre de Développement des Technologies Avancées C.D.T.A. », cette fois sous atmosphère ambiante (limitation due aux dimensions du four). Nous avons effectué une série de traitements thermiques de recristallisation pour les tiges en acier doux tréfilé. Un ensemble de tiges d'un même taux de tréfilage ayant subi un recuit à différentes températures pour des temps de maintien différents, dans le but de suivre l'évolution de la microstructure. Le diagramme de phases fer-carbone [51,52] décrivant les différents paliers des transformations de phase pour un alliage fer-carbone est donné sur la **Figure III.2**.

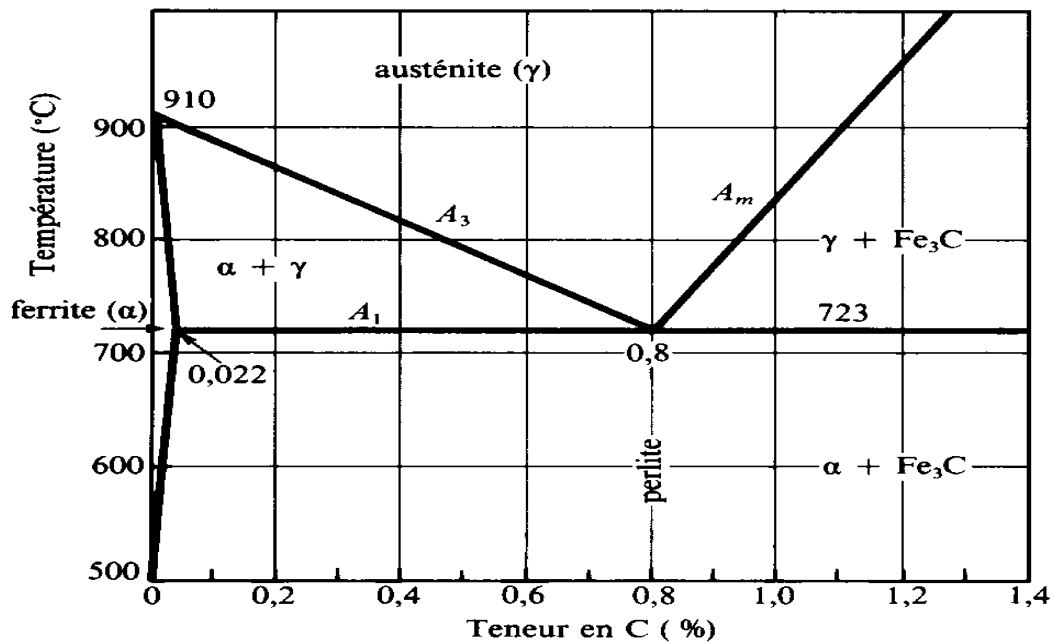


Figure III.2 : Diagramme de phases Fer-Carbone (en pourcentage massique)

Nous présenterons chacune des techniques classiques utilisées, avec les détails et les paramètres pris en considération pour effectuer les mesures : métallographie, spectres de Diffraction des Rayons X et mesures de Microdureté Vickers.

### III.A.4. Techniques classiques de caractérisation

#### III.A.4.1. la Métallographie

La microscopie optique, connue sous l'appellation de métallographie en métallurgie [13], est un excellent moyen de caractérisation de la microstructure de matériaux opaques. Elle se base sur la réflexion de la lumière sur une surface préparée à cet effet (coupe métallographique). Elle permet la mise en évidence des différents constituants, des grains et joints de grains ainsi que de leurs discontinuités [53].

Pour obtenir des images précises, en microscopie optique, la préparation des échantillons (polissage et attaque chimique) doit être réalisée avec soin.

Les métallographies faites sur nos échantillons sont réalisées au niveau du C.D.T.A à l'aide d'un microscope optique avec un grossissement de 1000 x.

- Le polissage utilisé en métallographie doit être fait jusqu'à ce que la surface polie ait l'aspect d'un miroir. Ceci est dû au fait que le principe même se base sur la réflexion d'un faisceau lumineux. L'utilisation du papier abrasif de désignation 2000 est suffisante pour obtenir un polissage miroir. Cependant, l'utilisation d'une pâte diamantée est conseillée.

- L'objectif de l'attaque chimique est la création d'un contraste révélant la microstructure du matériau étudié. Pour les examens de microstructures des aciers au carbone faiblement alliés et non alliés, plusieurs solutions chimiques ou association de solutions existent [53]. Cependant, le Nital reste la solution la plus répandue. Le Nital est une solution composée de **4% d'acide nitrique** ( $\text{HNO}_3$ ) dissout dans **96% d'éthanol** ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) [15,53]. Pour révéler la microstructure, la surface de l'échantillon obtenue par polissage est plongée de 15 à 20 secondes [15,53] dans cette solution. Certains auteurs donnent une durée de 20 à 45 secondes [15]. Par la suite les échantillons doivent être nettoyés à l'éthanol ou à l'acétone et séchés à l'air chaud, car il ne faut laisser aucune trace sur la surface.

#### III.A.4.2. Diffraction des Rayons X

Le principe de la diffraction des Rayons X se base sur les découvertes de Bragg et Laue [26]. En fait, Lorsqu'une radiation électromagnétique de longueur d'onde  $\lambda \sim 0.5\text{-}2\text{\AA}$  [16,48] entre en interaction avec un réseau cristallographique, et si la longueur d'onde du faisceau diffracté équivaut à la distance interréticulaire ou son multiple, dans ce cas il y a diffraction. Pour une famille de plans cristallographiques  $\{hkl\}$ , de distance interréticulaire  $d$ , la formule de Bragg donne la relation entre l'angle d'incidence  $\theta$  du faisceau, la longueur d'onde  $\lambda$  et la distance entre les plans  $d$ , comme suit [16,26,48] :

$$2d \sin\theta = n.\lambda$$

Avec  $n$  entier représentant l'ordre de diffraction.

La mesure des spectres de Diffraction des Rayons X est réalisée au niveau du laboratoire de métallurgie du Centre de Développement des Technologies Avancées (C.D.T.A.). Le diffractomètre utilisé pour la mesure des spectres caractéristiques du matériau étudié est de type « BRÜKERS AXS D8 ADVANCED » équipé d'une anticathode en cuivre délivrant un rayonnement d'une longueur d'onde  $\lambda = 1.5406 \text{\AA}$ , avec un angle d'incidence  $2\theta : 10\text{-}90^\circ$ . Le pas d'acquisition utilisé est de  $0.05^\circ$  avec une durée de 1.5 s par pas.

Nous avons coupé des échantillons d'une épaisseur inférieure à 1 centimètre, avec différents taux de tréfilage. (Les résultats sont donnés dans le **chapitre IV**).

#### III.A.4.3. Microdureté Vickers

La mesure de la microdureté Vickers consiste à utiliser un pénétrateur physique de forme pyramidale dans le matériau à étudier. Ce pénétrateur laissera une empreinte après

charge (100 g) dont la diagonale aidera à déterminer la surface S de l'empreinte. La microdureté Vickers du matériau en ce point est donnée par **[15,31]** :

$$H_v = \frac{F}{S}$$

Avec F est la charge appliquée en Kgf et S la surface de l'empreinte en mm<sup>2</sup>.

En écrivant la relation qui relie la diagonale à la surface S : 
$$S = \frac{d^2}{2 \cos 22^\circ}$$

On obtient : 
$$H_v = \frac{1.8544F}{d^2}$$

Pour suivre les variations des propriétés mécaniques à chaque étape du tréfilage et après recuit, nous avons procédé à des mesures de microdureté en utilisant un micro-duromètre de marque **ZWICK**, nous avons pris en moyenne trois (3) indentations par mesure.

## **Partie B**

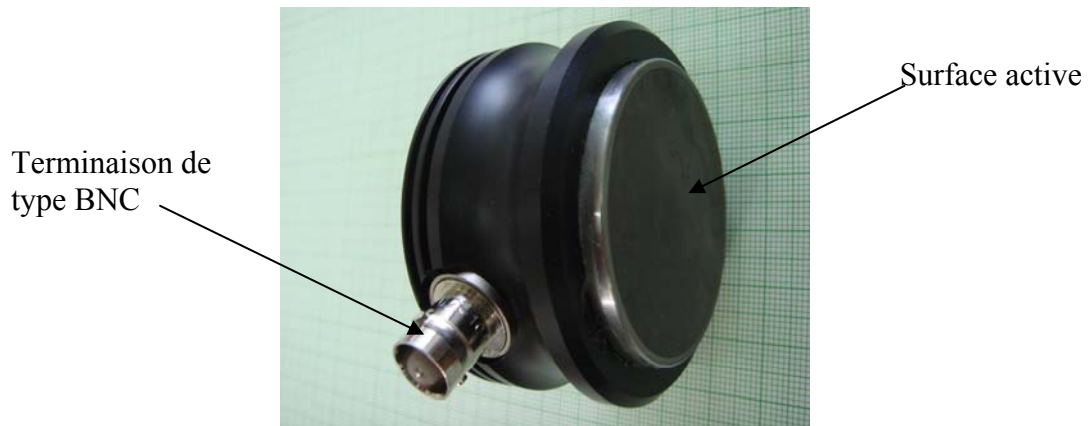
### **Caractérisation par ondes ultrasonores**

Notre objectif dans ce travail est d'essayer de montrer que l'évaluation de la recristallisation d'un acier doux tréfilé, par la méthode du **contrôle non destructif ultrasonore**, peut être une méthode efficace et un premier test rapide et peu onéreux. Ces mesures par ultrasons seront comparées aux caractérisations basées sur les autres méthodes communément utilisées pour ce genre d'évaluation : les mesures de Microdureté Vickers, les spectres de Diffraction des Rayons X et la métallographie.

Dans les contrôles par ultrasons, il y a deux manières de procéder à savoir les méthodes de contrôle par transmission et les méthodes dites en écho. Elles sont réalisées, soit par immersion soit par contact. Dans tous les contrôles par ondes ultrasonores l'élément indispensable est le transducteur.

#### **III.B.1. Transducteur ultrasonore**

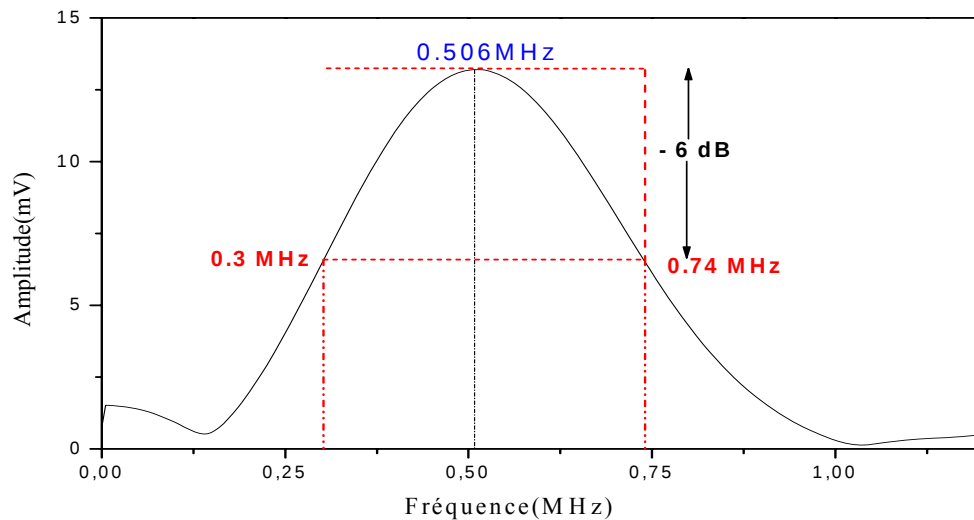
Le transducteur ultrasonore, appelé aussi palpeur ou sonde à ultrasons, est l'outil qui sert à transmettre et/ou à recevoir des ondes ultrasonores. Il se base sur le phénomène de la piézoélectricité. La piézoélectricité, pressentie au dix-neuvième siècle (**1817**) après les théories cristallographiques de **René HAÜY**, fut étudiée sous sa forme directe et interprétée par les frères **Pierre et Jacques CURIE** en **1880** [43,54]. Le fonctionnement du transducteur est basé sur le principe de la conversion d'une tension électrique en vibration mécanique et vis versa. Tout transducteur est caractérisé par sa fréquence nominale appelée aussi fréquence centrale et une largeur de bande. Il est caractérisé, aussi, par le type d'ondes générées ; transducteur à onde de compression ou à onde de cisaillement [54].



**Figure III.3** : Transducteur par contact de type PANAMETRICS

### III.B.2. Caractérisation de la sonde ultrasonore

Le transducteur utilisé dans les expériences est de type PANAMETRICS, avec une fréquence centrale de 0,5 MHz et une surface active de 44 mm de diamètre.



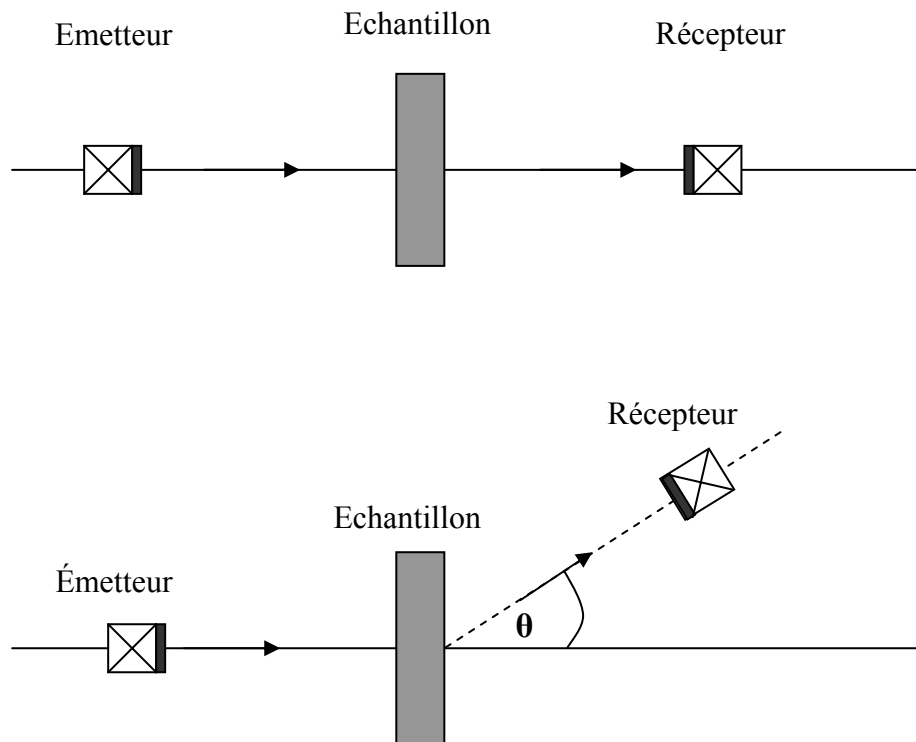
**Figure III.4** : Réponse fréquentielle du transducteur utilisé, de fréquence centrale 0.5 MHz

### III.B.3. Les différents modes de contrôle

#### III.B.3.1. Mode par transmission

Dans le contrôle en mode par transmission (**Figure III.5**), deux transducteurs sont nécessaires. La pièce à contrôler se trouve au milieu, entre les deux transducteurs, qui sont positionnés de part et d'autre. L'un jouera le rôle d'émetteur et le second celui de récepteur. Le réglage de la position des sondes ultrasonores est fonction de ce que l'on veut détecter].

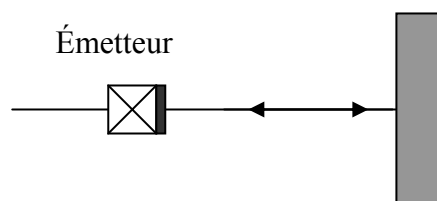
Soit en face à face, soit avec une inclinaison d'un angle  $\theta$  de l'une par rapport à l'axe de la seconde [33].



**Figure III.5.a** : Schéma fonctionnel du contrôle en mode transmission

### III.B.3.2.Mode écho

Contrairement au mode par transmission, un seul transducteur suffit en mode écho. En fait, dans ce cas, le transducteur joue à la fois le rôle d'émetteur et de récepteur. Le transducteur mis en excitation par le générateur d'impulsions ou de fonctions (selon qu'on travaille en harmonique ou en impulsionnel), transmet à l'échantillon la vibration qui parcourt ce dernier. Après réflexion, l'écho revient vers l'émetteur qui devient ainsi récepteur [43].



**Figure III.5.b** : Schéma fonctionnel du contrôle en mode écho

### III.B.4. Choix de la méthode

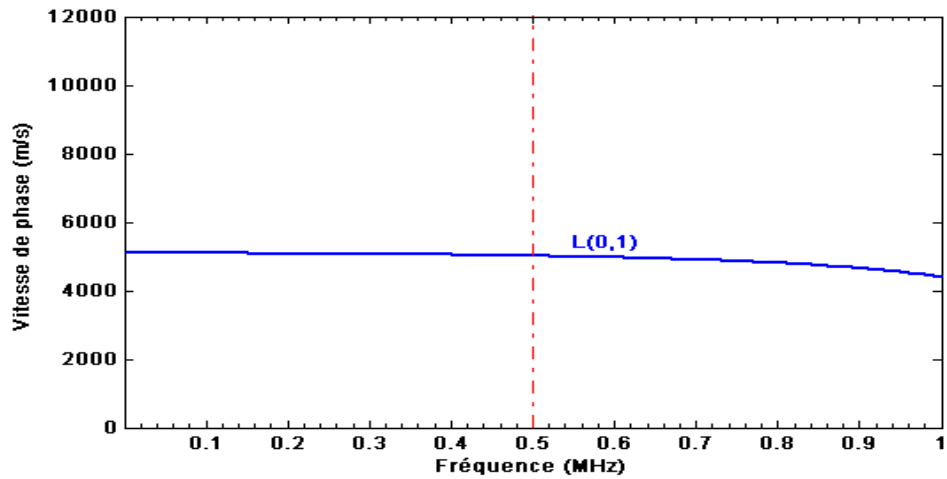
La mise en œuvre d'une procédure expérimentale est parfois très délicate, car la manière de procéder conditionne la qualité des résultats à obtenir. Dans ce travail, nous avons à choisir entre la méthode par immersion et la méthode par contact.

La méthode de contrôle par immersion est souvent utilisée pour exciter la cible en compression et pour éviter les problèmes de couplage. Néanmoins, l'orientation des transducteurs qui doivent être parfaitement alignés « en regard » pose un problème de reproductibilité. La géométrie et les dimensions des échantillons utilisés compliquent davantage la mise en œuvre d'un contrôle par immersion. En effet, il est difficile de positionner correctement les échantillons pour obtenir des signaux exploitables.

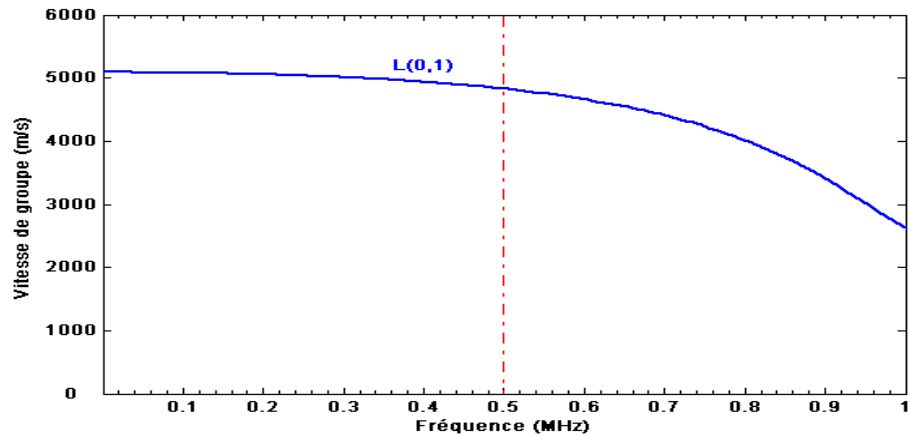
La méthode de contrôle par contact, malgré quelques inconvénients, parmi lesquels nous citerons le problème de couplage, paraît la mieux adaptée à nos besoins. Néanmoins, le positionnement des sondes ultrasonores par rapport aux surfaces des échantillons doit se faire de la même manière à chaque mesure, ce qui n'est pas très évident. Pour contourner cette difficulté et minimiser les erreurs, nous devons prendre plusieurs mesures et faire un moyennage sur l'ensemble des valeurs les plus proches. La méthode par contact facilite plus la génération d'ondes guidées, par le fait que le positionnement des transducteurs est plus facile à opérer.

### III.B.5. Choix du mode à générer

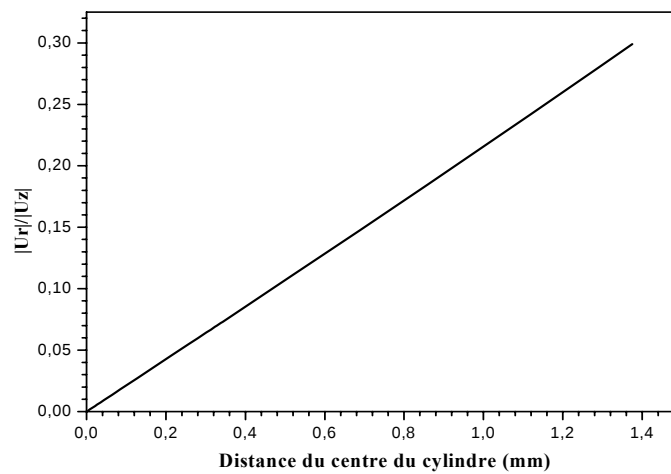
L'étude théorique faite dans le chapitre précédent nous a permis de mettre en évidence les modes susceptibles de se propager sur un cylindre plein. Il est ressorti de cette analyse que le mode le plus adapté à notre caractérisation est le mode de compression L (0, 1) à basse fréquence et/ou à petits diamètres, équivalent à une onde longitudinale. En effet, pour une fréquence inférieure ou égale à 0.5 MHz, et pour des diamètres inférieurs à la longueur d'onde (10 mm), le mode L (0,1) est peu dispersif et son déplacement est à **prédominance longitudinale** comme le mettent en évidence les figures suivantes (Figure III.6.c, Figure III.7.c, Figure III.8.c, Figure III.9.c).



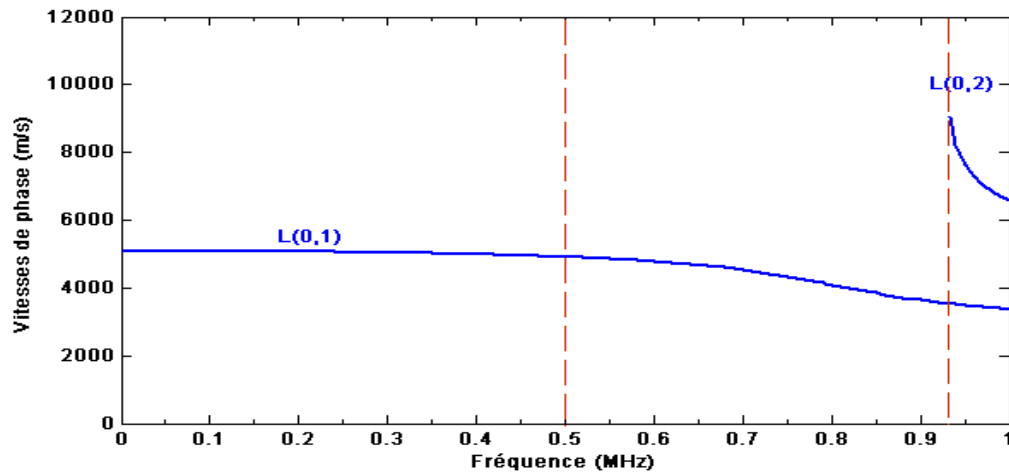
**Figure III.6.a :** Courbe de dispersion des vitesses de phase du mode L (0,1) pour une tige en acier de diamètre 2.75 mm



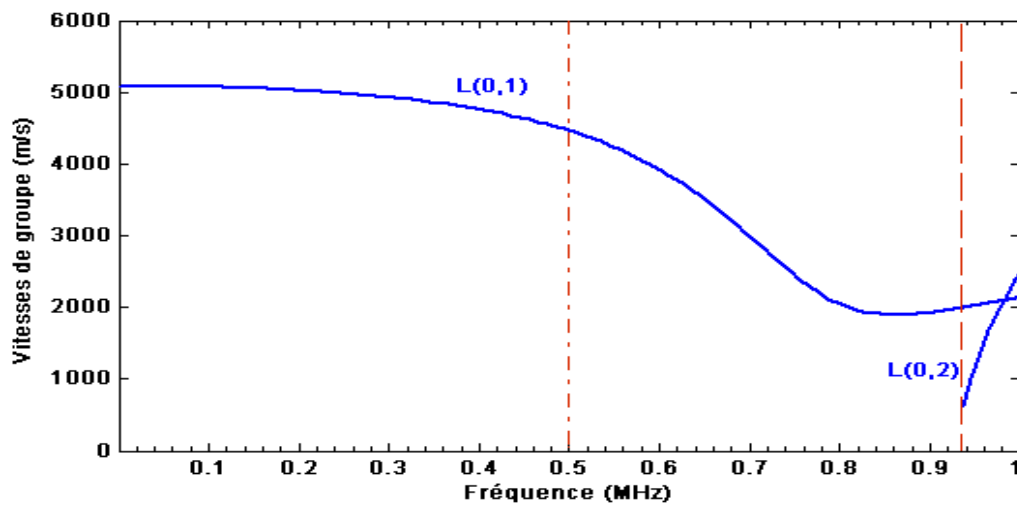
**Figure III.6.b :** Courbes de dispersion de la vitesse de groupe du mode L (0,1) pour une tige en acier de diamètre 2.75 mm



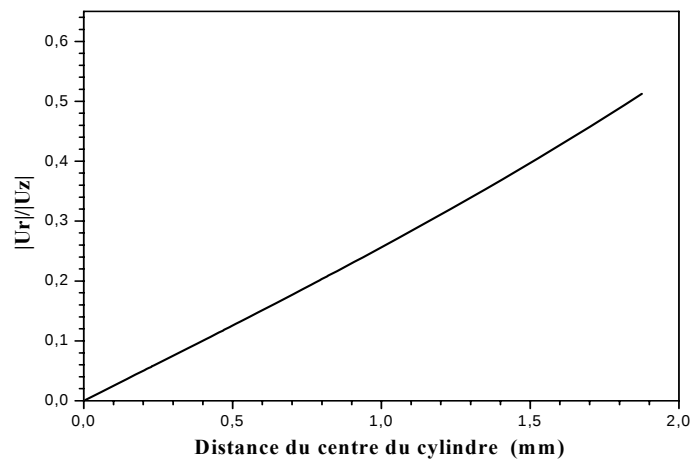
**Figure III.6.c :** Rapport des déplacements normalisés du mode L(0,1) à 0.5MHz (tige de diamètre 2.75 mm)



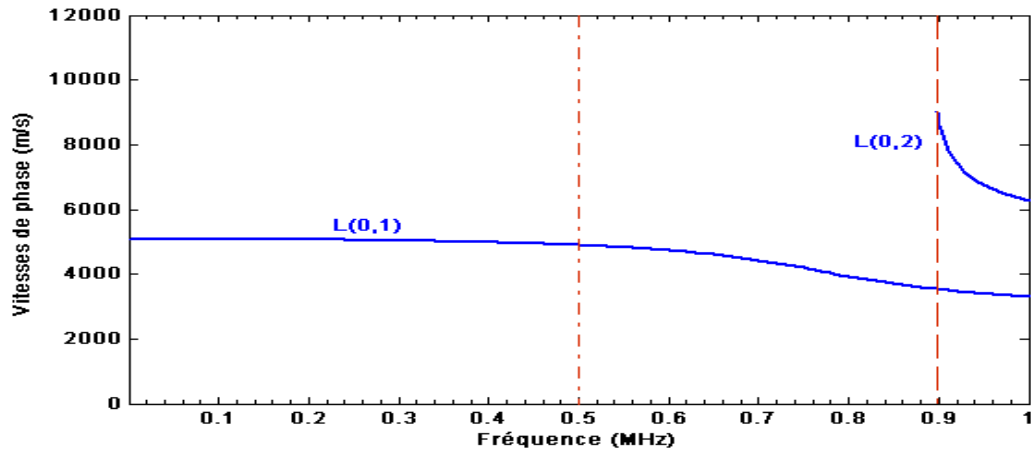
**Figure III.7.a :** Courbe de dispersion des vitesses de phase pour les modes L(0,1) et L(0,2) pour une tige en acier de diamètre 3.75 mm



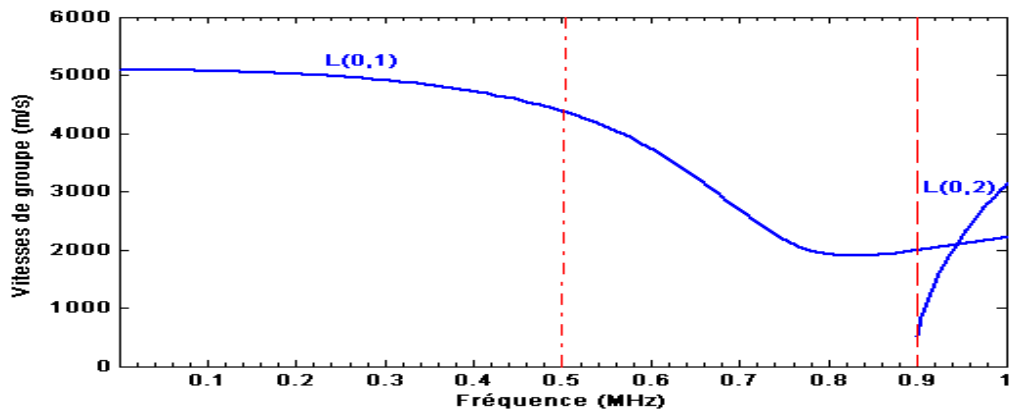
**Figure III.7.b :** Courbe de dispersion de la vitesse de groupe du mode L(0,1) et L(0,2) pour une tige d'acier de diamètre 3.75 mm



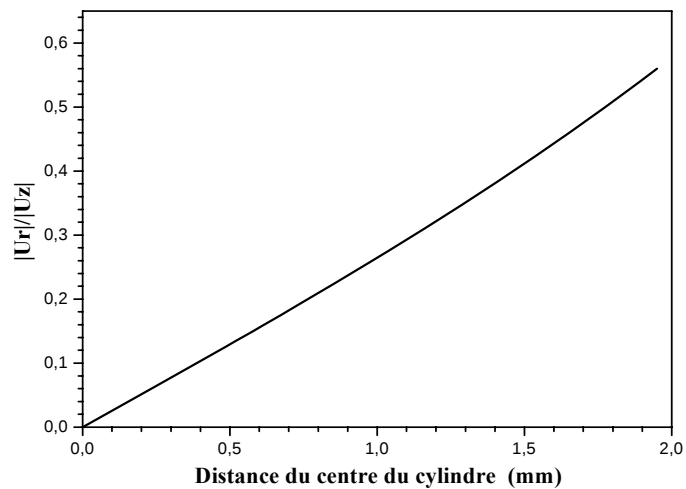
**Figure III.7.c :** Rapport des déplacements normalisés du mode L(0,1) à 0.5 MHz (tige de diamètre 3.75mm)



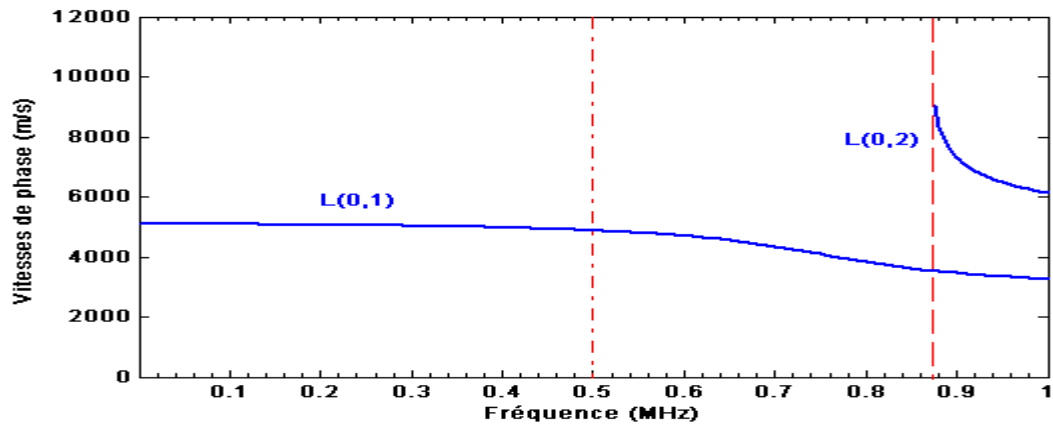
**Figure III.8.a :** Courbe de dispersion des vitesses de phase des modes L (0,1) et L (0,2) pour une tige de diamètre 3.9 mm



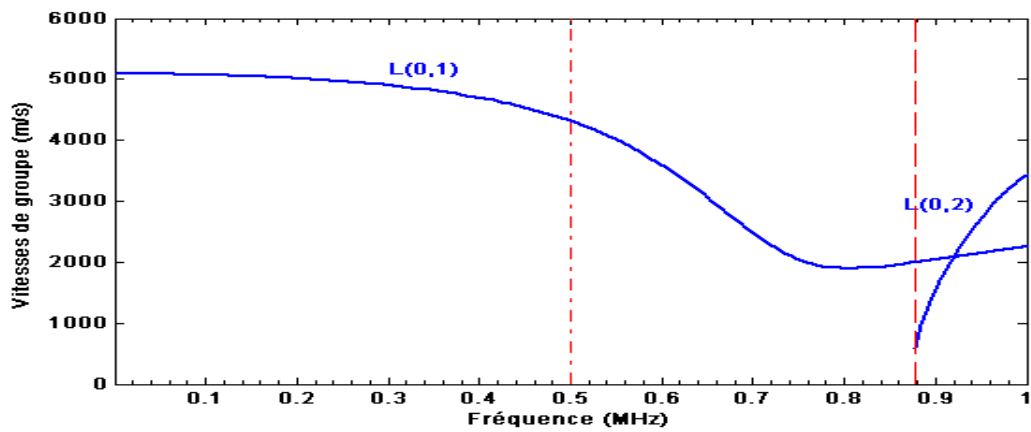
**Figure III.8.b :** Courbe de dispersion de la vitesse de groupe des modes L(0,1) et L(0,2) pour une tige d'acier de diamètre 3.9 mm



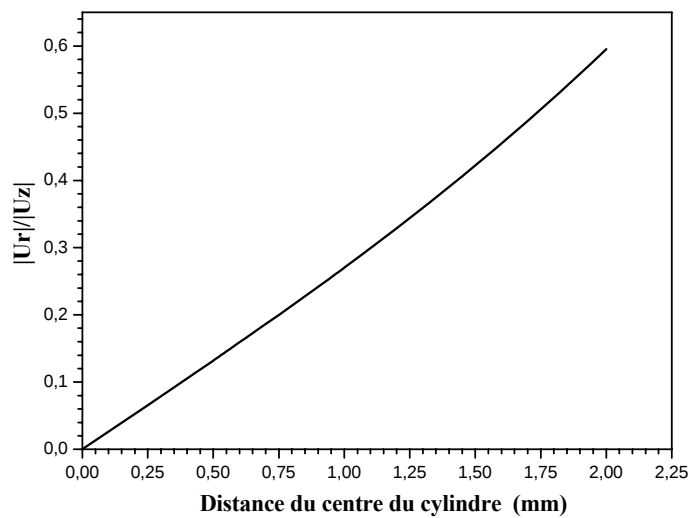
**Figure III.8.c :** Rapport des déplacements normalisés du mode L(0,1) à 0.5 MHz (tige de diamètre 3.9 mm)



**Figure III.9.a :** Courbe de dispersion des vitesses de phase des modes L(0,1) et L(0,2) pour une tige en acier doux de diamètre 4 mm



**Figure III.9.b :** Courbe de dispersion des vitesses de groupe des modes L(0,1) et L(0,2) pour une tige en acier doux de diamètre 4 mm

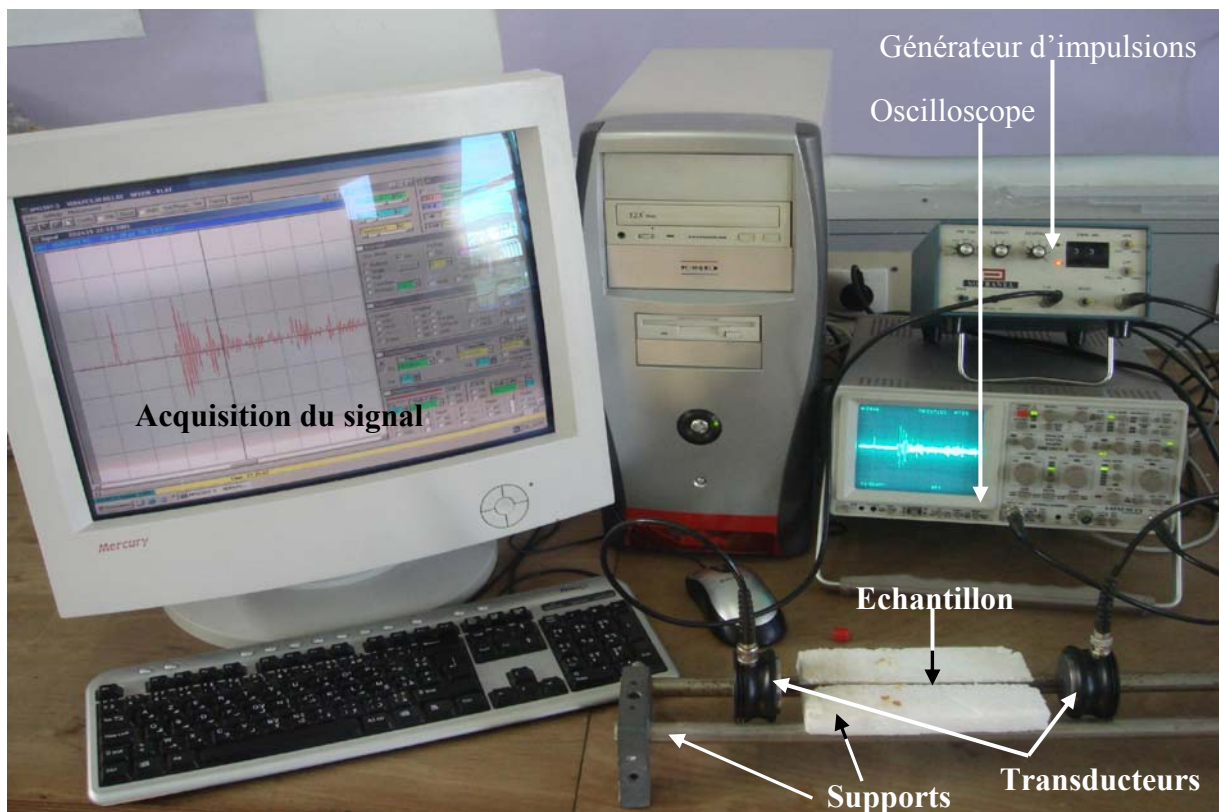


**Figure III.9.c :** Rapport des déplacements normalisés du mode L (0,1) à 0.5MHz (tige de diamètre 4 mm)

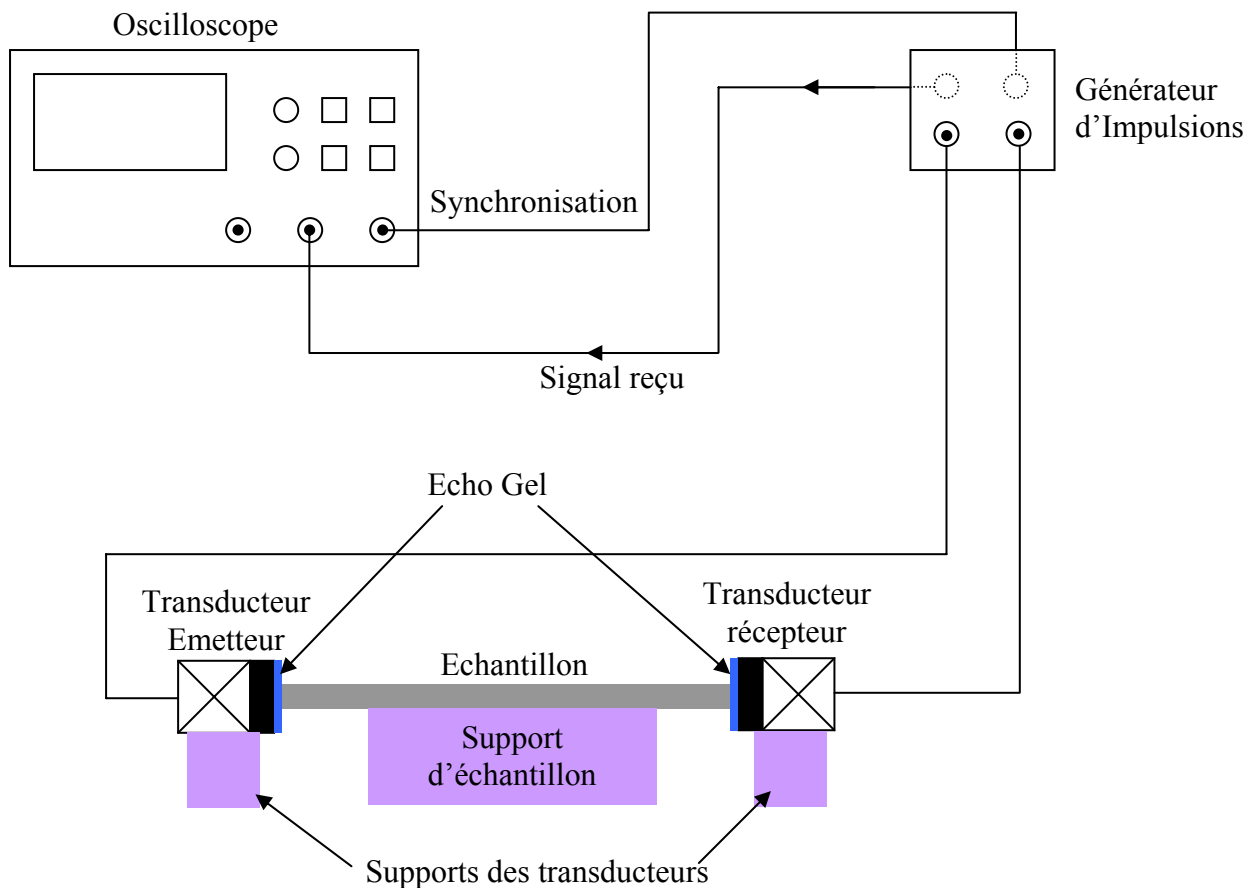
Les courbes de dispersion des vitesses de phase et de groupe pour le mode de compression L(0,1) dans une bande de fréquences allant de 0 à 1 MHz, pour les tiges de différents diamètres (2.75 mm ; 3.75 mm ; 3.90 mm et 4 mm), utilisés dans nos expériences, sont données ci-dessus [Figure III.6.(a-b), Figure III.7.(a-b), Figure III.8.(a-b), Figure III.9.(a-b)]. Le rapport des déplacements normalisés, radial sur axial, pour le mode L(0,1), et pour les quatre diamètres de nos échantillons, montre que ce mode a un déplacement à dominance longitudinale. En effet, le déplacement radial est en moyenne trois fois plus petit que le déplacement axial. Cette différence est plus accentuée au cœur de la tige. Elle diminue lorsqu'on s'éloigne du centre, donc quand on approche la surface externe de la tige, le déplacement longitudinal est approximativement le double du déplacement radial. Les rapports de ces déplacements sont d'une importance majeure, puisqu'ils nous informent sur la manière dont la tige vibre.

Donc, compte tenu de ce qui précède, nous choisissons, pour exciter nos échantillons, un transducteur ultrasonore de fréquence centrale 0.5 MHz.

### III.B.6. Dispositif expérimental adopté pour les mesures :



**Figure III.10** : Montage expérimental en mode transmission par contact



**Figure III.6.a** : Schéma fonctionnel du Montage expérimental en mode transmission par contact

La technique de mesures acoustiques adoptée est celle en transmission par contact. Le montage, que nous avons utilisé (**Figure III.10**), est constitué d'un générateur d'impulsions, d'un oscilloscope et de deux transducteurs. Le générateur d'impulsions est de type « 5072 PR SOFRANEL », avec bande passante allant de 1 KHz à 15 MHz ou 35 MHz avec une tension d'excitation de « -360 Volts ». Ce dernier est muni de deux terminaisons BNC servant à connecter les sondes ultrasonores. Il est aussi équipé d'une sortie qui envoie le signal capté sur l'oscilloscope et d'une sortie pour la synchronisation. La fréquence de répétition, ainsi que le gain et l'énergie sont fixés par l'utilisateur, pour avoir une meilleure qualité du signal. Le générateur est relié à un oscilloscope numérique d'une bande passante de 150 MHz et d'une fréquence d'échantillonnage de 2048 points, pour visualiser les signaux reçus, avec lequel il est synchronisé.

Deux transducteurs de marque PANAMETRICS, avec une fréquence centrale de 0,5 MHz chacun et une surface active de 44 mm de diamètre, sont reliés au générateur d'impulsions.

Les échantillons, avec les deux extrémités polies pour éviter les réflexions géométriques en surface, sont posés en longueur sur un support entre les deux transducteurs positionnés perpendiculairement par rapport aux deux extrémités des tiges.

Nous avons effectué des mesures des temps de transit dans les tiges non recuites et recuites à 500°C, 600°C, 680°C et 730°C, pour des temps de maintien allant de 5 minutes à 6 heures. Les tiges que nous utilisons ont une longueur de 20 cm. La vitesse longitudinale  $V_L$  étant égale au rapport de la longueur  $D$  de la tige sur la durée de transit  $t$  de l'onde ultrasonore dans la tige.  $V_L = D/t$

Dans le chapitre qui suit, nous présenterons les différents résultats expérimentaux que nous discuterons.

## **CHAPITRE IV**

### **Résultats expérimentaux et discussion**

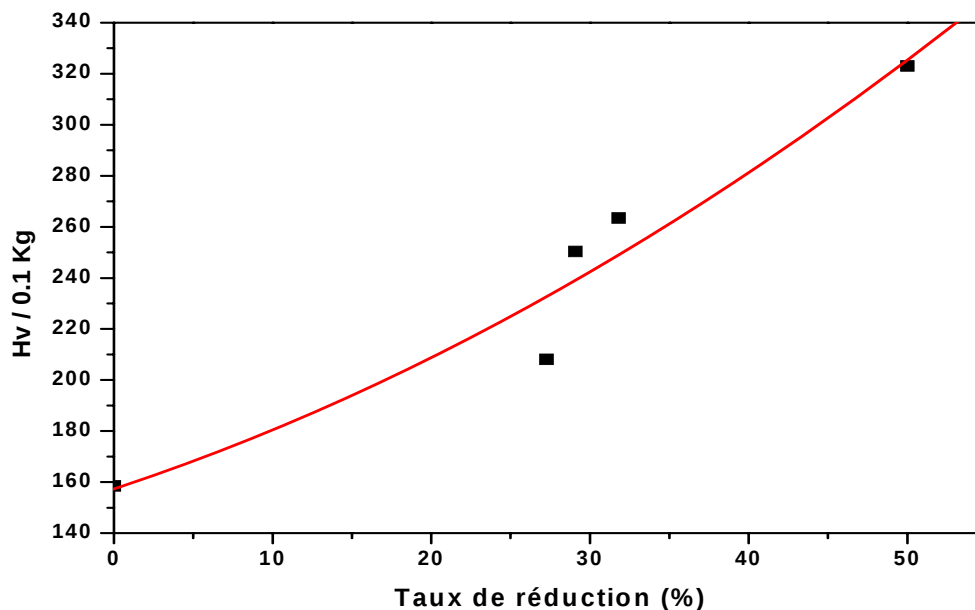
## Chapitre IV

### Résultats expérimentaux et discussion

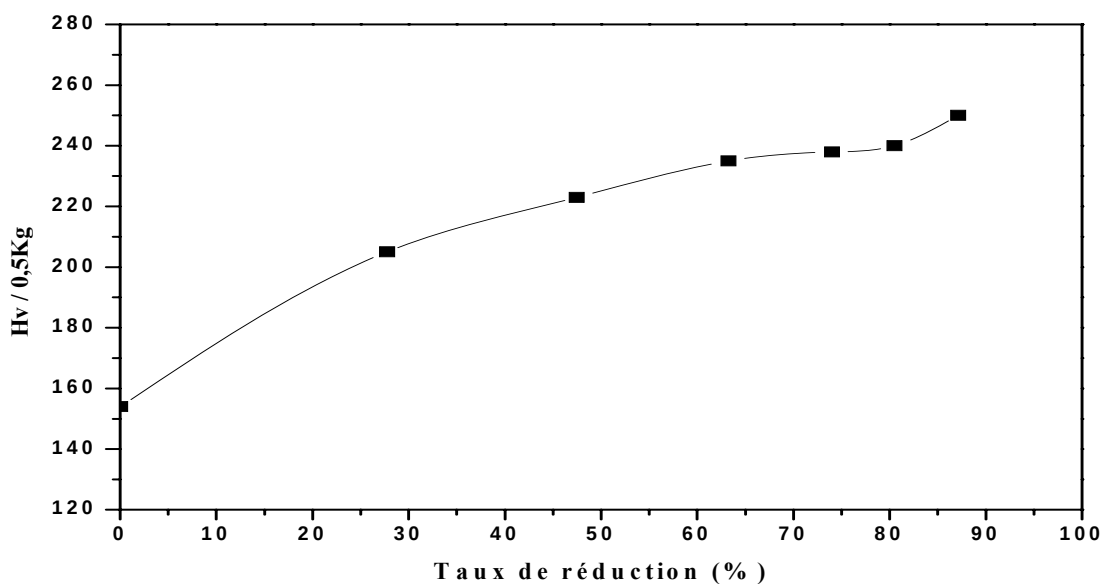
#### IV.1. Introduction

Dans ce qui suit, nous présentons les résultats obtenus à partir des différentes techniques de caractérisation que nous avons utilisé. Les résultats des mesures de la microdureté des échantillons en aciers doux tréfilés ayant subi ou non un recuit de recristallisation sont présentés sous forme de courbes. Les spectres de Diffraction des Rayons X vont nous renseigner sur les différentes orientations des plans cristallographiques dans le matériau, dans ses différents états recuits et non recuits. La métallographie va mieux illustrer l'état de la microstructure et va être très utile pour confirmer et corroborer les résultats de la Diffraction des Rayons X et ceux de la microdureté. Nous exposerons enfin, les mesures des vitesses longitudinales des ondes ultrasonores en fonction des différents temps de maintien pour les différents taux de réduction par tréfilage. Cette caractérisation acoustique sera comparée aux techniques classiques citées précédemment.

#### IV.2. Microdureté Vickers



**Figure IV.1 :** Evolution de la dureté initiale en fonction du taux de réduction par tréfilage à froid du fil d'acier doux (0.06C)



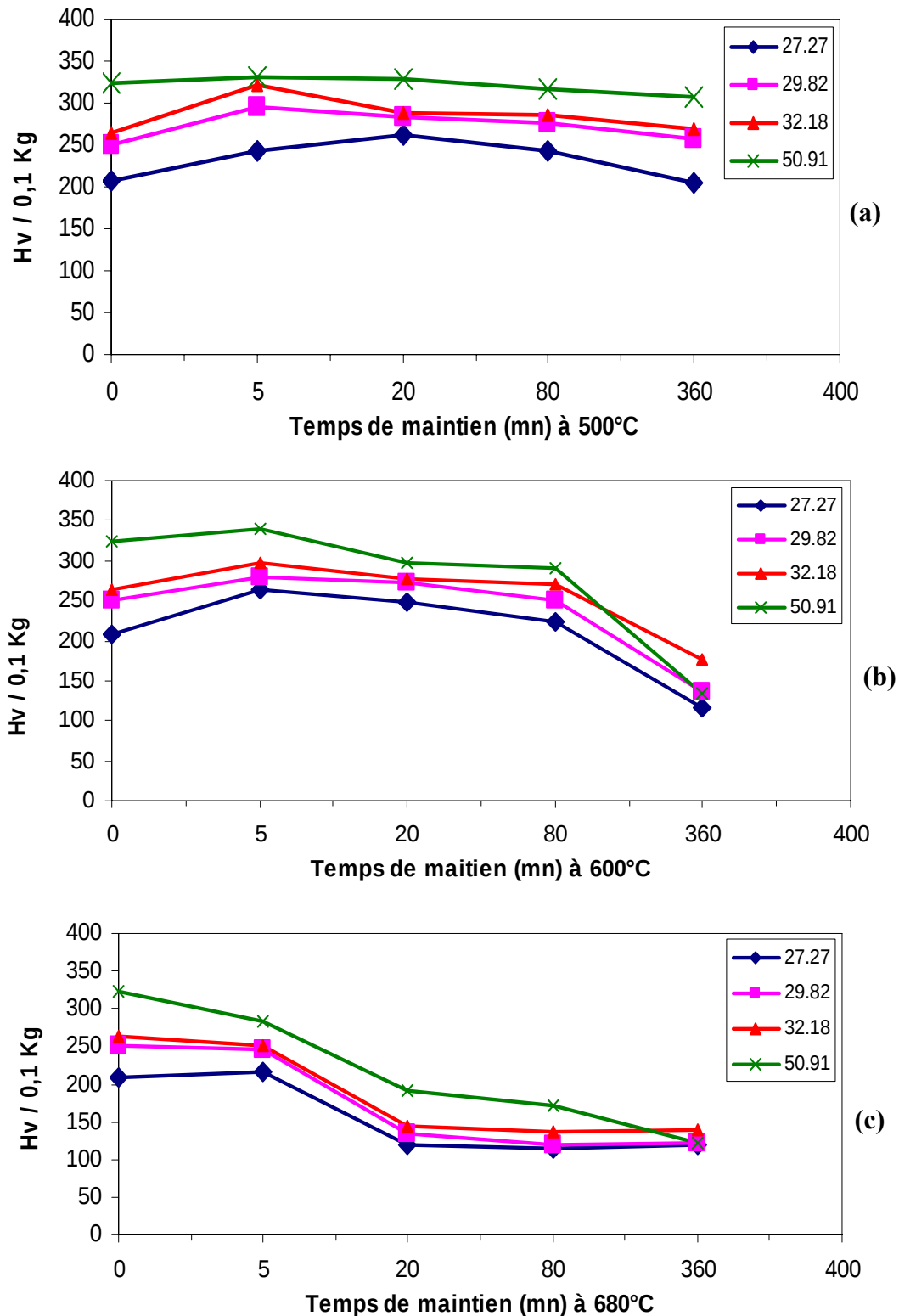
**Figure IV.2 :** Evolution de la microdureté Vickers pour un acier doux (0.06% C) en fonction des taux de réduction par tréfilage ; valeurs données par Zidani [15]

La **Figure IV.1** présente l'évolution de la dureté initiale en fonction du taux de réduction par tréfilage à froid du fil d'acier doux (0.06C). Nous présentons, sur la **figure IV.2**, pour comparaison, les valeurs expérimentales déterminées par « Zidani » pour un alliage similaire [15]. Nous remarquons que nos valeurs sont nettement supérieures. Ceci pourrait s'expliquer par la différence de la charge appliquée et/ou de la composition des deux alliages étudiés. En effet, la présence d'éléments en concentrations différentes peut induire de substantielles différences dans la dureté du matériau.

La **Figure IV.3** montre l'évolution de la dureté en fonction du taux de réduction par tréfilage à froid du fil d'acier doux (0.06% C) pour différentes températures. On voit clairement que la dureté diminue quand le taux de réduction et le temps de maintien augmentent.

La courbe montrée sur la **Figure IV.3.a** n'est pas représentative des évolutions microstructurales du matériau et elle est difficile à interpréter. Les tendances microstructurales attendues pour les traitements que nous avons appliqués commencent à être claires et évidentes pour la température de recuit à 600°C et ce pour les deux premiers taux de réduction (27.27 % et 29.82%), et pour les quatre taux de réduction à la température de 680°C (**Figure IV.3.c**). Nous discuterons donc les évolutions microstructurales à partir de cette

dernière seulement. Remarquons que nos résultats sont en bon accord qualitatif (évolution globale des courbes) avec ceux présentés par « Zidani » [15].



**Figure IV.3 :** Evolution de la dureté Vickers en fonction du temps de maintien à : a) 500 °C, b) 600 °C et c) 680 °C, pour les différents taux de tréfilage

La dureté augmente sensiblement en fonction du taux de réduction par tréfilage. Cette tendance est respectée pour les différentes températures.

D'une manière générale, et pour tous les taux de réduction par tréfilage, le plateau initial compris entre 0 et 5 minutes de maintien, correspond à l'état écroui. La chute de la dureté d'environ 50 % correspond au phénomène de recristallisation (début et fin) et le plateau final à l'état recristallisé plus au moins définitif [15].

Nous n'avons pu mettre en évidence le phénomène qui précède la recristallisation, qui est la restauration (polygonisation) car ce phénomène nécessite l'utilisation d'autres techniques plus appropriées telle que la résistivité électrique [32].

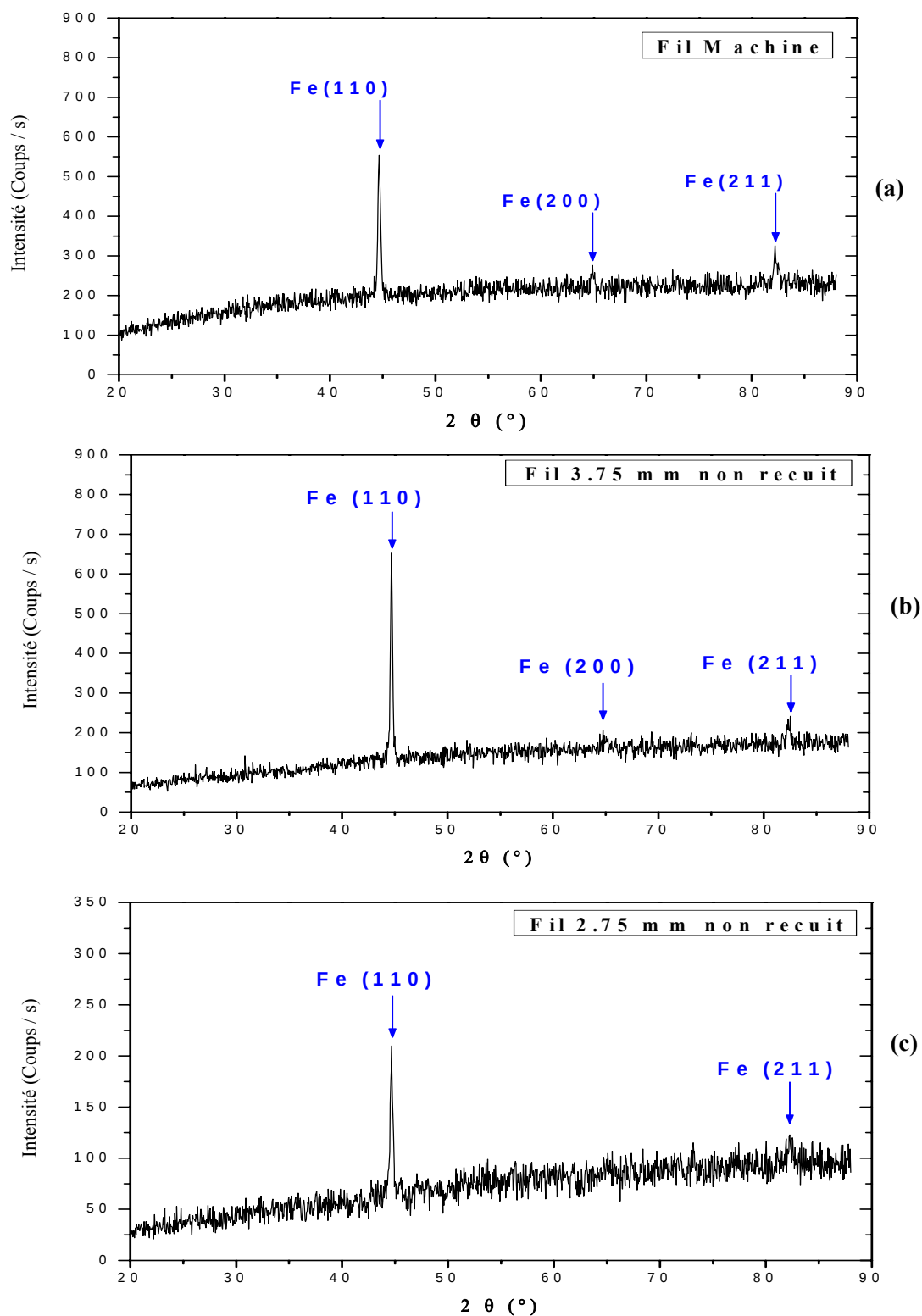
L'étude et l'interprétation des phénomènes de la recristallisation n'est pas évidente déjà pour les systèmes monophasés (éléments métalliques simples ou alliages en solution solide très diluée). Les complications commencent pour les systèmes contenant des éléments d'addition binaire ou ternaire en solution solide en état de dispersion [58]. La présence aussi d'intermétalliques qui sont souvent inévitables lors des coulées des alliages complique aussi la recristallisation [56,58].

Les éléments d'addition et les intermétalliques agissent de deux manières opposées, selon leur taille et leur dispersion (distance entre proches clusters). Soit ils inhibent, soit ils accélèrent la recristallisation [59]. Ceci est aussi valable pour les précipités continus (de faible taille) qui surviennent pendant le traitement thermique de recuit. Et souvent la précipitation est concomitante avec la recristallisation. Elle peut aussi la devancer ou la précéder [32,56]. Il existe un autre cas où la complication est plus prononcée, c'est lorsque le matériau est le siège d'un phénomène de précipitation discontinue qui donne naissance à des structures lamellaires duplexes compliquées [34]. Ces structures interagissent avec un joint de grain en migration (comme c'est le cas de la recristallisation) de façon non évidente comme pour les autres cas précédents et souvent accélèrent la recristallisation quand ils sont en germination dans les joints et la bloquent quand ils sont en croissance [59].

### IV.3. Caractérisation par Rayons X des fils tréfilés et recuits

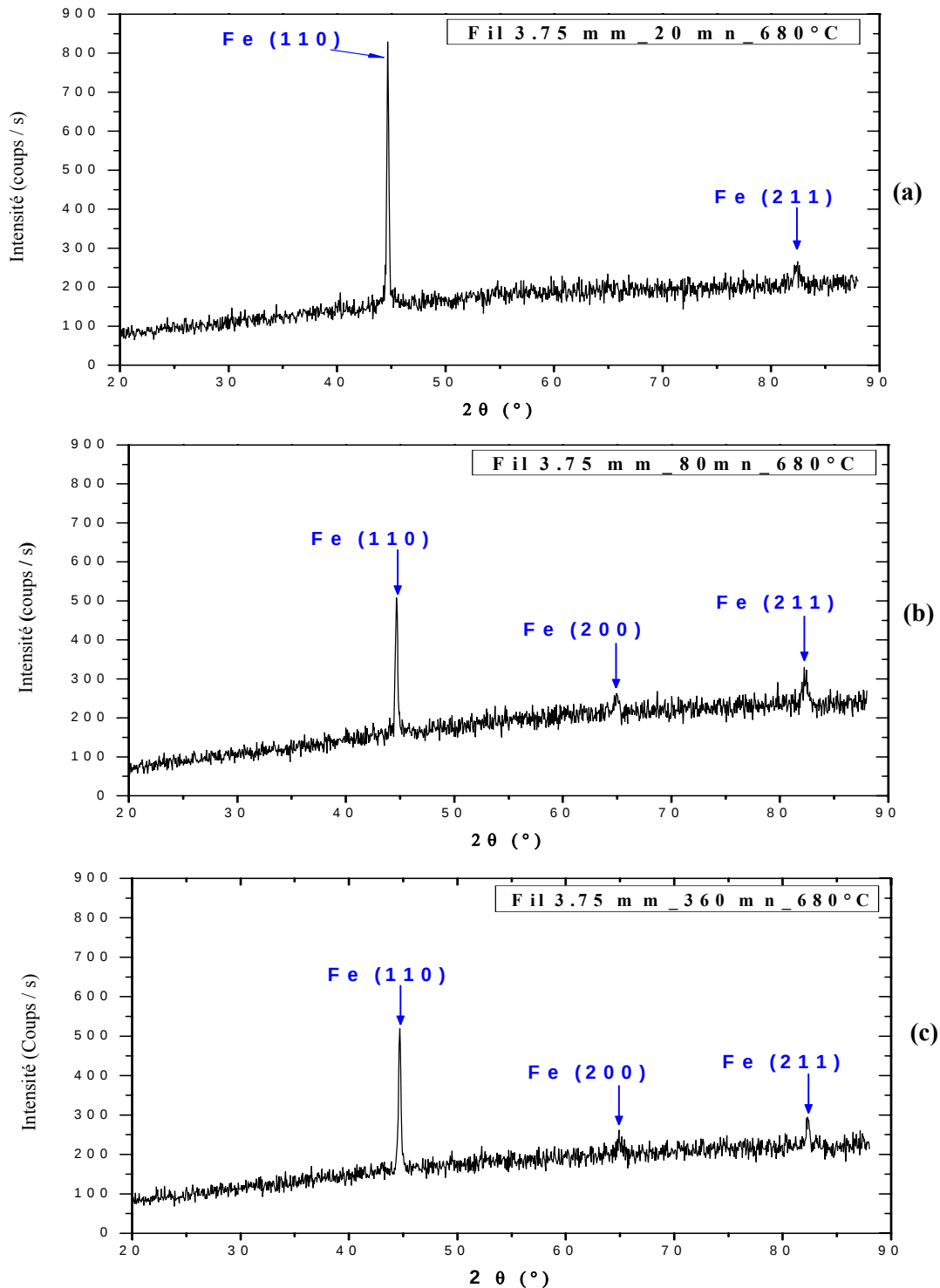
Les diagrammes ( $\theta$ - $2\theta$ ) de diffraction des rayons X ont été effectués sur un ensemble d'échantillons de fils d'acier doux (0.06%C), tréfilés et recuits. Les spectres portés sur les figures [Figure IV.4.1] correspondent, respectivement, à : **(a)** le spectre correspondant au fil machine ; **(b)** le spectre du fil tréfilé à froid, avec un taux de réduction de 32.18% sans recuit

et (c) le spectre du fil tréfilé à froid avec un taux de réduction de 50%, n'ayant pas subi de recuit.



**Figure IV.4.1 :** Spectres de diffraction des Rayons-X du fil en acier doux (0,06%C) [(a) Fil machine, (b) fil tréfilé à 32,18% non recuit, (c) fil tréfilé à 50% non

Aussi, sont représentés les spectres de diffraction des rayons X, pour les fils d'acier doux tréfilés à froid ayant subi des recuits isothermes à 680 °C pour différents temps de maintien. Les diagrammes (**figure IV.4.2.a**, **figure IV.4.2.b**, **figure IV.4.2.c**) représentent respectivement les spectres obtenus pour le temps de maintien de 20 minutes, 80 mn et 360 mn.



**Figure IV.4.2 :** Spectres de diffraction des Rayons X du fil en acier doux (0,06%C) tréfilé à 32,18%, recuit à 680 °C pour des durées [ (a) 20 mn, (b) 80 mn, (c) 360 mn]

Nous avons indexés les spectres obtenus en vue de connaître les différentes phases existantes. D'une manière générale, ces diagrammes ne révèlent que les raies relatives à la **ferrite**. Cependant, nous n'avons pu avoir que trois raies parmi les quatre raies de la ferrite. La raie (220) doit apparaître aux alentours de  $120^\circ$  en  $2\theta$ , ceci est dû au diffractomètre utilisé qui va jusqu'à  $90^\circ$  en  $2\theta$ . D'après la littérature, les raies de la cémentite ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) ne peuvent apparaître. Il semble que la technique de Diffraction des Rayons X ne permet pas leur visualisation. En effet, pour visualiser les pics de la cémentite, il faut utiliser une autre technique, c'est celle de la diffusion des neutrons.

Nous remarquons des variations au niveau de l'intensité des pics, notamment celle de la raie (110). En effet, la raie (110) voit son intensité croître après tréfilage et atteint son maximum après un recuit isotherme à une température de  $680^\circ\text{C}$  pendant 20 minutes. Elle commence aussitôt à décroître pour se stabiliser à une même intensité. Cette croissance d'intensité peut s'expliquer par le fait que les grains ont une orientation préférée [15,31]. Les variations de l'intensité de la raie (110) revues à la baisse peuvent s'expliquer par le fait que les grains se réorientent dans d'autres directions. Ces phénomènes d'augmentation et de diminution d'intensité ont été observés par [Zidani - Boumerzoug] [15], en étudiant un acier bas carbone, de composition chimique proche de l'acier **1KP** que nous avons utilisé, et par d'autres chercheurs [8,9]. Pour mieux expliquer les différents phénomènes et remonter à la texture, d'autres techniques, plus appropriées, doivent être utilisées, telles que : la méthode des figures de pôles et la diffractions des neutrons [31].

#### IV.4. Evolution du paramètre de maille

La distance interréticulaire  $d_{hkl}$  d'une famille de plans (hkl) est reliée au paramètre de « a » de la maille. La relation de Bragg permet la détermination de  $d_{hkl}$  à partir de l'angle de Bragg  $\theta_{hkl}$  [26] :

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

où  $\lambda$  est la longueur d'onde des Rayons X.

Pour un système à symétrie cubique, la relation entre le paramètre de maille « a » et la distance interréticulaire  $d_{hkl}$  pour une famille de plans réticulaires d'indices (hkl) est donnée par :

$$a_{hkl} = d_{hkl} (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} \quad (2)$$

En différentiant la relation (2) on obtient :  $\frac{\Delta a}{a} = \frac{\Delta \theta}{\tan \theta}$  (3)

L'équation (3) laisse prédire que l'erreur commise sur le paramètre de maille « a »

diminue lorsque l'angle  $\theta$  tend vers les grands angles de diffraction ( $\theta$  tendant vers  $90^\circ$ ). Cette erreur est minimisée par la méthode de Nelson et Riley [34,57], où la fonction d'extrapolation  $F(\theta)$  est donnée par l'expression suivante :

$$F(\theta) = \frac{1}{2} \left[ \frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right] \quad (4)$$

Les variations des valeurs de « a » sont dues au fait que l'erreur commise sur « a » est une fonction de  $\theta$  laquelle est nulle pour un angle  $\theta = \pi/2$ . ( $\theta$  exprimé en radians).

Afin de minimiser cette erreur et d'optimiser les valeurs du paramètre de maille « a », on représente « a » en fonction de  $F(\theta)$ .

En extrapolant pour  $F(\theta) = 0$ , on en déduit la valeur affinée du paramètre de maille « a ».

| Hkl           | 110    | 200    | 211    |
|---------------|--------|--------|--------|
| $\theta$ (°)  | 22.325 | 32.475 | 41.225 |
| a (Å)         | 2.8678 | 2.8693 | 2.8631 |
| F( $\theta$ ) | 2.1092 | 1.6076 | 1.2866 |

**Tableau IV.1** : Dépouillement du diffractogramme du fil machine

| Hkl           | 110    | 200 | 211    |
|---------------|--------|-----|--------|
| $\theta$ (°)  | 22.35  | -   | 41.125 |
| a (Å)         | 2.8648 | -   | 2.8688 |
| F( $\theta$ ) | 2.1077 | -   | 1.2858 |

**Tableau IV.2** : Dépouillement du diffractogramme du fil tréfilé à 50% non recuit

| Hkl           | 110    | 200    | 211    |
|---------------|--------|--------|--------|
| $\theta$ (°)  | 22.35  | 32.375 | 41.25  |
| a (Å)         | 2.8648 | 2.8772 | 2.8617 |
| F( $\theta$ ) | 2.1077 | 1.6107 | 1.2816 |

**Tableau IV.3** : dépouillement du diffractogramme du fil tréfilé à 27.27% non recuit

| Hkl          | 110    | 200    | 211    |
|--------------|--------|--------|--------|
| $\theta$ (°) | 22.325 | 32.475 | 41.225 |
| $a$ (Å)      | 2.8678 | 2.8693 | 2.8631 |
| $F(\theta)$  | 2.1092 | 1.6066 | 1.2824 |

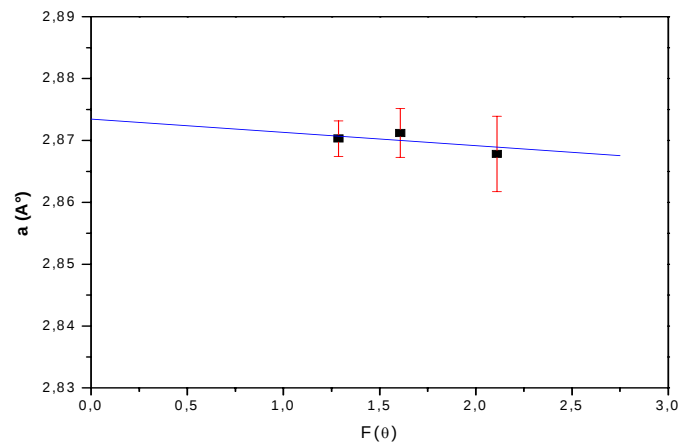
**Tableau IV.4** : Dépouillement du diffractogramme du fil tréfilé à 27.27% recuit à 680 °C pendant 20 minutes

| Hkl          | 110    | 200    | 211    |
|--------------|--------|--------|--------|
| $\theta$ (°) | 22.325 | 32.475 | 41.125 |
| $a$ (Å)      | 2.8678 | 2.8693 | 2.8688 |
| $F(\theta)$  | 2.1092 | 1.6066 | 1.2858 |

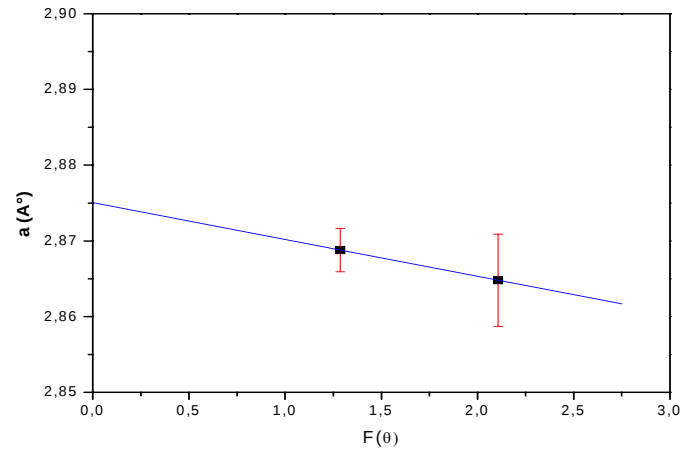
**Tableau IV.5** : Dépouillement du diffractogramme du fil tréfilé à 27.27% recuit à 680 °C pendant 80 minutes

| Hkl          | 110    | 200    | 211    |
|--------------|--------|--------|--------|
| $\theta$ (°) | 22.35  | 32.45  | 41.15  |
| $a$ (Å)      | 2.8648 | 2.8712 | 2.8674 |
| $F(\theta)$  | 2.1077 | 1.6076 | 1.2850 |

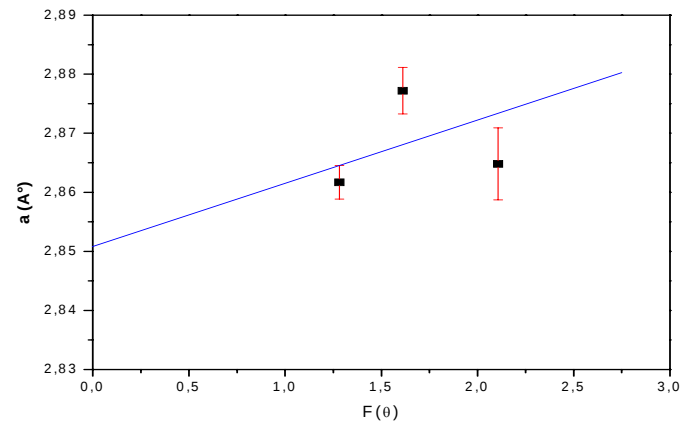
**Tableau IV.6** : Dépouillement du diffractogramme du fil tréfilé à 27.27% recuit à 680 °C pendant 360 minutes



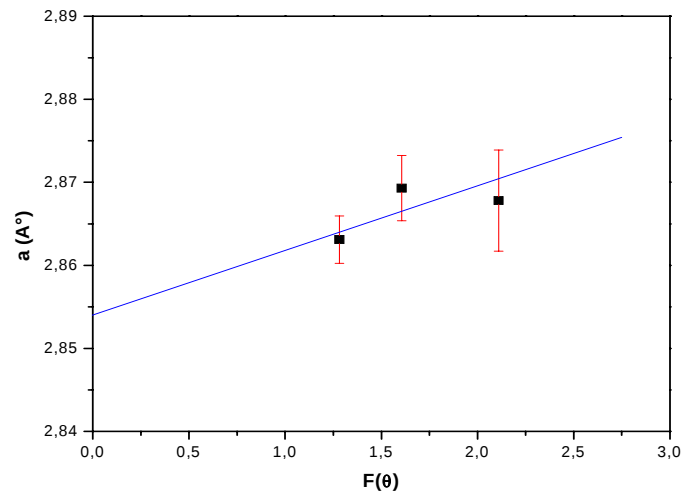
**Figure IV.5.1** : Variation de  $a$  en fonction de  $F(\theta)$  de la ferrite pour le fil machine



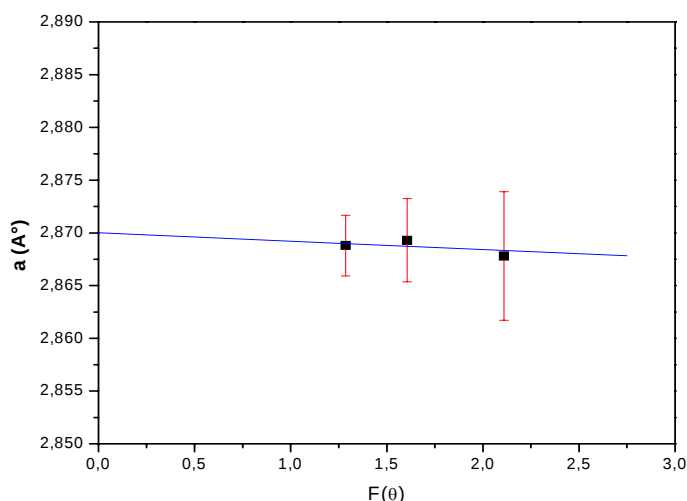
**Figure IV.5.2 :** Variation de **a** en fonction de  $F(\theta)$  de la ferrite pour le fil Tréfilé à 50% non recuit



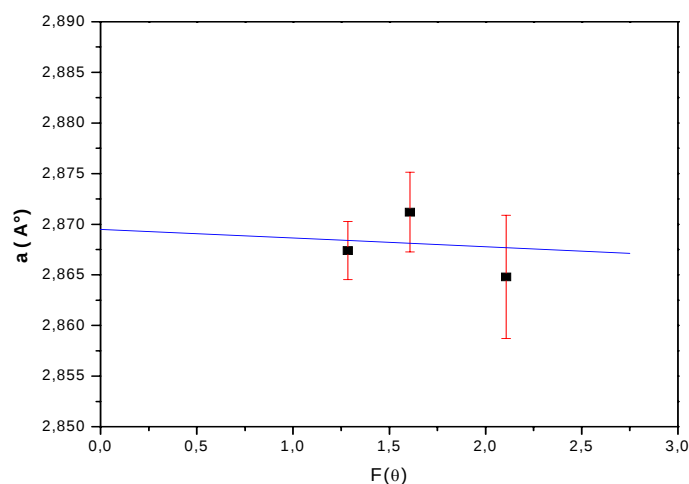
**Figure IV.5.3 :** Variation de **a** en fonction de  $F(\theta)$  de la ferrite pour le fil Tréfilé à 27.27% non recuit



**Figure IV.5.4 :** Variation de **a** en fonction de  $F(\theta)$  de la ferrite pour le fil Tréfilé à 27.27% recuit à 680 °C pendant 20 minutes



**Figure IV.5.5 :** Variation de  $a$  en fonction de  $F(\theta)$  de la ferrite pour le fil Tréfilé à 27.27% recuit à 680 °C pendant 80 minutes

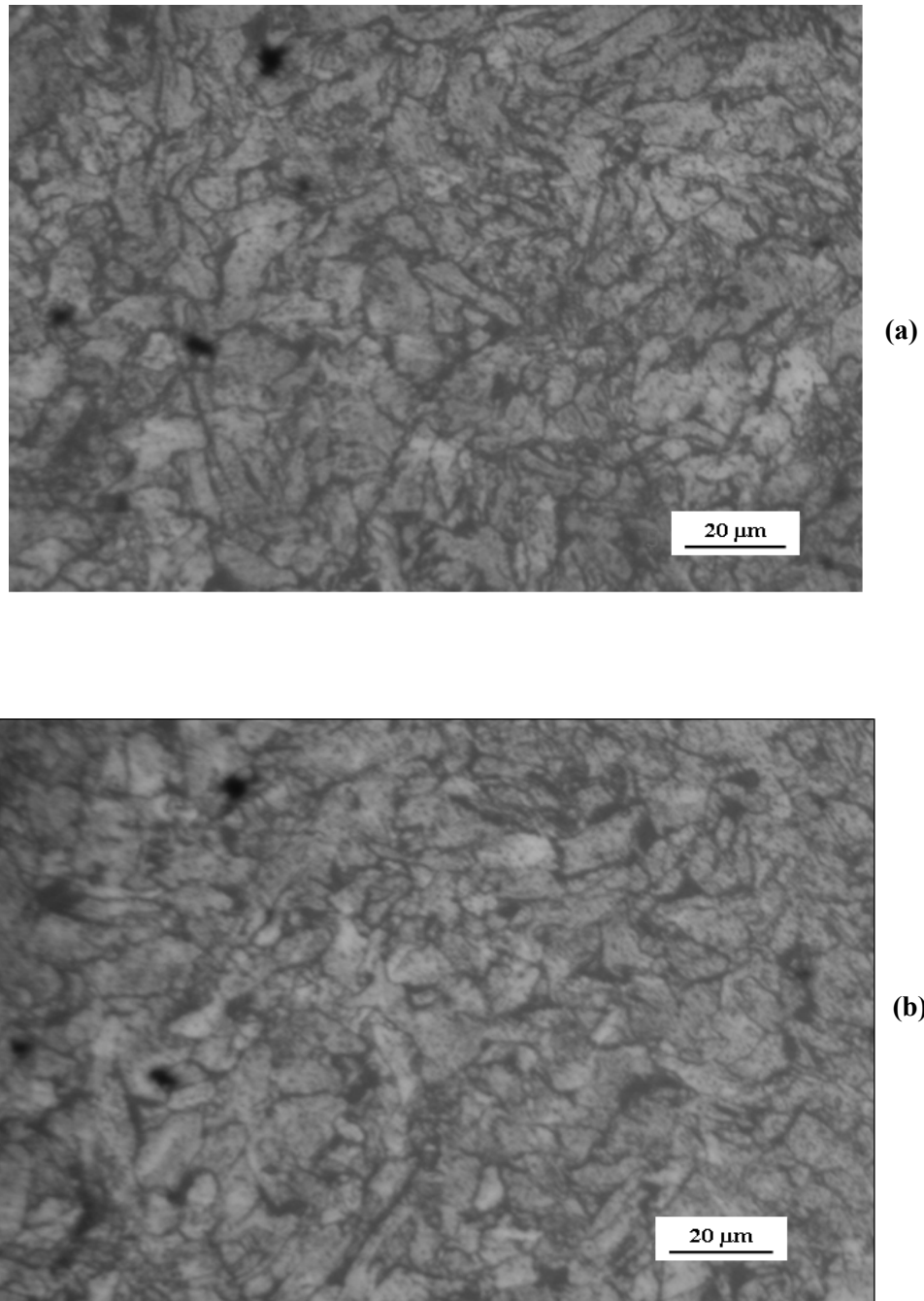


**Figure IV.5.6 :** Variation de  $a$  en fonction de  $F(\theta)$  de la ferrite pour le fil Tréfilé à 27.27% recuit à 680 °C pendant 360 minutes

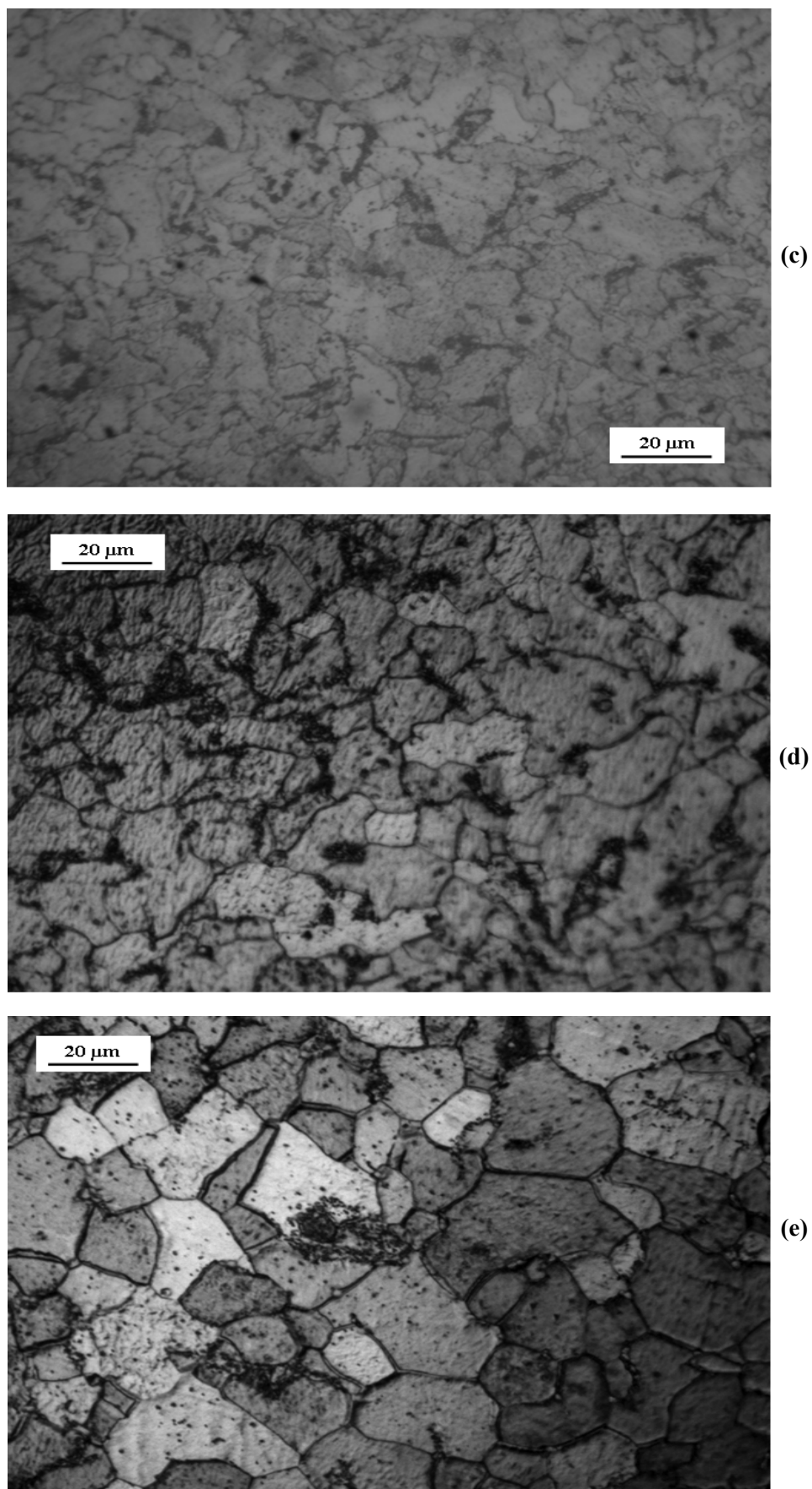
Nous remarquons sur l'ensemble des figures représentant le paramètre de maille en fonction de la fonction d'extrapolation  $F(\theta)$  que le paramètre de maille reste globalement constant,  $a = 2.870 \text{ Å}$ , ceci était prévisible, puisque il n'y a pas d'apport externe en atomes étrangers. L'écart par rapport à la valeur moyenne observée étant confiné à l'intérieur de l'intervalle d'erreur sur le calcul du paramètre de maille, ce qui ne nous permet pas de l'interpréter comme un changement des dimensions de la maille. Cependant, vue le manque de la raie (220) dans les spectres de Diffraction des Rayons X que nous avons présenté, dû aux limitations du diffractomètre, nous ne pouvons conclure correctement sans marge d'erreur

sur le paramètre de maille affiné, qui est en étroite dépendance avec la position des raies. Le résultat obtenu avec un lissage sur trois points sera probablement différent de celui obtenu avec quatre points.

#### IV.5. Métallographie



**Figure IV.6.1 :** Microstructures du fil d'acier doux (0.06%C) tréfilé de 32.18% et recuit à 600 °C, pendant 5 minutes (a), 80 minutes (b)



**Figure IV.6.2** : Microstructure du fil d'acier doux (0.06%C) tréfilé de 32.18% recuits à :  
600 °C pendant 6 heures (c), 680 °C pendant 5 minutes (d) et 6 heures (e)

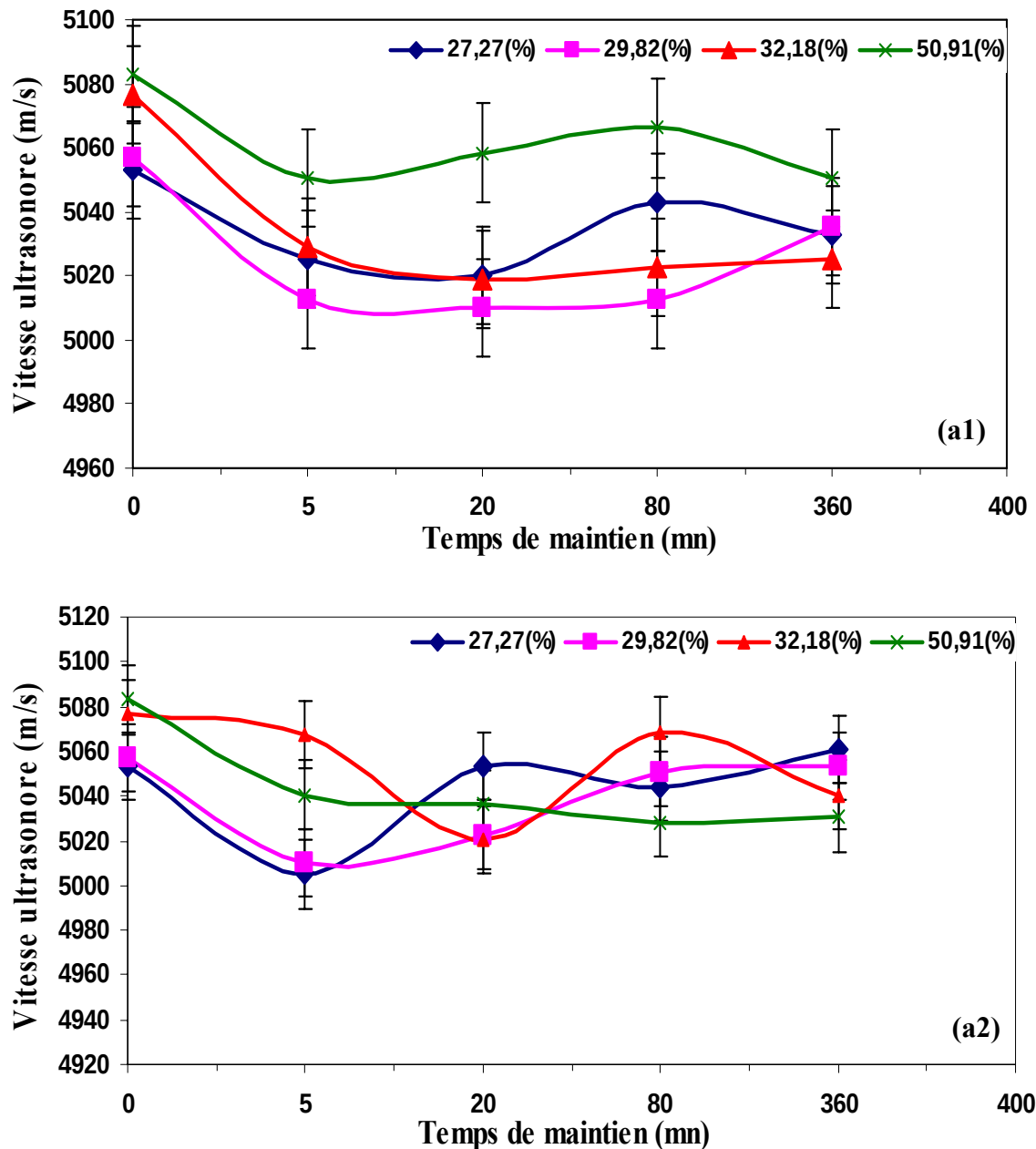
L'étude métallographique des échantillons d'aciers tréfilés, que nous avons limité au taux de réduction de 32.18%, nous a permis de suivre l'évolution de la microstructure sous l'effet des recuits isothermes en fonction de la température et du temps de maintien. Sur les **Figures IV.6.1 (a, b)** sont portées les métallographies, obtenues au microscope optique avec un grossissement de **1000x**, représentant respectivement, les microstructures des fils en acier doux tréfilé à 32,18% et recuit à 600 °C pendant : **(a)** 5 minutes et **(b)** 80 minutes. Les métallographies portées sur la **Figure IV.6.2 (c, d, e)**, représentent respectivement, les microstructures des fils d'aciers tréfilés : **(c)** recuit à 600 °C pendant 6 heures, **(d)** recuit à 680 °C pendant 5 minutes et **(e)** recuit à 680 °C pendant 6 heures.

On remarque une morphologie granulaire pour les différents états du matériau étudié. Il est difficile de différencier la taille des grains sur les métallographies obtenues avec un grossissement de 1000x, surtout pour les temps de maintien de 5 minutes et 80 minutes. Nous remarquons la présence de zones sombres. Cependant, nous ne pouvons pas avancer l'idée que ces zones sont des précipités de la seconde phase : la perlite [56], quoique nous le pensons ; ceci peut être vérifié par une analyse plus approfondie, en utilisant la microscopie électronique à balayage, ce que nous n'avons pas effectué dans ce présent travail.

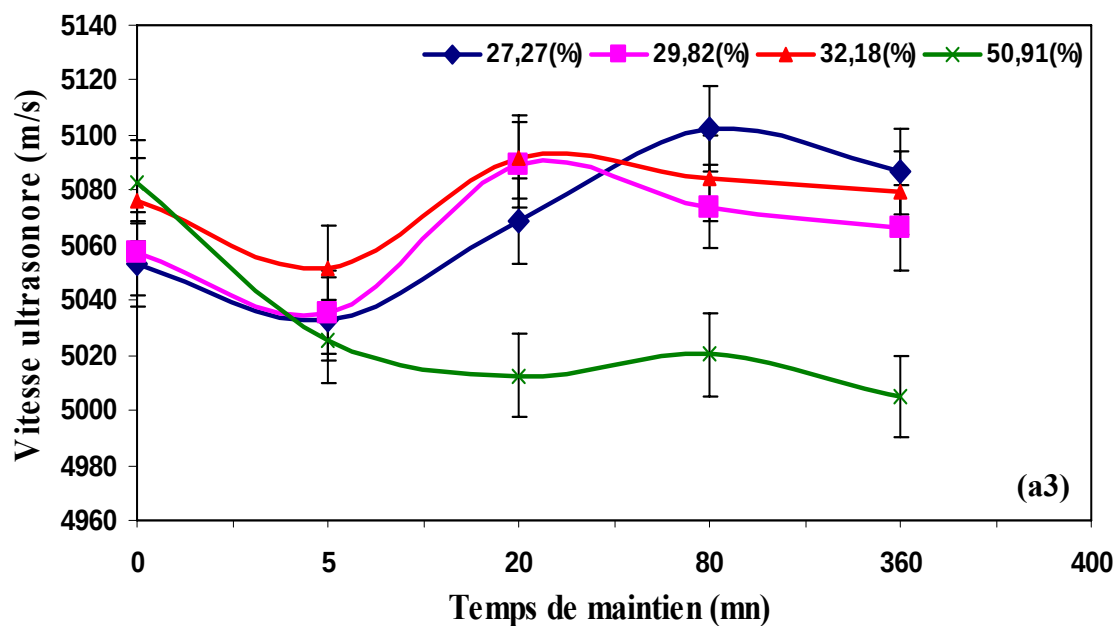
Pour le recuit à 680 °C, la microstructure révèle une morphologie granulaire avec une géométrie plus prononcée, les limites entre les joints sont très visibles. Pour le temps de maintien de 5 minutes, les variations microstructurales sont visibles. On peut dire que la recristallisation a commencé mais elle n'est pas achevée. La recristallisation est achevée pour le temps de maintien de 6 heures à la température de 680 °C ; ceci est bien clair sur l'image métallographique qui montre des grains nets. Donc, plus la température augmente plus le mécanisme de la recristallisation, dans le matériau, est important. On n'omettrait pas de rappeler la complexité du phénomène de la recristallisation qui est due à la possibilité d'être accompagné ou devancé par le phénomène de la restauration [9] ou de la précipitation de la seconde phase [56]. La précipitation de la seconde phase tend à ralentir ou à bloquer la recristallisation, ce qui complique davantage l'interprétation des mécanismes de cette dernière [15,31]. On note que, dans notre cas, il n'est pas si évident d'interpréter, clairement, les mécanismes de la recristallisation du fait de la probable présence des précipités de la perlite au sein de la matrice ferritique [15].

#### IV.6. Mesure de la vitesse ultrasonore longitudinale

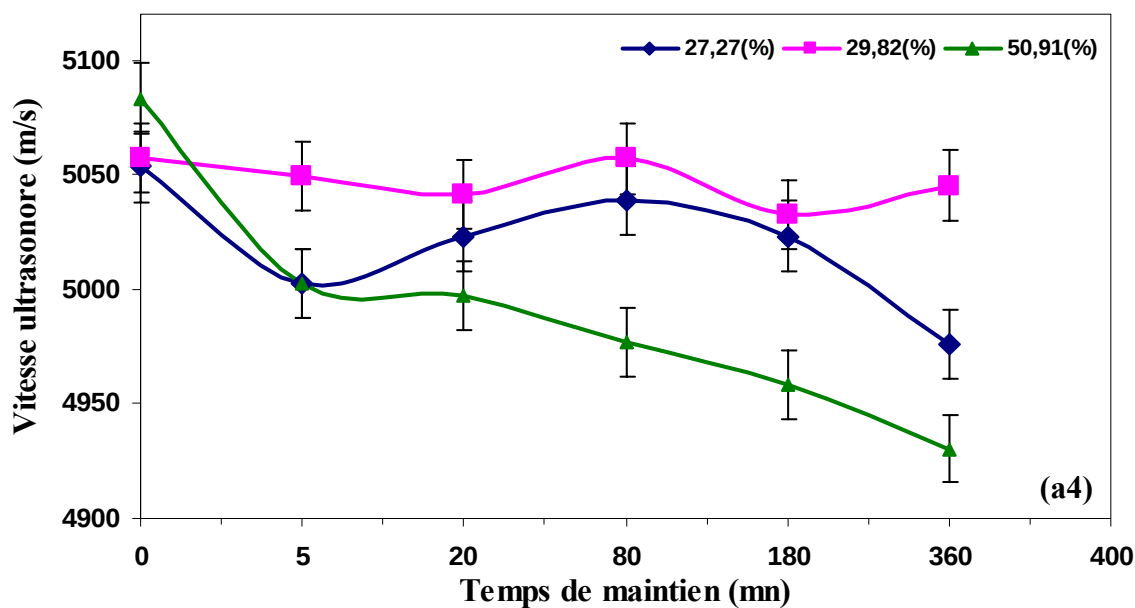
Dans cette partie nous allons exposer les différents résultats des mesures des vitesses longitudinales de l'onde ultrasonore. Pour voir le comportement des ondes ultrasonores, nous allons tracer les variations de vitesses en fonction des temps de maintien, pour les températures de recuits de : 500 °C, 600 °C, 680 °C et 730 °C.



**Figure IV.7.1** : Evolution de la vitesse à différents temps de maintien et différents taux de tréfilage aux températures de : (a1) 500 °C, (a2) 600 °C



**Figure IV.7.2.a3 :** Evolution de la vitesse à différents temps de maintien et différents taux de tréfilage à la température de 680 °C



**Figure IV.7.2.a4 :** Evolution de la vitesse à différents temps de maintien et différents taux de tréfilage à la température de 730 °C

Les Figure IV.7.1 (a1, a2) et Figure IV.7.2 (a3, a4) représentent l'évolution de la vitesse longitudinale des ondes ultrasonores se propageant dans les tiges cylindriques en acier

doux tréfilé, avec des taux de réduction de 27.27%, 29.82%, 32.18% et 50.91%. Nous remarquons que l'état du matériau affecte considérablement le comportement de la vitesse.

La vitesse longitudinale, mesurée sur les différents échantillons, présente des variations allant de « 10m/s » à « 100m/s ». Les valeurs des vitesses longitudinales pour l'état tréfilé non recuit sont toutes supérieures à celles des états tréfilés recuits, sauf pour les recuits à 680°C, ceci est prévisible puisque le tréfilage conduit à l'écrouissage du matériau par une augmentation de densité des dislocations [15,31] ; le matériau devient alors plus dur et il est connu que les ondes ultrasonores se propagent plus vite lorsque le matériau est plus dense ou plus dur. Nous remarquons que, sur l'ensemble des quatre figures représentatives des quatre températures de recuits isothermes, il y a une diminution de la vitesse, juste après un recuit pour un maintien de **5 minutes**, et ceci pour les différents taux de tréfilage et temps de maintien. Nous pouvons dire qu'à ce temps de maintien isotherme la recristallisation s'amorce. Ceci étant en concordance avec les résultats obtenus par les mesures de microdureté, quoique pour les températures de 500 °C et 600 °C la microdureté n'illustre pas de diminution. Toutefois pour la température de 680 °C (**Figure IV.2.c**), il y a une bonne concordance.

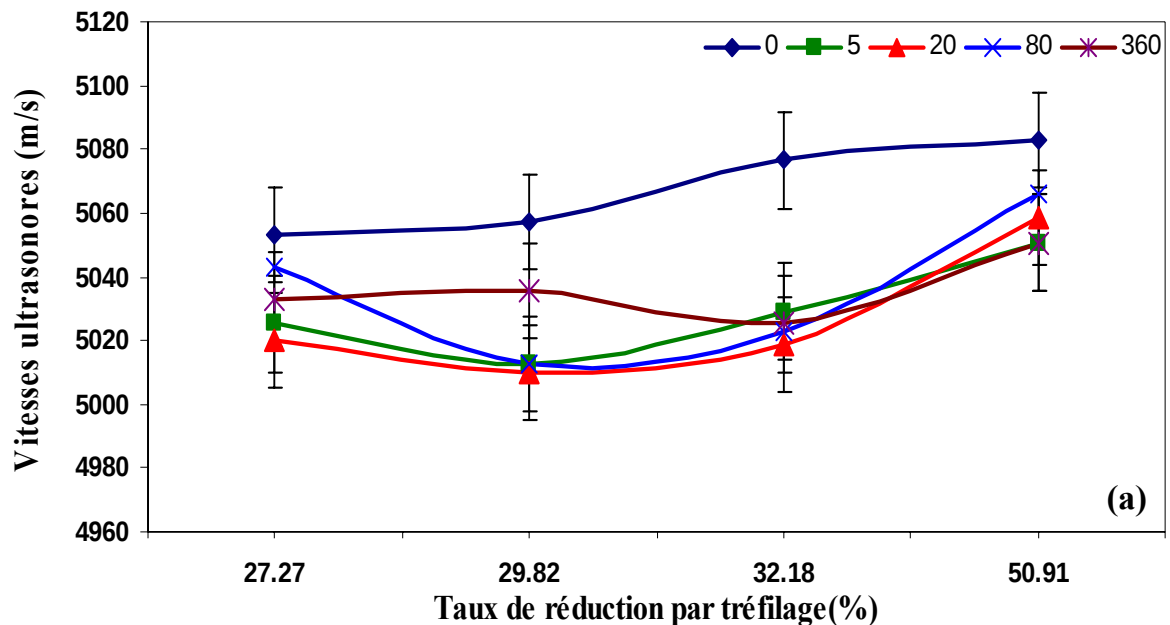
Nos résultats ressemblent, plus au moins, qualitativement à ceux trouvés par « **Vasudevan** » [8], en étudiant un acier austénitique inoxydable à l'aide des mesures de vitesses ultrasonores. Les deux taux de tréfilage de 27.27% et de 29.82% présentent des allures de vitesses semblables pour les quatre températures de recuits. On remarque une augmentation de la vitesse après 20 minutes de maintien ; la vitesse tend à se stabiliser pour 80 minutes de maintien et jusqu'à 6 heures, ceci est très visible pour les températures de 600 °C et 680 °C. La diminution de la microdureté, pour ces états, montrée sur les figures [**Figure IV.2 (b, c)**], nous permet de l'interpréter comme une recristallisation du matériau [9,15]. La tendance à la diminution des vitesses est très remarquable pour le taux de réduction de 50.91%, et ce pour les différentes températures de recuits, ce qui signifie que le matériau s'est recristallisé [8,9]. Pour le taux de réduction de 32.18%, nous ne pouvons rien dire pour la température de recuit à 600 °C, vu que l'allure de la vitesse présente une diminution à 20 minutes de maintien, ensuite une croissance à 80 minutes de maintien suivi d'une autre diminution. Cependant pour les autres températures, sauf pour 730 °C pour laquelle nous n'avons pas fait de mesures, la tendance à la baisse des valeurs des vitesses longitudinales est à signaler. A la température de 680 °C et à partir de 20 minutes de maintien, la vitesse décroît. Les courbes portant les valeurs de la microdureté confirment une diminution de la microdureté Vickers dans cet état. Les métallographies sur la **Figure IV.6.2.e1** confirment

bien cet état recristallisé. Les spectres de la Diffraction des Rayons X concordent, aussi avec ce résultat, en montrant une diminution de l'intensité, surtout celle de la raie (110), en approchant l'intensité obtenue pour le fil machine non tréfilé. Ceci s'explique par la recristallisation du matériau à partir de ce temps de maintien.

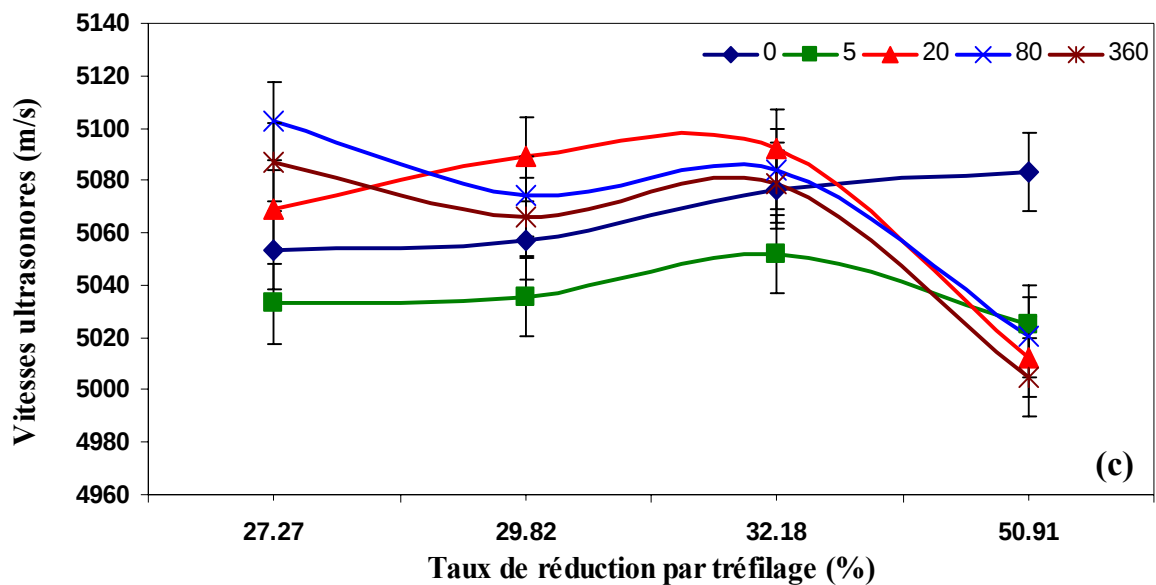
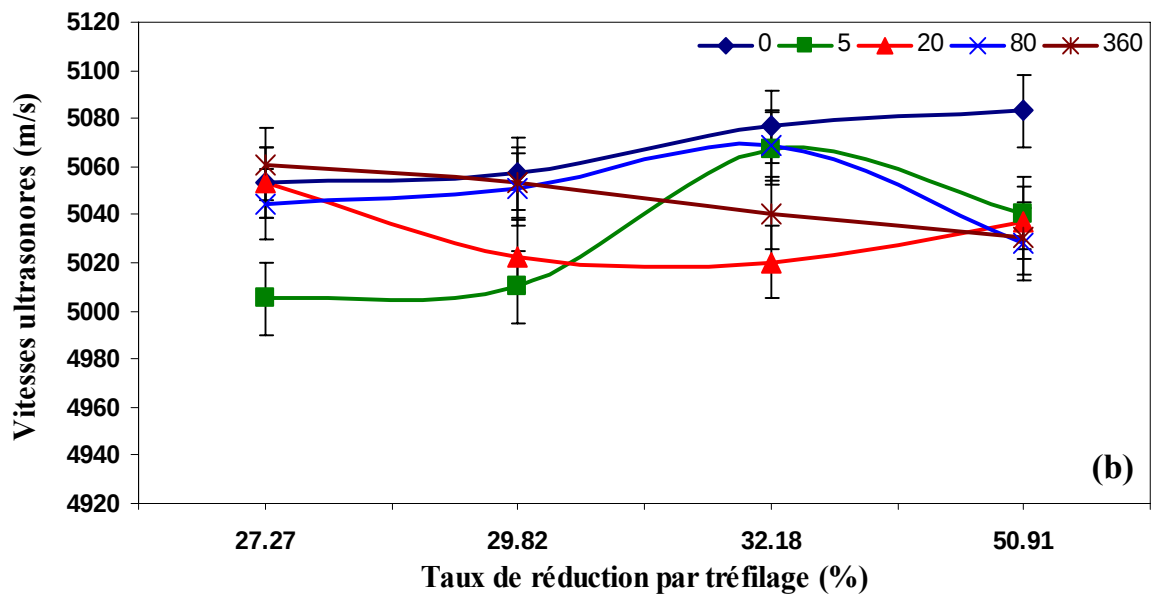
Les variations des vitesses ultrasonores peuvent être attribuées à l'annihilation des défauts ponctuels et des dislocations dans le matériau initialement écroui ou bien au réarrangement de ces dernières dans un état de basse énergie après recuits.

Cependant, l'indisponibilité d'une haute sensibilité des appareils utilisés dans les mesures a laissé planer certaines imprécisions dans nos résultats. Ce qu'on remarque notamment pour le taux de réduction de 32.18% pour le recuit à 600 °C qui montre une augmentation de la vitesse à 80 minutes de maintien, ce que nous ne pouvons pas expliquer.

Nous avons tracé aussi les variations des vitesses en fonction des taux de réduction par tréfilage pour les différentes températures et différents temps de maintien, représentées sur les figures [Figure IV.7.3 (a, b, c)].



**Figure IV.7.3.a :** Evolution des vitesses ultrasonores longitudinales en fonction des taux de tréfilage à différents temps de maintien pour un recuit à 500 °C



**Figure IV.7.3. (b, c) :** Evolution des vitesses ultrasonores longitudinales en fonction des différents taux de tréfilage et à différents temps de maintien pour un recuit à 600 °C **(b)** et 680 °C **(c)**

Pour la température de 500 °C, sur la figure **(Figure IV-7-3-a)** nous remarquons que les vitesses augmentent avec l'augmentation du taux de tréfilage, même lorsqu'on procède aux recuits pour tous les temps de maintien. Pour les recuits à 600 °C, nous commençons à voir un changement du comportement des vitesses, surtout pour les deux temps de maintien de 80 minutes et 6 heures, notamment les taux de réduction de 32.18% et 50.91%, pour

lesquels les vitesses décroissent. Cette décroissance est interprétée comme une variation au niveau microstructural due à une recristallisation [8], ceci concorde avec ce qui est dit précédemment. Pour les recuits 680 °C, la tendance à la baisse de la vitesse longitudinale est très accentuée pour l'ensemble des temps de maintien ; la recristallisation est plus affirmée pour les grands taux de tréfilage ainsi que pour les grandes températures de recuit ; résultat obtenu par d'autres auteurs [15].

#### IV.7. Conclusion

Les résultats donnés par la mesure des vitesses des ondes ultrasonores, dans les différents échantillons en acier tréfilé, ont été présentés et comparés aux méthodes de caractérisation classiques. Les variations survenant dans la microstructure du matériau influence le comportement de la vitesse. Ces mesures de vitesses nous ont permis d'évaluer la recristallisation de l'acier étudié. Nous pouvons aussi dire que le matériau se recristallise plus vite lorsque le taux de tréfilage augmente ou lorsque la température de recuit augmente (en restant dans la plage des températures de recristallisation du matériau en question). Dans ces cas on gagne en temps de maintien.

A l'issue de ces mesures, nous pouvons dire que les ondes ultrasonores peuvent rivaliser avec les autres techniques communément utilisées pour l'évaluation de l'état microstructural et des changements de phases .

# **Conclusion générale**

## **Conclusion générale**

Dans cette étude nous nous sommes intéressés à la comparaison entre une évaluation **non-destructive**, par les ultrasons, du phénomène de la recristallisation, et les méthodes classiques de caractérisation **destructives** (D.R.X., microdureté Vickers et métallographie). Pour se faire, nous avons utilisé des échantillons en acier doux tréfilé de nuance SAE 1006, pour lesquels nous avons fait subir des recuits isothermes dans la plage des températures de recristallisation (500 °C - 730 °C), pour des temps de maintien allant de 5 minutes à 6 heures.

Les techniques de caractérisation classiques, à savoir la microdureté Vickers, la diffraction des rayons x et la métallographie, nous ont permis de déterminer les températures ainsi que les temps de maintien pour lesquels on constate la recristallisation de l'acier étudié. Pour tous les taux de tréfilage et pour les deux températures de 600 °C et 680 °C, la recristallisation débute à partir de 5 minutes de maintien, elle devient plus claire à partir de 20 minutes de maintien.

La caractérisation par voie ultrasonore a été menée en utilisant la théorie des ondes guidées dans les structures cylindriques (géométrie de nos échantillons). Le tracé des courbes de dispersion des vitesses de phase et de groupe, nous a permis de faire le choix du mode à utiliser parmi tous ceux qui peuvent être générés. Nous avons montré que le mode de compression **L (0, 1)** est le plus adapté à notre étude pour les bas produits fréquence-épaisseur. Ce mode est peu dispersif dans la gamme de fréquences 0-0.5 MHz ; il présente un déplacement à dominance longitudinale, et sa vitesse de groupe tend vers la vitesse longitudinale.

L'étude de la variation de la vitesse ultrasonore longitudinale en fonction des températures de recuits et des temps de maintien pour les différents taux de tréfilage a démontré une sensibilité de la vitesse aux traitements subis par le matériau. Les vitesses ont montré des variations de l'ordre de 10 m/s à 100 m/s selon le traitement subi par le matériau. Ces diminutions sont attribuées à la variation de l'état microstructural du matériau, donc à la recristallisation plus au moins complète de l'acier traité.

La comparaison des allures des vitesses des ondes ultrasonores générées dans l'acier étudié avec celles de la microdureté Vickers montre globalement une certaine concordance. Les spectres de diffraction des rayons X et les images métallographiques appuient les résultats

de la caractérisation par ultrasons et confirment les changements de l'état microstructural. La recristallisation est plus évidente pour la température de recuit à 680 °C et les deux temps de maintien de 80 minutes et 6 heures. Les variations de la vitesse ultrasonore peuvent être attribuées à l'annihilation des défauts ponctuels et des dislocations dans le matériau, initialement écroui, ou bien au réarrangement de ces dernières dans un état de basse énergie, après recuits.

A l'issue de ce travail, nous pouvons dire que la technique de caractérisation non destructive basée sur les ondes ultrasonores peut être un outil palliatif utile dans le domaine des caractérisations des transformations de phases et de l'évaluation de l'état microstructural. Cependant, nous estimons que l'application des ondes guidées pour la caractérisation de l'état microstructural reste assez difficile à mettre en œuvre, vu la complexité de leur génération et la difficulté à interpréter les signaux obtenus lors des mesures.

L'étude entreprise dans cette thèse ne prétend pas à l'exhaustivité, et nous prévoyons de continuer ce travail en faisant :

- une étude de la recristallisation sur différents types d'alliages en utilisant les ondes de volumes.
- Une étude de la précipitation de la seconde phase à l'aide des ondes ultrasonores.
- La conception d'un dispositif électronique pour l'exploitation de la technique de mesure par chevauchement d'échos, connue sous l'appellation « pulse-echo-overlap », en vue d'effectuer des mesures de haute précision sur des échantillons de très faibles dimensions.
- Il serait très intéressant par ailleurs, d'étudier le comportement des ondes de Lamb dans des plaques ayant subies des variations microstructurales.
- Il serait aussi intéressant de faire une étude orientée vers l'élaboration d'un modèle permettant de mieux interpréter les causes microstructurales affectant le comportement des ondes ultrasonores et de dire de quelle manière ces dernières sont affectées.

## Annexe A

Déterminant permettant la résolution du système d'équations linéaires obtenu à partir de l'annulation des contraintes sur la surface du cylindre à  $\mathbf{r} = \mathbf{a}$  :

$$\begin{bmatrix}
 \left\{ (\lambda + 2\mu) \frac{\partial^2}{\partial r^2} \left( J_n(pr) \begin{Bmatrix} \cos n\theta \\ \sin n\theta \end{Bmatrix} e^{i(\omega(-kz))} \right) \right\} & 2\mu \left\{ \left( \frac{1}{r} \frac{\partial^2}{\partial r \partial \theta} - \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial \theta} \right) \left( J_n(qr) \begin{Bmatrix} \sin n\theta \\ \cos n\theta \end{Bmatrix} e^{i(\omega(-kz))} \right) \right\} \\
 \mu \left\{ \left( \frac{2}{r} \frac{\partial^2}{\partial r \partial \theta} - \frac{2}{r^2} \frac{\partial}{\partial \theta} \right) \left( J_n(pr) \begin{Bmatrix} \cos n\theta \\ \sin n\theta \end{Bmatrix} e^{i(\omega(-kz))} \right) \right\} & \mu \left\{ \left( \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} - \frac{\partial^2}{\partial r^2} \right) \left( J_n(qr) \begin{Bmatrix} \sin n\theta \\ \cos n\theta \end{Bmatrix} e^{i(\omega(-kz))} \right) \right\} \\
 2\mu \frac{\partial^2}{\partial z \partial \theta} J_n(pr) \begin{Bmatrix} \cos n\theta \\ \sin n\theta \end{Bmatrix} e^{i(\omega(-kz))} & \mu \frac{1}{r} \frac{\partial^2}{\partial \theta \partial z} J_n(qr) \begin{Bmatrix} \cos n\theta \\ \sin n\theta \end{Bmatrix} e^{i(\omega(-kz))}
 \end{bmatrix}$$
  

$$\begin{bmatrix}
 2\mu \left\{ \frac{\partial^2}{\partial r \partial z} \left( J_{n+1}(qr) \begin{Bmatrix} \cos n\theta \\ \sin n\theta \end{Bmatrix} \right) \right\} e^{i(\omega(-kz))} \\
 \mu \left\{ \left( \frac{\partial^2}{\partial r \partial z} - \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial z} \right) J_{n+1}(qr) \begin{Bmatrix} \sin n\theta \\ \cos n\theta \end{Bmatrix} - \frac{1}{r} \frac{\partial^2}{\partial \theta \partial z} J_{n+1}(qr) \begin{Bmatrix} \cos n\theta \\ \sin n\theta \end{Bmatrix} \right\} e^{i(\omega(-kz))} \\
 \mu \left\{ \left( \frac{1}{r^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2} - \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} - \frac{\partial^2}{\partial r^2} \right) J_{n+1}(qr) \begin{Bmatrix} \cos n\theta \\ \sin n\theta \end{Bmatrix} + \left( \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial \theta} - \frac{1}{r} \frac{\partial^2}{\partial r \partial \theta} \right) J_{n+1}(qr) \begin{Bmatrix} \sin n\theta \\ \cos n\theta \end{Bmatrix} \right\} e^{i(\omega(-kz))}
 \end{bmatrix}
 \begin{bmatrix} A \\ B \\ C \end{bmatrix} = 0$$

## Références bibliographiques

- [1] J. Benard, A. Michel, J. Philibert, J. Talbot, « Métallurgie générale », Masson & C<sup>ie</sup>, Paris, p.589, 1969.
- [2] ASM Handbook, “Non-destructive Evaluation and Quality Control”, Volume 17, ASM International, U.S.A, p. 1608, 1992.
- [3] Abid A. Shah , Yuri Ribakov , Sohichi Hirose, “Nondestructive evaluation of damaged concrete using nonlinear ultrasonics”, Materials and Design, 30, 2009, pp.775–782.
- [4] R. Prasad, S. Kumar, “Study of the influence of deformation and thermal treatment on the ultrasonic behaviour of steel”, Journal of Materials Processing Technology, 42, pp. 51-59, 1994.
- [5] Roland D. LeBlanc, “Evaluation de l’effet de surchauffe des alliages d’Aluminium par ultrasons et laser-ultrasons”, Thèse M. Sc. A., université de Moncton, 1999.
- [6] M. Vasudevan, P. Palanichamy, S. Venkadesan, “ A Novel Technique For Characterizing Annealing Behaviour”, Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 30, No. 1 I, pp. 1479-1483, 1994.
- [7] L. B. Zuev, B. S. Semukhin, and A. G. Lunev, “Possibility of evaluation of strength of metals and alloys by a non intrusive ultrasonic method”, Journal of Applied Mechanics and Technical Physics, Vol. 43, No. 1, pp.168–170, 2002.
- [8] M. Vasudevan, P. Palanichamy, « Assessment of microstructure stability of cold worked Ti-modified austenitic stainless steel during aging using ultrasonic velocity measurements and correlation with mechanical properties », Journal of Nuclear Materials, N° 312, pp.181-190, 2003.
- [9] P. Palanichamy, M. Vasudevan, T. Jayakumar, S. Venugopal, B. Raj, “ Ultrasonic velocity measurements for characterizing the annealing Behaviour of cold worked austenitic stainless steel”, NDT & E International, Vol. 33, pp.253–259, 2000.
- [10] A. NISHARA Begum , V. Rajendran , T. Jayakumar , P. Palanichamy , N. Priyadharsini, S. Aravindan , B. Raj , “On-line ultrasonic velocity measurements for characterisation Of microstructural evaluation during thermal aging of  $\beta$ -quenched zircaloy-2”, Materials Characterization Vol.58, pp.563–570, 2007.
- [11] P. Palanichamy, A. Joseph, T. Jayakumar and Baldev Raj, “Ultrasonic velocity measurements for estimation of grain size in austenitic stainless steel”, NDT&E International, Vol. 28, No. 3, pp. 179-185, 1995.

- [12] A. Kumar, T. Jayakumar, P. Palanichamy, B. Raj, "Influence of grain size on Ultrasonicspectral Parameters in AISI Type 316 Stainless Steel", *Scripta Materialia*, Vol.40, No.3, pp.333–340, 1999.
- [13] M. Rosen, "Correlation between Ultrasonic and Hardness Measurements in Aged Aluminum Alloy 2024", *Materials Science and Engineering*, 74, pp. 1-10, 1985.
- [14] C. Hakan Gür, B. Orkun Tuncer, "Characterization of microstructural phases of steels by sound velocity measurement", *Materials Characterization*, Vol. 55, pp.160–166, 2005.
- [15] M. Zidani, « Texture et recristallisation lors de recuits du fil d'acier doux (0.06% C) tréfilé à froid », Thèse de Doctorat, Université Mohamed Kheider de Biskra, 2006.
- [16] C. Richard Brundle Charles A. Evans, Jr. Shaun Wilson, "Encyclopaedia of Materials Characterization", Butterworth-Heinemann, p.782, 1992.
- [17] D. Hull, D.J. Bacon, "Introduction to dislocations", fourth edition, Elsevier, 2001.
- [18] M. Gaucheron, *Techniques de l'ingénieur*, M3200.
- [19] G. Simonnet, « Tréfilage de l'acier, traité des matériaux métalliques », *Techniques de l'Ingénieur*, M645, P.2-11, 1996.
- [20] P. Montmitonnet, *Techniques de l'ingénieur* ; M3065
- [21] A. Col, *Techniques de l'ingénieur* ; M3180
- [22] C. de Novoion et D. Lesueur; *Techniques de l'ingénieur*, M35, 1979
- [23] Gilles Pomey, *Techniques de l'ingénieur M (1-I)*, 1990.
- [24] A. Yazid Khereddine, « Analyse des Profils des Raies de Diffraction ; Détermination de la Densité de Dislocations et de la Taille des Cristallites dans les Alliages de Zirconium », Mémoire de Magister, E.N.S. de Kouba, 2007.
- [25] C. Levrau, « Compréhension et modélisation des mécanismes de lubrification lors du tréfilage des aciers inoxydables avec les savons secs », Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006.
- [26] C. Kittel, "Introduction to solid state physics", Eighth edition, John Wiley & Sons Inc, p.703, 2005.
- [27] M. Bentahar, « Détermination des constantes élastiques linéaires et non-linéaires des métaux par ultrasons », Thèse de Magister, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, 2001.
- [28] R. E. Hummel, "Understanding Materials Sciences, History-properties-applications", 2<sup>nd</sup> edition, Springer, p. 453, 2004.
- [29] Martine Wéry, *Technique de l'ingénieur*, M1455.
- [30] TH. KRIST, *Métallurgie*, McGraw-Hill, Paris, p.229, 1982.

- [31] S. Jakani, « Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé », Thèse de Doctorat, Université Paris XI, 2004.
- [32] F.J. Humphreys, M. Hatherly, “Recrystallization and related annealing phenomena”, Elsevier Ltd, 2<sup>nd</sup> Edition, U.K., p.605, 2004.
- [33] S. Bensaada, “Phénomène de recristallisation, de précipitation et de dissolution discontinue dans les alliages Ni-1.4 at.% In, Ni-6.2 at.% In, Al-15 at.% Zn, Al-30 mass. % Zn, Cu-4.6 at. % In, Mg-8 mass. % Al”, Thèse de Doctorat, Université El Hadj-Lakhdar Batna, 2005.
- [34] F. Hadj Larbi, « Contribution à l’étude de la dissolution et de la coalescence discontinues des précipités d’une solution solide Cu-Ni-Sn », Thèse de Magister, U.S.T.H.B., 2006.
- [35] C. Dialo, « Etude des Interactions Précipitation-Recristallisation dans les Alliages D’Aluminium-Manganèse par mesure de frottement intérieur », Thèse de Doctorat, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, N°485, 1983.
- [36] V. Novikov, “Concise dictionary of materials science: structure and characterization of polycrystalline materials”, CRC press LLC, U.S.A, p.275, 2003.
- [37] I. Lakhtine, « Métallographie et Traitements thermiques des Métaux », 2<sup>nd</sup> Edition, MIR Mouscou, p. 413,1978.
- [38] E. Dieulesaint, D. Royer, « Ondes élastiques dans les solides : propagation libre et guidée », Tome1, Masson, 1996.
- [39] B.A. Auld, « Acoustic fields and waves in solids », Volume I, John Wiley & Sons, p. 431, 1972.
- [40] B.M. Lempriere, “Ultrasound and elastic waves: Frequently Asked Questions”, Academic Press, U.S.A., p.265, 2002.
- [41] J. David, N. Cheeke, “Fundamentals and Applications of Ultrasonic Waves”, CRC Press, U.S.A, p. 452, 2002.
- [42] B.N. Pavlakovic, « Leaky guided waves in NDT », Thèse de Doctorat, University of London, 1998.
- [43] CAST, “Contrôle non destructif par les ultrasons”, Lyon, p.1000, 1978.
- [44] D. C. Gazis, “Three-Dimensional Investigation of the propagation of waves in Hollow Circular Cylinder. I. Analytical Fondation”, J.Acoust.Soc.Ame, Vol. 31, Number 5, pp. 568-578, 1959.
- [45] Vohn Herrn L. Pochhammer, « Ueber Die Fortpflanzungsgeschwindigkeiten Kleiner Schwingungen in einem unbegrenzten isotropen kreiscylinder », J. Fur. Math., pp.324-336, 1875.

- [46] “PCDISP: A scientific software package for generating dispersion curves”, written in Matlab, available at <http://www.iai.csic.es/users/fseco/pcdisp.htm>.
- [47] T. Kundu, “Ultrasonic Nondestructive Evaluation: Engineering and Biological Material Characterization”, CRC Press LLC, U.S.A., p.848, 2004.
- [48] E.A. Brandes, G. B. Brook, “Smithells Metals Reference Book”, 7<sup>th</sup> Edition, Butterworth-Heinemann, Great Britain, p.1794, 1992.
- [49] H.K.D.H. Bhadeshia, R.W.K. Honeycombe, “Steels Microstructure and Properties”, Third edition, p.357, 2006.
- [50] M. Durand-Charre, « La microstructure des aciers et des fontes Genèse et interprétation », SIRPE, Paris, p. 414, 2003.
- [51] J.D. Verhoeven, “Metallurgy of steel for bladesmiths & Others who Heat Treat and Forge Steel”, Iowa State University, 2005.
- [52] ASM Handbook, “Alloy Phase Diagrams”, Volume 3, ASM International, U.S.A, p. 1741, 1992.
- [53] ASM handbook, “Metallography and microstructures”, ASM International, Volume 9, p. 2733, 2004.
- [54] Antonio Arnau Vives, « Piezoelectric Transducers and Applications », 2<sup>nd</sup> Edition, Springer, Spain, p. 549, 2008.
- [55] A. Abdellaoui, « Etude de la texture cristallographique de fils d'acier perlitiques en fonction des conditions de tréfilage. Influence sur les propriétés mécaniques », Thèse de Doctorat, Université de Metz, 1995.
- [56] J.H. Su, P. Liu, Q.M. Dong, H.J. Li, F.Z. Ren and B.H. Tian, “Recrystallization and Precipitation Behavior of Cu-Cr-Zr Alloy”, Journal of Materials Engineering and Performance, Volume 16(4), pp. 490–493, 2007.
- [57] B. ALILI, « Contribution à l'étude du paramètre de réseau de la solution solide Cuivre-Nickel », Thèse de Magister, U.S.T.H.B., 1994.
- [58] Yu. P. Gul, G. I. Perchun, “Stabilization of the Hardened Condition of Cold-Worked Low-Carbon Steel”, Translated from Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov, No. 2, pp. 26-30, 1992.
- [59] F.J. Humphreys, “The nucleation of recrystallization at second phase particles in deformed aluminium”, Acta Metallurgica, Vol.25, pp. 1323-1344, 1977.