



Caractérisation non destructive de matériaux à gradient de fonctionnalité par microscopie acoustique

T. Monnier^a, X. Deng^b, P. Guy^a et N. Alaoui Ismaili^c

^aINSA de Lyon, 25 bis, av. J. Capelle, 69621 Villeurbanne, France

^bMATEIS - INSA de Lyon, 7 av Jean Capelle, 69621 Villeurbanne Cedex, France

^cMATEIS - INSA de Lyon, 7 av. Jean Capelle, 69621 Villeurbanne, France

thomas.monnier@insa-lyon.fr

La microscopie acoustique est une technique éprouvée pour caractériser les propriétés élastiques des matériaux ou pour inspecter la qualité d'adhésion entre une couche mince et son substrat. Dans la présente étude, nous cherchons à caractériser de manière non-destructive l'évolution des propriétés élastiques dans l'épaisseur d'un revêtement d'alliage de nickel-chrome-molybdène-tungstène de type Hastelloy®C-22 obtenu par pulvérisation thermique sur un substrat d'acier inoxydable austénitique de type 304. Pour l'inversion du problème de la microscopie acoustique, nous avons tout d'abord développé un modèle de transducteur large-bande focalisé à large ouverture cylindrique par la décomposition du faisceau rayonné en spectre angulaire d'ondes planes. Pour résoudre le problème de l'instabilité numérique de la méthode dite de la matrice de transfert, conventionnellement utilisée pour obtenir le coefficient de réflexion des ondes acoustiques sur des structures multicouches, nous utilisons une méthode hybride combinant le formalisme Stroh et la méthode de la matrice de rigidité récursive. Cette dernière consiste à reformuler la matrice de transfert sous la forme d'une matrice de rigidité, qui relie les déplacements aux contraintes sur les deux faces opposées de chaque couche. La couche de revêtement est dans un premier temps approximativement représentée par l'empilement d'un certain nombre de couches élastiques homogènes avec des propriétés élastiques variant de façon exponentielle dans la profondeur. La simplification remarquable du formalisme et la rapidité de calcul de la méthode hybride associées à l'accord observé entre nos analyses expérimentales et numériques sur des revêtements d'épaisseur différente confirment l'efficacité de la méthode. Nous montrerons en particulier la capacité de la procédure d'inversion à déterminer indépendamment l'épaisseur et le gradient de propriétés élastiques du revêtement. Ce travail ouvre la perspective de caractériser de manière non-destructive les matériaux à gradient de fonctionnalité utilisés comme protection anticorrosion ou comme barrières thermiques.

1 Introduction

La microscopie acoustique est un procédé de contrôle non destructif désormais couramment utilisé dans l'industrie pour la caractérisation et le suivi des propriétés locales des matériaux. L'objectif de ce travail est double : utiliser un formalisme simple et efficace pour la simulation numérique de la signature acoustique du matériau ciblé, appelée fonction $V(z)$ et apporter une compréhension globale des propriétés des matériaux revêtus par pulvérisation thermique en utilisant une méthodologie d'identification des paramètres d'intérêt par l'inversion de cette signature. En effet, la microscopie acoustique peut fournir à la fois des informations structurelles (épaisseur, adhésion) et les propriétés élastiques de la couche de revêtement.

Nous nous intéressons ici à l'évaluation d'un revêtement Hastelloy®C-22 pulvérisé thermiquement sur un substrat en acier de type 304 par microscopie acoustique, qui nécessite l'étude de la propagation des ondes acoustiques dans les milieux multicouches anisotropes et en particulier le calcul du coefficient de réflexion des ondes ultrasonores. Ce coefficient de réflexion est ensuite utilisé pour la modélisation de la fonction $V(z)$ des échantillons, que l'on caractérisera selon différents états de préparation : matériau revêtu brut d'élaboration, matériau traité thermiquement à 650 °C sous air ou sous atmosphère chargée de SO_2 .

La section 2 présente rapidement la méthode de microscopie acoustique en particulier dans le mode de fonctionnement dit micro-interférométrie. Dans ce cadre, on analyse la courbe $V(z)$ théorique obtenue avec un capteur large bande à focalisation rectiligne (ou transducteur cylindrique) et de relativement faible fréquence dans le cas général d'un milieu multicouche anisotrope. La section 3 concerne le calcul du coefficient de réflexion en immersion dans un fluide, de revêtements pouvant présenter un gradient de propriétés élastiques et déposés sur un substrat métallique. Les résultats théoriques basés sur le formalisme de Stroh et la méthode dite de la matrice de rigidité récursive sont présentés et confrontés à des résultats expérimentaux.

Enfin la section 4 porte sur l'évaluation non-destructive d'une couche d'alliage de nickel-chrome-molybdène-tungstène de type Hastelloy d'une centaine de micromètres

d'épaisseur, obtenue par pulvérisation thermique sur un substrat d'acier inoxydable austénitique de type 304. Des observations destructives par microscopie électronique à balayage et des mesures de nano-indentation ont également été menées de manière complémentaire pour valider la méthode de contrôle non destructif proposée.

2 Microscopie acoustique

2.1 Micro-échographie et micro-interférométrie

La microscopie acoustique, originellement proposée par Quate *et al.* [1], peut être vue comme une extension aux hautes fréquences de l'échographie ultrasonore traditionnelle, offrant ainsi la possibilité d'observer les milieux au voisinage de leur surface ou en profondeur avec une résolution comparable à celle des meilleurs appareils optiques, tout en conservant tous les avantages des ultrasons : rayonnements non ionisants et de faible intensité (donc sans danger y compris pour des applications biomédicales), et non destructif (observations ne nécessitant pas d'attaque chimique). Au-delà de l'aspect micro-échographie, par l'étude théorique du contraste acoustique [2], les utilisateurs se sont rapidement tournés vers l'aspect caractérisation quantitative des matériaux grâce à la méthode que nous appelons micro-interférométrie. Il s'agit de mesurer la tension délivrée par le transducteur en fonction de la position z du point focal théorique par rapport à la surface de l'échantillon ($z=0$). En effet, dans le cas où le faisceau acoustique convergent est défocalisé, on observe un phénomène d'interférence entre les ondes réfléchies spéculairement (trajet I sur la figure 1) et les ondes de Rayleigh générées sous incidence critique θ_R et rayonnées dans le fluide de couplage (trajet II). La courbe $V(z)$ obtenue est caractéristique du matériau ou des matériaux constituant l'échantillon, avec en premier lieu une périodicité Δz des creux dans la plage des z négatifs relative à la longueur d'onde λ_R des ondes de Rayleigh:

$$\Delta z = \frac{\lambda_R}{2(1 - \cos \theta_R)} \quad (1)$$

Deux types de sondes sont utilisés dans la microscopie acoustique. Le premier est le capteur à ouverture circulaire, illustré par la figure 1 en imaginant une symétrie axiale autour de l'axe z . Destiné à produire une focalisation quasi-punctuelle, il est généralement utilisé pour l'imagerie mais peut également servir, si l'angle d'ouverture est suffisamment grand, à des fins de caractérisation de matériaux isotropes.

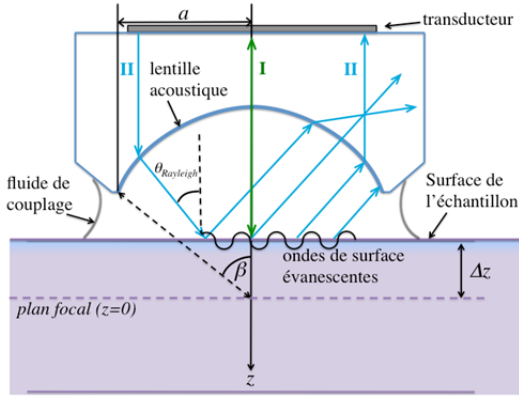


Figure 1 : Principe de la micro-interférométrie acoustique : interférences entre ondes de Rayleigh (II) et ondes directement réfléchies par la surface de l'objet (I).

Le second type de dispositif consiste en un capteur à focalisation linéaire (figure 2) dont la surface émettrice est une portion de cylindre. Proposé et développé par Kushibiki et Chubachi [3], un tel capteur cylindrique est incapable d'effectuer une imagerie mais il est tout particulièrement efficace pour la caractérisation des matériaux anisotropes. Dans ce travail, nous avons utilisé un capteur cylindrique sans lentille acoustique, la surface émettrice étant directement constituée d'un film de polyvinylidène fluorure (PVDF) de rayon de courbure $\rho = 8$ mm, de demi-largeur $a = 4$ mm et de longueur $l = 10$ mm (figure 2). Ce capteur large bande nous permet de travailler dans une gamme allant de 5 à 25 MHz environ et son demi-angle d'ouverture $\beta = 36^\circ$ est assez grand pour pouvoir exciter des ondes de Rayleigh dans la plupart des matériaux métalliques.

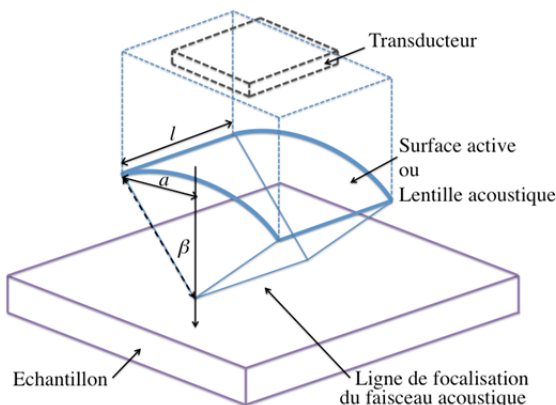


Figure 2 : Principe de la focalisation en ligne par un capteur cylindrique : génération d'ondes de surface se propageant perpendiculaires à la ligne de focalisation.

2.1 Modélisation de la signature acoustique $V(z)$

Pour modéliser la fonction $V(z)$ nous nous appuyons sur la décomposition du rayonnement de la sonde en spectre

angulaire d'ondes planes proposé par Atalar [4]. Des travaux antérieurs effectués à l'INSA de Lyon ont montré que cette approche est valable pour des capteurs de grande ouverture angulaire, sachant que la diffraction secondaire due à la courbure du front d'onde peut être négligée lorsque la taille de la source est grande devant la longueur d'onde et que le transducteur fonctionne en mode pulse-écho [5]. En travaillant donc dans le domaine des nombres d'ondes, la signature acoustique a pour expression :

$$V(z) = \int_{-\infty}^{+\infty} \exp(2ik_x z) L_1(k_x) L_2(k_x) R(k_x) dk_x \quad (2)$$

où k_x et $k_z = \sqrt{k_f^2 - k_x^2}$ sont les composantes horizontale et verticale du vecteur d'onde, k_f la valeur du nombre d'onde dans l'eau, $L_1(k_x)$ le spectre angulaire du champ incident dans le plan focal, $L_2(k_x)$ la réponse du transducteur lorsqu'une onde plane d'amplitude unité et de vecteur d'onde (k_x, k_z) insonifie la lentille et $R(k_x)$ le coefficient de réflexion de l'échantillon immergé [6]. Notre transducteur ne comportant pas de lentille acoustique mais une surface émettrice mise en forme cylindrique, le rayon de courbure ρ est égal à la distance focale ce qui apporte la simplification $L_1(k_x) = L_2(k_x)$, dont l'expression est dans ce cas :

$$L_1(k_x) = i\rho \int_{-\beta}^{\beta} \exp\left(k_x \sin(\theta) + \sqrt{k_f^2 - k_x^2} \cos(\theta)\right) d\theta \quad (3)$$

où l'on rappelle que θ est l'angle d'incidence des ondes planes sur l'échantillon et β est la demi-ouverture du capteur [7].

Ce modèle nous permet donc de prédire la grandeur $V(z)$, qui sera confrontée à sa valeur mesurée expérimentalement. Dans l'expression donnée par la relation (2), seul le coefficient de réflexion $R(k_x)$ fait intervenir les caractéristiques viscoélastiques de l'échantillon, les autres grandeurs étant seulement fonction des paramètres géométriques de la sonde. En conséquence, les paramètres précis de la sonde étant fixés, les caractéristiques des échantillons étudiés seront obtenues par un processus d'optimisation couplant l'algorithme de minimisation de Levenberg-Marquardt et un algorithme génétique. L'essentiel de l'étude des matériaux structurés (isotropes ou anisotropes, mono ou multicouches, à gradient de propriétés, etc.) par micro-interférométrie consistera donc à être capable d'en modéliser le coefficient de réflexion des ondes ultrasonores.

3 Calcul du coefficient de réflexion

3.1 Formalisme de Stroh

Pour calculer le coefficient de réflexion d'un solide plan immergé dans un fluide lorsqu'il est insonifié par un faisceau d'ondes planes incidentes par la surface supérieure de l'échantillon, nous définissons un vecteur d'état $\xi = \begin{bmatrix} u \\ \sigma \end{bmatrix}$ où, $\sigma = [\sigma_{xz} \ \sigma_{yz} \ \sigma_{zz}]^T$ est le vecteur des contraintes normales, et $u = [u_x \ u_y \ u_z]^T$ celui des déplacements dans le cas d'un problème purement élastique, et où l'opérateur T représente la transposition. Dans le formalisme de Stroh [8], on écrit l'équation d'onde régissant le vecteur d'état ξ sous la forme d'un système d'équations différentielles ordinaires à coefficients non-constants [9] de la forme :

$$\frac{d\xi}{dz} = iA(z)\xi \quad (4)$$

où $A(z)$ est une matrice (6x6) dont les composantes font

intervenir la densité et les constantes d'élasticité du matériau étudié. Considérant une onde harmonique plane se propageant selon l'axe horizontal x sous la forme $\xi(z)e^{i(\omega t - k_x x)}$, l'équation (4) peut s'écrire comme un système d'équations linéaires du vecteur d'état ξ .

3.2 Méthode de la matrice de rigidité récursive

Pour résoudre le problème de la propagation d'ondes dans un milieu stratifié Thomson [11] et Haskell [12] ont proposé une matrice $B^{(k)}$ dite matrice de transfert d'une couche numérotée (k), qui exprime les déplacements u et les contraintes σ à la surface inférieure regroupés dans un vecteur d'état :

$$P_-^{(k)} = \begin{bmatrix} u_x^{(k)} & u_y^{(k)} & u_z^{(k)} & \sigma_{zz}^{(k)} & \sigma_{xz}^{(k)} & \sigma_{yz}^{(k)} \end{bmatrix}^T \quad (5)$$

en fonction de ces mêmes grandeurs regroupées dans le vecteur d'état $P_+^{(k)}$ à la surface supérieure de la couche, selon :

$$P_+^{(k)} = B^{(k)} P_-^{(k)} \quad (6)$$

Pour une couche (k) homogène d'épaisseur h placée à l'abscisse z , dans le cadre du formalisme de Stroh, la matrice de transfert $B^{(k)}$ peut s'écrire sous la forme d'une exponentielle de matrice A selon :

$$B^{(k)} = e^{iAh} \quad (7)$$

Coupler les matrices de transfert de chacune des n couches, en tenant compte des conditions aux limites aux interfaces successives entre les couches et sur les surfaces libres du multicouche, permet de relier les vecteurs d'état de part et d'autre du système total dans une matrice de transfert globale $B = B^{(1)} \cdot B^{(2)} \dots B^{(n)}$. Cependant, cette méthode intuitive présente des instabilités numériques lorsque l'épaisseur de la couche et/ou la fréquence deviennent élevées. Fréquemment dénoncées, ces questions d'instabilité ont donné lieu à d'intenses recherches pour proposer des variantes de la méthode de Thomson-Haskell (méthode la matrice delta [13], généralisée par Castaings et Hosten pour les multicouches monocliniques [14]; méthode dite de réverbération d'ondes très utilisée en sismologie [15], etc.) qui offrent une meilleure stabilité mais souvent au prix d'un temps de calcul devenant prohibitif lorsque le nombre de couche et/ou l'anisotropie des milieux augmente.

Dans ce travail, nous optons pour la méthode dite de la matrice de rigidité récursive, qui combine les avantages d'éviter les instabilités numériques tout en conservant une simplicité d'implémentation et des coûts de calcul comparables à ceux de la méthode de la matrice de transfert. Cette méthode, au lieu de relier les vecteurs d'état par des matrices de transfert, consiste à travailler sur des matrices de rigidité ou $K^{(k)}$ qui, comme leur nom l'indique, relient pour chaque couche (k) les contraintes surfaciques $\sigma^{(k)} = [\sigma_{xz}^{(k)} \ \sigma_{yz}^{(k)} \ \sigma_{zz}^{(k)}]^T$ inférieures et supérieures aux déplacements $u^{(k)} = [u_x^{(k)} \ u_y^{(k)} \ u_z^{(k)}]^T$ correspondants selon :

$$\begin{bmatrix} \sigma^{(k-1)} \\ \sigma^{(k)} \end{bmatrix} = K^{(k)} \begin{bmatrix} u^{(k-1)} \\ u^{(k)} \end{bmatrix} \quad (8)$$

La matrice de rigidité globale K est obtenue par la combinaison de l'ensemble des matrices individuelles $K^{(k)}$ selon un algorithme récursif décrit par Wang et Rokhlin [16]. Enfin, dans le cas où l'échantillon est constitué d'un simple matériau multicouche immergé dans

un fluide de densité ρ_f et de vitesse de propagation des ultrasons c_f , on introduit la matrice (6x6) des souplesses $S = K^{-1}$ qui permet d'exprimer commodément le coefficient de réflexion global selon :

$$R = \frac{(S_{33} - \Lambda)(S_{66} - \Lambda) - S_{63}S_{36}}{(S_{33} + \Lambda)(S_{66} - \Lambda) - S_{63}S_{36}} \quad (9)$$

où $\Lambda = \cos\theta / (i\omega\rho_f c_f)$. Dans le cas où le système est constitué d'un revêtement multicouche déposé sur un substrat semi-infini, on exprime la matrice de transfert globale B_{rev} du revêtement à l'aide de la matrice de rigidité globale K :

$$B_{rev} = \begin{bmatrix} -(K^{12})^{-1}K^{11} & (K^{12})^{-1} \\ K^{21} - K^{22}(K^{12})^{-1}K^{11} & K^{22}(K^{12})^{-1} \end{bmatrix} \quad (10)$$

où K^{ij} ($i, j=1,2$) sont les sous-matrices (3x3) de la matrice globale K . Pour tenir compte du substrat, on introduit la matrice (6x6) M définie par :

$$M = B_{rev}^{-1} \times \begin{bmatrix} P^- \\ D^- \end{bmatrix}_{sub} \quad (11)$$

où P^- représente les polarisations du vecteur déplacement et D^- les amplitudes des contraintes correspondantes pour les ondes descendantes dans le substrat. Dans ces conditions, le coefficient de réflexion global du revêtement déposé sur substrat est donné [7] par la relation :

$$R = \frac{Z_1 - Z_2/\Lambda}{Z_1 + Z_2/\Lambda} \quad (12)$$

où Z_1 et Z_2 sont les déterminants suivants :

$$Z_1 = \begin{vmatrix} M_{41} & M_{42} & M_{43} \\ M_{51} & M_{52} & M_{53} \\ M_{61} & M_{62} & M_{63} \end{vmatrix}; \quad Z_2 = \begin{vmatrix} M_{31} & M_{32} & M_{33} \\ M_{41} & M_{42} & M_{43} \\ M_{51} & M_{52} & M_{53} \end{vmatrix} \quad (13)$$

A titre d'exemple, la figure 3 représente l'évolution du module du coefficient de réflexion donné par l'expression (13), en fonction de l'angle d'incidence des ondes planes et du produit fréquence-épaisseur, dans le cas d'un revêtement constitué d'une couche d'alliage Hastelloy C22 déposé sur un substrat d'acier austénitique de type 304. Les propriétés des matériaux sont celles données dans le tableau 1.

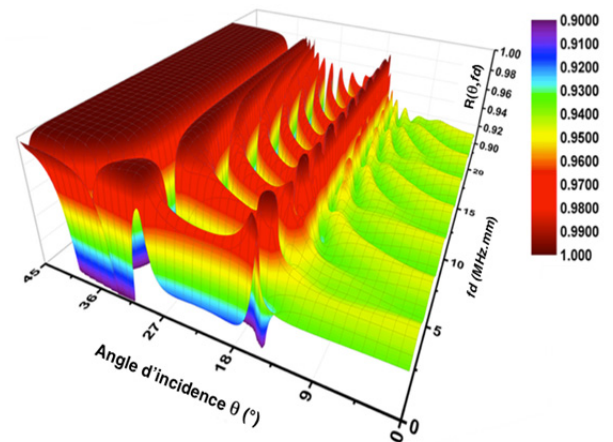


Figure 3: Coefficient de réflexion d'un revêtement monocouche d'alliage Hastelloy C22 sur substrat acier 304 en fonction de l'angle d'incidence θ et du produit fd .

Ce graphe permet de distinguer les angles critiques autour desquels sont excités les modes de plaques dans la couche de revêtement et qui sont proches des valeurs des angles critiques des ondes longitudinales, transversales et de Rayleigh indiquées dans le tableau 1. En particulier, l'angle θ_R autour de 33° justifie l'usage de notre capteur de grande ouverture ($\beta = 36^\circ$).

Tableau 1: Propriétés des matériaux : densité ρ ; module d'Young E ; coefficient de Poisson σ ; vitesses des ondes longitudinales V_L , transversales V_T et de Rayleigh V_R ; angles critiques θ_L , θ_T et θ_R .

Propriétés / matériaux	Inconel 600	Acier 304L	Hastelloy C22
ρ (g/cm ³)	8.49	7.90	8.69
E (GPa)	216.6	193.2	199.0
σ	0.30	0.29	0.31
V_L (m/s)	5878	5661	5669
θ_L (°)	14.7	15.3	15.2
V_T (m/s)	3130	3079	2952
θ_T (°)	28.4	28.9	30.3
V_R (m/s)	2899	2846	2739
θ_R (°)	30.9	31.6	33.0

3.3 Validation du calcul des $V(z)$ sur assemblages métalliques

Pour valider l'implémentation du modèle, nous calculons tout d'abord la valeur théorique de la grandeur complexe $V(z)$ donnée par l'expression (2) dans le cas d'un matériau massif connu, à savoir un alliage Inconel 600 dont on a au préalable mesuré les caractéristiques élastiques par des méthodes ultrasonores classiques en transmission (voir tableau 1). La figure 4 représente l'évolution du module normalisé de $V(z)$ en fonction de la position z et de l'angle d'ouverture du capteur pour une fréquence de travail de 10 MHz. Cette figure montre qu'à partir du moment où l'angle d'ouverture de la lentille est supérieur ou égal à l'angle critique θ_R , la période des oscillations Δz , conforme à la relation (1), n'évolue quasiment plus avec ce paramètre. On distingue clairement sur ce graphe l'angle $\theta_R=30,5^\circ$ pour cet alliage (dans l'eau à 25°C), et pour plus de lisibilité, la courbe $V(z)$ qui serait obtenue par l'utilisation d'un capteur d'ouverture $\beta=36^\circ$ a été surlignée en noir.

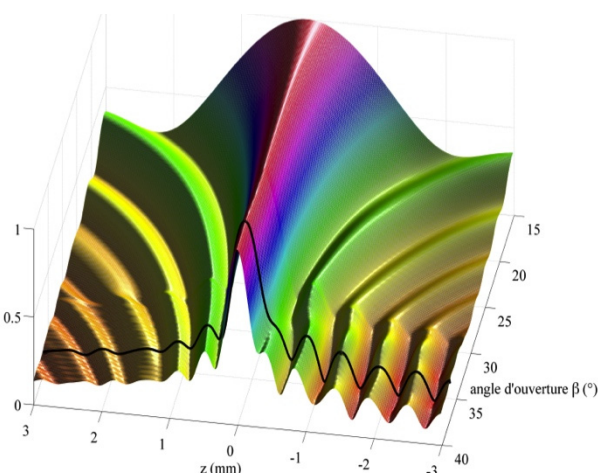


Figure 4 : Modélisation du module de la tension $V(z)$ à $f=10$ MHz pour un Inconel 600 massif.

La figure 5 présente la confrontation entre courbes $V(z)$ théorique et simulée pour ce même matériau, à la fréquence de 18,5 MHz. La simulation est obtenue par optimisation des paramètres du capteur alors que ceux du matériau sont fixés. Sachant que le coefficient de réflexion est parfaitement connu, et par ailleurs entièrement conforme au

modèle de Brekhovskikh [18], les légères différences peuvent provenir des incertitudes de mesure dans l'établissement de la courbe $V(z)$ expérimentale et dans la caractérisation préalable du matériau. Dans la suite de l'étude les paramètres du capteur seront conservés tels que déterminés ici et, en vue de l'évaluation non-destructive, seuls les paramètres élastiques et géométriques des matériaux étudiés, par l'intermédiaire du coefficient de réflexion $R(\theta)$ seront ajustés par inversion des courbes $V(z)$.

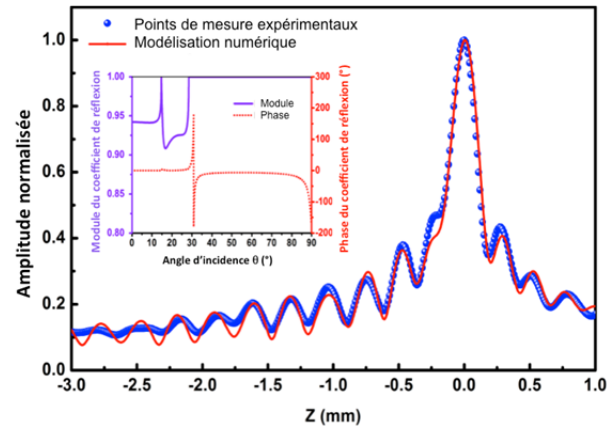


Figure 5 : Comparaison entre $V(z)$ théorique et mesurée, alliage inconel 600 massif, à $f=18,5$ MHz. En insert : module et phase du coefficient de réflexion $R(\theta)$.

4 Evaluation non-destructive

4.1 Validation par un essai destructif

Les échantillons étudiés sont des substrats d'acier austénitique 302 revêtu par une couche d'Hastelloy C22 pulvérisée thermiquement. La surface du substrat a été grenillée préalablement au dépôt pour améliorer l'adhésion du revêtement. Différentes épaisseurs de revêtement de 100 à 400 μm ont été réalisées. La figure 6 montre une coupe transversale réalisée au microscope électronique à balayage d'un échantillon dont l'épaisseur moyenne du revêtement est de 250 μm environ. L'image révèle la microstructure peu homogène de la couche pulvérisée, ainsi que la rugosité de surface relativement importante. Avant les essais en microscopie acoustique, chaque échantillon a été légèrement poli afin de s'affranchir de cette rugosité.

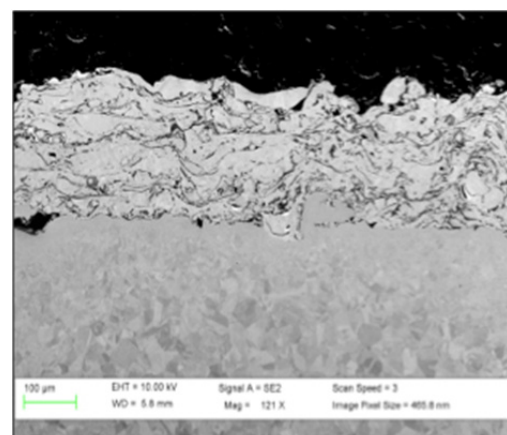


Figure 6 : coupe transversale réalisée au MEB d'un échantillon d'acier revêtu par pulvérisation thermique.

Une première étude nous permettant de valider le processus d'optimisation est réalisée de la manière suivante : un échantillon revêtu d'une couche de 300 μm d'épaisseur est graduellement poli pour réduire cette couche de manière contrôlée (mesure de l'épaisseur restante par un pied à coulisse de précision). Avant chaque nouvelle réduction de l'épaisseur, le processus de mesure de la courbe $V(z)$ puis d'optimisation est mis en œuvre pour déterminer l'épaisseur et le module d'Young du revêtement. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure 7.

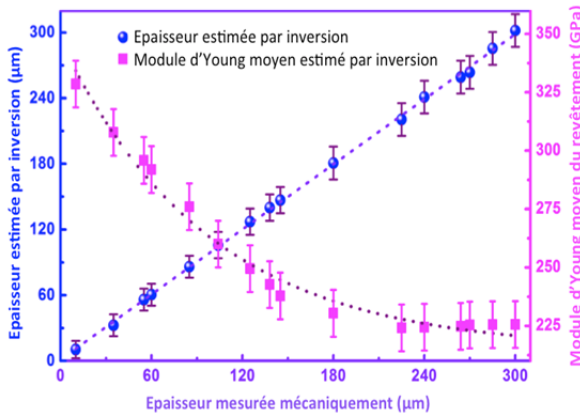


Figure 7 : Epaisseur module d'Young moyen de la couche restante lors d'un essai destructif.

Sur ce type d'échantillons nous montrons qu'une fréquence de travail de 6 MHz donne le meilleur compromis en termes de sensibilité de la courbe $V(z)$ à l'épaisseur (voir figure 8) et au module d'Young dans les gammes de valeurs attendues. Le coefficient de Poisson et la densité sont eux laissés fixés aux valeurs indiquées dans le tableau 1 sachant que le premier n'a quasiment aucune influence sur la forme de la fonction $V(z)$ à cette fréquence et que la seconde est supposée rester invariante dans les conditions normales de dépôt. La figure 8 montre en effet une variation très progressive de la courbe en fonction de l'épaisseur du revêtement pulvérisé, de la courbe bleue représentant le substrat seul (pas de revêtement) à la courbe brune qui serait la signature d'un massif du même matériau que le revêtement, ce qui permet de bien discriminer les épaisseurs dans toute la gamme de nos échantillons. Le même genre de comportement a été observé à cette fréquence de travail pour ce qui concerne le module d'Young dans une large gamme (de 150 à 300 GPa) mais n'est pas représenté ici pour des questions de gain de place.

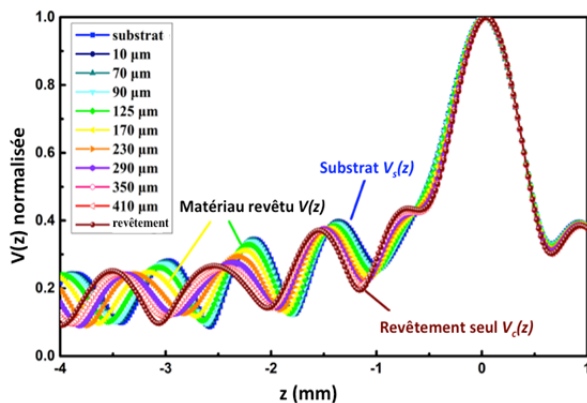


Figure 8 : Courbes $V(z)$ simulée à $f=6\text{MHz}$. Couche Hastelloy de 0 à 410 μm d'épaisseur et courbe correspondant au matériau de revêtement massif.

Il est à noter sur la figure 7 que l'épaisseur estimée est en parfait accord avec l'épaisseur réelle du revêtement, et que nous pouvons donc faire confiance à la valeur estimée du module d'Young moyen $\langle E(h_i) \rangle$ de la couche restante d'épaisseur h_i . Grâce à ces mesures, nous avons déterminé sans aucun a priori le profil de variation du module d'Young local en fonction de la position en profondeur dans le revêtement. Il s'est avéré que le profil obtenu correspond parfaitement au profil que nous avons pu calculer en supposant un comportement conforme au modèle proposé par ailleurs dans la littérature et souvent employé pour décrire les propriétés élastiques des matériaux à gradient de propriétés (Functionally Graded Materials (FGM) en anglais), à savoir :

$$E(z) = E(0) + (E(h) - E(0)) \frac{e^{\lambda z/h} - 1}{e^{\lambda} - 1} \quad (14)$$

où $E(0)$ et $E(h)$ sont les valeurs respectives du module en haut et en bas de la couche de revêtement d'épaisseur totale h [16].

En effet, en utilisant le comportement exponentiel de l'expression (14), nous avons obtenu le module d'Young moyen dans la couche restante d'épaisseur h_i :

$$\langle E(h_i) \rangle = E(0) - \frac{\Delta E}{e^{\lambda} - 1} + \frac{h}{h_i \lambda (e^{\lambda} - 1)} (e^{\lambda h_i/h} - 1) \quad (15)$$

où les deux seuls paramètres à déterminer sont le coefficient λ de la loi exponentielle et l'écart $\Delta E = E(h) - E(0)$ entre les valeurs extrêmes du module. Par optimisation sur la courbe expérimentale des $\langle E(h_i) \rangle$ de la figure 7, nous avons obtenu les paramètres $\lambda=5,28$ et $\Delta E=140\text{GPa}$.

A noter également que si la valeur obtenue pour $E(0)$ avoisine assez logiquement la valeur connue du module d'Young de l'alliage Hastelloy massif, à savoir légèrement en dessous de 200 GPa, il n'était pas attendu a priori d'observer une aussi haute valeur de module $E(h)$ dans les tous premiers micromètres du dépôt, où nous avons supposé $\langle E(h_i) \rangle = E(h) = 325\text{GPa}$, $h_i = 20\mu\text{m}$ étant la plus faible épaisseur de revêtement accessible.

4.2 Caractérisation des revêtements à gradient de propriétés

Fort des conclusions de l'étude destructive précédente, il s'avère que, toutes choses supposées connues par ailleurs (en particulier, le module de Poisson et la densité du revêtement, supposée constante dans un état non endommagé), le gradient de propriétés élastique peut être déterminé de manière complètement non destructive. En procédant par une première mesure à une fréquence suffisamment élevée pour ne concerner que les premiers micromètres de la surface extérieure de l'échantillon, on détermine la valeur $E(0)$. Puis en procédant à une seule mesure de la signature acoustique du revêtement, on obtient indépendamment son épaisseur h et le seul paramètre restant à optimiser par inversion de la courbe $V(z)$ calculée pour un matériau au profil de la forme donnée dans la relation (14).

La figure 9 montre la faisabilité de cette démarche. La variation de la vitesse des ondes de Rayleigh avec le paramètre λ est illustrée en insert. Pour l'identification du profil d'élasticité, la recherche est restreinte aux valeurs positives de λ vu l'évolution du module d'Young moyen observée sur la figure 7. Le processus d'inversion a donné un coefficient de la loi exponentielle optimisé de $\lambda=5,23$ très proche de celui déterminé auparavant.

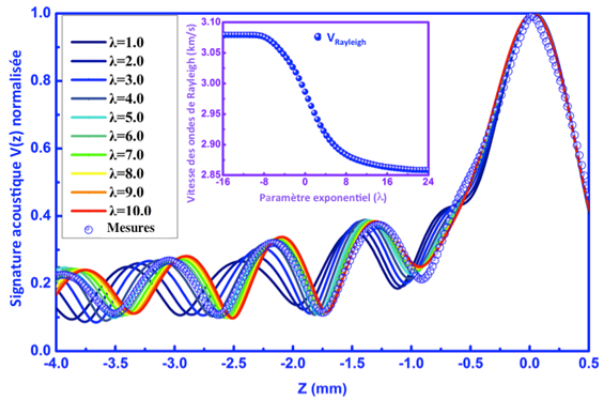


Figure 9 : $V(z)$ simulées à $f=6$ MHz pour une couche Hastelloy de $300 \mu\text{m}$ à gradient de propriétés exponentiel.

5 Conclusion

La caractérisation par microscopie acoustique des milieux multicouches ainsi que des revêtements à gradient de propriétés requiert en premier lieu la modélisation de la propagation des ondes acoustiques dans ces matériaux. Nous avons montré comment l'utilisation du formalisme de Stroh combiné à la méthode de la matrice de rigidité récursive permet d'obtenir le coefficient de réflexion des ondes acoustiques sur ces systèmes, en s'affranchissant des problèmes d'instabilité numérique de la méthode de matrice de transfert conventionnelle, ce choix offrant une simplicité d'implémentation et une efficacité de calcul remarquables.

Pour l'étude des revêtements par projection thermique de différentes épaisseurs, les courbes $V(z)$ pour différentes épaisseurs de revêtements ont été mesurées et comparées avec des courbes théoriques calculées sur la base des modèles établis. En considérant un revêtement d'Hastelloy déposé sur un substrat acier comme un matériau à gradient de propriétés, nous en avons évalué l'épaisseur et profil de module d'Young indépendamment.

Validée par l'évolution de l'élasticité avec la profondeur observée par un essai destructif itératif, la méthode basée sur l'inversion du modèle multicouche suggère que nous pouvons mesurer le gradient désiré de manière totalement non-destructive.

Remerciements

Ce travail a été pour partie réalisé au sein du Labex CeLyA de l'Université de Lyon, géré par l'Agence Nationale de la Recherche (ANR-10-LABX-0060/ ANR-11-IDEX-0007).

Références

[1] Quate C.F., Atalar A. and Wickramasinghe H.K. *Acoustic microscopy with mechanical scanning-a review*. Proceedings of the IEEE vol. 67, pp. 1092-1114 (1979)

[2] Briggs A. *Acoustic Microscopy*, Clarendon, Oxford (1992).

[3] Kushibiki J., Chubachi N. *Application of LFB acoustic microscope to film thickness measurement*. Electr. Letters, 23, 652-654 (1987).

[4] Atalar A., *An angular-spectrum approach to contrast in reflection acoustic microscopy*, J. Appl. Phys. 49, 5130 (1978).

[5] Zhang J., Guy P., Baboux J.C. and Jayet Y. Theoretical and experimental response for large-aperture broadband spherical transducer probing a liquid-solid boundary. J. Appl. Phys., vol. 68, pp. 2825 (1999).

[6] Lee Y.C, Kim J.O and Achenbach J.D. *$V(z)$ curves of layered anisotropic materials for the line-focus acoustic microscope*. J. Acoust. Soc. Am., vol. 94, pp. 923 (1993).

[7] Deng X.D., Monnier T., Guy P., Courbon J., *Acoustic microscopy of functionally graded thermal sprayed coatings using stiffness matrix method and Stroh formalism*, Journal of Applied Physics, J. Appl. Phys. 113, 22 (2013).

[8] Stroh A.N., *Steady state problems in anisotropic elasticity*, J. Math. Phys. 41, 77 (1962)

[9] Tanuma K., *Stroh Formalism and Rayleigh Waves*, J. Elasticity 89, 5 (2007).

[10] Wang L. and Rokhlin S. I., *Recursive geometric integrators for wave propagation in a functionally graded multilayered elastic medium*, J. Mech. Phys. Solids. 52, 2473 (2004).

[11] Thomson W.T., *Transmission of Elastic Waves Through a Stratified Solid Medium*, J. Appl. Phys. 21, 89-93 (1950).

[12] Haskell N.A., *The dispersion of surface waves on multilayered media*, Seismol. B. Soc. Am. 43, 377-393 (1953).

[13] Dunkin J.W., *Computation of modal solutions in layered elastic media at high frequencies*, Seismol. B. Soc. Am. 55, 335-358 (1965).

[14] Castaings M. and Hosten B., *Delta operator technique to improve the Thomson-Haskell method stability for propagation in multilayered anisotropic absorbing plates*, J. Acoust. Soc. Am. 95, 1931-1941 (1993).

[15] Kennett B., *Seismic Wave Propagation in Stratified Media*, Cambridge University Press, Cambridge (1983).

[16] Wang L. and Rokhlin S.I., *Recursive asymptotic stiffness matrix method for analysis of surface acoustic wave devices on layered piezoelectric media*, Appl. Phys. Lett. vol. 81, pp. 4049 (2002).

[17] Deschamps M. and Hosten B., *The effect of viscoelasticity on the reflection and transmission of ultrasonic waves by an orthotropic plate*, J. Acoust. Soc. Am. 91, 2007-2015 (1991).

[18] Brekhovskikh L.M., *Waves in Layered Media*, Academic, New York, Chap. 1, p. 44 (1980).