

Présentation des différentes méthodes d'analyse des matériaux

I. Introduction :

Pour analyser les propriétés des matériaux, il existe de nombreuses techniques de **caractérisation des matériaux** qui reposent sur différents principes physiques de base : les interactions rayonnement-matière, la thermodynamique et la mécanique.

II. Essais mécaniques

Les essais mécaniques sont les plus couramment utilisés en production car ils permettent d'avoir des données sur les propriétés mécaniques, rapidement avec des appareils de mesure relativement simples. Les principaux essais mécaniques sont :

1. traction : on sollicite une éprouvette en traction uniaxiale jusqu'à la rupture pour en déterminer des caractéristiques mécaniques telles que le module d'Young E , l'allongement à la rupture $A\%$, la limite d'élasticité R_e ou σ_y et la résistance à la traction R_m .
2. résilience : on rompt une éprouvette entaillée en U ou en V en son milieu à l'aide d'un mouton-pendule Charpy ;
3. fatigue : on fait subir un nombre important de cycles de flexion sur des éprouvettes normalisées. En considérant le moment où ces éprouvettes rompent, on détermine la limite de rupture en fatigue σ_d ;
4. analyse mécanique dynamique (DMA) : on sollicite par exemple la matière en traction-compression à une fréquence donnée. Grâce à une modélisation du diagramme contrainte-déformation, on obtient le module d'Young complexe, le facteur d'amortissement et le coefficient de Poisson ν .

III. Analyses physico-chimiques

1. Interaction rayonnement-matière

Les principales techniques utilisant l'interaction rayonnement-matière sont :

- microscopie :
 - microscopie électronique à balayage (MEB) : elle est une technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions électrons-matière,
 - microscopie électronique en transmission (MET) : on bombarde d'un faisceau d'électrons un échantillon mince principalement pour en obtenir la figure de diffraction,
 - microscope optique : la simple et traditionnelle observation à l'échelle microscopique ;
- rayons X : diffraction des rayons X, fluorescence X, radiographie ;
- rayon de neutrons : diffraction de neutrons, neutronographie et activation neutronique.

2. Analyse thermique

En ce qui concerne les techniques faisant appel à la thermodynamique, on retrouve :

- la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) : (en anglais, *Differential Scanning Calorimetry* ou DSC) c'est une technique qui mesure les différences des échanges de

chaleur entre un échantillon à analyser et une référence . Elle permet de déterminer les transitions de phase :

- la température de transition vitreuse (T_g) des polymères, des verres métalliques et des liquides ioniques ;
- les températures de fusion et de cristallisation ;
- l'analyse thermogravimétrique (ATG) : en anglais : *thermogravimetric analysis* (TGA), c'est une technique qui consiste en la mesure de la variation de masse d'un échantillon en fonction du temps, pour une température ou un profil de température donné.
- Analyse thermomécanique (TMA) : elle mesure de façon précise les changements dimensionnels d'un échantillon en fonction de la température, du temps, et de la force constante appliquée.

IV. Essais non destructifs

La plupart des techniques de caractérisation sont dites destructives car le matériau est endommagé à l'issue du test. Il existe par ailleurs des techniques de contrôle dites non destructives, qui ne dégradent pas le matériau.

1. Contrôle par examen visuel (VT)

Le contrôle visuel est une technique essentielle lors du contrôle non destructif. L'état extérieur d'une pièce peut donner des informations essentielles sur l'état de celle-ci : des défauts évidents (comme des pliures, des cassures, de l'usure, de la corrosion ou fissures ouvertes). Un examen visuel doit être effectué dans de bonnes conditions assurant avant tout un éclairage suffisant.

2. Contrôle radiologique (RT)

Rayons X (RTX)

Les rayons X en contrôle non destructif sont principalement utilisés pour réaliser des radiographies X. L'avantage de cette technique est de fournir des informations directement exploitables sur l'intérieur des objets ou des matériaux.

Dans l'industrie lourde, le contrôle à l'aide des rayons X est utilisé notamment pour les soudures dans les centrales nucléaires et les chantiers navals et pétroliers, la corrosion des tuyaux, la structure des matériaux composites ou les fissures dans les pièces mécaniques complexes ainsi que pour les pièces de fonderie.

D'autres méthodes radiologiques de contrôle non destructif utilisent la fluorescence et la spectrométrie. Grâce au rayonnement rétro-diffusé, il est possible d'analyser le contenu atomique des objets et ainsi par exemple de détecter la présence de plomb ou d'autres matériaux toxiques dans les peintures, ou bien la présence d'explosifs dans des objets suspects.

Gammagraphie (RT gamma)

Cette technique de radiographie industrielle utilise une source de rayonnements gamma. Elle se rapproche de la radiographie par rayons-X mais nécessite plus de précautions. La qualité d'image est également moins bonne. L'avantage principal réside dans l'énergie du rayonnement qui permet

une meilleure pénétration que par les rayons-X et la plus grande compacité des projecteurs et des sources. Les appareils de gammagraphie appelés gammagraphes (abrégié : GAM) fonctionnent à l'aide d'isotope radioactif stable (principalement iridium 192, cobalt 60 et sélénium 75). Ce sont des sources autonomes qui ne nécessitent aucune prise de courant contrairement au poste à rayon X.

La technique consiste à placer la pièce à radiographier entre la source de rayonnements et un film photographique contenu dans une cassette souple ou rigide. Après un temps d'exposition dépendant de la qualité du film, de l'isotope, de l'activité de la source radioactive, la nature et l'épaisseur du matériau radiographié, le film est développé. L'interprétation du film permet de mettre en évidence certains défauts de compacité de la pièce. Les domaines d'utilisation sont nombreux (chaudronnerie, fonderie, industrie du pétrole-chimique, construction navale et aéronautique).

Neutronographie

Le principe de la neutronographie est similaire à celui de la radiographie X et lui est complémentaire. Elle peut être effectuée grâce à un faisceau neutronique issu d'un réacteur, d'un accélérateur d'ions ou d'une source de ^{252}Cf (émetteur de neutrons).

3. Contrôle par ultrasons (UT)

Le contrôle par ultrasons est basé sur la transmission, la réflexion et l'absorption d'une onde ultrasonore se propageant dans la pièce à contrôler. Le train d'onde émis se réfléchit sur les défauts puis revient vers le traducteur (qui joue souvent le rôle d'émetteur et de récepteur). L'interprétation des signaux permet de positionner le défaut et de définir ses dimensions relatives.

4. Émission acoustique (AT)

Le contrôle par émission acoustique consiste à recueillir l'émission d'une pièce ou structure soumise à sollicitation, par exemple lors d'une épreuve hydraulique ou pneumatique. La propagation des ondes ultrasonores élastiques dans le matériau, détectée par un maillage de capteurs, peut conduire à une localisation des sources d'endommagement du matériau en temps réel (fissuration...) et à une évaluation de leur sévérité. C'est une méthode globale (tout l'appareil est contrôlé en même temps) et dynamique (les défauts non évolutifs ne sont pas détectés).

Thermographie (TT)

Les méthodes de contrôle thermique consistent à exciter un matériau ou une structure par un apport d'énergie (mécanique, photonique, chauffage par induction, air chaud...). La diffusion de la chaleur dans le matériau et l'impact qu'elle a sur la distribution de température de surface renseignent sur les propriétés thermophysiques des matériaux et sur d'éventuels défauts ; un temps de propagation d'une onde de chaleur dans un matériau peut par exemple permettre de mesurer la diffusivité thermique du matériau et ainsi en déduire la conductivité thermique.

Les principaux avantages de l'ensemble de ces méthodes résident dans la possibilité d'effectuer un contrôle sans contact et automatisable. Les inconvénients sont liés à la lenteur du contrôle, au coût de l'investissement et à la difficulté de mise en œuvre des étapes d'inversion pour établir le diagnostic.

Magnétoscopie (MT)

La magnétoscopie est une technique de contrôle non destructif qui consiste à créer un flux magnétique intense à la surface d'un matériau ferromagnétique.

Lors de la présence d'un défaut sur son chemin, le flux magnétique est dévié et crée une fuite qui, en attirant les particules (colorées ou fluorescentes) d'un produit révélateur, fournit une signature particulière caractéristique du défaut.

Contrôle d'étanchéité (LT)

Les méthodes de contrôle d'étanchéité font appel à des gaz traceurs, couplés à des instruments très sensibles à des concentrations minimales de ces gaz traceurs. Les plus courants sont l'hélium, l'hydrogène (azote hydrogéné), l'utilisation du gaz SF₆ est maintenant interdite par la réglementation. Actuellement, cette méthode n'est encore pas codifiée par le Cofrend, mais elle l'est dans de nombreux autres pays⁹ les États-Unis par exemple.

Des méthodes de détection de fuite à l'aide d'un système de mesure en maintien de pression permettent une grande précision de détermination du taux de fuite, sans recourir aux gaz traceurs. Dans le contrôle des emballages, ces méthodes ont l'avantage de contrôler l'ensemble du volume scellé, et notamment l'ensemble des soudures (longitudinales et transversales) qui sont très souvent inaccessibles par le procédé de pliage.

Les méthodes de détection de fuite en bassin sans dépression externe ont une sensibilité de l'ordre de 250 µm pour une probabilité de détection de 70 % pour le contrôle de contenants à volume variable 10. À cette difficulté intrinsèque du test en bassin, s'ajoutent les problèmes de la réalisation de l'emballage (soudure longitudinale), qui peuvent emprisonner des bulles d'air vues comme des fausses fuites.

Contrôle d'étanchéité ITM TODA-15

La méthode de contrôle ITM TODA-15 associe une mise en dépression des éléments à contrôler (réservoirs et accessoires et canalisations associées) à une détection acoustique des « bruits de fuites » dans les zones non étanches. La dépression est l'élément physique qui provoque l'émission de turbulences dans les zones non étanches. Les « bruits » de fuite (turbulences) sont détectés grâce au positionnement de capteurs dans l'installation contrôlée (canalisations, réservoirs associés et accessoires). Les capteurs ATEX sont raccordés à une interface électronique (TODA Unit) qui permet, en combinaison avec un logiciel spécifique, le traitement des signaux acoustiques et la gestion du contrôle d'étanchéité. La méthode de contrôle ITM TODA-15 est principalement utilisée dans les installations de stockage travaillant sous pression atmosphérique.

Courants de Foucault (ET)

Les courants de Foucault (ET)¹¹ sont des courants qui apparaissent dans un matériau conducteur lorsque l'on fait varier le flux magnétique à proximité. Ils sont une conséquence de la loi de Lenz-Faraday.

Dans le cadre des END, c'est l'induction magnétique B que l'on fait varier grâce à l'injection dans une bobine d'un courant alternatif selon différentes fréquences. Cette bobine joue le rôle d'émetteur et parfois récepteur, la variation de flux dans le matériau crée des courants induits : les courants de

Foucault (CF). En présence d'un défaut, leur circulation est perturbée par les variations de conductivité électrique dues à la géométrie du défaut. Cette perturbation entraîne une variation du champ magnétique créé par les courants de Foucault que l'on peut détecter grâce à la bobine (capteur inductif de type fluxmètre). La technique consiste à utiliser une sonde munie d'une bobine et de mesurer aux bornes d'un pont une différence de tension engendrée par la variation d'impédance de la bobine excitatrice/réceptrice.

Les examens non destructifs par courants de Foucault peuvent être automatisés ce qui rend le contrôle rapide ; et pratique notamment si l'environnement de contrôle est potentiellement dangereux. En présence d'un défaut complexe, un complément d'examen par ultrasons peut être effectué pour mieux caractériser l'anomalie.

Méthodes couplées

Récemment, des méthodes couplées ont vu le jour, et pour certaines sont encore dans le domaine de la recherche : les méthodes électromagnétiques acoustiques, électromagnétiques ultrasonores ou magnéto-optiques.