



Réalisation et caractérisation de composites particuliers métalliques utilisés comme dos de sondes ultrasonores hautes températures

Redha Boubenia

► To cite this version:

Redha Boubenia. Réalisation et caractérisation de composites particuliers métalliques utilisés comme dos de sondes ultrasonores hautes températures. Electronique. Université Montpellier, 2017. Français. NNT : 2017MONT047 . tel-01931260

HAL Id: tel-01931260

<https://theses.hal.science/tel-01931260>

Submitted on 22 Nov 2018

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

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

THÈSE POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER

En Électronique

École doctorale Information Structure Systèmes (I2S)

Unité de recherche Institut d'Électronique et des Systèmes (IES)

**Réalisation et caractérisation de composites
particulaires métalliques utilisés comme dos de sondes
ultrasonores hautes températures**

Présentée par Redha BOUBENIA

Le 24 Novembre 2017

Sous la direction de Jean-Yves FERRANDIS
et Philippe COMBETTE

Devant le jury composé de

Philippe COMBETTE

Florence DESPETIS

Mounsif ECH-ECHERIF, EL-KETTANI

Jean-Yves FERRANDIS

Cédric PAYAN

Eric ROSENKRANTZ

Pascal VAIRAC

Professeur à l'université de Montpellier

Maître de conférences à l'université de Montpellier

Professeur à l'université du Havre

Ingénieur de recherche-HDR à l'université de Montpellier

Maître de conférences-HDR à l'université d'Aix-Marseille

Maître de conférences à l'université de Montpellier

Professeur à ENSMM de Besançon

Directeur de thèse

Membre invité

Président

Directeur de thèse

Rapporteur

Co-encadrant de thèse

Rapporteur

A mes grands parents El-Hocine BOUBENIA et Abdelhamid BOUROUGA.

Ce travail de thèse s'est déroulé au sein de l'équipe Matériaux Microcapteurs et Acoustique (M²A) du département Capteurs, Composants et Systèmes à l'Institut d'Electronique et des Systèmes (IES) de Montpellier.

Je tiens à adresser en premier lieu mes remerciements à mes encadrants : Eric ROSENKRANTZ, Jean Yves FERRANDIS, Phillipe COMBETTE et Florence DESPETIS qui m'ont proposé le sujet et dirigé cette thèse.

Je souhaite également remercier Emmanuel LE CLEZIO responsable d'équipe et Alain FOUCARAN directeur du laboratoire, qui m'ont accueilli chaleureusement au sein de l'équipe et du laboratoire. Je les remercie également de m'avoir fait confiance sur tous les plans.

Je tiens ensuite à exprimer ma gratitude aux différents membres du jury. Je remercie le professeur Mounsif ECH-CHERIF EL-KETTANI d'avoir présidé ce jury. Je remercie également le professeur Pascal VAIRAC et le maître de conférences-HDR Cédric PAYAN qui m'ont fait l'honneur d'être rapporteurs de ces travaux de thèse.

Je tiens à remercier tous les membres de l'équipe qui ont tous contribué à la réussite de cette thèse de part leurs conseils, partage de connaissances et critiques scientifiques. Je tiens à remercier aussi les docteurs et doctorants de l'équipe M²A pour toutes les discussions pertinentes ou pas que nous avons pu avoir.

Enfin, je veux remercier mes parents, de m'avoir soutenu tout au long de ma vie. Je remercie aussi ma sœur et mon frère : mes deux meilleurs amis. Sachez que je puise en vous et en vos attentes une grande partie de ma motivation. Je vous aime ! J'ai obtenu le titre de docteur entièrement grâce à vous. Merci pour tout à vous quatre !

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE.....	9
Chapitre 1 : SONDES ACOUSTIQUES HAUTES TEMPERATURES	13
1. Les sondes acoustiques hautes températures	13
1.1. Généralités.....	13
1.2. Sonde acoustique mono-élément piézoélectrique.....	16
1.3. Sonde acoustique électromagnétique (EMAT).....	17
1.4. Sonde acoustique à base de sol-gel composite	17
2. Les éléments piézoélectriques pour des applications hautes température	18
2.1. Matériaux piézoélectriques.....	19
2.2. Exemples d'éléments piézoélectriques utilisés dans le domaine des hautes températures.....	20
2.3. Les dos de sonde acoustique hautes températures.....	22
3. Conclusion.....	24
4. Bibliographie	26
Chapitre 2 : MATERIAUX POUR LES APPLICATIONS HAUTES TEMPERATURES.	31
1. Contexte.....	31
2. Matériaux hautes températures.....	31
2.1. Introduction	31
2.2. Les facteurs limitatifs	31
2.2.1. La fusion.....	31
2.2.2. L'oxydation et la diffusion	31
2.2.3. La diffusion	32
2.3. Principaux matériaux utilisables pour la réalisation de dos dédiées aux applications hautes températures.	32
3. Notions de métallurgie des poudres	35
3.1. Elaboration des poudres	36
4. Compression et compaction des poudres.....	39
4.1. Compression par injection.....	39
4.2. La méthode conventionnelle de compression.....	40
4.3. Frittage ou recuit.....	45
5. Mise en place d'un protocole de pressage : essais sur des poudres d'étain pur.	45
5.1. Caractérisation des paramètres d'influences	50
6. Fabrication des dos acoustique	57
6.1. Fabrication de dos acoustique pressés à 40 [kN] et 80 [kN]	57

7. Conclusion.....	61
Bibliographie	63
Chapitre 3 : MISE EN ŒUVRE D’UN BANC DE SPECTROSCOPIE ULTRASONORE	65
1. Introduction	65
2. Notions fondamentales en acoustique	66
2.1. Ondes acoustiques	66
3. La spectroscopie ultrasonore	72
3.1 La première méthode au contact sans immersion.....	72
3.2 Méthode sans contact en immersion (insertion/substitution)	73
4. Précaution expérimentale	80
4.1 Introduction	80
4.2 Alignement géométriques.....	84
4.3 Distance émetteur/échantillon/récepteur	85
4.4 Rapport diamètre / épaisseur	87
5. Le traitement de signal associé à la spectroscopie ultrasonore	88
5.1 Acquisition	88
5.2 Déroulement de la phase et estimation de la fonction de transfert H	88
6. Effet de la diffraction sur les mesures de vitesse et d’atténuation.....	90
6.1. Introduction	90
6.2 Effets de la diffraction sur les mesures en transmission.....	92
7. Conclusion.....	95
Bibliographies	96
Chapitre 4 : RESULTATS EXPERIMENTAUX.....	99
1. Introduction	99
2. Elaboration et caractérisation d’échantillons à base de résine d’époxy/tungstène	100
2.1. Fabrication.....	100
2.2. Caractérisation acoustique.....	100
3. Caractérisation des échantillons métalliques	103
3.1. Adaptation de la simulation IEMA aux échantillons métalliques étain/tungstène	103
3.1.1. Estimation de la masse volumique et de La fraction volumique.	103
3.1.2. Estimation de la granulométrie	104
3.1.3. Estimation de l’atténuation dans l’étain	105
3.2. Caractérisation des premiers dos étain/tungstènes pressés à 40kN par simple action.....	106
3.3. Caractérisation des dos étain/tungstènes pressés à 80 [kN] par double action.....	110

3.3.1. Granulométrie comprise entre 44 et 74 [μm]	110
3.3.2. Granulométrie comprise entre 149 et 250 [μm]	112
4. Conclusion.....	117
Bibliographie	118
CONCLUSION	121
PERSPECTIVES.....	125
ANNEXE	129

INTRODUCTION GENERALE

Avec l'apparition d'importantes applications dans le domaine des hautes températures telles que les turbines à vapeur, les réacteurs d'avion ainsi que les réacteurs de fusée spatiale, la communauté industrielle et scientifique a exprimé un réel besoin de développer un ensemble d'instrumentations dédiées à la surveillance et le contrôle des structures et de vérifier leur résistance aux vieillissements et aux endommagements. Le contrôle non destructif par ultrasons est particulièrement bien adapté à cette problématique. Toutefois, les méthodes de contrôle non destructif par ultrasons actuelles sont relativement limitées en température. **Or, Il y aurait intérêt à augmenter la température de fonctionnement de ces instrumentations ultrasonores.**

Dans le domaine de la science des matériaux, le terme « haute température » correspond au 2/3 de la température de fusion. Il existe cependant d'autres définitions de ce terme et cela dépendant de l'application. Par exemple, pour les métaux on considère que la température est élevée dès lors que les phénomènes de corrosions et oxydations sont fortement accentués, sans qu'il n'y ait de règle précise. On fixe cette température à 500°C. Des instrumentations ultrasonores « haute température », permettraient de suivre le comportement et l'évolution des matériaux durant leurs expositions aux hautes températures, pour améliorer par exemple les processus de fabrication, ou encore, réaliser l'inspection en continu et en temps réel des structures, pour l'optimisation de la maintenance des installations chimiques [MOO07], aérospatiales [DAL01] mais surtout des installations nucléaires et pétrolières.

L'importance économique du domaine pétrolier à l'échelle mondiale est telle que ce secteur ne peut se permettre d'avoir des problèmes sur ses infrastructures à cause notamment d'un mauvais entretien. Les canalisations pétrolière (oléoducs) et gazière (gazoducs) s'étendent sur des kilomètres à une température qui peut atteindre les 150°C (déjà élevée pour le contrôle non destructif par ultrasons) qu'il faut savoir entretenir et sécuriser pour éviter tout risque d'accident (rupture de canalisation, fuite, ...). Pour ce faire, l'industrie pétrolière utilise plusieurs techniques et technologies en plus du contrôle non destructif (épreuve sous pression, racleurs instrumentés,...) utilisant des sondes hautes températures. L'efficacité de ces techniques et technologies n'est en aucun cas contestée, mais elles restent tout de même fragiles et peu employées. La nécessité de trouver des sondes adéquates à ces environnements hostiles (hautes pressions, hautes températures, ...) est toujours d'actualité, pour pouvoir contrôler en continu et sans risque, la détection de défaut dans une industrie indispensable au bon fonctionnement économique de notre société.

Autre domaine et une même nécessité de sondes hautes températures : le domaine nucléaire. Que ce soit pour le contrôle des installations de production d'électricité ou des réacteurs expérimentaux, il existe un besoin croissant pour des capteurs pouvant fonctionner à température élevée et même sous flux intense (neutronique, gamma,...) lorsque le contrôle doit être effectué avec les réacteurs en fonctionnement.

Dans l'équipe Matériaux Micro-capteurs et Acoustique (M2A) de l'institut d'électronique et des systèmes (IES), nous travaillons en outre, sur l'élaboration de sondes capables de mesurer certaines propriétés (mesure de pression et de composition de gaz de fission) pour la surveillance de l'herméticité des gaines de combustible nucléaire avec pour principal objectif d'avoir un meilleur contrôle sur le rendement des combustibles [ROS13]. En 2010, une mesure a été réalisée à 150°C en réacteur expérimental, pendant plusieurs semaines. Sur cette problématique, les travaux actuels visent un fonctionnement aux alentours de 450°C voir 750°C (l'inspection des réacteurs génération IV à refroidissement sodium). A l'état de recherche la température maximale de fonctionnement connue est de 550°C pendant 55h [KAZ08, PAR13].

Au delà du domaine énergétique, il existe une croissance de la demande de sondes ultrasonores hautes températures pour le contrôle du processus de fabrication d'une large gamme de matériaux comme par exemple, pour le contrôle de la fabrication de matériau composite, qui durant le processus de fabrication développent souvent des craquements lors du traitement thermique [FOU15, RIE15]. La détection de ces défauts au bon moment permet l'arrêt de la fabrication durant le processus de fabrication. **L'intérêt de disposer d'instrumentations ultrasonores capables d'opérer dans des milieux à hautes températures et en continu est donc très fort.**

L'objectif de cette thèse s'inscrit dans une perspective de réalisation et d'optimisation des sondes ultrasonores hautes températures. Il conviendra dans notre cas d'étudier les possibilités de fabrication puis la caractérisation de différents matériaux (avec des propriétés acoustiques différentes) pouvant être utilisés en hautes températures. Comme nous le verrons par la suite plusieurs éléments doivent être pris en compte dans la conception et la réalisation de sondes acoustiques, l'élément actif piézoélectrique, les matériaux pour les dos atténuants, les matériaux de couplage pour associer ces éléments (brasures, colles), les prises de contacts électriques. Des précautions particulières pour chacun des composants de la sonde doivent être prises. Les travaux de thèse concernent en particulier la face arrière de la sonde ultrasonore « le dos » connu sous le nom de « backing ».

Le manuscrit sera divisé en quatre chapitres. Le premier chapitre présentera de façon brève les différents types de sondes acoustiques utilisées pour les applications hautes températures. Il commencera par faire une description générale des sondes acoustiques, pour rentrer plus en détails sur les matériaux utilisés constituant la sonde acoustique et leurs tenues en température. Pour ce faire, quelques exemples de sondes acoustiques hautes températures seront citées. La fin du chapitre décrira le constituant qui nous intéresse, à savoir la face arrière de la sonde acoustique (dos acoustique).

Le second chapitre énoncera quelques facteurs limitatifs dans le domaine des hautes températures. Les différents matériaux susceptibles d'être utilisés comme face arrière d'une sonde acoustique et leurs méthodes de fabrication seront présentés. On retiendra pour la fabrication des matériaux la méthode par compression uniaxial.

Sachant que les résultats bibliographie de cette méthode ne s'applique pas à notre étude, il a parut judicieux de faire une étude sur les paramètres d'influence. A la fin de ce chapitre un protocole expérimental sera établi pour la réalisation de composites métalliques étain/tungstènes.

Les échantillons réalisés seront caractérisés par spectroscopie acoustique. Cette technique de caractérisation étant inexistante au sein du laboratoire, il a fallu donc réaliser un banc de spectroscopie nous permettant de mesurer les propriétés acoustiques (atténuation et vitesse). Le troisième chapitre exposera les différentes techniques de spectroscopies acoustiques existantes, celle retenue ainsi que les précautions expérimentales à prendre et le traitement du signal associé.

On finira par présenter au quatrième chapitre les résultats expérimentaux sur les dos acoustiques pressés à 40 [kN] et à 80 [kN]. On comparera les résultats expérimentaux aux données obtenues à l'aide d'un modèle théorique de diffusion multiple [AGG04].

Chapitre 1 : SONDES ACOUSTIQUES HAUTES TEMPERATURES

1. Les sondes acoustiques hautes températures

1.1. Généralités

La première application des matériaux piézoélectriques fut le sonar. Depuis, leur utilisation ne cesse d'augmenter et les améliorations ne cessent de s'accroître. Les matériaux piézoélectriques sont les constituants principaux des sondes ultrasonores. Avec le développement de ces sondes, se sont développés également le contrôle non destructif et les essais non destructifs par ultrasons. Bien que très répandu, la plupart des applications des sondes ultrasonores sont à température ambiante (50°C maximum). Aujourd'hui, environ 15% des utilisations des transducteurs hautes températures concerne les sondes acoustiques (figure 1-1) [web of sciences]. Or, la nécessité d'effectuer des inspections en services à des températures pouvant atteindre 750°C constitue un réel besoin notamment pour les industries pétrolière et nucléaire.

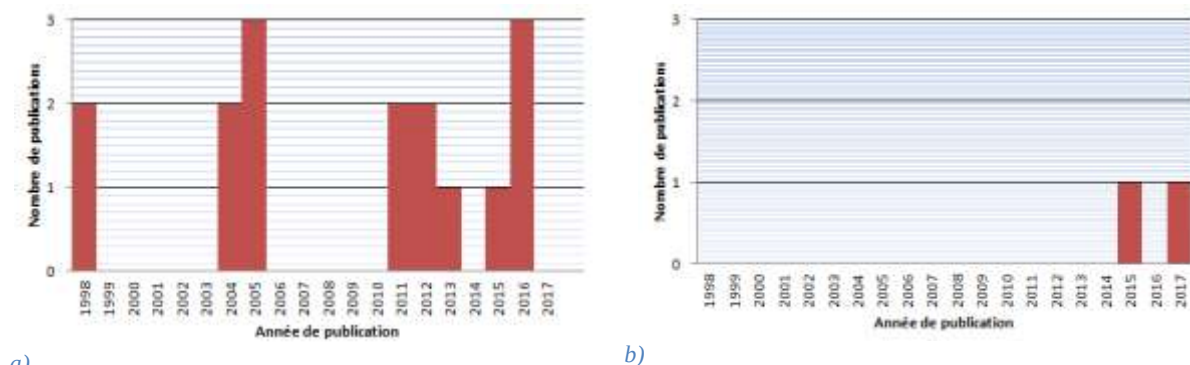


Figure 1-1: Evolution du nombre de publication sur les matériaux piézoélectriques pour des applications hautes températures en générale(a) et pour des applications acoustiques pour les applications hautes températures (b) de 1998 à 2017 [Web of science].

[PAR13] propose une étude dans laquelle les matériaux testés sont l'AIN, YCOB et le LiNbO₃. Une fois ces matériaux testés en température, ils ont été couplés à des feuilles d'aluminium ou d'argent. Le suivi de l'écho d'aller-retour normalisé a permis d'évaluer la tenue de ces assemblages à une température de 550°C. Dans cette étude, [PAR13] montre la bonne tenue en température des sondes ultrasonores. Il fait remarquer que la baisse des performances est due en partie au matériau de support (carbone) qui pourra être corrigé par l'utilisation d'un support en aluminium poreux.

Une sonde acoustique est classiquement constituée de trois parties (figure 1-2):

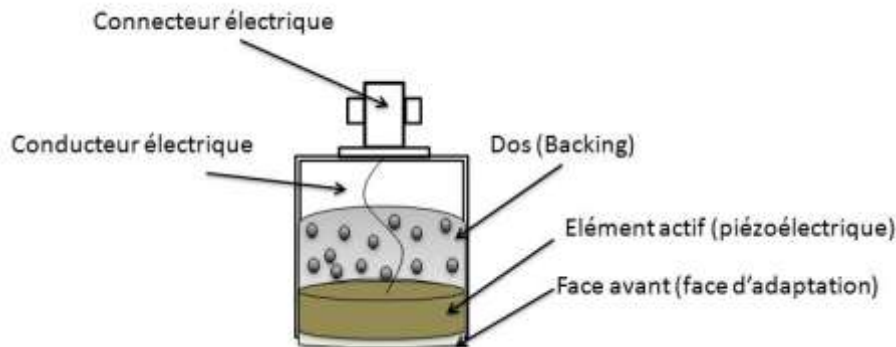


Figure 1-2: Principe d'une sonde acoustique mono-élément.

- Le matériau piézoélectrique constitue la partie active du capteur qui permet de générer l'onde acoustique. L'épaisseur de la partie active contrôle la fréquence de la sonde par la relation :

$$f = \frac{v}{2e} \quad (1.1).$$

Avec e l'épaisseur du matériau piézoélectrique et v la vitesse de l'onde dans le l'élément piézoélectrique. Dans le domaine du contrôle et de l'examen non destructif, l'impédance acoustique du milieu étudié est différente de celle de l'élément piézoélectrique. Cette différence d'impédance se traduit par une réflexion de l'onde à l'interface du milieu étudié on parle alors de perte par insertion. Une grande partie de l'énergie acoustique est réfléchiée et donc non transmise. Typiquement, l'impédance d'un PZT est de l'ordre de 30 MRayls, celle de l'eau (milieu d'injection le plus courant) de 1,5 MRayls, dans ces conditions environ 90 % de l'énergie est réfléchiée. On remédie en partie à ce problème en ajoutant une couche d'adaptation.

- En face avant du piézoélectrique on peut rajouter une couche antireflet d'épaisseur $e = \frac{\lambda_0}{4} = \frac{v_{piezo}}{4 * f_0}$ et idéalement d'impédance $Z = \sqrt{Z_{piezo} * Z_M}$. Le problème d'utiliser une seule couche est que l'adaptation n'est valable que sur une bande passante relativement faible. On y remédie en utilisant deux à trois couches d'impédance intermédiaire entre l'impédance du milieu et celle de l'élément piézoélectrique. Pour maximiser la puissance injectée, il faut maximiser la transmission d'énergie de la sonde et donc avoir un coefficient de transmission proche ou voire égal à 1 et un coefficient de réflexion proche ou voire égale à 0. En optique, Hammer [HAM43] a montré que pour maximiser le coefficient de transmission entre deux milieux d'indice respectifs n_1 et n_3 séparés par un milieu d'indice n_2 , il faut que $n_2 = \sqrt{n_1 * n_3}$. En micro onde, Stratton [STR41] et Brekhovskikh [BRE60] montrent l'analogie avec les couches diélectriques. Ils montrent aussi que le coefficient de réflexion est réduit dans le cas où l'épaisseur entre les deux milieux vaut $e = \lambda/4$.

En considérant que l'indice du milieu n en optique, correspond à l'impédance acoustique $Z = \rho * c$, Lawrence [LAW64] constate que le maximum de puissance transmis entre des milieux d'impédance respective Z_1 et Z_3 séparés par un milieu d'impédance Z_2 est atteint lorsque $Z_2 = \sqrt{Z_1 * Z_3}$ et que son épaisseur $e = \lambda/4$.

- G. Kossoff [KOS66] et J. Souquet [SOU79] montrent l'effet des couches d'adaptation sur les performances des sondes acoustiques. Ils introduisent pour la première fois le concept de dos ou backing et montrent leur impact sur la bande passante et la sensibilité des sondes. L'approche inclut l'utilisation de « backing » atténuants et d'une couche d'adaptation quart-d'onde.

Le cœur de ce travail de thèse concerne ce dernier élément. Son rôle est essentiellement d'élargir la bande passante de la sonde en amortissant la résonance de l'élément actif (à l'image d'un circuit RLC dans lequel on augmenterait R ou d'un système masse-ressort dans lequel on augmenterait la masse). Le dos est placé en face arrière de l'élément actif. Il doit être suffisamment atténuant pour absorber l'onde mécanique émise en face arrière. L'impédance du dos permet de contrôler la bande passante relative des sondes. En pratique l'atténuation α et l'épaisseur e et $A_0 A_1$ l'aller-retour dans le matériau est telle que :

$$20 * \ln \frac{A_1}{A_0} = -2e\alpha < -40dB \quad (1.2).$$

Pour l'étude et le contrôle du fonctionnement des sondes comportant plusieurs couches d'adaptation, le modèle KLM est le plus utilisé. Initié par Krimholtz, Leedom et Matthaei, il est utilisé par plusieurs auteurs [SOU79, SMI79] pour la conception de sondes acoustique à large bande et à faible perte, comme par exemple pour le domaine médical (imagerie médicale).

Il existe d'autres méthodes pour l'étude du fonctionnement des sondes acoustiques. Dans l'hypothèse d'onde plane à une dimension, un calcul itératif permet de calculer l'impédance électrique à la sortie de l'élément actif de la sonde acoustique, à l'entrée de l'élément piézoélectrique. La description du formalisme de la méthode est donnée de manière précise dans [BRE60]. En effet, l'impédance acoustique Z_m vue à l'entrée d'une couche m d'un matériau se déduit par une succession de calcul itératif [ROB94].

$$Z_m = Z_m \frac{Z_{m+1} + iZ_m * \tan(kd)}{Z_m + iZ_{m+1} * \tan(kd)} \quad (1.3).$$

Avec d l'épaisseur de la couche du matériau et k vecteur d'onde.

Une autre méthode utilisant des modèles d'éléments finis est utilisée pour l'étude et l'amélioration des performances des sondes acoustiques. J. Assad [ASS96] montre l'équivalence de la méthode par éléments finis, la méthode KLM et le calcul itératif de Brekovskhi. L'inconvénient majeur de la méthode est la grande taille du problème numérique.

L'étude sur la couche d'adaptation et son comportement dans des milieux hautes températures ne sera pas traité. Il existe des travaux, dans lesquelles les auteurs montrent l'influence des différents paramètres de la couche d'adaptation sur les indicateurs de performances [ROS07].

1.2. Sonde acoustique mono-élément piézoélectrique

Commercialement, il n'existe aucune sonde acoustique pouvant fonctionner en continu aux températures visées (premier palier à 300°C et deuxième palier à 750°C). Les contrôles non destructifs dédiés aux domaines des hautes températures sont réalisés en effectuant une mesure rapide afin que l'élément actif ne soit pas soumis à des températures trop élevées et on refroidit parfois les lignes à retard qui permettent, le temps que la chaleur diffuse au sein de la ligne à retard, de faire les mesures. Toutefois, quelques prototypes de sondes ultrasonores pouvant fonctionner en continu à des températures élevées existent.

Dans des travaux relativement récents [PAR13] trois matériaux piézoélectriques sont utilisés pour faire une sonde ultrasonore (YCOB, AIN, LiNbO₃). Les éléments de la sonde sont empilés dans un tube et maintenu en contact avec un ressort (figure 1-3-a). Le suivi d'un écho d'aller-retour normalisé est réalisé, on observe une réponse acoustique pendant 55h à 550°C (figure 1-3-b). Au delà, le dos acoustique en carbone se dégrade et le signal acoustique est perdu. Il ressort de ces travaux que le matériau piézoélectrique qui présente la meilleure tenue en température est l'YCOB.

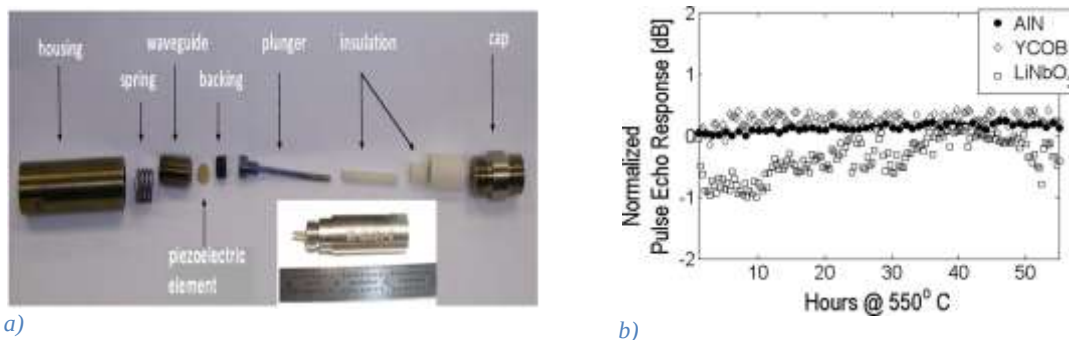


Figure 1-3: Prototype de sonde acoustique dédiée à la mesure dans le domaine des hautes températures [PAR13] (a) et les résultats sur les différentes parties actives utilisées pour la réalisation de la sonde (b) [PAR13].

En 2015, une sonde est réalisée avec du niobate de lithium et un dos en céramique poreuse. Cette sonde est couplée à une plaque d'inox de 10 mm et l'écho d'aller-retour est enregistré pendant que la température augmente jusqu'à atteindre les 600°C [AMI15]. Les auteurs observent une réponse acoustique jusqu'à 200°C. Après refroidissement, de 600°C à une température ambiante, la sonde retrouve un fonctionnement normal. Les éléments constituant la sonde étaient intacts et toujours solidaires entre eux. La perte de signal (dans ce cas) à 200°C était due à la perte du couplage acoustique entre la sonde et la plaque d'inox.

Ces deux derniers exemples mettent en avant la difficulté de réalisation de sondes acoustiques dédiées aux domaines des hautes températures. Pour réaliser ce type de sonde il faudra non seulement s'assurer que tout l'ensemble des éléments de la sonde fonctionne à « haute température », mais un soin particulier doit aussi être apporté à l'assemblage et au couplage acoustique de ces éléments.

Le problème du couplage acoustique entre la sonde et l'élément à inspecter peut être en partie résolu en utilisant un couplage solide/liquide. En effet, lorsque le couplant solide rentre en fusion à 600°C le signal acoustique est retrouvé [AMI15-b].

1.3. Sonde acoustique électromagnétique (EMAT)

La méthode classique pour générer des ultrasons est basée sur la vibration d'un élément piézoélectrique. Il existe une méthode basée sur l'excitation électromagnétique utilisant des ondes ultrasonores à la surface du matériau. Les ultrasons sont induits par des interactions électromagnétiques dans un matériau électriquement conducteur. Étant donné que l'onde ultrasonore est générée dans le composant lui-même, il n'est pas nécessaire d'avoir un milieu de couplage (figure1-4).

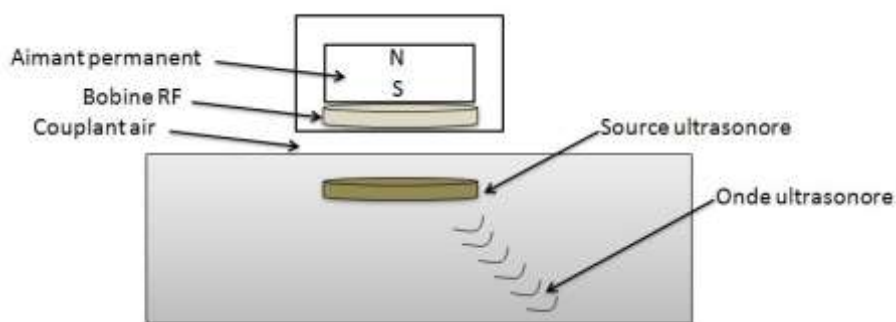


Figure 1-4: Schéma de principe d'un EMAT

N'ayant pas besoin d'être au contact de la pièce, donc ne nécessitant pas de couplant, les sondes ultrasonores électromagnétiques (EMAT) ne sont donc pas affectées par les conditions environnementales et peuvent résister à des hautes températures. Toutefois, Les ondes générées ne se propagent que dans un milieu magnétique ou métallique et de plus, ces transducteurs ont un mauvais coefficient de rendement (rendement électromécanique). Les EMATs présentent un coefficient de couplage électromécanique plus faible que les sondes acoustiques classiques (mono et multiélément). Les EMATs ont été utilisés auparavant pour la détection de défauts par ondes guidées [SAL09]. Ils sont aussi utilisés pour la détection de défauts sur des longues distances de tuyaux pour déterminer la dégradation du matériau due à la fragilisation neutronique et au vieillissement thermomécanique [ALP10-11].

1.4. Sonde acoustique à base de sol-gel composite

Des éléments piézoélectriques peuvent être réalisés par synthèse sol/gel. Il existe trois types de synthèse sol/gel selon la température d'application visée : PZT/PZT (200°C), BIT/PZT (500°C) et PZT/LiNbO₃ (600°C). Ce type de matériau a d'assez bonnes caractéristiques avec notamment un assez bon rapport signal sur bruit. Le procédé de fabrication permet théoriquement le dépôt d'un élément actif sur n'importe quelle surface [KOB84] à haute température. **Toutefois, le couplage avec les métaux est difficile.** Les sondes intégrées présentent une facilité de fabrication, elles sont stables à haute température, elles ont un bon ratio entre le signal et le bruit et elles peuvent être intégrées sur des géométries complexe [KOB04]. Cependant, étant des sondes intégrées, le processus

d'installation est souvent assez long et peut endommager la structure à examiner. Le dépôt de la synthèse sol/gel sur de la silice jouant le rôle de ligne à retard (qui permet le refroidissement), permet de réaliser des sondes que pour la mesure d'épaisseurs (à 32 μm près) de plaque à 150°C (figure1-5).

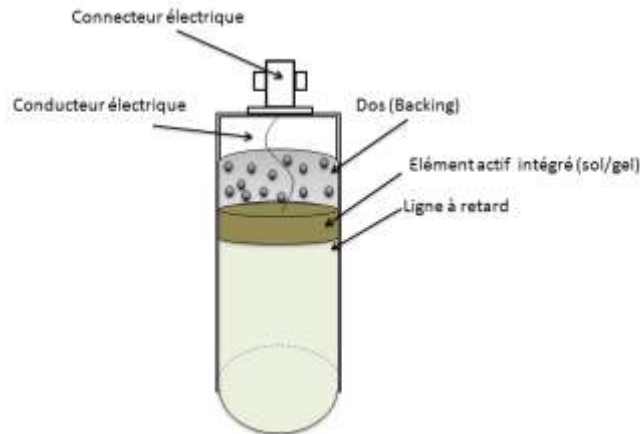


Figure 1-5: Sonde ultrasonore intégrée avec ligne à retard

Kobayashi et al [KOB06] proposent des sondes ultrasonores réalisées à base de sol /gel déposé sur substrat flexible (Flexible Ultrasonic Transducer FUT). Les feuilles de titane, d'acier inoxydable ou encore les feuilles de polyimide métallisées (d'épaisseur inférieure à 75 micromètres) sont les principaux matériaux utilisés comme substrat car ils présentent de très bonnes propriétés à hautes températures (résistance et flexibilité).

Les sondes ultrasonores flexibles ont un processus de fabrication plus simple que les sondes rigides. Shih et al [SHI10] montrent le suivi d'un écho d'une sonde ultrasonore flexible déposée sur un tube en acier, à une température atteignant les 490 ° C.

2. Les éléments piézoélectriques pour des applications hautes température

Quel que soit le type de sonde l'enjeu dans le domaine du contrôle non destructif ultrasonore à haute température est de trouver des matériaux constituant la sonde résistants à ces températures élevées et d'assurer le couplage mécanique et acoustique.

Nous venons de voir quelques matériaux piézoélectriques qui peuvent entrer dans la réalisation de sondes pour des applications hautes températures. Nous allons maintenant faire un bref état de l'art sur les éléments piézoélectriques pour les hautes températures avant d'aborder les matériaux potentiellement utilisables pour faire des dos dédiés à des applications hautes températures.

Notons que le domaine de l'instrumentation dédiée aux mesures à hautes températures ne concerne pas seulement la contrôle non destructif par ultrasons, mais aussi de nombreux travaux ont permis la réalisation d'une diversité de sondes dédiées aux mesures hautes températures comme les sondes piézorésistives [COO35, TUR94, SAN62, PET82], capacitives [DAR04, ZIM95], à base de fibres optiques [YOU11, XIU05].

On doit la découverte du phénomène de piézoélectricité aux frères Pierre et Jacques Curie en 1880. Le terme piézoélectricité ne sera effectif qu'en 1881, après la vérification des frères Curie du phénomène inverse découvert par Gabriel Lippman [CUR81].

Du grec « piezin » signifiant « presser », l'effet piézoélectrique est la propriété qu'ont certains matériaux à convertir une énergie électrique en énergie mécanique et vice versa [POC05]. Le sonar fut la première application des effets piézoélectriques, utilisant l'émission et la réception d'une onde acoustique ; il permet la mesure de la distance séparant un émetteur d'un objet réfléchissant l'onde acoustique [WAR81].

2.1. Matériaux piézoélectriques

Il existe plusieurs types de matériaux piézoélectriques, de synthèse ou naturels. Ils sont souvent classés selon leur composition chimique, leur cristallographie. On peut distinguer :

- Les matériaux piézoélectriques cristallins, le sont à l'état naturel. Ils peuvent être monocristallins avec un coefficient de piézoélectricité faible ; ils sont souvent utilisés pour les générateurs basses fréquences, les balances, et les oscillateurs. Ils peuvent aussi être polycristallins, à fort coefficient piézoélectrique si on arrive à orienter les grains dans une direction préférentielle en appliquant un fort champ électrique, comme dans le cas des céramiques. Les matériaux cristallins ne peuvent pas être piézoélectriques s'ils possèdent un centre de symétrie.

- Les polymères piézoélectriques, présentent un coefficient piézoélectrique plus faible que les matériaux monocristallins avec en plus de la perte diélectrique importante [SHU05]. Cependant, leur flexibilité, leur faible impédance acoustique et leur faible cout, leur permettent d'être utilisés dans un nombre important d'application (hydrophone, transducteur, automobile, échographie, ...). Les polyvinylidene difluoride (PVDF) sont les plus utilisés dans l'industrie. Cependant, ils ne peuvent pas être utilisés pour des applications pour laquelle la température peut atteindre les 120°C et sous flux.

- Les matériaux composites, le plus souvent composés de deux constituants (phases), un constituant piézoélectrique (typiquement une céramique) et un constituant non piézoélectrique (typiquement une résine d'époxy)(figure1-6). Les composites sont caractérisés par l'arrangement entre les deux phases (figure1-6). Les matériaux composites permettent d'obtenir des coefficients de couplage notamment en mode épaisseur plus élevés que les céramiques seules. La présence de résine et le fait qu'il y ait plusieurs interfaces époxy/ PZT fait qu'ils ne sont pas dédiés à fonctionner à hautes températures. Les sondes du commerce sont quasiment toutes fabriquées avec ceux type de composite. La température maximale d'utilisation des ces sondes est de l'ordre de 50°C.

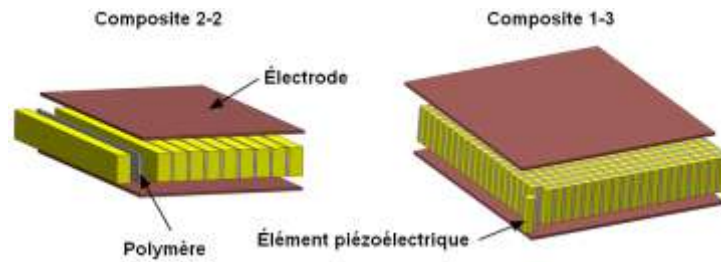


Figure 1-6: Schéma de piézo-composite les notations 1-3 ou 2-2 représente la connectivité de chacune des deux faces [UCH01]

L'effet piézoélectrique d'un matériau est limité par sa température de Curie T_c . En effet, la température de Curie marque la limite d'une phase ferroélectrique dans laquelle le matériau présente ses caractéristiques piézoélectriques et la phase para-électrique où le matériau perd toutes ses caractéristiques piézoélectriques à cause de la réorganisation des grains de façon aléatoire. Il est recommandé d'utiliser l'élément piézoélectrique jusqu'au $2/3$ de la température de Curie. Au-delà de cette température, il peut se dépolariser par effet pyroélectrique.

Actuellement, les recherches sur les matériaux piézoélectriques portent sur l'optimisation de cette température de Curie et la conservation des propriétés piézoélectriques en température. L'enjeu majeur, réside dans l'intégration de ces éléments dans des sondes hautes températures (accéléromètre, acoustique).

2.2. Exemples d'éléments piézoélectriques utilisés dans le domaine des hautes températures

Il existe plusieurs matériaux piézoélectriques utilisés pour la réalisation de sondes piézoélectriques dédiées au contrôle non destructif, plus précisément pour la détection d'anomalie (fissure, corrosion, ...) et pour la caractérisation des propriétés mécaniques de matériau (vitesse, atténuation, ...). Par exemple, dans l'industrie automobile, on vient mesurer les effets de vibration dans les moteurs à des températures pouvant atteindre les 1200°C [ETT08].

Récemment des accéléromètres piézoélectriques à base de monocristal d'oxyborate de calcium d'yttrium ($\text{YCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$ ou (YCOB)) ont été réalisés, caractérisés et testés [ZHA12]. Les auteurs révèlent la tenue en température de ces sondes piézoélectriques et leurs bonnes sensibilités. En effet, pour une fréquence de travail, l'accéléromètre piézoélectrique de S.Zhang et al résiste à une température de l'ordre de 900°C durant 3h et possède une sensibilité $2.4 \pm 0.4 \text{ pC/g}$ [ZHA12](figure1-7).

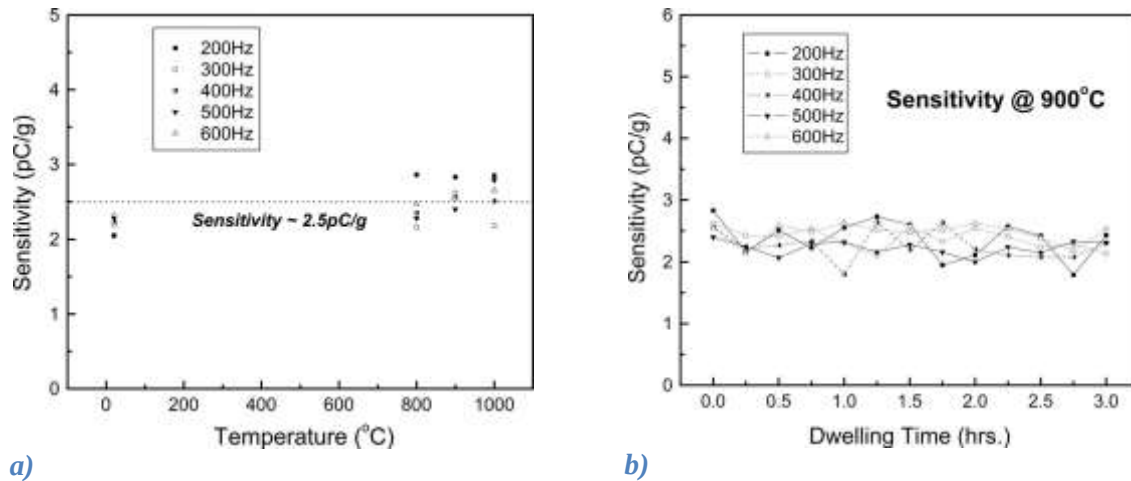


Figure 1-7: Courbe comportementale de la sensibilité de YCOB en fonction de la température (a) et du temps de fonctionnement (b) [ZHA12].

En 2012, K.Kim et al publient des résultats sur un accéléromètre en cisaillement utilisant un élément piézoélectrique à base d'YCOB. Cet accéléromètre a fonctionné pendant 9h à 1000°C avec une sensibilité de $5.9 \pm 0.06 \text{ pC/g}$ (figure 1-8) [KIM12].

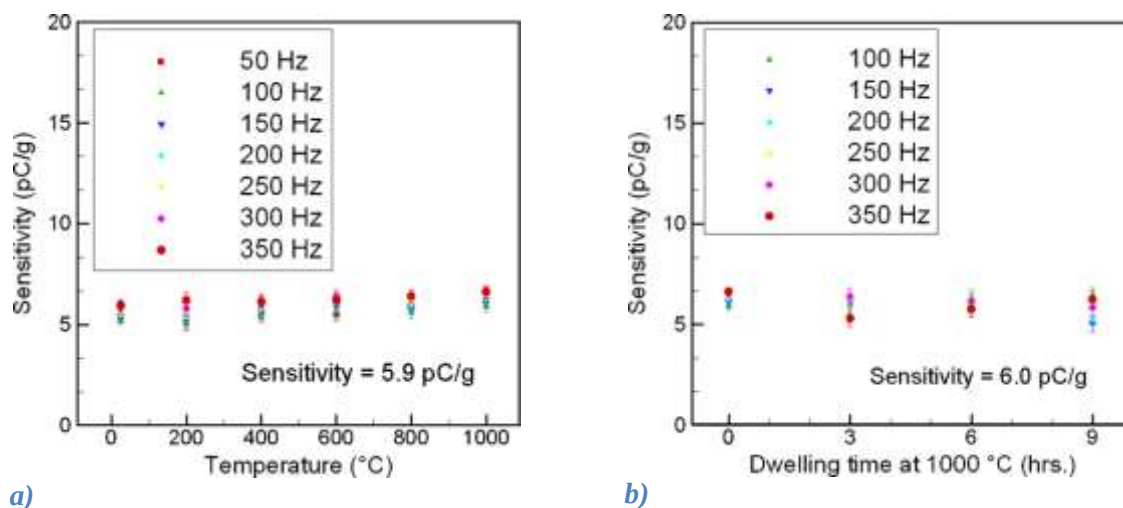


Figure 1-8 : Courbe comportementale de la sensibilité de YCOB en fonction de la température (a) et du temps de fonctionnement (b) [KIM12].

D'autres sondes de type piézoélectrique sont réalisées afin d'opérer dans des milieux à hautes températures. Par exemple, les sondes acoustiques de surface (Surface Acoustic Wave, SAW) utilisant un cristal d'ortho phosphate de gallium (GaPO_4) ont montré une bonne tenue en température jusqu'à 600°C [HAM06]. L'indice de performance (coefficient de réflexion électrique S_{11}) de la sonde révèle une bonne stabilité aux hautes températures. Durant 300 heures à 600°C la sonde présente un décalage de fréquence de l'ordre de 0.03ppm/h et une baisse d'environ 3dB du coefficient de réflexion S_{11} (figure 1-9) [HAM06].

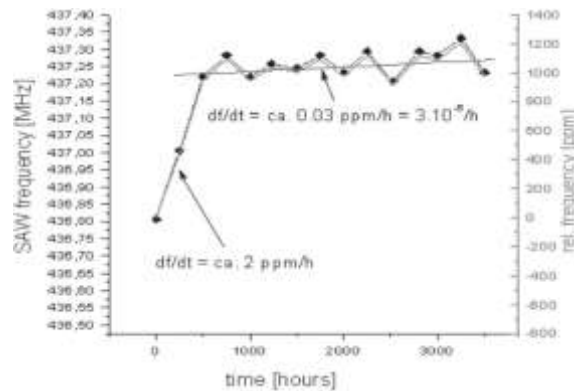


Figure 1-9: Déviation fréquentiel d'une sonde SAW en fonction du temps de fonctionnement [HAM06].

Pour améliorer les performances en température des sondes SAW, certains auteurs travaillent sur l'élaboration d'électrode à base de Pt/Rh/ZrO₄ plus résistante aux hautes températures sur un substrat de lanthane de gallium (LGS) [CUN11]. Les auteurs montrent le fonctionnement des sondes SAW à 925°C avec des performances stables et répétables sur des mesures de température d'un disque aubagé monobloc, d'une turbine JetCap (figure 1-10) [CUN11]. **Cet exemple montre que l'ensemble des éléments d'une sonde utilisant un matériau piézoélectrique doit être optimisé.**

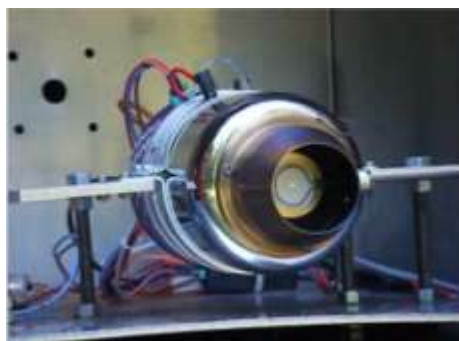


Figure 1-10: Image de la turbine JetCap sur laquelle les mesures température ont été réalisées [CUN11]

D'autres études sur des matériaux piézoélectriques comme le nitrure d'aluminium (AlN) ont permis d'apporter des améliorations sur la tenue en température des sondes piézoélectriques. En effet, le matériau AlN peut être opérationnel jusqu'à 1000°C [PAT90].

Nous remarquons que la plupart des matériaux que nous venons de citer sont ceux utilisés et présentés dans le paragraphe précédent [PAR13]. Notre équipe travaille également dans ce domaine, dans le cadre d'une collaboration avec le CEA. Les travaux de thèse d'O. Gatsa concernent la conception d'une seconde génération de capteurs de composition de gaz pour une intégration en réacteur expérimental avec un fonctionnement à 450°C. Une grande partie des travaux se concentre sur l'optimisation d'un matériau piézoélectrique pouvant être déposé directement sur des substrats par des méthodes de sérigraphie.

2.3. Les dos de sonde acoustique hautes températures

Pour une sonde, la face arrière (dos ou backing) est utilisée pour atténuer voire supprimer les échos de l'onde acoustique transmise en face arrière du piézoélectrique. Les matériaux utilisés

sont très atténuants et réalisés à partir de composites particuliers. Les dos réalisés par l'adjonction de poudre de tungstène dans une matrice de plastique sont les plus faciles à concevoir (figure 1-11).

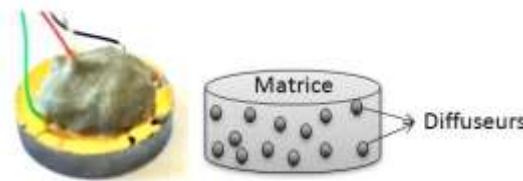


Figure 1-11: Dos de sonde acoustique

Dans le cas idéal, il faudrait être capable de contrôler l'impédance acoustique et l'atténuation de la face arrière pour être capable de contrôler la gamme fréquentielle de la sonde acoustique. Pour ce faire, on ajuste alors la taille des particules afin que le « dos » ait les caractéristiques voulues. Les particules d'impédance acoustique beaucoup plus importante que celle de la matrice agissent comme des diffuseurs. La répartition aléatoire de ces particules induit des réflexions multiples et l'onde s'atténue par interférences destructives (figure 1-11).

En général, les matériaux utilisés comme supports sont des polymères [HAR74] réalisés par pressage uniaxial. Dans le but d'améliorer la performance des différents dos, ainsi que leur tenue dans des milieux hostiles (forte pression, haute température, etc.) différents auteurs ont étudié les propriétés acoustiques des matériaux composites. Parmi les composés qui ont montré de meilleurs résultats, il a été proposé différentes résines polymères combinées avec des particules métalliques d'argent, d'or, d'oxyde de plomb ou de tungstène, entre autres [FOL72]. Cependant l'impédance acoustique de ce type de dos est faible. Pour avoir une impédance acoustique qui avoisine celle de l'élément actif (PZT), il faut une forte concentration de tungstène ce qui fait apparaître un phénomène de sédimentation et de porosité [LEE73-ROK81] (figure 1-12).



Figure 1-12: Sédimentation des particules de diffuseurs d'un dos de sonde avec une matrice en époxy et des diffuseurs en tungstènes avec trois fractions volumiques de tungstène différentes (5%W, 15%W et 30%W) avec une sédimentation à 30%

Pour éviter ces problèmes de sédimentation, les dos ont été ensuite réalisés par pressage uniaxial de poudre de polymère et de tungstène [GRE86]. Malgré cela, les impédances acoustiques obtenues avec ce type de dos n'étaient pas suffisamment élevées pour être utilisées sur des éléments piézoélectriques massifs comme les céramiques PZT (d'impédance comprise entre 25 et 40 [MRayls]). Pour remédier à ce problème certains auteurs ont proposés de réaliser des composites métalliques qui permettent d'obtenir des impédances acoustiques élevées [ROK81-SAY84].

L'utilisation de deux poudres d'impédances très différentes permet d'obtenir des matériaux très atténuants. Sayers [SAY84] propose d'utiliser des composites d'étain, d'aluminium et du cuivre mélangés avec du tungstène, il ne fait qu'une étude théorique limitée et ne donne aucune estimation de l'atténuation de ces composites. Pour ajuster finement l'impédance acoustique Rokhlin [ROK81] utilise des composites métalliques constitués de 3 poudres métalliques (Etain/Fer/tungstène). Il ne présente que les valeurs d'impédances en fonction de la pression de pressage. Nous avons décidé de poursuivre et compléter ces travaux avec pour objectif d'utiliser ces composites à des températures de 200°C.

Des travaux récents [AMI15] montrent que les céramiques poreuses peuvent être utilisées comme des dos acoustiques dans le domaine des hautes températures. La taille et la fraction volumique des pores contrôlent l'impédance et l'atténuation acoustique (figure 1-13). Ces matériaux ont été utilisés pour réaliser une sonde acoustique avec du niobate de lithium (LiNbO₃) pour une température de fonctionnement de l'ordre de 800°C.

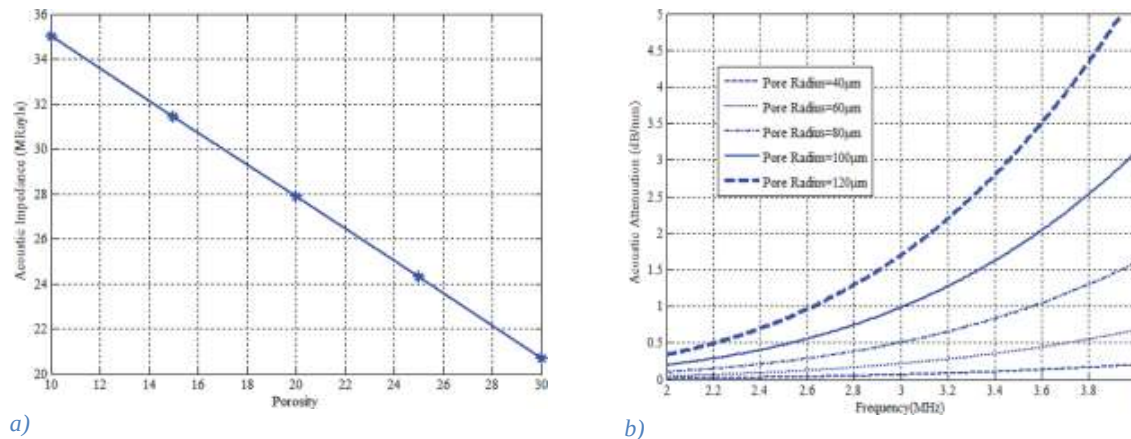


Figure 1-13 : Variation de l'impédance acoustique en fonction de la porosité(a), variation de l'atténuation acoustique en fonction de la taille des pores de la fréquence (b) [AMI15].

3. Conclusion

La réalisation de céramique poreuse est très compliquée. Elle fait appel à du matériel très coûteux et compliqué d'utilisation. De plus, les atténuations de ce type de céramique ne sont pas très élevées (575 Np/m à 5 MHz). Nous avons décidé de réaliser des dos à partir de composite particulaire métallique par pressage uniaxial. Dans le chapitre suivant nous traiterons de la mise en œuvre d'un protocole de pressage qui nous a permis d'obtenir des échantillons d'étain/tungstène.

Pour pouvoir caractériser acoustiquement nos futurs matériaux « dos », il va falloir trouver une technique de caractérisation adéquate pour la détermination des propriétés acoustiques voulues. Pour extraire les paramètres acoustiques des échantillons, la spectroscopie acoustique semble être la plus adaptée. Dans le chapitre 3, le choix de la technique de spectroscopie acoustique sera présenté via un état de l'art et justifié.

Mais intéressons nous dans le chapitre 2, aux matériaux susceptibles d'être utilisés comme sondes acoustique, leurs limites pour une utilisation en milieu hostiles et leurs technologies de fabrication. Une partie importante sera consacrée à l'étude paramétrique de la technologie choisie.

4. Bibliographie

- [ACE] Nilka.ACEVEDO Manufacture of backings for TOFD ultrasonic transducers.
- [ALT10] Altpeter, I. and co “Nondestructive characterization of neutron induced embrittlement in nuclear pressure vessel steel microstructures by using nondestructive electromagnetic testing”, in ENDE 2010 – The 15th International Workshop on Electromagnetic Nondestructive Evaluation, West Pomeranian University of Technology, PS2/2 (93), Szczecin, 13–16 June 2010.
- [ALT11] Altpeter, I., and co “Early detection of damage in thermo-cyclically loaded austenitic steels: Development of condition monitoring technology within the context of aging management”, in BIND The 8th International Conference on Condition Monitoring and Machinery Failure Prevention Technologies, Cardiff, Wales, 20–22 June 2011.
- [AMI15] Mohammad Hossein Amini and al “Porous Ceramics as Backing Element for High-Temperature Transducers” IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, vol. 62, no. 2, February 2015.
- [AMI15-b] Mohammad Hossein Amini and al “A new high temperature ultrasonic transducer for continuous inspection” IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, future issue.
- [ASS96] Jamal Assaad and al, “Influence of the thickness and the attenuation coefficient of a backing on the response of transducers”, Ultrasonics Vol. 34, pp. 103-106, 1996.
- [BAR84] Y.Bar-Cohen and al “Multiphase backing materials for piezoelectric broadband Transducers” JASA, Vol.75, No.5, pp 1629-1633, 1984.
- [BAR86] Y.Bar-Cohen and al “Patent Multiphase_backing_materials_for_piezoelectrc broadband Transducers” United state Patent. Sys research Laboratories. Apr.8, 1986.
- [BRE60] Brekhovskikh, L. M., “Waves in Layered Media”. New York: Academic Press, 1960, p 51 (translated from the Russian by D. Lieberman).
- [COO35] J. W.Cookson, “Theory of the piezo-resistive effect” Phys.Rev, Vol. 47, pp. 194-195, 1935.
- [CUN11] Mauricio Pereira da Cunha et al “Recent Advances in Harsh Environment Acoustic Wave Sensors for Contemporary Applications” IEEE Vol.978, No.1. 2011
- [CUR81] P. Curie et J. Curie, “Contractions et dilatations produites par des tensions électriques dans les cristaux hémihédres à faces inclinées” Comptes rendus de l'Académie des Sciences, vol. XCIII, séance du 26 décembre 1881, p. 1137.
- [DAR04] Darrin J. Young et al “High temperature single crystal 3c-SiC” IEEE, vol. 04, N. 04, 2004
- [ELM11] A. El mouhtadi “Caractérisation ultrasonore de plaques viscoélastiques homogènes et composites” Thèse de doctorat en Acoustique, Université du Havre, Décembre 2011.
- [ETT08] M.M. Ettefagh and al “Knock detection in spark ignition engines by vibration analysis of cylinder block: A parametric modeling approach” Mechanical Syst and Signal Processing Vol. 22, pp. 1495-1512, 2008.
- [FOL72] D.L.Folds “Experimental Determination of Ultrasonic Wave Velocities in Plastics, Elastomers, and Syntactic Foam as a Function of Temperature” JASA, Vol.52, No.1, 1972.
- [FOU15] F. Fournel, C. Martin-Cocher, D. Radisson, V. Larrey, E. Beche, C. Morales, P. A. Delean, F. Rieutord, and H. Moriceau. “Water Stress Corrosion in Bonded Structures”. ECS Journal of Solid State Science and Technology, 4(5), pp.124-130, February 2015.
- [GRE89] M.G.Grewe “Acoustic Properties of Particle-Polymer Composites for Transducer Backing Applications.” Ultrasonics Symposium, Vol.90, No. 5607. Pp 713-716, 1989.
- [GUR98] T. R. Gururaja and al “Current status and future trends in ultrasonic transducers for medical imaging”, Proc. Int. Symp. Applications Ferroelectrics, 223– 8.
- [HAM06] Mohd Nizar Hamidon “High-Temperature 434 MHz Surface Acoustic Wave Devices Based on GaPO4” IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control, vol. 53, no. 12, december 2006.

- [HAM43] Hammer, "The optical properties of semitransparent mirrors of nonmetallic materials ,Die optischen Eigenschaften teildurchlässiger spiegel aus nichtmetallischen Stoffen" Fer tech. Phys., No 8, pp 169-179. 1943.
- [HAR72] B. Hartmann "Immersion apparatus for ultrasonic measurements in polymers". JASA, Vol.56, No.1469. 1974.
- [HAR74] B. Hartmann "Immersion apparatus for ultrasonic measurements in polymers". JASA, Vol.56, No.1469. 1974.
- [HUG88] MS. Hughes "A Relationship between Frequency Dependent Ultrasonic Attenuation and porosity in composite laminates" copyright springer Boston ISBN 978-1-4612-8275-4. 1988.
- [JEN05] C-K. Jenand and al "Real-time monitoring of barrel thickness and barrel/screw separation using ultrasound", Meas Sci Technol , Vol.16 , No.1 pp.9, 2005.
- [KAN07] Kang Il Lee "Phase velocity and normalized broadband ultrasonic attenuation in Polyacetal cuboid." JASA, Vol.121, No.6, 2007
- [KAZ08] R. Kažys, A. Voleišis, B. Voleišien High temperature ultrasonic transducers: review ISSN 1392-2114 ULTRAGARSAS (ULTRASOUND), Vol.63, No. 2, 7-17 (2008).
- [KIM12] K. Kim "Design, fabrication and characterization of high temperature piezoelectric vibration sensor using YCOB crystals" Sensors and actuators Vol. 178, pp. 40-48, 2012.
- [KOB04] M. Kobayashi and al, "Piezoelectric thick bismuth titanate/lead zirconate titanate composite film transducers for smart NDE of metals", Smart Mater Struct , Vol.13 , 951 – 6 .
- [KOB06] M. Kobayashi and al "Flexible ultrasonic transducers", IEEE Trans Ultrason, Ferroelectr, Freq Contr , Vol.53 , No 1478 . 2006
- [KOB09] M. Kobayashi and al, "High-temperature integrated and flexible ultrasonic transducers for nondestructive testing", NDT&E Inter , 42 , 157 – 61 . 2009
- [KOS66] G. Kossoff, "The Effects of Backing and Matching on the Performance of Piezoelectric Ceramic Transducers" IEEE Vol.13, NO. 1. 1966.
- [KWE04] Key Word Energy Statistics 2014
- [LAR79] J.D. Larson "Tungsten-Polyvinyl Chloride Composite Materials-Fabrication & Performance". Ultrasonics Symposium, Vol.10, No.1109, pp342, 1978.
- [LAW64] C. Lawrence, Lynnworth "Ultrasonic Impedance Matching from Solids to Gases" IEEE. Vol.12, No.2, pp 38, 1964.
- [LEE73] S. Lees and al "Acoustic Properties of Tungsten-Vinyl Composites." IEEE, Vol.20, No.1, 1973
- [LEG07] <https://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000000240700>
- [LUT62] Lutsch "Solid mixtures with Specified Impedances and High Attenuation for Ultrasonic Waves" JASA, Vol.34, No.131, 1962.
- [MEI17] P.A. Meignen "Capteur ultrasonore multiélément dédié à la caractérisation quantitative haute résolution" thèse en électronique de l'université de Montpellier, décembre 2016.
- [MIL72] D. Miller "Elastomeric graded acoustic impedance coupling device" Brevets. US 3663842 A1972
- [NAV06] P. Navi "Propriétés acoustiques des matériaux Propagation des ondes planes harmonique" ISBN 10 :2-88074-691-4, ISBN 13 :978-2-88074-691-9, Lausanne, 2006.
- [PAR13] A. David. And al "High-Temperature (>500°C) Ultrasonic Transducers: An Experimental Comparison Among Three Candidate Piezoelectric Materials", IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency control, vol. 60, no. 5, 2013.

- [PAR13] A. David. And al "High-Temperature (>500°C) Ultrasonic Transducers: An Experimental Comparison Among Three Candidate Piezoelectric Materials. IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Fr 1010 equency Control, vol. 60, no. 5, May 2013.
- [PAT90] N.D. Patel and al "High Frequency-High temperature ultrasonic transducers" review of progress in Quantitative Nondestructive Evaluation. Vol.9 pp.823-828.
- [PET82] K. E. Petersen, "Silicon as a mechanical material," Proc. IEEE, vol. 70, pp. 420–457, 1982
- [PHI77] D.W.Phillips, and al "Ultrasonic Studies of Polycarbonate, Polysulfone, and Polyether Sulfone." Journal applied polymer Vol.21, No.7,1977.
- [POC05] F. Pockels, "Pyro- und piezoelektrizität, Elektrizität und Magnetismus" I Handbuch der Physik Leipzig, Dr A Winkelmann,, Vol.4. p. 766–93. 1905
- [RIE15] F.Rieutord, and "Rough Surface Adhesion Mechanisms for wafer Bonding". In Article in ECS Transactions, Vol.3, pp 205_215.ECS, 2006.
- [ROB94] Robert D. Corsaro and al, "Influence of backing complianceo n transducer performance" JASA vol 93, 1995.
- [ROK81] S.Rokhlin and al "Acoustic properties of tungsten-tin composites." JASA, Vol.69, No.1505, 1981.
- [ROS07] E. Rosenkrantz "Conception et tests d'un capteur ultrasonore dédié à la mesure de la pression et de la composition des gaz de fission dans les crayons combustibles. " Thèse en électronique à l'université de Montpellier. 2002.
- [SAL09] H.-J. Salzburger. "EMATs and its potential for modern NDE: State of the art and latest applications" , IEEE International Ultrasonic Symposium Proceedings ,621 – 8 .
- [SAN62] J. C. Sanchez et W. V. Wright, "Recent developments in flexible silicon strain gages," in Semiconductor and Conventional Strain Gages, M. Dean, Ed. New York: Academic Press, pp. 307–345, 1962.
- [SAY84] C.M. Sayers "Ultrasonic properties of transducer backings." Ultrasonics, Vol.22, No.2, pp57-60, 1984.
- [SEL85] A.R. SELFRIDGE. "Approximate Material Properties in Isotropic Materials." IEEE, Vol.32, No.3,1985.
- [SHI10] Shih J-L , Kobayashi M and Jen C-K (2010), "Flexible metallic ultrasonic transducers for structural health monitoring of pipes at high temperatures" , IEEE Trans Ultrason, Ferroelectr, Freq Contr , 57 , 2103 – 10.
- [SHU05] Shung KK, and co " Piezoelectric materials for high frequency medical imaging application : A review", Journal of Electroceramics, vol. 19, 2007, p.139-145.
- [SIN09] D.K. Singh "An ultrasonic characterization of ferrofluid." Ultrasonics, Vol.49, No.8, 2009.
- [SMI79] W.M.R. Smith and al "Factors in the design of ultrasonic probes" Ultrasonics, Vol.17, No.1, Jan.1979.
- [SOU79] J. Souquet and al "Design of Low-Loss Wide-Band Ultrasonic Transducers for Noninvasive Medical Application" IEEE, Vol.26, No. 2. March 1979.
- [STR] J. A Stratton "Electromagnetic Theory." New York: hlcGraw-Hill, 1941, p 514.
- [SUT72] H.J.Sutherland and al. "An acoustic characterization of polymethyl methacrylate and three epoxy formulations." Journal of applied physics, Vol.43, No.4022, 1972.
- [SUT78] H.J.Sutherland "Acoustical determination of the shear relaxation functions for polymethyl methacrylate and epoxy 828-Z." Journal of applied physics, Vol.49, No.3941, 1978.
- [TUR94] RC Turner et al "high temperature acoustic and vibration sensors: a review Applied acoustics" 41 (1994) 299-324.
- [WAN01] H.Wang and al "High frequency properties of passive materials." IEEE, Vol.48, No.1, Jan 2001.

- [WAR81] P. Warren. "Piezoelectricity, its history and application", Journal of the Acoustical Society of America, vol. 70, n°6, 1981, p.1561.
- [XIU05] X. Yang and al "FBG sensor interrogation with high temperature insensitivity by using a HiNi-PCF Sagnac loop filter" Optic communication, Vol. 250, pp. 63-68, 2005.
- [YOU11] Youfu Geng and al "High-sensitivity Mach-Zehnder Interferometric Temperature Fiber Sensor Based on a waist-Enlarged fusion Bitaper" IEEE Sensor journal, Vol. 11, N. 11, 2011.
- [ZHA12] Shujun Zhan and al, "piezoelectric accelerometers for ultrahigh temperature application" Applied physics letters Vol. 96 pp. 013501-013506, 2010.
- [ZIM95] L. Zimmermann and al. "Airbag application: a microsystem including a silicon capacitive accelerometer, CMOS switched capacitor electronics and true self-test capability" Sensors and actuator pp. 46-47, 1995.

Chapitre 2 : MATERIAUX POUR LES APPLICATIONS HAUTES TEMPERATURES.

1. Contexte

Le dos acoustique (backing) est donc utilisé pour supprimer les échos de l'onde acoustique transmise en face arrière de l'élément piézoélectrique. Dans le commerce, il est principalement réalisé par l'adjonction de poudre de tungstène dans une matrice de plastique.

La quantité et la taille des particules sont ajustées afin que le « dos » ait l'impédance voulut et qu'il soit le plus atténuant possible. Les billes de tungstène d'impédance beaucoup plus importante que l'impédance de la matrice agissent comme des diffuseurs. La répartition aléatoire de ces particules, induit des réflexions multiples et l'onde s'atténue essentiellement par interférences destructives. Ce type de dos n'est pas utilisable aux températures visées (150°C-750°C). C'est pourquoi nous envisageons de réaliser des dos à partir de composites métalliques.

Le chapitre suivant, s'intéressera aux principaux matériaux utilisés pour le domaine des hautes températures. Après avoir présenté les différents matériaux, nous traiterons leurs limites aux hautes températures et nous aborderons les techniques d'élaborations des matériaux hautes températures. On terminera par décrire la technique choisie pour la fabrication des dos acoustique à base de composites particuliers métalliques. Ces composites ont été réalisés par pressage uniaxial à froid.

2. Matériaux hautes températures

2.1. Introduction

Le terme « haute température » peut être défini comme étant la température au delà de laquelle la microstructure du matériau est modifiée. Selon la température à laquelle sont soumis les matériaux, leurs durées de vie sont limitées, car les processus de dégradations avec la température sont irréversibles. Intéressons nous aux phénomènes limitant la tenue des matériaux aux hautes températures.

2.2. Les facteurs limitatifs

2.2.1. La fusion

Le premier critère à prendre en compte dans l'utilisation des matériaux dans le domaine des hautes températures est la température de fusion. Au delà de cette température, les matériaux deviennent liquides et ne peuvent plus remplir leurs fonctions de solide. Notons toute fois qu'à partir de 2/3 de la température de fusion, la plupart des matériaux solides se déforment ce qui constitue une température limite d'utilisation.

2.2.2. L'oxydation et la diffusion

Les autres facteurs limitatifs de l'utilisation d'un matériau aux hautes températures, sont les réactions d'oxydations et de nitrurations. Ces deux phénomènes concernent principalement les

matériaux métalliques. Plus la température est élevée, plus ces phénomènes sont importants. L'oxydation peut particulièrement poser des problèmes pour le couplage des éléments métalliques et également la conductivité des électrodes.

2.2.3. La diffusion

La diffusion ou les réactions à l'état solide se produisent lorsque deux matériaux différents sont mis en contact souvent par pressage. Si la réaction thermodynamique est favorable, les matériaux mis au contact diffuseront et formeront une seule couche de matériau. Aux hautes températures, le matériau subit des contraintes mécaniques très importantes, ces contraintes sont encore plus importantes dans les matériaux composites et entraînent la création de pores causant la fragilisation voir la fracture du matériau. Il existe divers éléments pour des applications hautes températures, le tableau 2-1 répertorie les plus courants et leurs températures maximales approximatives pour une utilisation continue.

Tableau 2-1: Matériaux les plus souvent utilisés pour les applications hautes températures [WIL69-BAR14] :
a=oxydation, b=croissance de grain, c=température abaissée si milieu corrosif, d=vaporisation, e=fusion, f=transformation de phase solide-solide.

Matériaux	Températures maximale d'utilisation (°C)	Atmosphère	Mode de défaillance
Tungstène	<500 2200	Oxydant Réducteur	a,b,c,d
Al ₂ O ₃	1950	Oxydant Réducteur	b,e,f
MgO	1600-1700	Oxydant Réducteur	b,d,e
C (graphite)	2000	Réducteur	a,c,d
Ni-Cr-Fe (alliage)	900-1100	Diverse	a,b,c
Fe-Cr-Al (Alliage)	1000-1150	Diverse	a,b,c

Remarque : Il n'existe pas à ce jour, de matière totalement inerte pour le domaine des hautes températures. Pour une application donnée, le choix du matériau est régi par sa tenue à certains paramètres de défaillance (oxydation, vaporisation, fusion, etc.).

2.3. Principaux matériaux utilisables pour la réalisation de dos dédiées aux applications hautes températures.

Le fonctionnement à haute température crée des contraintes additionnelles dans la conception et le choix des matériaux et seul certains types de matériaux sont adaptés. Nous listerons ci après les matériaux susceptibles de nous intéresser.

2.3.1. Les céramiques

Généralement tous les matériaux en céramiques peuvent être utilisés à haute température. Ils peuvent être cristallins, partiellement cristallins ou encore amorphes. Dans les applications dédiées aux domaines des hautes températures, l'application principale des céramiques est le revêtement ou le renforcement de surface des matériaux prédisposé aux très hautes températures. Les céramiques répondants à ces critères sont principalement des carbures et de borures de titane. Les céramiques présentent une rigidité importante, une faible dilatation thermique et donc une bonne stabilité et surtout une température de fusion extrêmement élevée d'environ 800°C à minima. De plus, ils sont résistants à la plupart des formes d'attaque chimique (oxydation) et mécanique (usure).

Les céramiques très haute température (Ultra High Temperature Ceramic UHTC) sont une classe de céramiques avec un point de fusion supérieure à 3000°C qui sont donc utilisées à des températures extrêmement élevées et également dans des environnements nécessitant une forte résistance à l'érosion.

Les céramiques poreuses peuvent être utilisées pour faire des dos acoustiques (comme signalé au chapitre 1). C'est la fraction volumique et la taille des pores qui permettent de contrôler l'impédance et l'atténuation de ces matériaux [AMI15]. Ce type de matériau a été utilisé avec succès pour réaliser des prototypes de sonde acoustique pouvant fonctionner à 800°C. L'avantage d'utiliser uniquement des céramiques pour la réalisation d'une sonde acoustique est que chacun des constituants avec un coefficient de dilatation thermique sensiblement identique. Ceci peut faciliter le couplage des différents constituants (si l'élément actif est un PZT lui-même une céramique). Toutefois, ce genre de matériau est compliqué à réaliser (choix des agents porogènes, frittage, etc.) et demande du matériel lourd et couteux, notamment des fours pouvant atteindre pour les opérations de frittage des températures très élevées et sous atmosphère réductrice. De plus, les céramiques poreuses ne sont pas très atténuantes en comparaison à des dos métalliques que nous avons fabriqués. Par ailleurs, il peut être très avantageux que le dos soit conducteur, notamment pour faciliter la prise de contact électrique. Ainsi nous avons décidé de travailler avec des matériaux métalliques.

Dans le cadre de cette thèse nous avons envisagé de travailler avec des ciments phosphatés polymérisant à température ambiante avec des adjonctions de tungstène, la porosité de ces ciments étant relativement facile à contrôler sans agent porogènes. Toutefois, nous n'avons pas pu mener de front deux voies de recherche et nous nous sommes donc focalisés sur des solutions à base de composites métalliques particuliers.

2.3.2. Les métaux

Les métaux sont généralement plus ductiles et plus denses que les céramiques ou les composites non métalliques à l'exception des composites carbone-carbone. Les métaux, pour les applications hautes températures, peuvent être séparés en trois grandes familles :

- Les superalliages : Ce sont généralement des alliages à base d'éléments de la famille de la colonne VIII-B tels que le Ni, Fe et Co. Ils sont résistants au fluage, à la corrosion et à l'oxydation pour des températures pouvant atteindre les 1100°C.
- Les alliages de platines : Ils sont souvent utilisés comme thermocouples. Leur température de fusion est comprise entre 1770°C et 2450°C, ils fonctionnent bien dans des milieux corrosifs et sont de plus très stables mécaniquement.
- Les métaux réfractaires : Ils possèdent un point de fusion supérieur à 2400°C. Ce sont de très bons matériaux hautes températures, ils résistent à l'usure et au fluage. Dans cette catégorie, on peut y citer le tungstène, niobium, molybdène et le rhénium.

2.3.3. Les composites

Les composites comprennent un renforcement placé dans une matrice continue, ce qui donne des propriétés qui ne peuvent être obtenues avec un seul matériau. Le renfort peut se faire sous la forme d'une fibre particulière, bigarrée, continue ou discontinue ou nanotubes.

Dans les composites hautes températures, le renforcement et le matériau de la matrice sont limités à la céramique, aux métaux et au carbone. Il existe un grand nombre de combinaison de matériaux pour former des composites, cela dépend du domaine d'application.

La matrice et les renforts jouent des rôles complémentaires. Le but de la matrice est de lier le renfort porteur principale des contraintes. La matrice permet au renfort de résister à toutes les forces physiques (traction, cisaillement, compression, flexion, etc.). Il est important aussi lors de l'association d'une matrice et d'un renfort de respecter une compatibilité thermique et chimique. Lors d'un réchauffement ou d'un refroidissement, si il y a un écart de dilatation important, cela entraînera une fissuration voire une rupture du composite. La compatibilité chimique engendre quand à elle, une dégradation de l'interface matrice-renfort causée par des réactions chimiques ou/et un changement de phase entre les matériaux.

2.3.3.1. Les composites matricielles céramiques (Ceramic Matrix Composites CMC).

L'utilisation de renforts continus ou discontinus de fibres de carbone permet de renforcer les céramiques fragiles, ayant des défauts microscopiques pouvant réduire considérablement leurs résistances [KRE08]. Les céramiques à renforts fibre de carbone donnent des composites matriciels en céramiques (Ceramic Matrix composites CMC). En se désolidarisant de la matrice, les fibres peuvent venir dissiper de l'énergie et prévenir de la fracture du matériau en le conservant ainsi intact et améliorant sa résistance.

Les matrices commerciales les plus utilisées sont le SiC et Al_2O_3 . Les renforts quant à eux sont des fibres d'alumine, de carbure de silicium, de carbone. Les composites matriciels céramiques peuvent être utilisés pour des températures atteignant les 1400°C pendant de longues périodes [KEL05 ; PAR11].

2.3.3.2. Les composites à matrice métallique (Metal Matrix Composites MMCs).

Les composites à matrice métallique (MMCs) sont réalisés avec matrice métallique (Sn, Al, Mg) renforcée. Les principales applications concernent le domaine de l'automobile où les températures sont supérieures à 200°C comme les cylindres [HUN01], les pistons [KAI06] et

les bielles [CHA06]. Le composite permet d'augmenter la résistance au fluage, à la fatigue, à l'usure, à l'abrasion et au choc thermique.

Dans le domaine des hautes températures, il existe des variantes de céramiques à matrice métallique. Les composites de phase interpénétrant (IPC) font partie de cette variantes. Les composites de phase interpénétrant correspondent à un réseau totalement interconnecté. Les composites sont habituellement produit en employant des techniques de métallurgie des poudres. C'est notre choix de matériaux pour la réalisation de dos acoustique hautes températures.

Pour les températures de fonctionnement que nous visons la plupart des métaux pourraient être utilisés (environ 200°C). Comme pour les dos à base de polymères, nous souhaitons réaliser des composites particuliers de métaux. L'objectif étant de fabriquer des matériaux très atténuants (essentiellement par diffusions multiples) et d'impédance acoustique variable et adaptable selon la quantité de diffuseurs introduite à des éléments actifs massifs dans un premiers temps et monocristallin comme le LiNbO_3 ($Z=35$ MRayls), PZ25 ($Z=25$ MRayls).

Dans les composites particuliers, l'atténuation est d'autant plus élevée que le contraste d'impédance entre la matrice et le diffuseur est élevée. Les diffuseurs sont de faite des billes de tungstène qui avec une impédance de 101 MRayls est le métal qui a la plus grande impédance. Pour la matrice, nous avons le choix entre plusieurs matériaux. Ces matériaux sont ceux proposés par Sayers [SAY84] tel que l'aluminium(Al), le Cuivre(Cu), le Plomb(Pb) et l'étain(Sn). Le magnésium(Mg) et le titane(Ti) seraient également de bons candidats (cf Perspective). L'étain étant le matériau le plus ductile, avec une impédance acoustique intéressante de 24.2 MRayls et pour lequel nous avons des données de littérature [ROC81, SAY84] il est de faite le bon candidat pour un début d'étude sur les dos acoustiques.

Les travaux de Sayers [SAY84] ne sont que théoriques et utilise un modèle valable que si $ka > 1$ avec k le nombre d'onde et « a » le rayon des diffuseurs. Seul les dos réalisés à partir d'étain et de tungstène ont été très rapidement étudiés [ROK81] mais sans aucune mesure d'atténuation. Le cuivre peut être rapidement éliminé car son impédance acoustique est très élevée (44.6 MRayls) par rapport à l'impédance des éléments actifs les plus courant (impédance comprise en 25 et 35 MRayls).

Avant cette thèse, le laboratoire n'avait aucune expérience sur le sujet de dos métalliques hautes températures. Ces travaux on permit de mettre en œuvre un protocole de pressage et de caractérisation de ce type de matériaux. Un banc de spectroscopie ultrasonore a été mis au point spécifiquement pour la caractérisation de ces matériaux réalisés durant cette thèse.

3. Notions de métallurgie des poudres

De nos jours, presque tous les matériaux peuvent se trouver au départ sous forme de poudre et par la suite être élaborés et mis en forme par des techniques souvent dites métallurgiques.

L'assemblage et le traitement des matériaux à haute température peuvent également constituer un défi. En effet, en plus de la synthèse, de la fabrication et de la mise en forme de poudre individuellement, l'assemblage des poudres pour constituer un matériau peut être difficile. Le

but final est d'obtenir des matériaux denses, ce qui est délicat pour certaines combinaisons d'assemblages de poudres.

Cette partie, présente les techniques de fabrication de matériaux, depuis l'élaboration des poudres à la fabrication d'un seul matériau.

3.1. Elaboration des poudres

Il existe plusieurs techniques d'élaboration des poudres, elles peuvent être physiques, mécaniques ou chimiques.

3.1.1. *Elaboration par voie physique (atomisation)*

La technique d'atomisation représente à elle seule plus de 60% des techniques d'élaboration des poudres. Elle consiste en la fracturation d'un liquide en fines gouttelettes par évaporation du solvant. Cette opération est obtenue en mélangeant un gaz chauffé à un liquide atomisé (vaporisé) au sein d'une chambre de séchage avec une température dépassant les 500°C, provoquant ainsi l'évaporation du solvant de manière uniforme et rapide par contact direct.

Les poudres obtenues par la technique d'atomisation sont plus compactes et ont une densité apparente plus élevée et une présence d'impureté plus faible que les poudres obtenues par d'autres procédés. Les poudres atomisées par un gaz sont généralement sphériques (figure 2-1).

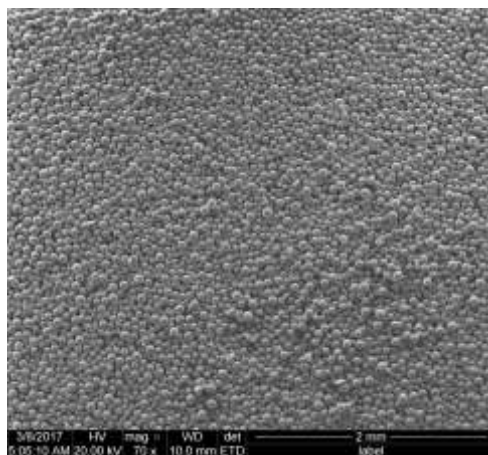


Figure 2-1: Image de microscopie à balayage électronique de billes de verre de diamètre 67.5 micromètre avec une dispersion de 22.5 micromètres.

Les poudres atomisées par un gaz peuvent contenir des microporosités causées par la présence de gaz renfermé dans les particules. Elles peuvent aussi présenter des satellites (figure 2-2) qui limite la tenue du matériau lorsque cette dernière est pressée à froid.

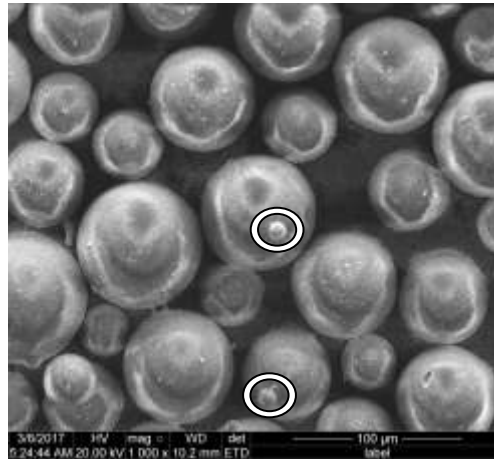
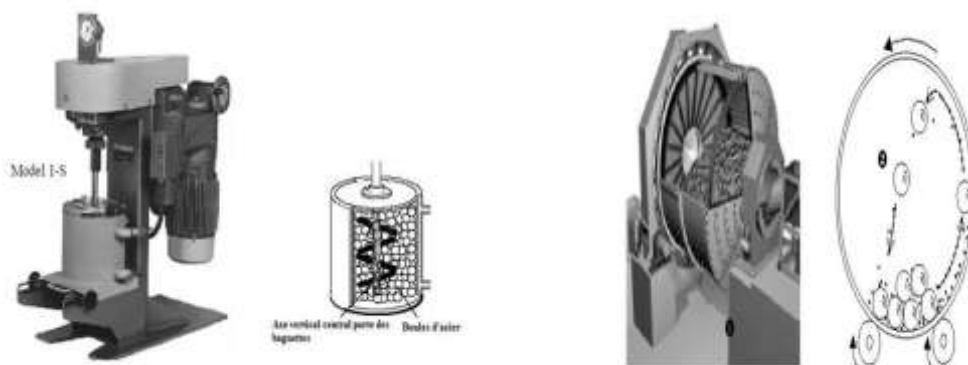


Figure 2-2: Image de microscopie à balayage électronique de billes de verre de diamètre 67.5 micromètre avec une dispersion de 22.5 micromètres avec des satellites apparents encerclés.

3.1.2. *Elaboration par voie mécanique*

Les techniques mécaniques consistent à diviser mécaniquement les matériaux. On utilise pour ce faire des broyeurs (figure 2-3). Plus l'énergie utilisée est importante et plus le temps de broyage est long et plus les poudres obtenues seront fines atteignant les quelques nanomètres.

Lors du broyage plusieurs phénomènes entrent en jeu (fracturation, déformation et soudage) qui dépendent du milieu (gaz ou vide) ainsi que des propriétés physiques et chimiques des poudres broyées. Par exemple pour les poudres dures, le phénomène principal est la fracturation, alors que pour les poudres ductiles les trois phénomènes sont présents. Il existe plusieurs types de broyeurs (à tambour, attriteur, à marteau et à barreaux) (figure 2-3).



a) Broyeur attriteur

b) Broyeur à tambour

Figure 2-3: Photo et schéma d'un broyeur attriteur (a) et d'un broyeur à tambour (b)[WAN00-KOC89-GIL83-LUL95-SUR01]

3.1.3. *Elaboration par voie chimique*

La technique d'élaboration par voie chimique met toujours en jeu un réactant et un réactif pour l'élaboration des poudres. Le réactant est l'élément de départ contenant l'élément à produire ou désiré ; le réactif quant à lui est l'élément chimique capable de réagir sur le

réactant pour lui faire libérer l'élément chimique désiré. Les particules résultantes de la technique chimique peuvent se présenter sous forme de granule ou de trichite (figure 2-4).

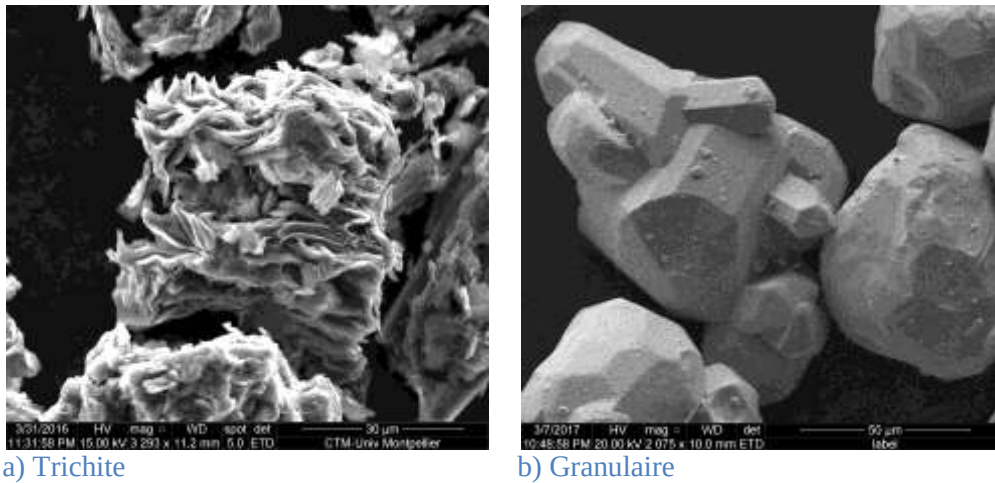


Figure 2-4: Image de microscopie à balayage électronique de graphite en forme trichite (a) de tungstène de forme granulaire et de billes de verre sphérique(c).

La phase qui suit l'élaboration des poudres est la fabrication de matériau dense avec des rapprochements entre grains par compression (figure 2-5) qui évite toute dislocation, désintégration ou extinction du matériau dans une application nécessitant des formes et des dimensions bien précises.

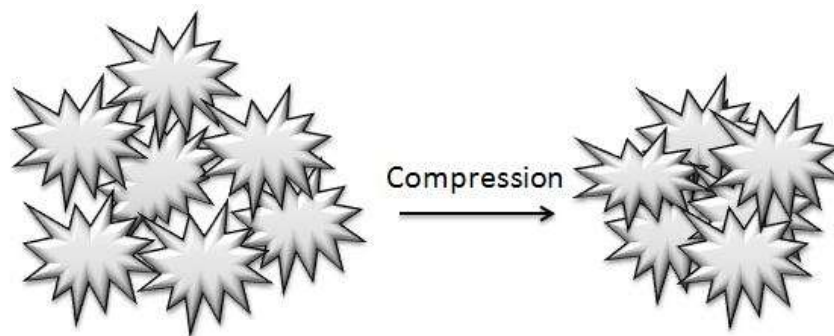


Figure 2-5: Schéma de principe de la compression

Dans la partie suivante, nous allons présenter les trois grandes techniques de compression utilisées en industrie et en recherche académique :

- La compression par injection.
- La compression isostatique et en matrice (méthode conventionnelle).
- La compression par frittage.

4. Compression et compaction des poudres.

4.1. Compression par injection

La compression par injection permet l'élaboration de matériaux avec des géométries finales singulières et compliquées (figure 2-6). Elle permet d'obtenir des pièces avec des densités relatives comprises entre 95% et 100%



Figure 2-6: Photo d'une pièce moulée par injection

Dans un premier temps la poudre est mélangée à un liant qui permet de contrôler la viscosité du mélange. Après homogénéisation du mélange, et refroidissement, le mélange est broyé pour être introduit dans une presse à injection. Une fois injecté dans la presse, une vis ou un piston vient presser le mélange. Le piston impose le mélange à prendre la forme de l'empreinte. Après refroidissement de la pièce, des éjecteurs permettent d'extraire la pièce. A ce stade, la pièce n'est pas entièrement finalisée. En effet, l'étape de finalisation consiste à éliminer le liant tout en conservant évidemment la forme souhaitée. L'étape de suppression du liant est réalisée par frittage. Elle nécessite une grande délicatesse car elle peut générer plusieurs défauts tels que l'affaissement, l'éclatement ou l'apparition de fissures. Dépendant des dimensions et de la nature chimique, l'étape de traitement peut s'étaler de quelques heures à quelques jours (figure 2-7).

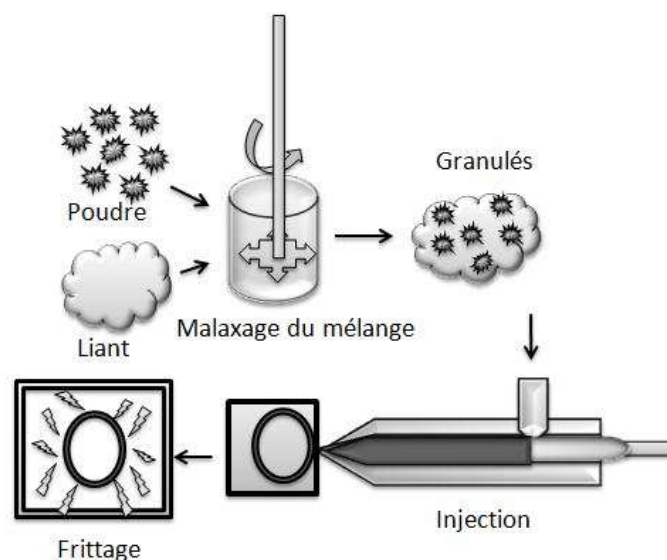


Figure 2-7: Schéma de principe de la technique par injection

Dans la technique par injection, les poudres métalliques utilisées ont des dimensions comprises entre 1 à 40 micromètres de diamètre. La poudre utilisée pour cette technique est souvent de forme sphérique, car elle présente moins de résistance à l'écoulement et permet donc une meilleure organisation au sein du moule de compression. Le tableau récapitulatif (tableau 2-2) suivant présente les avantages et les inconvénients de la technique en fonction de la géométrie des particules.

Tableau 2-2 : tableau illustrant avantage inconvénients des poudres pour une utilisation pour un pressage par injection [DID02]

Propriété	Avantages	Inconvénients
Taille < 1 µm	Frittage facile	Formation d'agglomérats Viscosité élevée
Taille > 40 µm	Écoulement facile Coût faible	Mauvaise tenue du cru Frittage difficile
Forme sphérique	Viscosité faible Densité élevée Frittage facile	Mauvaise tenue du cru
Forme irrégulière	Bonne tenue	Viscosité élevée Densité faible Frittage difficile

Le développement de la technique par injection est cependant ralenti voir stagnant, car l'absence de liant universel, la durée d'extraction et le coût élevé des poudres métalliques répondants aux critères de la technique poussent le domaine industriel à miser sur d'autres techniques de compression et à délaisser cette technique. Pour réaliser de simple disque nous pouvons utiliser soit le pressage isostatique que nous verrons soit le pressage uniaxial simple action ou double action que nous avons utilisé. Le pressage isostatique présente plusieurs avantages que nous allons présenter dans le paragraphe 4.2. Nous n'avons finalement pas retenu son utilisation car la pression de la presse à laquelle nous avons difficilement accès n'était pas suffisante. De plus, nous voulions réaliser des essais à chaud et cette presse ne le permettait pas.

4.2. La méthode conventionnelle de compression

Le principal objectif d'une compression est la densification par rapprochement et déformation des grains solides, pour l'obtention d'une pièce de dimension désirée. Dans la méthode de compression conventionnelle, la compression en matrice et la compression dans un moule, sont les deux grandes familles observables.

4.2.1. La compaction par pressage isostatique

La compression isostatique est généralement assurée à l'aide d'un fluide incompressible comme l'eau, il s'agit alors de pressage hydrostatique. La poudre est encapsulée dans un moule en polyuréthane qui est plongé dans le fluide sous pression (figure 2-8). Elle peut être réalisée à chaud.

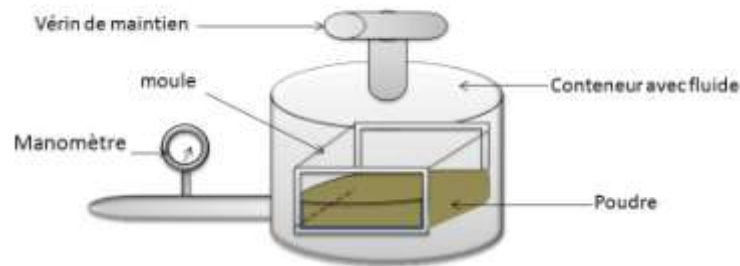


Figure 2-8: Schéma de principe d'une presse isostatique

La compression isostatique permet d'obtenir des pièces plus homogènes, car les forces de pression s'exercent uniformément sur l'ensemble de la poudre. Dans la technique de compression isostatique, l'utilisation de lubrifiant n'est pas nécessaire. Mis à part la technique à chaud, ce sont des techniques souvent peu coûteuses. Le principal inconvénient est la cadence de production qui est très lente avec un prix du matériel élevé même à froid pour la production en masse.

La technique de compression isostatique à chaud est rarement utilisée, car elle présente certains problèmes technologiques et un coût d'installation et de fabrication conséquent [JAM91]. L'intérêt principal de cette technique est d'obtenir en une seule étape des pièces très denses avec une microstructure fine [RAI98].

4.2.2. La compression en matrice

Contrairement au pressage isostatique qui est coûteux et difficile à mettre en place, le pressage uniaxial est relativement simple, peu coûteux et peut être réalisé aussi à chaud. Il consiste à presser à l'aide d'une presse uniaxiale la poudre dans une matrice de forme cylindrique. Ce type de pressage est très couramment utilisé pour la réalisation des pastilles de polymère qui seront analysées optiquement. Ce type de matrice, n'est pas toujours adapté au pressage des métaux, le principal problème étant l'usure et le blocage des pistons essentiellement à cause de la dureté des métaux et des pressions limitées des presses. La qualité et la densité d'une pastille dépendent de la pression de pressage (et non de la force) ainsi nous avons réalisé les pastilles de diamètre la plus petite possible permettant une caractérisation acoustique. Avec le matériel mis à notre disposition, les dimensions finales étaient de 16 millimètres de diamètres et une épaisseur de 4 millimètres, ces dimensions étaient donc celles qui permettent la fabrication et la caractérisation acoustique des échantillons de façon optimale.

Pour toutes ces raisons, nous avons après avoir réalisé des essais préliminaires sur des matrices commerciales de 13 [mm], fabriqué nos propres matrices. Nous avons dans un premiers temps réalisé une matrice permettant un pressage simple action puis un pressage double action.

Le pressage uniaxial consiste donc à presser la poudre ou le mélange de poudre à l'aide d'une matrice et de deux poinçons (pistons). Si la force est exercée uniquement sur le piston supérieur on parle de pressage simple action (figure 2-9-a). Si la force est exercée sur les deux pistons, on parle alors de pressage double action (2-9-b).

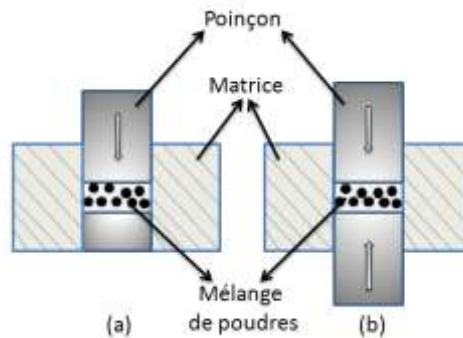


Figure 2-9: Schéma de principe d'une presse uniaxiale simple action (a) et double action (b)

Le pressage uniaxial simple action est le plus courant et le plus facile à réaliser, c'est pour cela que nous avons commencé par utiliser et caractériser cette technique. Mais des problèmes à l'éjection des pastilles sont rapidement apparus et nous ont conduits à concevoir et fabriquer une matrice pour une utilisation double action, qui permet une densification plus homogène des poudres.

La compression et la densification des poudres se fait en trois étapes :

- La phase de réarrangement la plus rapide des phases de compaction. Elle est plus rapide pour les poudres sphériques qui ont une plus grande mobilité que les poudres granuleuses. Cette phase est souvent améliorée par l'adjonction d'un lubrifiant à la poudre.
- La phase de déformation plastique qui est atteinte quand la contrainte dépasse la limite d'élasticité des grains. La déformation plastique des grains va permettre leurs indentations mutuelles et leurs enchevêtrements. La porosité intra granulaire diminue. Cette phase se présente sous deux étapes : première étape avec des pores connectés et une deuxième étape où les pores sont isolés.

Le schéma de principe de ces phases de compression est décrit sur la figure 2-10.

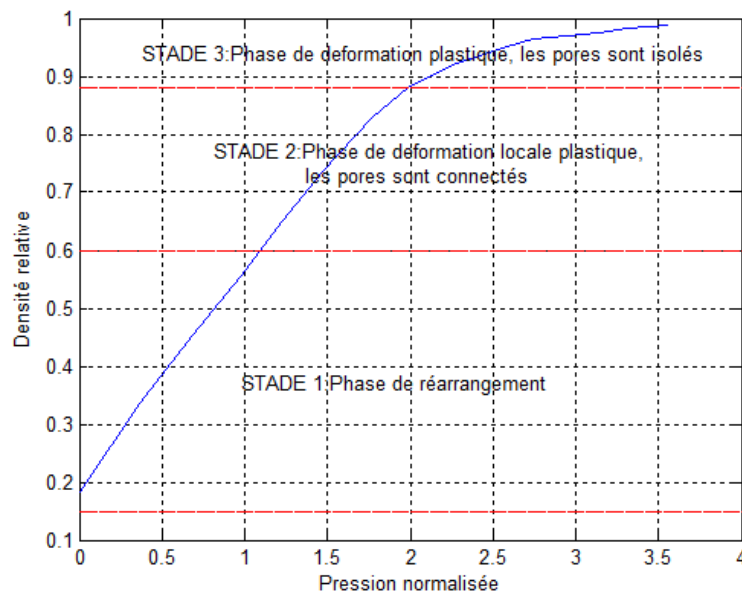


Figure 2-10: Schéma des trois stades de la phase de compression pour des sphères monolithique dérivé d'un modèle de micromécanique [données extraites de RIE10]

Notons que, la relation entre la densité relative ρ_r et la pression de pressage P est de la forme :

$$\rho_r = a - k * \ln(P) \quad (2.1).$$

Avec a et k des constantes dépendantes de la poudre.

Lors de la mise en place du protocole de compaction de pastilles réalisées avec de l'étain pur, Nous avons pu mettre en évidence cette évolution logarithmique du déplacement en fonction de la pression de pressage qui suit une loi identique à celle de la densité relative des pastilles (figure 2-11).

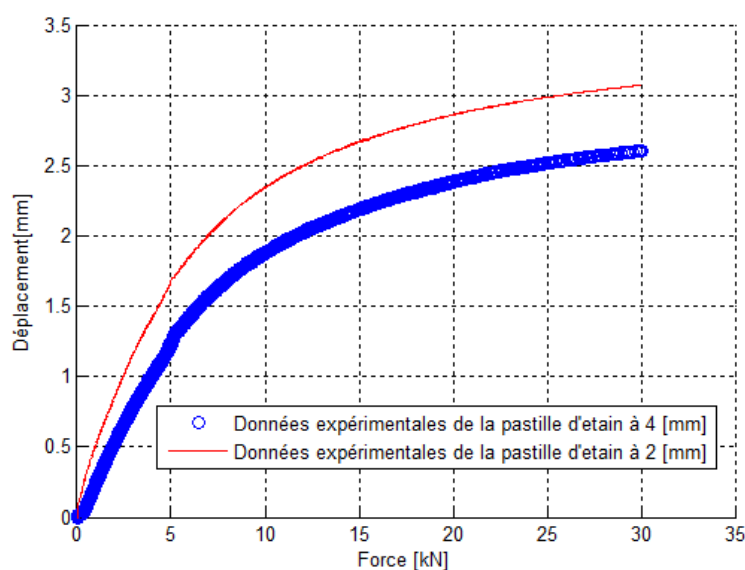


Figure 2-11: Mise en évidence de la loi logarithmique avec notre presse

La transmission des forces à travers le lit de poudre n'est pas homogène, la contrainte axiale décroît exponentiellement le long de l'axe de compression. Il en va de même de la compaction de la poudre. On montre que la pression axiale peut s'exprimer le long de l'axe z de compression comme suit :

$$\sigma_a(z) = \sigma_{a \text{ initiale}}(z = 0) * e^{-\frac{2\mu\alpha z}{R}} \quad (2.2).$$

Avec μ le coefficient de frottement, $\alpha = \sigma_a / \sigma_r$ appelé coefficient de transfert est le rapport de la contrainte axiale et radiale, il est égale à 1 pour un fluide incompressible. Notons que la force radiale $\sigma_r = \alpha * \sigma_a$ décroît donc également exponentiellement avec l'épaisseur de la pastille. Le coefficient de frottement n'est pas constant et dépend des étapes de compression. La conséquence immédiate de ce phénomène est qu'il est plus difficile de réaliser des pastilles épaisses, plus la pastille que l'on souhaite réaliser est épaisse plus il faut augmenter $\sigma_{a \text{ initiale}}$. La contrainte axiale génère forcément une contrainte radiale transmise à la paroi de la matrice. Lors de l'étape de réarrangement les déformations sont purement élastiques le coefficient de transfert α est égale au coefficient de poisson γ alors $\sigma_r = \gamma * \sigma_a$ [KAD04]. Une fois les limites élastiques dépassées, le coefficient de transfert augmente et vaut typiquement 0.5 pour les poudres métalliques. Il subsiste une contrainte résiduelle à la décharge. Cette pression radiale résiduelle est à l'origine de production de fissure lors de l'éjection des pastilles. Enfin, au regard de ce qui peut être évoqué on comprend aisément l'intérêt de réaliser du pressage double action qui permet d'obtenir des pastilles plus homogènes (figure 2.12).

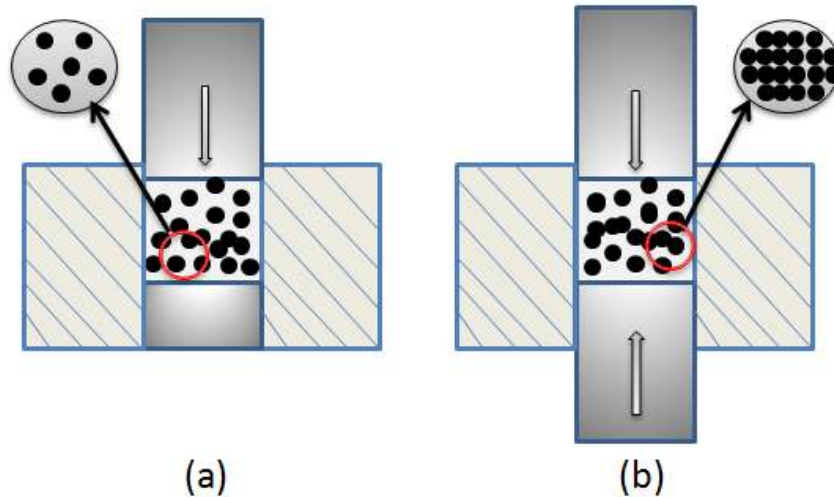


Figure 2-12: Différence d'homogénéité et de densité entre une pastille pressée par pressage uni axial simple action (a) et double action (b)

Durant le pressage double action, la pression axiale est symétrique par rapport à la section centrale de la pastille à $H/2$.

Le minimum de pression vaut donc :

$$\sigma_a \left(z = \frac{h}{2} \right) = \sigma_{a \text{ initiale}}(z = 0) * e^{-\frac{\mu\alpha h}{R}} \quad (2.3).$$

Or que pour un pressage simple action il vaut :

$$\sigma_a(z = h) = \sigma_{a \text{ initiale}}(z = 0) * e^{-\frac{2\mu a h}{R}} \quad (2.4).$$

Le pressage double action permet une meilleure répartition des forces au sein de la poudre, la compaction est plus homogène et surtout les contraintes radiales résiduelles sont plus faibles.

Il est donc préférable de presser par double action.

4.3. Frittage ou recuit

Quelque soit le type de compression, le frittage est un procédé important pour la réalisation et la solidification de la pièce finale.

Le frittage résulte d'un traitement thermique réalisé sous plusieurs atmosphères. Le frittage peu s'accompagner par une réduction des dimensions de la pièce. Dans l'opération de frittage, les grains de l'élément se « soudent » entre eux.

Le frittage peut être réalisé sans contrainte, ou avec la pièce maintenue sous une charge. Dans le cas où le matériau fritté a la même composition chimique que la poudre de départ en parle de frittage non réactif dans le cas contraire c'est un frittage réactif.

Pour permettre l'évacuation de liant et la consolidation de l'élément final, la montée et la baisse de la température de frittage doit être lente. Le temps de maintien de la température de frittage et la durée de frittage dépendent de la phase de l'élément (solide, liquide, gazeux). Nous avons fait quelques essais de frittage qui n'ont pas mis en évidence de consolidation des échantillons ni une diminution de la porosité. Cependant, **cela nous a permis d'observer que les échantillons résistent aux hautes températures de fonctionnement prévues.** Dans notre cas, nous avons opté pour un pressage uniaxial simple action à 40 [kN] dans un premier temps puis à 80 [kN] double action.

5. Mise en place d'un protocole de pressage : essais sur des poudres d'étain pur.

Notre objectif est de mettre en place un protocole de pressage pour la réalisation de dos de sonde. Nous nous basons en partie sur les travaux de Rokhlin 81 [ROK81] ce sont ceux avec les travaux de Sayers [SAY84] les seuls à notre connaissance sur les composites particuliers métalliques dédiés à la réalisation de dos de sonde. Résumons brièvement ces travaux :

Plusieurs composites étain/tungstène/fer sont réalisés par pressage isostatique à température ambiante à 2 [kbars], 5 [kbars] et [10 kbars] et un par pressage uniaxial à chaud à 0.3 [kbars]. Pour le pressage uniaxial, les auteurs ne précisent pas s'il s'agit d'un pressage double action ou simple action.

Pour chaque composite, les auteurs donnent la vitesse mesurée à la fréquence de 1.2 [MHz]. Ils mesurent la masse volumique par double pesée air / glycérine et la comparent à la densité théorique. Par la suite, ils calculent l'impédance acoustique produit de la masse volumique ρ

et de la vitesse v mesurée à la fréquence 1.2 [MHz]. Jusqu'à 40 % de fraction massique de tungstène (soit environ 20% de fraction volumique) l'impédance acoustique est comprise entre 20 et 25 [MRayls]. Elle atteint 40 [MRayls] à 80 [%] de fraction massique de tungstène (soit environ 60% de fraction volumique) pour des échantillons pressés à 10 [kbars]. Les auteurs donnent une seule valeur d'atténuation moyenne pour tout les composites de 10 [dB/mm] mesurée à la fréquence de 5[MHz]. Toutefois, une pression de 5 [kbars] permet d'obtenir des composites relativement bon (proche des données théoriques) jusqu'à une fraction volumique de 27 % (50 % de fraction massique) de tungstène et avec une pression de 2 [kbars] jusqu'à 20 % de fraction volumique de tungstène (soit environ 40 % de massique).

Il ressort de ces travaux, que pour des composites étain/tungstène/fer la pression de pressage optimale est de 10 [kbars], c'est la pression pour laquelle la densité finale est la plus proche de la densité théorique comme le montre la figure 2-13 suivante :

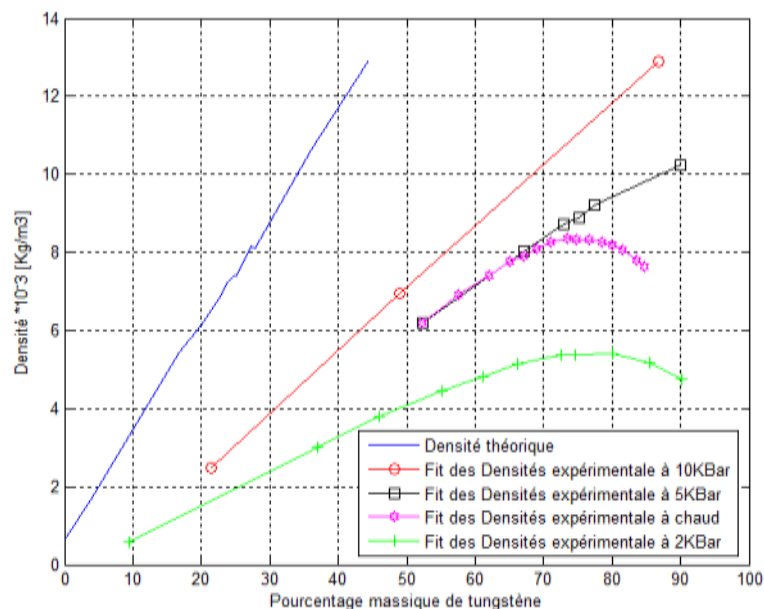


Figure 2-13: Densité des pastilles étain/tungstène/ fer en fonction du pourcentage massique de tungstène [Données extraite de ROK81].

Malgré cette pression élevée, les composites réalisés n'ont pas une compaction de 100 %, la densité expérimentale n'égale jamais la densité théorique comme le montre le figure 2-13. Les auteurs ne précisent nullement le taux de porosité de leurs composites. C'est une étude que nous réaliserons au cours de cette thèse. Nous allons très largement compléter ces travaux tant sur les aspects matériaux exposés ci-après que sur les mesures de propriétés acoustiques qui seront exposées au chapitre 4.

Concernant les aspects matériaux, nous avons réalisé au préalable une étude paramétrique sur des pastilles d'étain pur pour déterminer les conditions minimales de pressage, c'est-à-dire celles qui permettent d'obtenir les pastilles d'étain pur les plus denses possible et ayant les meilleurs tenues mécaniques (sans fissure). L'adjonction de tungstène ne peut que compliquer la tâche.

Pour l'établissement d'un protocole, déterminer les conditions de pressage optimales est d'autant plus nécessaire qu'à la différence des travaux de Rokhlin et Sayers, nous presserons un mélange de deux poudres (étain et tungstène) et non pas de trois poudres (étain/ tungstène/ fer). Leurs résultats ne sont donc pas applicables dans le cadre de la thèse.

L'étude paramétrique porte sur l'influence de :

- La force de pressage.
- La vitesse de pressage.
- La température de pressage.

Cette étude a été réalisée avec une matrice de 13 [mm] du commerce (figure 2-14) dédiée à la fabrication de pastilles pour des analyses optiques. C'est une matrice de 13 [mm] de diamètre qui permet de faire du pressage simple action. Elle est équipée d'une prise de vide pour éliminer l'humidité, nous ne l'avons pas utilisée car ce n'est pas utile pour les poudres métalliques.



Figure 2-14: Photo d'une vue entière et éclatée de la matrice simple action commerciale utilisée pour la réalisation des pastilles d'étain pur de 13[mm] avec (1) la matrice, (2) les poinçons et (3) la prise de vide.

La poudre utilisée est une poudre d'étain blanc pur à 99.5 [%], de granulométrie moyenne de 149 [μm]. La masse volumique théorique de cette poudre est de 7.265 [g/cm^3]. Nous allons suivre la densité relative des pastilles durant l'opération de pressage. La mesure de la masse volumique durant le pressage est complexe. Nous avons imaginé une méthode relativement simple qui a donné des résultats très satisfaisants. Le principe de la méthode est le suivant :

Tout d'abord on remplit la matrice avec une quantité de poudre souhaité pour réaliser des pastilles de 4 [mm] d'épaisseur. En considérant que nous obtiendrons une pastille de 100 [%] de compaction la masse d'étain à peser est de :

$$M_{sn} = V_{sn} * \rho_{sn} (2.5).$$

Avec $V_{sn} = \pi * R^2 * e$, R le rayon de la pastille et e son épaisseur.

A l'état initial $M_{ini} = e_{ini} * h_{ini} * \rho_{ini}$ à l'instant t $M_t = e_t * h_t * \rho_t$. Pour calculer la densité relative au cours du pressage, on considère que la masse d'étain reste constante donc $e_{ini} = e_t$, en égalant les deux relations on a :

$$M_{ini} = M_t \quad (2.6).$$

$$e_{ini} * h_{ini} * \rho_{ini} = e_t * h_t * \rho_t \quad (2.7).$$

Il vient :

$$\rho_{relative} = \frac{\rho_t}{\rho_{ini}} = \frac{h_{ini}}{h_t} \quad (2.8).$$

Que nous exprimons en pourcent :

$$\rho_{relative} = \frac{h_{ini}}{h_p} * 100 \quad (2.9).$$

Pour le calcul, il nous faut connaître h_{ini} et h_t la presse ne nous fournit que le déplacement des poinçons, au cours du pressage la hauteur initiale est donnée par la relation :

$$h_{ini} = D_{max} + e_{finale} \quad (2.10).$$

D_{max} est le déplacement maximal du poinçons e_{finale} l'épaisseur finale de la pastille. Afin, d'être reproductible (indépendamment de la façon dont est rempli la matrice) pour calculer h_{ini} , on applique une force de 2 [kN] avant chaque pressage, cette opération fixe l'origine des déplacements de manière identique pour tous les échantillons. Ensuite connaissant h_{ini} on déduit l'épaisseur à un instant t de h_t

$$h_t = h_{ini} - D_t \quad (2.11).$$

Avec D_t le déplacement à l'instant t. Le schéma de la figure 2-15 décrit les étapes de pressage qui permettent le calcul de la densité relative.

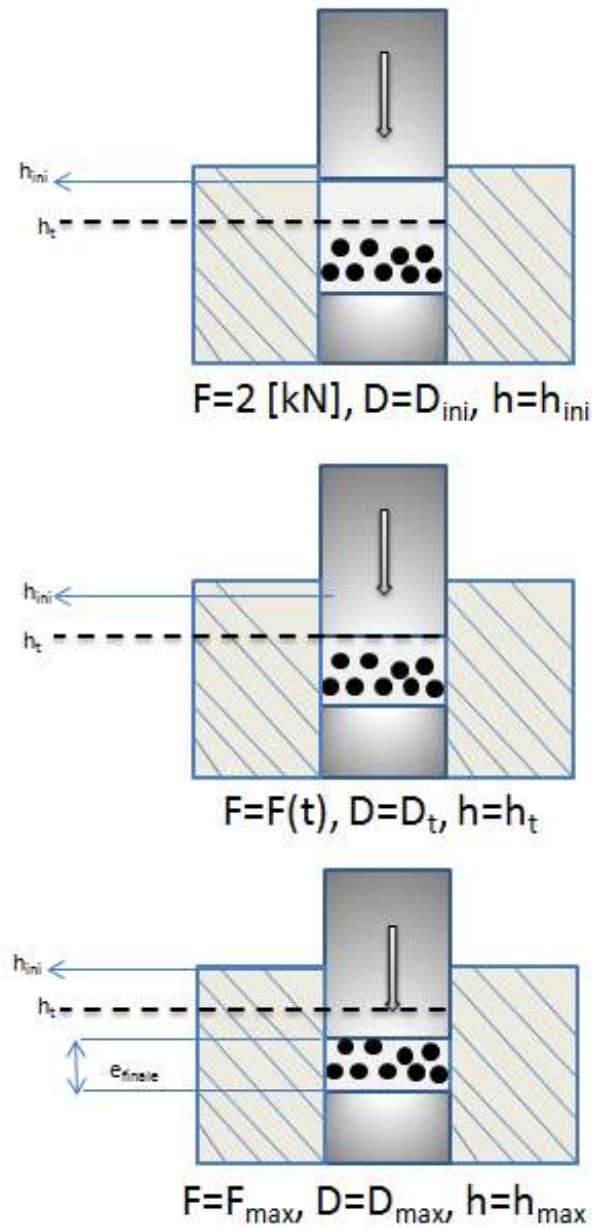


Figure 2-15: Schéma explicatif de la méthode utilisée pour la mesure de la densité relative durant le pressage.

5.1. Caractérisation des paramètres d'influences

Les trois paramètres dont nous allons étudier l'influence sont : Tout d'abord, la vitesse de pressage puis la force de pressage et enfin la température de pressage. Notons que nous avons réalisés quelques essais avec et sans maintien de force (jusqu'à 12h de maintien de force). Cependant, nous n'avons pas observé de différence significative avec ou sans maintien, donc par la suite des travaux nous avons décidé de ne plus faire de maintien de charge pour les études réalisées.

5.1.1. Influence de la vitesse de pressage

Nous avons étudié l'influence de la vitesse de pressage. Nous avons fait des essais à 1[mm/min] et à 0.1 [mm/min]. En partant du principe que si nous n'observons pas de différences significatives entre ces deux vitesses, il est inutile de faire d'autres vitesses intermédiaires. Ces essais sont réalisés à température ambiante et à une force maximale de pressage de 20 [kN].

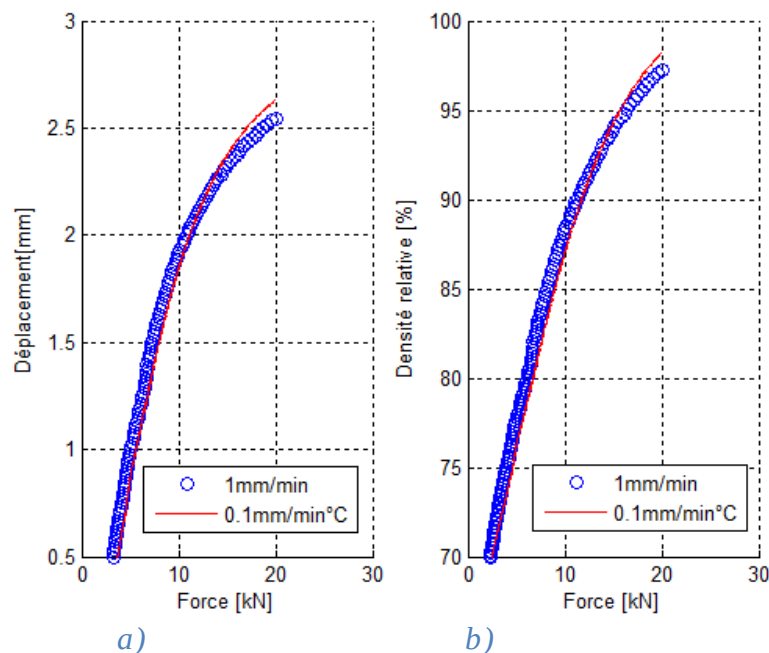


Figure 2-16: Influence de la vitesse de pressage sur le déplacement du piston et la densité relative à température ambiante.

La courbe 2-16-a représente le déplacement en fonction de la force et la figure 2-16-b présente la densité relative correspondante pour deux vitesses de pressage différentes (0.1 [mm/min] et 1 [mm/min]). On remarque que, quelque soit la vitesse de pressage, la variation du déplacement et donc de la densité relative en fonction de la force de pressage est quasiment la même. On remarque une faible différence qu'à partir de 15 [kN] (figure 2-17). A ce stade, il semble que la vitesse de pressage n'ait pas d'influence notable sur la densification (compacité) des pastilles d'étain pur.

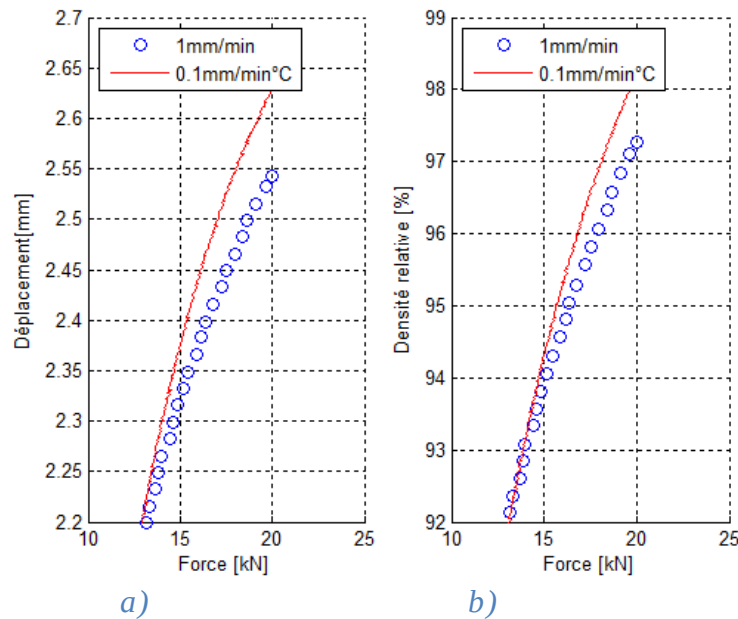


Figure 2-17: Influence de la vitesse de pressage sur le déplacement du piston et la densité relative à température ambiante (Zoom de la figure 2-16).

Toutefois, lors de l'éjection des échantillons, La plupart des échantillons pressés à 1 [mm/min] se sont cassés, notamment sur la face arrière (celle subissant le moins de pression) (figure 2-18).



Figure 2-18: Echantillon d'étain pur pressé à 1 [mm/min].

L'hypothèse que nous faisons et que si la vitesse de pressage est importante, les grains n'ont pas le temps de se réarranger correctement. Cela a pour effet de créer des points d'ancrage probablement à l'origine de fissure et surtout qui diminue le transfert de force à travers le lit de poudre. Il est donc préférable de presser lentement à 0.1 [mm/min]. La durée du pressage est d'environ 1 heure pour un échantillon d'une épaisseur d'environ 4 [mm] pressé à 0.1 [mm/min].

5.1.2. Influence de la température

Le pressage à chaud permet de réduire la pression de pressage [SWI83]. En effet, le matériau est plus ductile lorsque la température augmente. Rokhlin [ROK81] a réalisé des échantillons par pressage uniaxial à chaud à une pression de 0.3 kbars, cette pression est bien en dessous de la pression minimal utilisé à froid (2 kbars). Cependant, ce n'est pas avec le pressage à chaud qu'il obtient les meilleurs résultats sur les densités des échantillons pressés à chaud sont

plus faibles que celles des échantillons pressés à froid. Nous avons décidé de vérifier ce point. Pour ce faire, nous avons enrobé la matrice avec un fil chauffant, que nous avons connecté à un régulateur PID pour travailler à 25°C, 50 °C et 100 °C (figure 2-19).

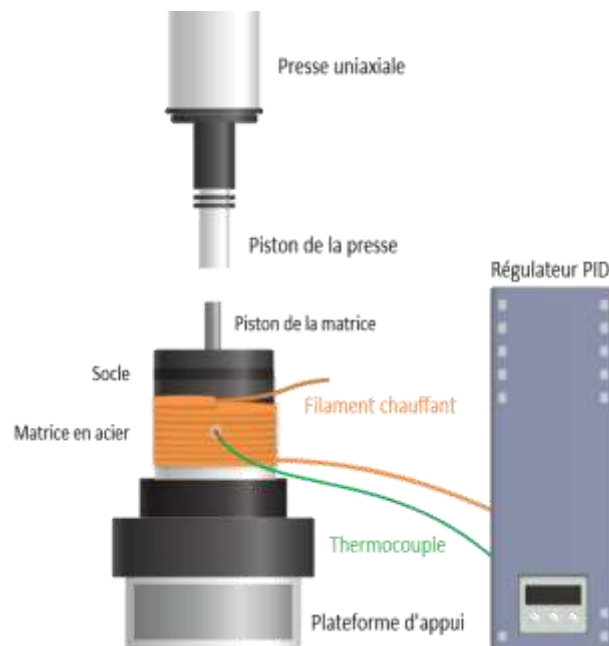


Figure 2-19: Schéma de principe de la presse simple action utilisée

Nous restons évidemment au dessous de la température de fusion de l'étain pur. Nous avons répété les expériences précédentes pour les trois températures citées ci-dessus.

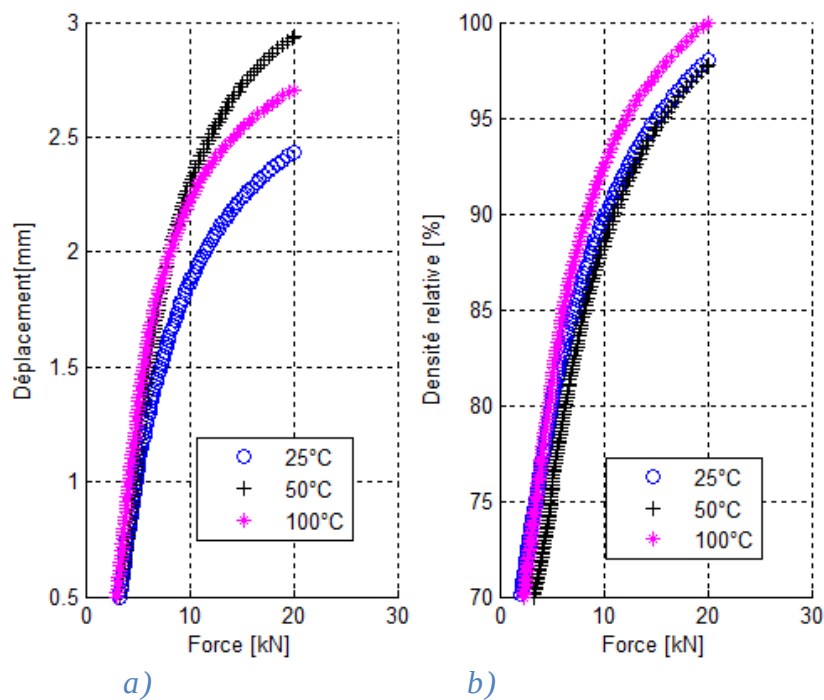


Figure 2-20: Influence de la température de pressage sur le déplacement du piston et la densité relative à vitesse constante.

Comme précédemment, on reporte l'évolution du déplacement et de la densité relative correspondante sur la figure 2-20 a et b. On remarque une différence assez marquée sur le déplacement à partir de 10 [kN] et ceux pour les trois températures. Sur la densité relative correspondante, on ne distingue pas de différence notable entre les résultats obtenus à 25 [°C] et 50 [°C]. Toutefois, il semble que la densification de l'échantillon réalisé à 100 [°C] soit plus importante que celle des échantillons réalisés à 25 [°C] et 50 [°C]. Mais encore une fois, lors de l'éjection de l'échantillon, il apparaît que l'échantillon pressé à 100 [°C] se casse très facilement sur une section de la pastille comme le montre la figure 2-21.



Figure 2-21: Photo de la pastille pressée à 100°C et cassée lors de l'éjection.

En augmentant la température on facilite le transfert de force au travers du lit de poudre, mais également le transfert axial et radial. Ainsi les contraintes radiales résiduelles sont probablement plus importantes, ce qui explique la difficulté à éjecter les pastilles pressées à chaud. Il n'y a pas d'intérêt à presser à chaud, les échantillons seront pressés à froid pour ces travaux de thèse.

5.1.3. Influence de la force de pressage

Nous avons également étudié l'influence de la force de pressage maximal sur la densité relative des échantillons. Trois forces de pressage maximales ont été utilisées pour la réalisation de l'étude (20 [kN], 30 [kN] et 40 [kN]). Les essais ont été réalisés à température ambiante avec une vitesse de pressage de 0.1 [mm/min] (figure 2-22).

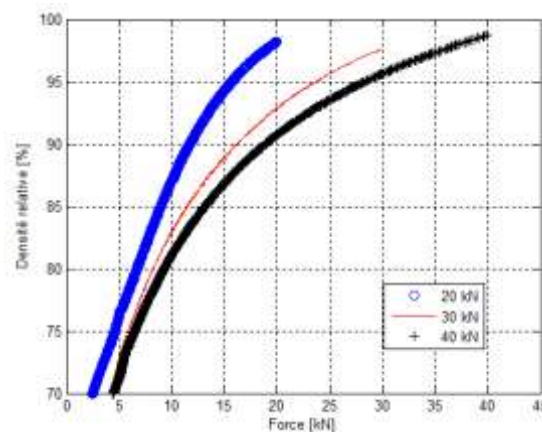


Figure 2-22: Influence de la force de pressage sur la densité relative à température ambiante et vitesse constante.

On ne constate pas de différence notable entre les densités relatives en fonction de la force maximale de pressage. On remarque par contre, que plus la force maximale de pressage augmente et plus la densité maximale est atteinte tardivement. Ceci est dû en partie au fait que plus la force maximale augmente et plus l'essai dure plus longtemps.

On peut obtenir des échantillons présentant des densités relatives quasiment égales à 100% mais qui se casse lors de l'éjection ou quelque temps après avec réaliser de simple manipulation. Plus la pression maximale est élevée, plus les déformations plastiques seront importantes et plus la tenue mécanique sera élevée. Toutefois, plus on augmente la contrainte axiale plus la contrainte radiale augmente et plus l'éjection de l'échantillon sera compliquée.

A ce stade d'avancement de la thèse, on décide donc de presser les échantillons à températures ambiantes à 0.1 [mm/min] et au maximum de capacité de la presse soit 40 [kN]. Nous continuerons cependant à chercher une solution pour presser à des pressions plus hautes, car si on se reporte aux travaux de Rokhlin [ROK81] il conviendra de presser à 100 [kN].

5.1.4. Caractérisation des échantillons

A la suite de cette étude, nous avons souhaité caractériser acoustiquement les échantillons d'étain pur, mais également quelques dos de 13 [mm] réalisés à 40 [kN]. Il est apparu très rapidement que les échantillons de diamètre de 13 [mm] étaient trop petits pour être caractérisés facilement acoustiquement. En effet, une partie du faisceau acoustique traverse le porte échantillon, ce qui rend les mesures difficilement exploitables. Ce point sera traité en détail dans le chapitre 3.

Nous avons finalement retenu un diamètre final de 16 [mm]. Par la suite, tous les échantillons d'étain et les dos étain/ tungstène auront un diamètre 16 [mm] et une épaisseur de 4 [mm], pour séparer temporellement les échos et avoir des échantillons pas très atténuants pour pouvoir les caractériser acoustiquement.

5.1.5. Conception d'une matrice simple action

Après les premiers essais, la matrice achetée pour les besoins de la thèse était déjà très abîmée. Les nombreuses difficultés d'éjection des échantillons ont fini par user la chemise de cette matrice. Nous avons donc conçu une matrice simple action dont nous pourrions facilement changer les chemises, et qui pourrait être facilement chauffée à l'aide d'un collier chauffant (figure 2-23).



Figure 2-23: Photo de la matrice chauffante avec (1) la matrice, (2) les poinçons et (3) les coussinets (chemises).

Pour ce faire, nous avons réalisé un corps en laiton de diamètre 70 [mm] avec au centre un logement de diamètre 20 [mm] capable de recevoir des coussinets (chemises en pallier) de diamètre intérieur de 16 [mm]. Nous avons réalisé les poinçons (pistons) à partir d'un arbre normalisé en acier trempé. L'ajustement était de très bonne qualité. La hauteur des paliers est limitée à 20 mm, nous avons utilisé trois paliers. Les deux paliers à l'extrémité permettent le guidage des poinçons extérieur et celui du centre sert de zone de pressage. Si un palier est abîmé, il est très facile de le changer.

On a aussi pu réaliser plusieurs dos d'étain/tungstène avec beaucoup moins de pertes qu'avec la matrice commerciale, mais cependant on obtenait des valeurs d'atténuation aberrantes (atténuations négatives) comme le montre la figure 2-24. Les valeurs aberrantes d'atténuation sont en partie dues à la mauvaise qualité de pressage (faible force de pressage, simple action, etc.)

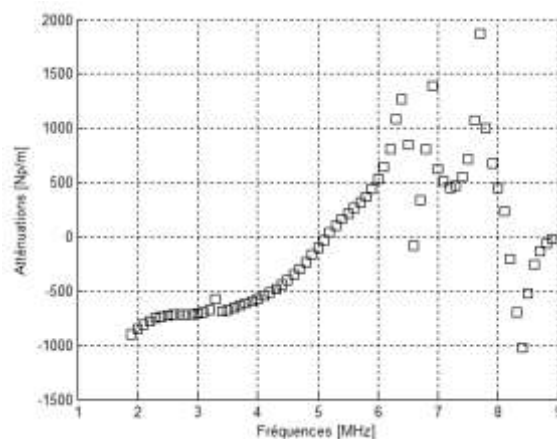


Figure 2-24: Exemple de valeurs d'atténuation négative obtenue sur un dos acoustique pressé à 40 [kN]. On constate une atténuation négative sur la gamme fréquentielle 2-5 [MHz].

5.1.6. Conception d'une matrice double action

Nous avons constaté que la qualité de pressage devait être améliorée. A fin d'y remédier, nous avons réalisé en laiton un corps de diamètre 16 [mm] et d'épaisseur 30 [mm] avec deux logement de guidages en aluminium de 16 [mm]. Les poinçons (pistons) sont toujours réalisés à partir d'un arbre normalisé en acier trempé de diamètre 16 [mm]. Deux cales (ressorts) avec un jeu de quelques centièmes de millimètre d'une hauteur de 50 [mm] (figure 2-25) permettent le retour axial du poinçon inférieur au début de l'application de la charge jusqu'à l'équilibre des forces radiales qui maintien la matrice en l'air et assure la compression double action. Une fois les forces radiales à l'équilibre, il est conservé jusqu'à la fin de la compression. Une telle compression double action dites souvent flottante permet une bonne répartition des densités entre le haut et le bas de la pastille.



a) *b)*
Figure 2-25: photo de la matrice double action vue éclatée (a) et vue complète (b) avec (1) la matrice, (2) le guidage, (3) les poinçons et (4) les cales (ressort).

La phase d'éjection (démoulage) constitue une source majeure des problèmes de fissuration des échantillons. En effet, lors de cette phase, l'échantillon est poussé pour être éjecté de la matrice. Les contraintes radiales résiduelles compliquent cette tâche et peuvent être suffisamment élevées pour induire une rupture de la pastille. De plus, l'échantillon subit un cisaillement induit par le retour de déformation de la matrice (figure 2.26.a). Pour diminuer ces problèmes, la matrice réalisée à partir de deux demi-coquilles qui lors du démoulage sont légèrement ouverte, permettant ainsi la répartition sur tout l'échantillon de la force résiduelle (figure 2.26.b).

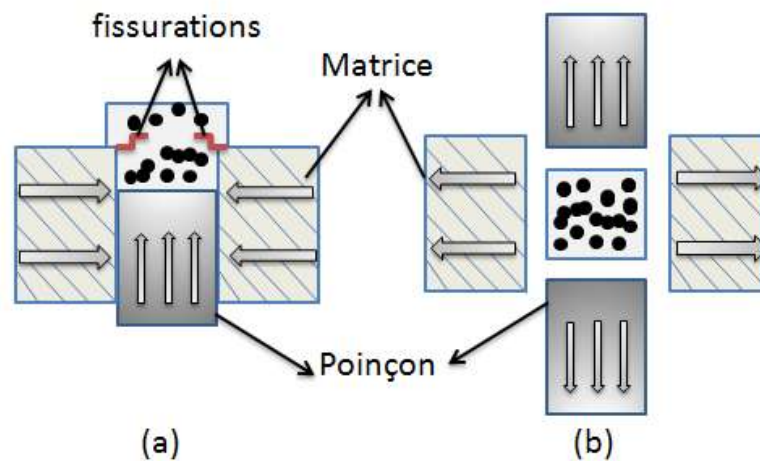


Figure 2-26 : Schéma de principe d'une éjection avec risque de fissuration de l'échantillon par son rebond élastique (a) et sans risque de fissuration par une éjection avec une matrice constituée de deux demi-coquilles séparables (b).

Enfin, nous avons pu avoir accès à une presse permettant de presser à 80 [kN]. Nous avons alors réalisé une série d'échantillons avec le protocole suivant

- Pressage double action à 80 [kN].
- Une vitesse de pressage à 0.1 [mm/min].
- Pressage à température ambiante.

Maintenant que le protocole de fabrication des échantillons est mis au point et que le banc de fabrication est caractérisé, passons à l'étape de fabrication et de caractérisation des matériaux.

6. Fabrication des dos acoustique

Le but de la réalisation de matériaux par pressage, est d'obtenir des échantillons ayant les caractéristiques désirées :

- La fraction volumique souhaitée,
- une distribution de diffuseurs (tungstène) homogène,
- une bonne tenue mécanique (sans fissure et sans pores).

Plusieurs techniques de caractérisation ont été utilisées. La première technique est une technique visuelle à l'œil nu. Par la suite une mesure de densité en prenant en compte le taux de compaction est réalisée. Pour détecter des problèmes non visuels à l'œil nu telle que les fissures micrométriques voir nanométriques on utilise le MEB ou l'EDAX. Dans cette partie, on exposera les caractéristiques matériaux des dos pressés à 40 [kN] et ceux à 80 [kN] avant leurs caractérisations acoustique au chapitre 4. Les techniques pour la caractérisation des dos d'un point de vue matériau seront citées et les premiers résultats présentés.

6.1. Fabrication de dos acoustique pressés à 40 [kN] et 80 [kN]

Pour rappel, les dos acoustique pressés à 40 [kN] par simple action et 80 [kN] par double action sont réalisés à température ambiante à une vitesse de pressage de 0.1 [mm/min].

Pour l'obtention d'un dos acoustique avec les dimensions et les fractions volumiques de tungstène voulues, on commence tout d'abord par déterminer les masses respectives d'étain m_{sn} et de tungstène m_w à peser on utilisant la formule ci-dessous :

$$m_w = V_w * \rho_w = V_t * \frac{\%V_w}{100} * \rho_w \quad (2.12).$$

$$m_{sn} = V_{sn} * \rho_{sn} = (V_t - V_{sn}) * \rho_{sn} \quad (2.13).$$

Avec V_w , V_{sn} et V_t les volumes respectifs de tungstène, d'étain et du dos final obtenu. ρ_{sn} , ρ_w sont respectivement les densités d'étain et de tungstène avec $\%V_w$ la fraction volumique de tungstène.

Pour homogénéiser le mélange, les masses de tungstène et d'étain obtenues sont introduites dans un tube fermé introduit dans un mélangeur tridimensionnel (figure 2-27) pendant 15 minutes environ.



Figure 2-27: photo du mélangeur tridimensionnel

6.1.1. Mesure de densité et de fraction volumique

La première méthode de mesure de densité est la plus simple et la plus rapide. Elle nécessite la masse de l'échantillon à sec m_{sec} et son volume V . Par la suite, le rapport de m_{sec} et V est calculé. La masse de l'échantillon à sec m_{sec} est mesuré avec une balance de précision de résolution 0.1 [mg] avec une incertitude de mesure de 0.2 [mg]. Le volume est calculé en mesurant l'épaisseur et le diamètre de l'échantillon avec un micromètre ayant une précision de 2 [μ m] et une résolution de 1 [μ m].

La deuxième méthode de caractérisation est la mesure par double pesée, cette technique nécessite la connaissance de la masse de l'échantillon à sec m_{sec} et la masse de l'échantillon dans l'eau m_{eau} . La mesure de la masse de l'échantillon dans l'eau et à sec se fait avec la même balance que pour la première méthode.

La dernière, méthode utilisée est celle dite d'Archimède dans laquelle on mesure avec la même balance que pour les deux autres méthodes l'échantillon à sec et une deuxième mesure permettant de mesurer la masse d'eau déplacée lorsque l'échantillon est introduit $m_{eau-deplacée}$. Sachant que cette dernière méthode est plus précise que les deux autres méthodes, elle est retenue pour le reste des mesures. Avec cette méthode l'incertitude sur les mesures de masse

volumique varie de 0.20 [kg/m³] à 0.45 [kg/m³] en fonction de la masse de l'échantillon. Dans le tableau récapitulatif en annexe sera insérées les incertitudes des mesures.

Connaissant la densité souhaitée, on arrive à remonter à la compacité en divisant la densité expérimentale mesurée par la densité souhaitée (densité attendue). Connaissant la densité expérimentale de l'échantillon ρ_{ech}^{exp} , la compacité $C = \frac{\rho_{ech}^{exp}}{\rho_{ech}^{souhaitée}}$, les densités théoriques des diffuseurs $\rho_{diffuseur}^{th}$ (tungstène) et de la matrice $\rho_{matrice}^{th}$ (étain), on peut mesurer la fraction volumique expérimentale de l'échantillon par la relation suivante :

$$V\% = \frac{\rho_{ech}^{exp} - \rho_{matrice}^{th} * C}{\rho_{diffuseur}^{th} - \rho_{matrice}^{th}} \quad (2.14).$$

Le tableau 3 récapitule tous les échantillons d'épaisseur 4 [mm] et de diamètre 16 [mm] réalisés à 40 [kN] et 80[kN].

Tableau 3 : Caractéristiques des échantillons pressés par simple action à 40 [kN] et pressés par double action à 80 [kN]

Echantillon	Pression [kN]	Fraction volumique [%]	Compaction [%]	Granulométrie [µm]
5%-4T-140-200um	40	4.95	98.97	140-200
15%-4T-140-200um	40	14.52	96.82	140-200
30%-4T-140-200um	40	29.52	98.41	140-200
5%-4T-44-74um	40	4.23	84.78	44-74
15%-4T-44-74um	40	14.25	97.23	44-74
30%-4T-44-74um	40	29.56	98.55	44-74
5%-8T-149-250um	80	4.72	94.43	149-250
10%-8T-149-250um	80	9.69	96.96	149-250
15%-8T-149-250um	80	14.51	96.73	149-250
30%-8T-149-250um	80	28.89	96.29	149-250
5%-8T-44-74um	80	4.81	96.21	44-74
10%-8T-44-74um	80	9.99	99.90	44-74
15%-8T-44-74um	80	15.00	100.00	44-74
30%-8T-44-74um	80	29.59	98.64	44-74

On réalise une seconde série d'échantillon dans les mêmes conditions de pressage mais avec une épaisseur de 2 [mm] pour avoir une meilleure homogénéité, dédiée à la caractérisation (aspect matériau). Les échantillons ont été scindés suivant 3 plans de coupe pour être caractérisés par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) avant et après recuit (frittage). Le microscope électronique à balayage permet d'obtenir une image fortement agrandie de la surface des échantillons.

On a voulu voir si sur la série de 2 [mm] d'épaisseur on arrive à visualiser de la porosité sur des échantillons présentant une faible compacité. Pour l'échantillon d'étain tungstène avec 5% de fraction volumique de tungstène on observe des fissures et des pores.

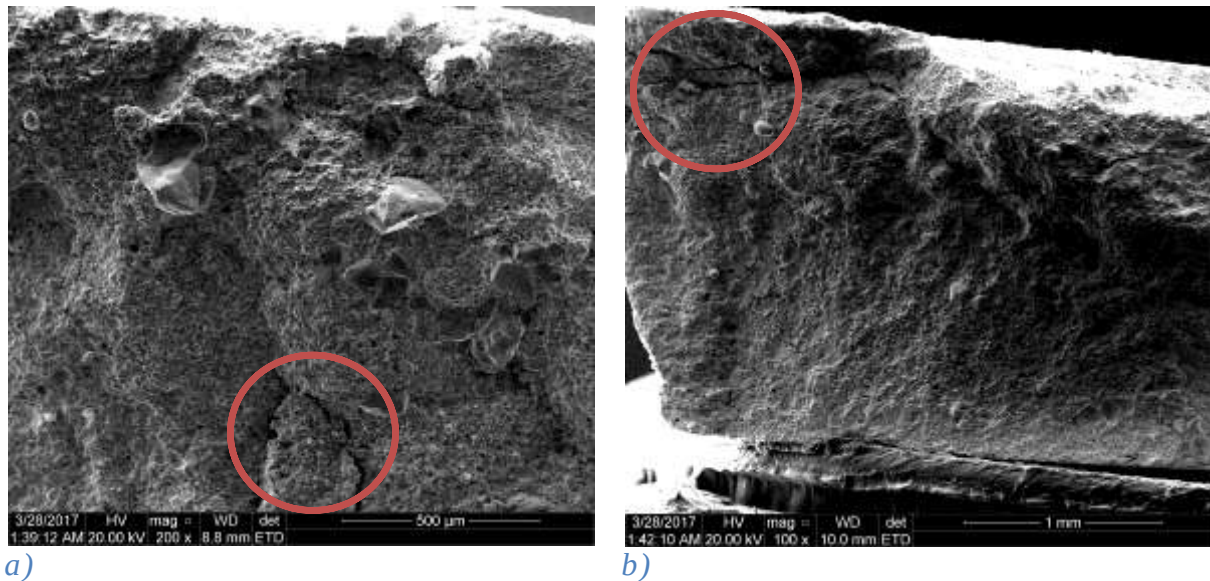


Figure 2-28: Image MEB d'un échantillon avec une fraction volumique de 5% de tungstène sur lesquelles on observe des fissures au centre de l'échantillon(a) et sur le dessus de l'échantillon(b).

Dans les figures précédentes, on distingue bien des fissures internes non observables sur un échantillon non coupé. Ces fissures ne sont pas parvenues lors de la découpe. Les fissures observables au microscope électronique à balayage peuvent fausser les mesures acoustiques.

Pour supprimer la porosité, l'utilisation du frittage est souvent préconisée. Les mêmes échantillons sont cuits à 2/3 de leurs températures de fusion (2/3 de la température de fusion de l'étain) par pallier et un maintien pendant 5h à température. Les nouvelles images montrent que le frittage n'a apporté aucune modification sur la porosité des échantillons. En effet, les mêmes défauts sont encore présents après recuit (figure 2-29). On présente, dans cette section que l'échantillon ayant 5% de fraction volumique de tungstène, mais les mêmes constats ont été réalisés sur les échantillons ayant une fraction volumique de 15% et 30 % de tungstène.

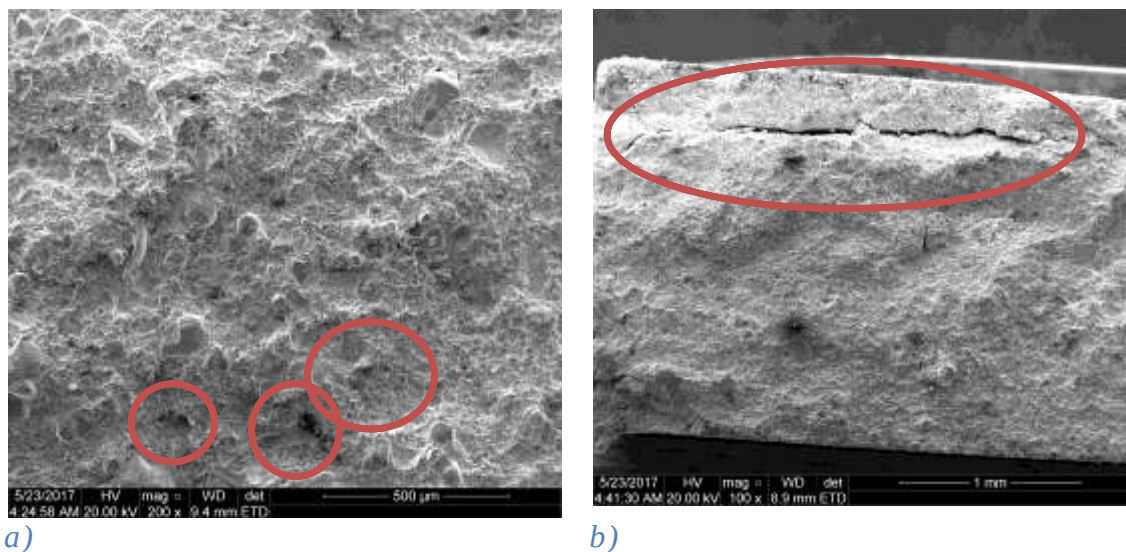
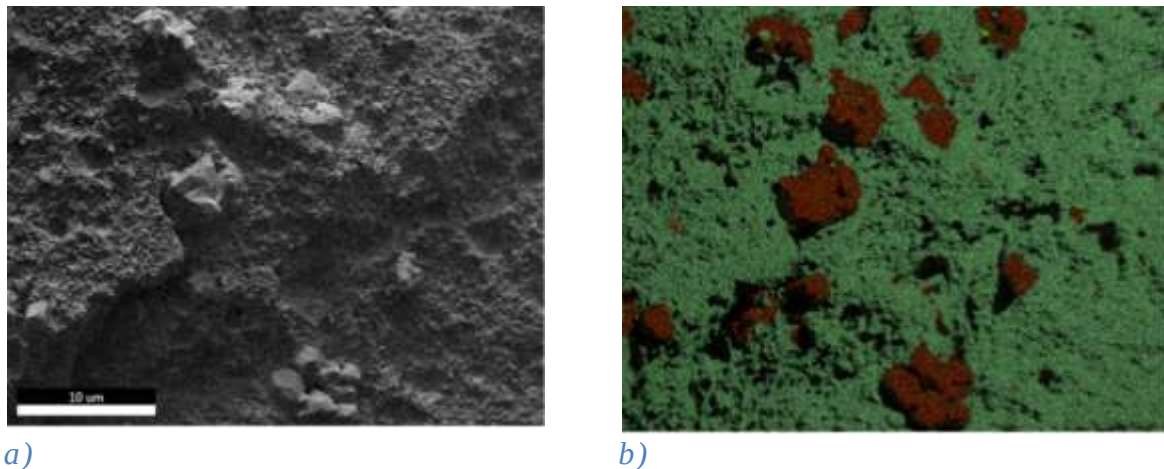


Figure 2-29: Image MEB d'un échantillon avec une fraction volumique de 5% de tungstène sur lesquelles on observe des pores et la même fissure après recuit.

Pour l'analyse de la composition de l'échantillon ou voir son homogénéité, un faisceau focalisé d'électrons est utilisée. L'étude est réalisée avec l'EDAX. Les images sur la composition d'un dos acoustique sont présentées sur la figure 2-30.



a) *b)*
Figure 2-30: Image MEB (a) et EDAX (b) d'un échantillon étain/ tungstène dans laquelle grâce à l'EDAX, on voit bien les diffuseurs de tungstène et la poudre d'étain.

On a vu dans cette partie que les échantillons pressés à 40 [kN] présentent des fissures observables au MEB. Ces fissures ne sont pas corrigibles par recuit (frittage). On a aussi constaté que les échantillons pressés à 40 [kN] sont souvent difficile à caractériser due au faite de la présence de porosités et de fissures. On n'a pas eu le temps de faire la même étude sur les échantillons pressés à 80 [kN] pour conclure sur l'efficacité du pressage à cette force. Cependant on verra par la suite des travaux (chapitre 4) que les échantillons pressés à 80 [kN] ont tous pu être caractérisés sans difficulté et présente un bon accord avec les données théoriques (simulation IEMA).

7. Conclusion

Dans ce chapitre, une description brève des matériaux et des différents phénomènes limitant leurs tenues en température sont présentées. Ce chapitre a permis de mettre en évidence la difficulté de trouver des matériaux résistants aux conditions hostiles dictées par les milieux à hautes températures. A ce jour, il n'existe pas de matériau pouvant résister à tous les phénomènes physico-chimiques des hautes températures. La tenue mécanique des matériaux est imposée par la forme des poudres à adjoindre et par la technique de fabrication du matériau final densifié.

On a réussi à prendre en main une technique de fabrication qui nous a permis de réaliser les premiers dos acoustiques caractérisables. Une étude au préalable sur l'étain pur a permis la caractérisation de la technique de fabrication. Il en ressort de cette étude que les paramètres tels que : La force de pressage, la vitesse de pressage et la température de pressage influent de manière significative sur la tenue mécanique des échantillons.

Une technique de contrôle de densité et de porosité durant le pressage a été mise au point, ce qui nous a permis de choisir un protocole de fabrication. Le protocole de fabrication retenu est le suivant :

- Pressage double action à 80 [kN].
- Une vitesse de pressage à 0.1 [mm/min].
- Pressage à température ambiante.

On fabriquera par la suite des échantillons d'étain/tungstène avec différentes granulométries et différentes fractions volumiques. Ils devront être caractérisés acoustiquement. Cependant l'équipe Matériaux Micro capteurs et Acoustique (M2A) n'ayant pas de banc de spectroscopie, il a fallu réaliser dans un premiers temps le banc de spectroscopie qui nous permettra de caractériser les échantillons, c'est ce que nous verrons au chapitre 3 suivant.

Bibliographie

- [CHA06] K.K.Chawla. "Metal matrix composites in automotive applications" Adv. Mater. Process. Vol.4, Springer ISBN 0387233067, July, 2006, 29–31.
- [DID02] D. Bouvard "Mécanique et Ingénierie des matériaux : Métallurgie des poudres" ed Hermes N°53118 Janvier 2002 pp128.
- [GIL83] GiIman PS , Benjamin JS. "Mechanical alloying. Ann Rev Mater Sci, 1983;13:279".
- [HAT06] Hata,K.and M Takahashi, "corrosion study in direct cycle Pb-Bi cooled fast reactor, bulletin of research laboratory for nuclear reactors (Tokyo institute of technology), 30(1/2), 2006, 230-234
- [HUN01] Hunt W.H., Miracle D.B., Automotive applications of metal matrix composites, in ASM Handbook. In: Miracle D.B., Donaldson S.L. (Eds.) Composites, Vol. 21. Materials Park: ASM International; 2001. pp. 1029–1032.
- [JAM91] P,J. James "Isostatic pressing" Elsevier Applied Science, Vol. 20, No.1977, londre et New York 1991.
- [KEL05] K.A.Keller, Jefferson, G., and Kerans R.J., Oxide–oxide composites, in Handbook of Ceramic Composites, Bansal N.P. ed., pp. 377–421, Springer, 2005.
- [KOC89] CC. Koch. "Materials synthesis by mechanical alloying".Ann Rev Mater Sci,;Vol.19, No.121, 1989.
- [KRE08] W . Krenkle "ceramic matrix composite: fiber reinforced ceramis and their applications, John Wiley and Sons, Weinheim, ISBN 978-3-527-31361-7 Germany 2008.
- [LUL95] LÜ L, LAI MO. "Modeling of the mechanical Alloying process". J Mater Process Techn. Vol.52. pp539-546, 1995.
- [PAR11] Parlier M., Ritti M.-H., Jankowiak A., "Potential and perspectives for oxide/oxide composites" J. Aerospace Lab, Vol.3 ,November, 2011.
- [RAI98] G. Raisson. and al "Production of high performance static parts by the Isoprec Process" Proceedings of 1998 Powder Metallurgy World Congress, Grenade vol 5 EPMA 1998.
- [ROK81] S. Rokhlin, S. Golan, and Y. Gefen "Acoustic properties of tungsten-tin composites" J. Acoust. Soc. Am. Vol 69, pp.1505-1506, 1981.
- [SAY84] C.M. Sayers and al "Ultrasonic properties of transducer backings" Ultrasonics vol 22, pp57-60, March 1984.
- [SUR01] C. Suryanarayama "Mechanical alloying and milling." Prog Mater Sci, 2001;Vol.46, No.1, pp.184". 2001
- [SWI83] F.B Swinkels, and al "Mechanisms of hot-isostatic pressing" Acta metal. Vol 31, No 11 pp 1829-1840 17 April 1983.
- [TIE65] Tietz and Wilson,1965 "behavior and properties of refractory metals, 1965,Stanford university press, pp.1-419"
- [WAN00] Wang W. "Modeling and simulation of the dynamic process in hight energy ball milling of metal powders". PhD, University of Waikato, New Zealand, 2000.
- [WAR88] J. Warren and al "Modern Developments in powder Metallurgy" vol. 18 Metal powder Industries federation, Princeton, NJ 1988
- [WIL69] W D. Wilkinson "properties of refractory metals" Gordon and breach science Publishers, Vol.38, pp1-355, 1969.
- [KAD04] Kadiri Moulay Saddik " compression de poudre pharmaceutiques et interaction avec l’outillage analyse expérimentale et modélisation numérique" thèse en génie des procédés soutenu le 30 novembre 2004.

Chapitre 3 : MISE EN ŒUVRE D'UN BANC DE SPECTROSCOPIE ULTRASONORE

1. Introduction

Dans un processus de fabrication d'une sonde ultrasonore, nous devons connaître les propriétés acoustiques des matériaux la constituant. Or, la vitesse et l'atténuation des ondes ultrasonores dépendent de la fréquence. Nous devons donc déterminer les propriétés acoustiques en fonction de la fréquence, du moins dans la gamme de fréquence de fonctionnement souhaitée.

La spectroscopie ultrasonore permet de déterminer l'évolution de la vitesse v et de l'atténuation α en fonction de la fréquence, et en mesurant la masse volumique du matériau ρ , l'impédance acoustique peut être alors déduite ($Z = \rho \cdot v$).

Pour la méthode de spectroscopie ultrasonore la plus utilisée, deux mesures sont réalisées, une première mesure à travers un milieu de référence (généralement de l'eau comme ici), et d'une seconde avec un spécimen introduit dans ce précédent milieu. La fonction de transfert de ce spécimen (voir illustration ci-dessous 3-1) est déduite par le rapport de la transformée de Fourier des deux échos. La phase de cette fonction de transfert permet d'estimer la vitesse, et le module permet de déduire l'atténuation. Plus de détails sur les méthodes de calcul sera apporté dans ce qui suit.

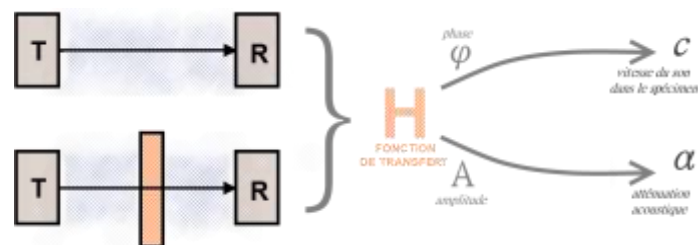


Figure 3-1 : Schéma de principe de la spectroscopie ultrasonore.

Les dos ultrasonores sont des composites particuliers. Dans ce type de matériau, l'atténuation dépend principalement des phénomènes de diffusions multiples. Dans ce type de matériau l'évolution de la vitesse et de l'atténuation en fonction de la fréquence est assez complexe.

Il existe des modèles qui moyennant plusieurs hypothèses simplificatrices permettent de prédire l'évolution de l'atténuation et de la vitesse ultrasonore en fonction de la fréquence. Le modèle d'Aggelis « Iterative Effective Medium Approximation (IEMA) » [AGG04] semblant être le plus précis, il sera utilisé pour prédire les propriétés des dos ultrasonores. La comparaison des données expérimentales et théoriques permettra de savoir si les dos réalisés présentent les propriétés attendues à l'incertitude près du modèle et des mesures expérimentales.

La spectroscopie ultrasonore, notamment celle utilisée et la plus répandue (insertion/substitution en transmission) semble en première approche facile à mettre en œuvre. Toutefois, les difficultés expérimentales (alignement, non parallélisme...) sont peu discutées dans la littérature. Les précautions à prendre pour réaliser des mesures fiables avec cette méthode seront mises en avant.

Le traitement du signal, avec notamment l'estimation de la fonction de transfert et surtout le déroulement de la phase doit être également soigné.

Pour caractériser des échantillons de diamètres relativement petits, il a fallu utiliser des sondes de petits diamètres (6mm), pour avoir une tache focale petite. Mais l'utilisation de sonde de petit diamètre augmente les effets de la diffraction. Il est donc légitime de discuter de l'effet de la diffraction dans le chapitre suivant.

Enfin, pour valider le banc de spectroscopie ultrasonore réalisé, nous avons choisi de caractériser des plastiques tels que le Poly Méthacrylate de Méthyle (PMMA). Le PMMA est un matériau présentant une faible dispersion donc relativement difficile à mesurer mais pour lequel nous disposons de données dans la littérature. Il est de fait un bon candidat pour qualifier la méthode et le banc expérimental. De plus, l'atténuation est une fonction linéaire de la fréquence. Cela permettra à l'aide des relations de Kramers-Kronig (K-K) une vérification rapide des mesures de vitesses et une validation des mesures réalisées.

2. Notions fondamentales en acoustique

2.1. Ondes acoustiques

Il existe deux principaux types d'onde acoustique :

- Les ondes longitudinales : aussi appelées ondes de compression, caractérisées par un déplacement de particules dans la direction de propagation. Elles sont composées de zones de compression et de zones de raréfaction (figure 3.2a)
- Les ondes transversales : aussi appelées ondes de cisaillements, caractérisées par un déplacement de particules perpendiculaire à la direction de propagation. Elles sont composées de creux et de crêtes (figure 3.2b).

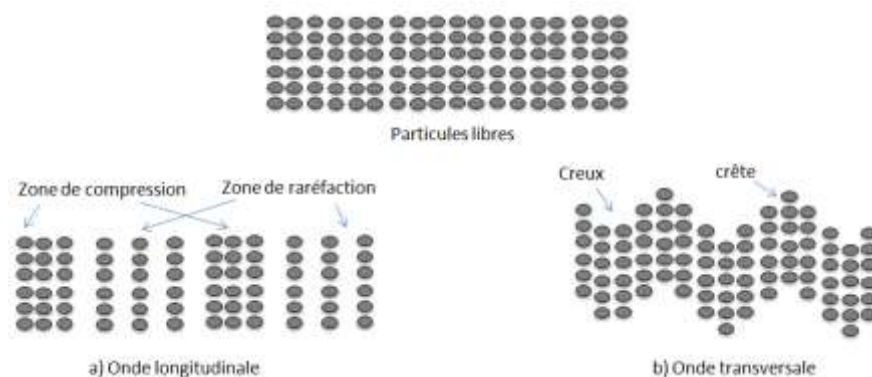


Figure 3-2 : Propagation d'une onde longitudinale (a) et d'une onde transversale (b).

On s'intéresse à la mesure des propriétés acoustiques de matériaux utilisables en tant que dos de sonde (les travaux concernent le développement de sonde acoustique en mode épaisseur). Dans un milieu isotrope élastique infini la vitesse des modes longitudinaux et transversaux sont :

$$V_L = \sqrt{\frac{\lambda + 2\mu}{\rho}} \quad (3.1).$$

$$V_T = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \quad (3.2).$$

Avec ρ la densité de l'échantillon et λ et μ les coefficients de Lamé.

Dans ces expressions, les vitesses ne dépendent pas de la fréquence. Cependant, dans un milieu infini réel les vitesses dépendent de la fréquence : c'est la dispersion.

La viscoélasticité qui se traduit par la conversion d'une partie de l'énergie acoustique en chaleur (à cause des frottements visqueux) est un des phénomènes à l'origine de la dispersion des ondes ultrasonores. Dans un milieu hétérogène, la vitesse et l'atténuation dépendent de la fréquence également à cause des phénomènes de diffusions multiples. Plus généralement, des qu'un milieu est atténuant la vitesse dépend de la fréquence.

Dans les composites particuliers réalisés et étudiés, l'atténuation et la vitesse dépendent de la fréquence essentiellement à cause des effets de diffusions multiples (les pertes visqueuses sont généralement négligeables). Intéressons nous à la théorie liée à ces deux phénomènes de dispersion.

2.1.1 Pertes visqueuses [ELM11-NAV06]

En partant de la loi de Hooke, qui relie les tenseurs de déformation ε et de contrainte σ pour un matériau élastique [ELM11-NAV06]:

$$\sigma = E * \varepsilon \quad (3.3).$$

Soit en notation indicielle (dite de Voigt)

$$\sigma_{ij} = E_{ijkl} * \varepsilon_{kl} \quad \text{avec } i, j, k, l = 1, 2, 3 \quad (3.4).$$

E_{ijkl} est le tenseur de rigidité élastique d'ordre 4 contenant 81 coefficients, que l'on peut ramener à 36 composantes dû au fait que les tenseurs de contrainte et de déformation sont symétriques et que :

$$E_{ijkl} = E_{jikl}, \quad E_{ijkl} = E_{ijlk} \quad (3.5).$$

E_{ijkl} réduit à 21 pour un matériau anisotrope, 9 pour un matériau orthotrope et 2 pour un matériau isotrope. En appliquant la convention d'Einstein (sommation sur les indices) sur un

matériau orthotrope (cas le plus général), on obtient la correspondance sur les indices suivante :

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

Lorsque le milieu est viscoélastique, le phénomène est décrit par la Loi de Kelvin- Voigt dans laquelle un terme dissipatif ζ s'ajoute à la loi de Hooke :

$$\sigma_{ij} = E_{ijkl} * \varepsilon_{kl} + \zeta_{ijkl} * \frac{\partial \varepsilon_{kl}}{\partial t} \quad \text{avec } i, j, k, l = 1, 2, 3 \quad (3.6).$$

Comme nous nous intéressons uniquement à des ondes longitudinales cette relation se simplifie et s'écrit :

$$\sigma = E * \varepsilon + \zeta * \frac{\partial \varepsilon}{\partial t} \quad (3.7).$$

En supposant des solutions harmoniques en $e^{i\omega t}$ la loi de Kelvin Voigt s'écrit :

$$\sigma = (E + i\omega\zeta)\varepsilon \quad (3.8).$$

L'équation de propagation admet alors une solution de type ondes planes complexes de la forme :

$$e^{-\bar{k}(\omega)x} e^{i\omega t}$$

Avec $\bar{k} = \alpha + ik$, α étant l'atténuation en [Np/m] et $k = \frac{\omega}{v}$ la constante de propagation.

Pour une onde longitudinale se propageant dans le sens positif dans un matériau isotrope, l'équation d'onde unidimensionnelle conduit à une équation complexe :

$$-\rho\omega^2 - E(\alpha^2 - k^2) + 2\alpha k\omega\zeta + i[(\alpha^2 - k^2)\omega\zeta + 2\alpha kE] = 0 \quad (3.9).$$

En séparant les parties réelles et imaginaires, on obtient :

$$(3.10) \begin{cases} E(\alpha^2 - k^2) - 2\alpha k\omega\zeta = -\rho\omega^2 \\ (\alpha^2 - k^2)\omega\zeta + 2\alpha kE = 0 \end{cases}$$

De ces deux équations (3.10), on déduit l'expression de l'atténuation:

$$\alpha^2 = \frac{\rho\omega^2}{E} \left(\frac{1}{\sqrt{1 + \left(\frac{\omega\zeta}{E}\right)^2}} - \frac{1}{1 + \left(\frac{\omega\zeta}{E}\right)^2} \right) \quad (3.11).$$

Si l'effet de la viscosité (les pertes visqueuses) est négligeable devant l'effet d'élasticité on a

$$\frac{\omega\zeta}{E} \ll 1.$$

La relation (3.11) se réduit à :

$$\alpha(\omega) = \frac{1}{2} \frac{\zeta}{E} \frac{\omega^2}{\sqrt{\frac{E}{\rho}}} \quad (3.12).$$

Ainsi l'atténuation est dépendante de la fréquence. On montre par la suite, que la vitesse dans un milieu viscoélastique est aussi dépendante de la fréquence.

2.1.2. Vitesse acoustique

On appliquant le même principe que pour l'atténuation acoustique, on montre que la vitesse dans un milieu viscoélastique dépend de la fréquence. En effet la vitesse de l'onde acoustique dans un milieu se traduit par la constante de propagation k . En partant de l'équation (3.10), on peut déduire que :

$$k^2 = \frac{\rho \omega^2}{2E} \left(\frac{1}{\sqrt{1 + \left(\frac{\omega \zeta}{E}\right)^2}} - \frac{1}{1 + \left(\frac{\omega \zeta}{E}\right)^2} \right) \quad (3.13).$$

Avec l'approximation d'une faible viscosité on obtient :

$$k(\omega) = \frac{\omega}{\sqrt{\frac{E}{\rho}}} \left(\sqrt{1 - \frac{3}{4} * \left(\frac{\omega \zeta}{E}\right)^2} \right) \quad (3.14).$$

Avec $V_L \sim \sqrt{\frac{E}{\rho}}$ on peut donc déduire la vitesse par :

$$V_L = \frac{\omega}{k(\omega)} \quad (3.15).$$

L'équation (3.15) montre la dépendance de la vitesse avec la fréquence.

2.1.3. Dépendance entre la vitesse et l'atténuation (relations de Kramers-Kronig)

Dans un milieu viscoélastique la vitesse et l'atténuation dépendent donc de la fréquence. Les phénomènes de dispersion restent faibles, c'est à dire que la variation de la vitesse et de l'atténuation en fonction de la fréquence est faible. Le but de la méthode de spectroscopie ultrasonore est de mesurer ces faibles variations de vitesse et d'atténuation. C'est l'outil idéal pour caractériser les phénomènes de dispersions qu'ils soient liés à la viscoélasticité ou aux diffusions multiples.

Pour le besoin de cette thèse un banc de spectroscopie ultrasonore a été mis au point et validé. Pour ce faire, les mesures de test ont été réalisées sur un matériau témoin : du Poly Méthacrylate de Méthyle (PMMA). Il présente une faible dispersion, donc difficile à mesurer et on trouve avec abondance les données de vitesse et d'atténuation dans la littérature.

Les données de la littérature sur ce matériau ont été rassemblées et présentées sur la figure 3-3. Les vitesses et les atténuations sont reportées sur la figure 3.3 à différentes températures et avec différents couples de sondes ultrasonores:

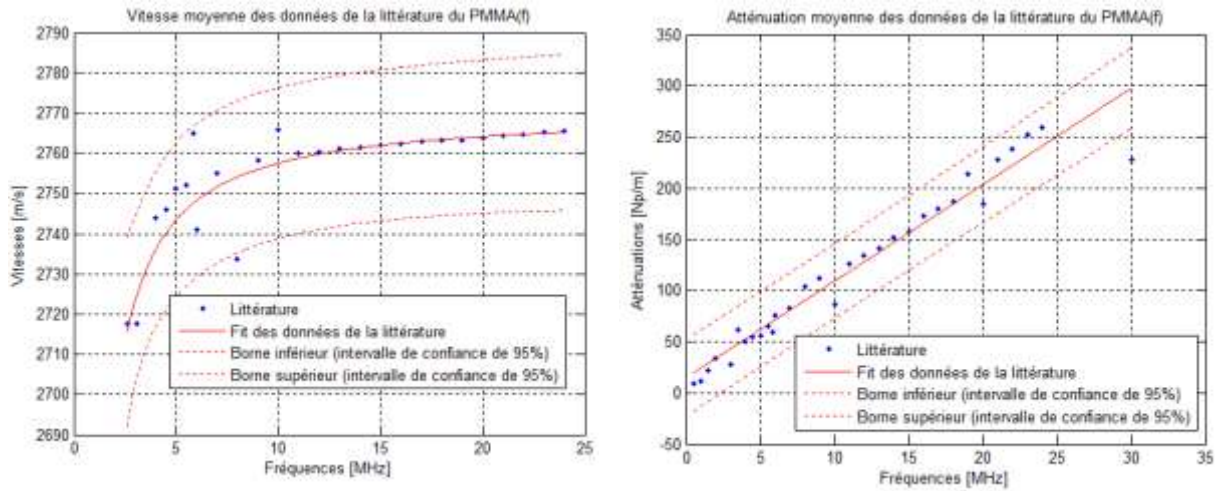


Figure 3-3 : Mesure de dispersion sur la vitesse et l'atténuation sur du PMMA.

En ajustant ces courbes, les valeurs moyennes de vitesse et d'atténuation en fonction de la fréquence f (à 95% de confiance) sont :

$$\alpha(f) = 9.4 * f + 15 \quad (3.16).$$

$$v(\omega) = 2756 * e^{0.13e-3*f} - 94.72 * e^{-0.45*f} \quad (3.17).$$

Nous comparons les données expérimentales à celle-ci. L'atténuation est linéaire avec la vitesse pour ce type de matériau. Les parties réelle et imaginaire sont liées entre elles par les relations complexes de Kramers-Kronig (K-K) nécessitant le calcul d'intégrale impropre :

$$Y'(\omega) = Hi\{Y''\}(\omega) \quad (3.18).$$

Avec $Y'(\omega)$ et $Y''(\omega)$ représentant respectivement les parties réelle et imaginaire de la transformée de Fourier de la fonction causale $y(t)$. $Hi\{g\}(t)$ représente la transformée de Hilbert d'une fonction $g(t)$, elle s'écrit :

$$Hi\{g\}(t) = \frac{1}{\pi} vp \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{g(u)}{t-u} du \quad (3.19).$$

Avec vp la valeur principale de Cauchy, elle est obtenue lorsque le terme de l'intégrale impropre tend vers zéro.

Sur des bandes de fréquence faible, il existe des relations beaucoup plus simples bien adaptées à des matériaux dont l'atténuation suit une loi de type $\alpha = \alpha_0 \omega^n$ comme c'est le cas pour le PMMA.

Szabo [SZA97-SZA00] a donné deux relations simplifiées (selon que $n = 1$ ou $n \neq 1$) permettant de lier la vitesse à l'atténuation et vice versa. L'atténuation est exprimée comme suit :

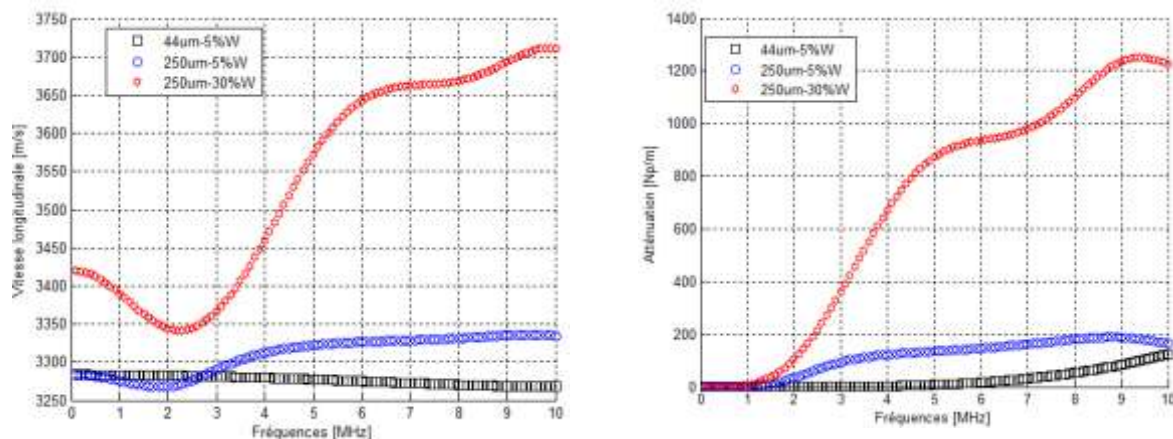
$$\alpha(\omega) = \alpha_0 * \omega^n \quad (3.20).$$

Avec α_0 le coefficient d'atténuation à une fréquence exprimée en [Np/m/Hzⁿ]. La vitesse est exprimée en fonction de l'atténuation comme suit :

$$(3.21) \quad \begin{cases} v(\omega) = \frac{1}{\left(\frac{1}{v(\omega_0)} - \frac{\alpha_0}{\pi^2} \ln\left(\frac{\omega}{\omega_0}\right)\right)} & \text{pour } n = 1. \\ v(\omega) = \frac{1}{\left(\frac{1}{v(\omega_0)} - \frac{\alpha_0}{\pi^2(n-1)} * (\omega^{n-1} - \omega_0^{n-1})\right)} & \text{pour } n \neq 1. \end{cases}$$

Pour le cas du PMMA, Nous utiliserons le modèle de Szabo avec $n=1$ qui a permis de valider les mesures de vitesse et d'atténuation réalisées. Cependant, pour les composites particuliers ces relations ne sont plus utilisables, car la variation de l'atténuation n'est plus une fonction monotone de la fréquence (figure 3-4).

Pour estimer la variation de la vitesse et de l'atténuation en fonction de la fréquence des composites, on utilise le modèle IEMA [AGG04]. Ce modèle propose une approximation itérative simple (Iterative Effective Medium Approximation IEMA) combinant le modèle de « Auto-suffisant » de Kim [KIM95] et celui de multiple diffusion de Foldy [FOL45]. Le modèle permet de prédire la dispersion et l'atténuation dans différents milieux (composites particuliers, émulsions, etc.). A titre d'exemple, sur la figure 3-4, pour des composites particuliers étain/tungstène (Sn/W), on voit comment la vitesse et l'atténuation sont dépendantes de la fréquence, de la fraction volumique et de la taille des diffuseurs (tungstène).



a) b)
Figure 3-4 : Vitesse (a) et atténuation (b) en fonction de la fréquence, de la fraction volumique et de la granulométrie des diffuseurs.

Présentons maintenant les méthodes expérimentales utilisées.

3. La spectroscopie ultrasonore

3.1 La première méthode au contact sans immersion

La première méthode de spectroscopie ultrasonore a été introduite en 1977 par Sachse et Pao [SAC78]. Cette méthode ne permet de déduire que la dispersion, c'est-à-dire, l'évolution de la vitesse avec la fréquence. Cette méthode consiste à réaliser une mesure avec les deux sondes (émettrice et réceptrice) au contact, puis une deuxième mesure avec l'échantillon inséré entre les sondes (figure 3-5).

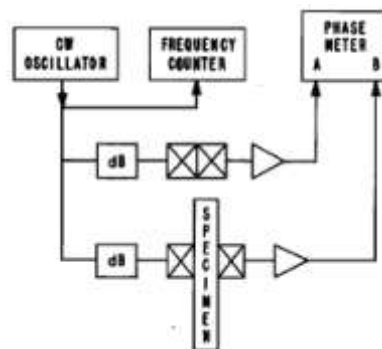


Figure 3-5: Schéma de principe de la méthode au contact [LAW81]

Par la suite, la différence de phase entre deux échos est calculée, l'une observée lorsque les transducteurs émetteur et récepteur sont au contact et la seconde lorsque le matériau est introduit entre les transducteurs.

La différence de phase entre le signal de référence et celui ayant traversé l'échantillon permet de déterminer la vitesse en fonction de la fréquence (3.22) :

$$V(\omega) = \frac{-\omega * e}{\Delta\varphi} \quad (3.22).$$

Où e est l'épaisseur de l'échantillon et $\Delta\varphi = \varphi_s - \varphi_w$ est la différence de phase entre le signal transmis à travers l'échantillon et le signal de référence.

Cette méthode n'est pas utilisée pour déterminer l'atténuation acoustique. En effet, les couplages acoustiques ne sont pas reproductibles et les pertes d'insertion ne sont donc pas connues. Pour palier à ce problème, on peut travailler en immersion dans un fluide aux propriétés acoustiques connues, le plus facile étant de travailler dans l'eau. Ainsi, la reproductibilité du couplage est assurée et les pertes d'insertions (pertes dues aux ruptures d'impédance aux interfaces) seront connues.

Remarque :

Une méthode proposée et validée expérimentalement [TRO01] présente une approche alternative pour estimer l'atténuation, par le biais d'une mesure de vitesse et des relations de Kramers-Kronig

3.2 Méthode sans contact en immersion (insertion/substitution)

Parce qu'elles permettent la reproductibilité du couplage et donc la mesure de l'atténuation, les méthodes en immersion sont donc les plus utilisées.

La première méthode, est celle dite en transmission simple ou méthode d'insertion/substitution. Dans cette méthode, une première mesure de référence à travers l'eau est effectuée, s'en suit une deuxième mesure à travers l'échantillon qui est inséré entre les sondes.

La différence de phase entre la transformée de Fourier de l'écho transmis à travers l'échantillon et celui de référence à travers l'eau permet de déduire la vitesse. Le rapport des spectres d'amplitude de l'écho transmis à travers l'échantillon et de l'écho s'étant propagé dans l'eau permet de déduire l'atténuation. Dans sa version la plus simple, cette méthode nécessite de connaître la vitesse dans l'eau V_w , l'épaisseur e du matériau et sa masse volumique ρ . La masse volumique étant utilisée pour déterminer le coefficient de transmission T . Or, en utilisant d'autres échos, comme les échos réfléchis sur la face avant et arrière ou encore le deuxième écho transmis, on peut améliorer cette méthode de base, et s'affranchir selon les échos utilisés de la détermination du coefficient de transmission T ou encore de la mesure de l'épaisseur [WAN01-PIN01].

Expérimentalement, en utilisant cette méthode, des valeurs d'atténuation négatives ont été obtenues sur certains des échantillons réalisés à 40 kN. Nous avons fait l'hypothèse que le problème venait de la porosité des matériaux et de l'estimation du coefficient de transmission T . Plus précisément, que le comportement de l'onde à l'interface de l'échantillon n'était pas le même que dans le volume de ce derniers.

Dans cette partie nous allons détailler la méthode de transmission simple en immersion et son évolution permettant de ne pas tenir compte du coefficient de transmission T . Nous discuterons des précautions expérimentales à prendre pour réaliser des mesures de vitesses et d'atténuations fiables.

Théoriquement, le traitement de signal associé à ces méthodes est simple. Cependant, pour estimer correctement la fonction de transfert et sa phase il faudra prendre quelques précautions. Ces précautions seront détaillées par la suite.

3.2.1. La méthode en transmission simple en immersion

La méthode en transmission simple ou d'insertion/substitution est donc la méthode conventionnelle de la spectroscopie. Comme déjà signalé, elle se compose donc de deux mesures, une de référence à travers un fluide de référence (l'eau dans notre cas) et une à travers le matériau étudié comme présenté sur la figure 3-6.

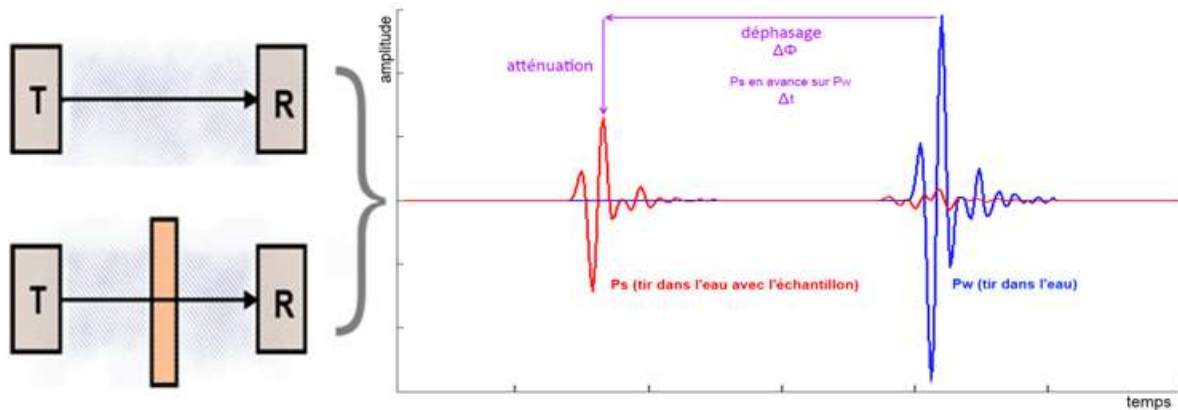


Figure 3-6: méthode conventionnelle de spectroscopie ultrasonore en transmission. Echo de référence en bleu et écho ayant traversé l'échantillon en rouge (la vitesse de l'onde dans le matériau est plus importante que celle dans l'eau, l'écho Ps (rouge) arrive avant l'écho Pw (bleu)).

3.2.1.1. Estimation de la vitesse de phase et de l'atténuation

Notons $p_w(t)$ et $p_s(t)$ les signaux respectifs reçus par la sonde en réception en absence de matériau (tir dans l'eau) et en présence de matériau (tir dans le matériau) (figure 3-6).

On constate entre ces deux signaux une diminution de l'amplitude et un décalage temporel entre les deux premiers échos (figure 3-6). Le décalage temporel est dû au fait que le matériau a une vitesse des ultrasons différente à la vitesse des ultrasons dans l'eau. Le décalage temporel moyen vaut $\Delta t = e / \langle V_s \rangle$ ou $\langle V_s \rangle$ est la vitesse moyenne sur la bande passante de la sonde et e l'épaisseur de l'échantillon.

La diminution de l'amplitude est liée à deux phénomènes :

- à l'atténuation caractérisée par α [Np/m]
- et aux pertes par insertions caractérisées par le coefficient de transmission T qui vaut :

$$T = \frac{4(Z_w Z_s)}{(Z_w + Z_s)^2} \quad (3.23).$$

Où $Z_w = \rho_w V_w$ et $Z_s = \rho_s V_s$ avec ρ_w, V_w, ρ_s et V_s les masses volumiques et les vitesses de l'onde respectives dans l'eau et dans l'échantillon.

Expérimentalement, on déduit la vitesse et l'atténuation à partir de la fonction de transfert acoustique qui peut s'exprimer simplement par le rapport des transformées de Fourier [HSU06].

$$\overline{H^t}(\omega) = \frac{\overline{P_s}(\omega)}{\overline{P_w}(\omega)} = T \exp(-(\alpha_s(\omega) - \alpha_w) * e) \exp\left(-j\omega * e \left(\frac{1}{V_s} - \frac{1}{V_w}\right)\right) \quad (3.24).$$

Où $\overline{P_w}(\omega)$ et $\overline{P_s}(\omega)$ sont les transformées de Fourier de $p_w(t)$ et $p_s(t)$

En pratique, pour estimer la fonction de transfert, on ne procède pas ainsi. On verra dans la partie traitement du signal que la fonction de transfert ne sera pas estimée à partir de cette relation.

À partir de la phase $\Delta\phi^t$ de $\overline{H^t}$ on déduit la vitesse et de l'amplitude $|\overline{H^t}(\omega)|$ le coefficient d'atténuation [HSU06]. La vitesse est donnée par la relation suivante :

$$V_s(\omega) = \frac{V_w}{1 - \left(\frac{\Delta\phi^t(\omega) * V_w}{\omega * e}\right)} \quad \text{en [m/s]} \quad (3.25).$$

$\Delta\phi^t(\omega) = \phi_s(\omega) - \phi_w(\omega)$ est la différence de phase entre le signal transmis à travers l'échantillon et le signal de référence.

L'atténuation est déterminée à partir du spectre d'amplitude :

$$\alpha_s(\omega) - \alpha_w = \frac{1}{e} \ln \frac{P_s}{P_w} = \frac{1}{e} * [\ln(T) - \ln(|\overline{H^t}(\omega)|)] \quad (3.26).$$

L'atténuation de l'eau α_w étant négligeable devant celle du matériau cette dernière relation se simplifie et permet de déduire α_s .

$$\alpha_s(\omega) = \frac{1}{e} \ln \frac{P_s}{P_w} = \frac{1}{e} * [\ln(T) - \ln(|\overline{H^t}(\omega)|)] \quad (3.27).$$

La méthode d'insertion/substitution que nous venons de décrire est celle qui est la plus souvent utilisée. **Elle est particulièrement bien adaptée à la caractérisation de matériaux très atténuants pour lesquels on ne dispose que d'un seul écho transmis.** L'inconvénient principal est de devoir réaliser deux mesures (sources éventuelles d'erreurs). On remédie facilement à ce problème en travaillant en réflexion. De plus, en combinant les mesures en réflexion et transmission on peut s'affranchir de la connaissance du coefficient de transmission T . On s'affranchit de fait de la mesure de la masse volumique ce qui réduit l'incertitude sur la détermination de l'atténuation.

3.2.2 Méthode utilisant la réflexion :

De la même manière que pour la méthode en transmission simple, la méthode en réflexion utilise la fonction de transfert de l'échantillon, mais qui est estimée en utilisant cette fois

l'écho de la face avant comme écho de référence et celui de la phase arrière (premier aller-retour) (figure 3-7).

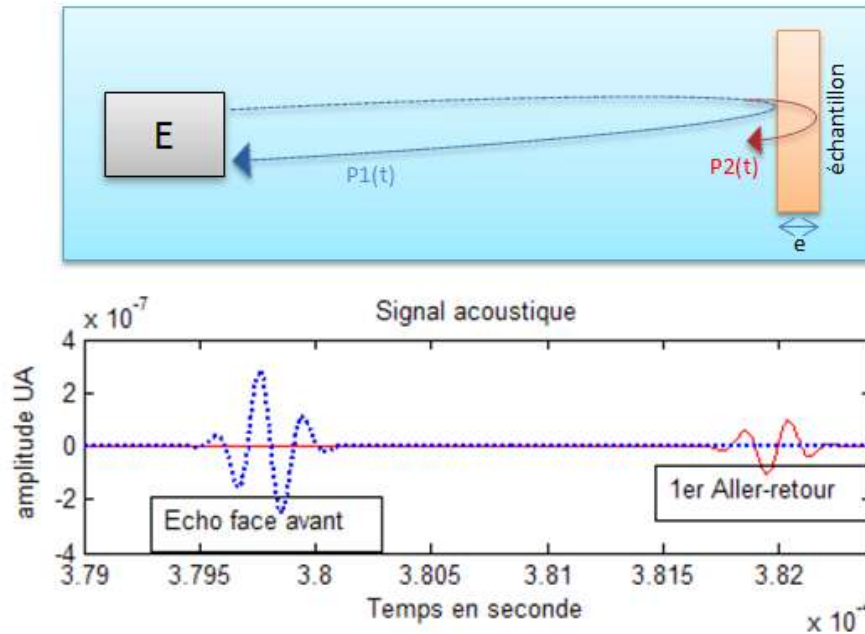


Figure 3-7 : méthode conventionnelle de spectroscopie ultrasonore en réflexion.

La fonction de transfert de l'échantillon est maintenant donnée par le rapport suivant:

$$\overline{H^r}(\omega) = \frac{\overline{P_2}(\omega)}{\overline{P_1}(\omega)} \quad (3.28).$$

Avec $\overline{P_1}(\omega)$ et $\overline{P_2}(\omega)$ sont les transformées de Fourier de $p_1(t)$ et $p_2(t)$. La phase $\Delta\phi^r$ de la fonction de transfert en réflexion permet de remonter à la vitesse par la relation :

$$V_s(\omega) = -2 * e * \omega / \Delta\phi^r \quad (3.29).$$

Et comme en transmission, à partir du spectre d'amplitude on déduit l'atténuation par la relation suivant :

$$\alpha_s(\omega) = \frac{1}{2e} \ln \frac{P_2}{P_1} = \frac{1}{2 * e} [\ln(T) - \ln(|\overline{H^r}(\omega)|)] \quad (3.30).$$

Cette méthode fait apparaître encore une fois le coefficient de transmission T . En combinant la méthode en transmission simple et celle en réflexion, on mesure l'atténuation dans le matériau sans au préalable devoir calculer le coefficient de transmission T et donc la masse volumique.

Pour rappel la méthode s'affranchissant du coefficient de transmission ne fonctionne que s'il existe un aller-retour dans le matériau. Elle n'est donc pas utilisable pour les dos acoustiques les plus atténuants.

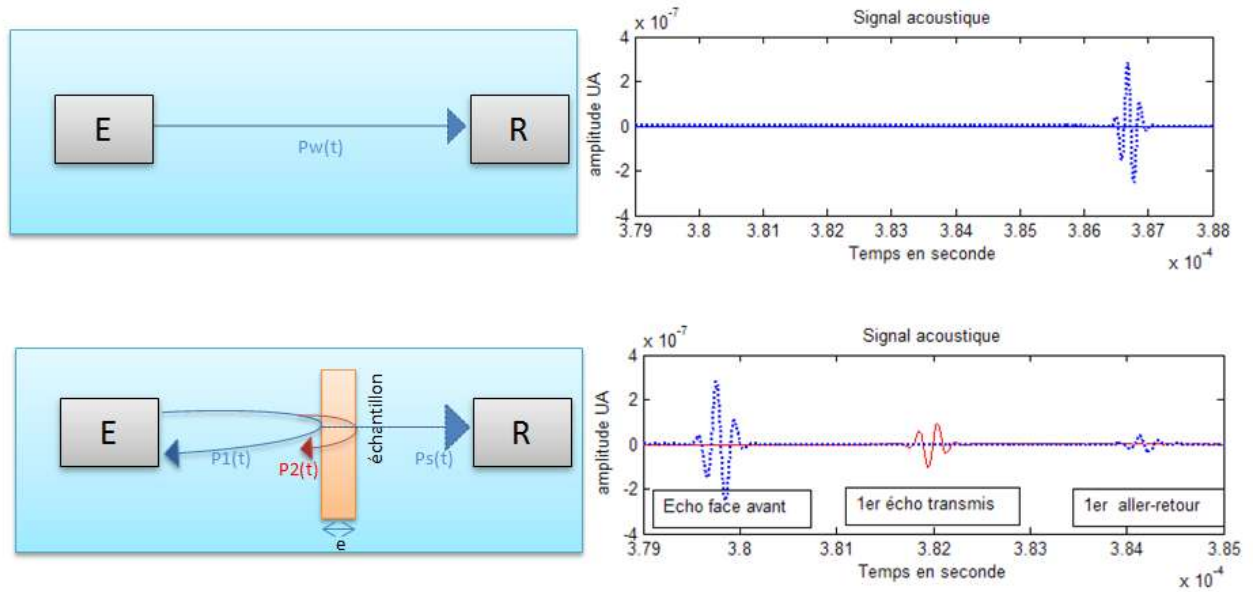


Figure 3-8 : méthode de spectroscopie ultrasonore utilisant 4 échos et s'affranchissant du coefficient de transmission T .

La figure 3-8 montre le schéma de principe et les échos utilisés. En combinant les équations (3.27) et (3.30), on supprime donc le terme du coefficient de transmission T dans le calcul de l'atténuation que l'on déduit en utilisant la relation :

$$\alpha_s(\omega) = \frac{1}{e} \left[\ln \left(\frac{1}{|\overline{H^r}(\omega)|} \right) - \ln \left(\frac{1}{|\overline{H^t}(\omega)|} \right) \right] \quad (3.31).$$

Avec $\Delta\phi^t(\omega) = \phi_s(\omega) - \phi_w(\omega)$ et $\Delta\phi^r(\omega) = \phi_2(\omega) - \phi_1(\omega)$.

Notons qu'en utilisant quatre échos, on peut déduire la vitesse sans mesurer au préalable l'épaisseur. En effet, elle s'exprime par :

$$V_s(\omega) = V_w(\omega) \left[1 + 2 \frac{-\Delta\phi^t}{\Delta\phi^r} \right] \quad (3.32).$$

Ping He [PIN01] utilise également cette méthode pour estimer l'épaisseur de l'échantillon. Ainsi selon le nombre d'échos utilisés, on peut déterminer plusieurs paramètres.

En ce qui nous concerne, nous avons implémenté cette technique pour confirmer une hypothèse née de problèmes expérimentaux (chapitre 4). En effet, certains des échantillons réalisés à 40 kN présentaient des valeurs d'atténuation négatives, malgré toutes les précautions expérimentales.

Nous avons donc émis l'hypothèse que le comportement de l'onde à l'interface était différent de celui dans le volume de l'échantillon. La figure 3-9 décrit cette hypothèse, qui suppose qu'à cause du gradient de compaction l'interface peut être plus dense que le volume. En effet, si T est inférieure à $|\overline{H^t}(\omega)|$ alors l'atténuation est négative. Si la masse volumique mesurée est très basse on peut aussi se retrouver dans cette situation.

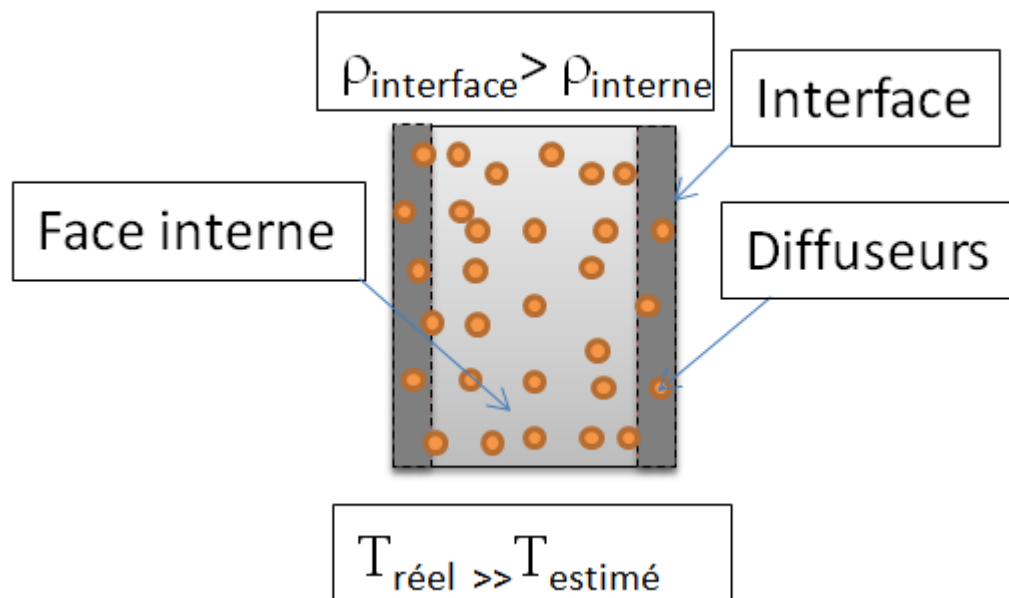


Figure 3-9: Schéma de principe d'un échantillon possédant une différence de compaction entre l'interface et la face interne.

Pour les dos les moins atténuants, caractérisables en réflexion (avec au moins un aller-retour dans l'échantillon) nous avons donc réalisé des mesures en réflexion et en transmission pour s'affranchir du coefficient de transmission T et ainsi vérifier l'hypothèse, les résultats sont présentés sur la figure 3-10 suivante.

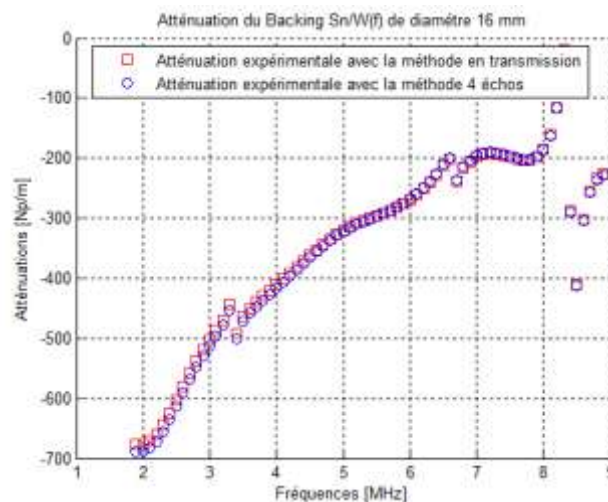


Figure 3-10 : Comparaison entre la méthode 4 échos et la méthode en transmission.

Il s'est avéré que cette hypothèse était fausse et que les mesures pouvaient être toutes faites à l'aide de la spectroscopie en transmission simple. Les mesures seront donc réalisées en transmission simple.

Dans notre cas, ne disposant essentiellement que des échos transmis, nous avons (sauf pour vérifier l'hypothèse précitée) utilisé la méthode en transmission. Nous présentons ici très rapidement d'autres extensions de la méthode de spectroscopie de base.

3.2.3 Autres méthodes [WAN01-PIN01]

La méthode conventionnelle en transmission présente le désavantage de devoir effectuer deux mesures. Le risque d'erreur est plus important, notamment à cause des précisions des alignements (nous discuterons de ce point ci-après).

Une première amélioration consiste à utiliser le premier écho transmis ainsi que le second. On déduit avec une seule mesure la vitesse et l'atténuation à l'aide des relations suivantes :

$$V_s(\omega) = 2 * e * \omega / \Delta \phi_{t1} \quad (3.33).$$

$$\alpha_s(\omega) = \frac{1}{2e} \left[\ln(R) - \ln \left(\frac{1}{|\overline{H^{t1}}(\omega)|} \right) \right] \quad (3.34).$$

Avec $\Delta \phi^{t1}(\omega) = \phi_{t2}(\omega) - \phi_{t1}(\omega)$ et $|\overline{H^{t1}}(\omega)| = A_2/A_s$ où ϕ_{t1} et A_s est la phase et l'amplitude du spectre de l'écho $\overline{P}_s(\omega)$ et ϕ_{t2} et A_2 est la phase et l'amplitude du spectre de l'écho $\overline{P}_2(\omega)$ (figure 3-11). R est le produit des coefficients de réflexion aux deux interfaces.

Cette méthode nécessite trois trajets dans le matériau, nous ne l'avons donc pas utilisée.

Si maintenant on couple cette dernière méthode avec la méthode conventionnelle (transmission simple). On a comme précédemment, quatre échos de disponibles. On peut donc déterminer l'atténuation sans connaître la masse volumique et la vitesse sans connaître l'épaisseur. C'est quasiment la même méthode que celle que nous venons de décrire. L'avantage c'est que tout les échos sont enregistrés sur le récepteur et ne sont, de fait, pas perturbés par la source électrique. **En contre partie il faut au minimum trois trajets acoustiques, elle n'est donc pas utilisable pour des matériaux très atténuants.**

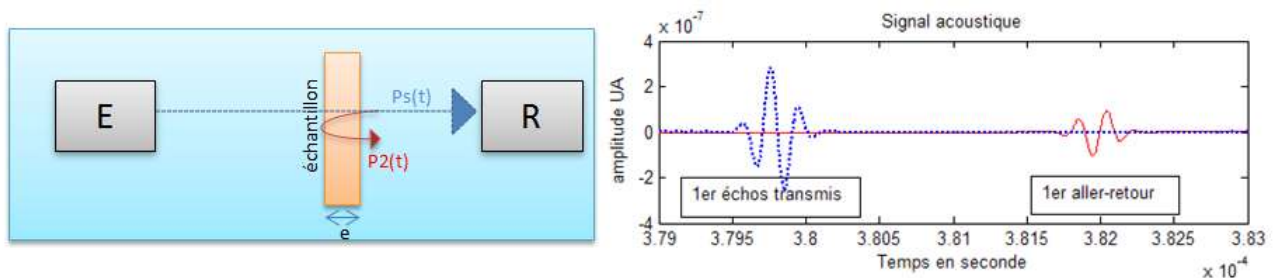


Figure 3-11 : Principe de la double transmission.

Wang ajoute une méthode inspirée de la précédente, dans laquelle il réalise une mesure de référence en plus (figure 3-12) pour fiabiliser la mesure de l'épaisseur e de l'échantillon.

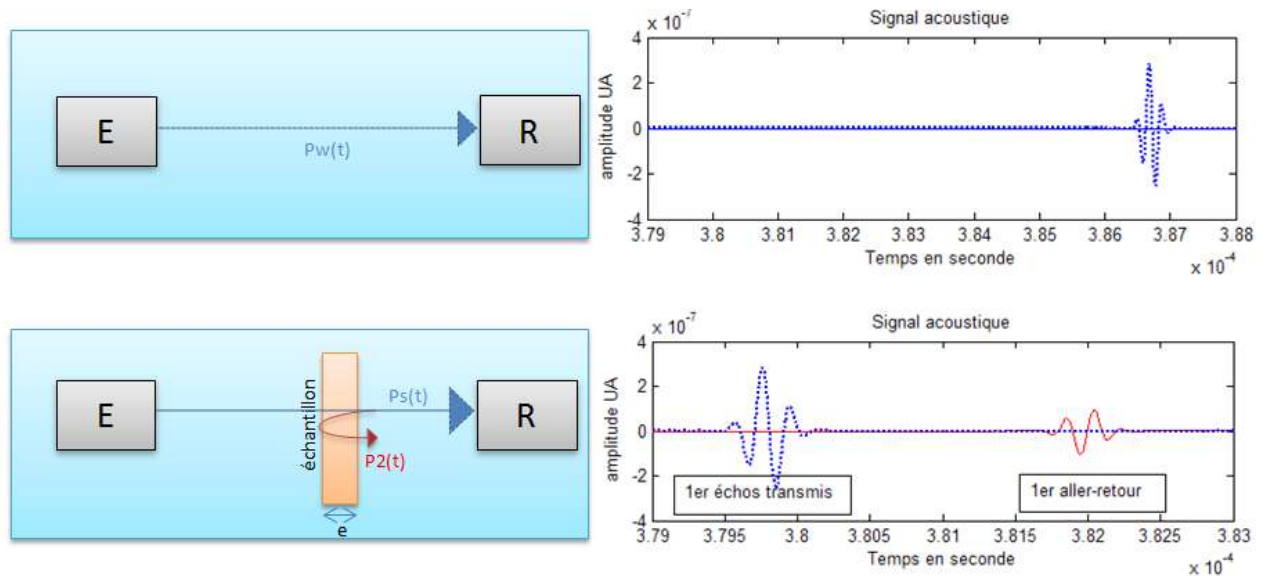


Figure 3-12 : Principe de la méthode de la double transmission avec une mesure de référence de plus.

Les détails des calculs des vitesses et des atténuations des deux méthodes cités sont joints en annexe.

4. Précaution expérimentale

4.1 Introduction

Un banc de spectroscopie ultrasonore a été réalisé pour les besoins de cette thèse. Le banc doit permettre l'alignement acoustique précis des sondes ainsi que de l'échantillon. Pour ce faire, des composants de déplacement micrométriques permettent d'effectuer des réglages fin en rotation et en translation ont été utilisés. L'alignement est donc réalisé acoustiquement en maximisant le signal reçu. On s'assure alors de la coaxialité des sondes et la perpendicularité de l'échantillon avec le faisceau acoustique. Il y a de fait plusieurs degrés de liberté et la manipulation manuelle n'est pas aisée. C'est pourquoi ces manipulations sont souvent motorisées et asservies.

De plus, les conditions expérimentales doivent permettre de considérer que les champs acoustiques sont ceux d'onde planes. En effet, l'ensemble de la théorie que nous venons d'exposer n'est valable qu'en onde plane. Les alignements sont parfaits, les distances entre l'émetteur, l'échantillon et le récepteur sont judicieusement choisies.

Pour travailler en onde plane il conviendrait de travailler dans la configuration représentée sur la figure 3-13 suivante :

- Une sonde émettrice de grand diamètre.
- Une sonde réceptrice de petit diamètre.

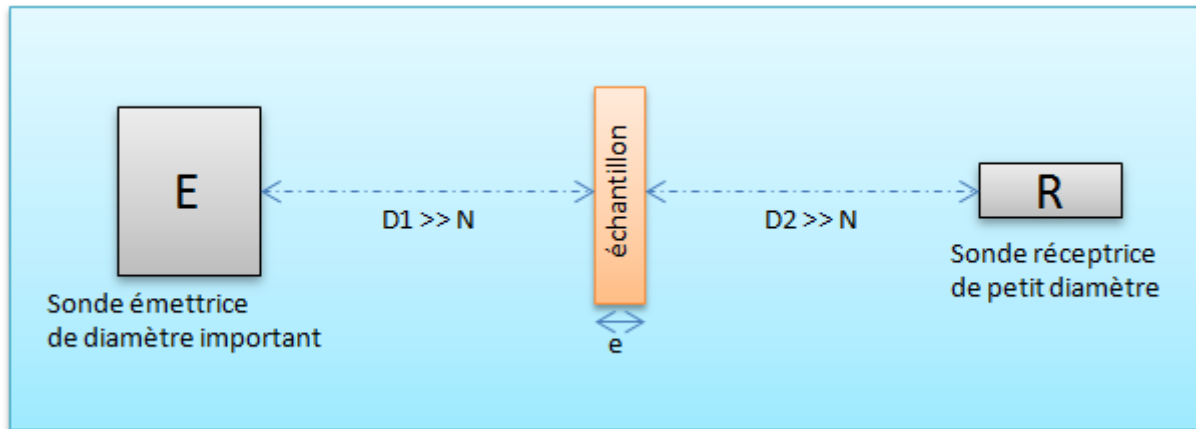


Figure 3-13 : Schéma de principe d'une configuration respectant les hypothèses d'onde plane.

Toutefois, la littérature ne fait pas état d'un protocole expérimental clair. Selon les auteurs les conditions expérimentales changent beaucoup. Zellouf [ZEL96] travaille avec trois paires de sondes (7.5 et 15 MHz de diamètre 1.25 cm et 25 MHz de diamètre 0.625 cm) distantes toutes de 78 millimètres. Il précise que la distance est choisie pour réduire les effets de la diffraction quelles que soient les sondes. Il travaille donc en champ proche.

Ping He [PIN01] utilise une sonde faiblement focalisée en émission de diamètre plus important que les sondes réceptrices (en émission sonde de 13 cm focale à 9 cm à 5MHz et en réception sonde de 6 mm de diamètre non focalisée de 3.5 MHz ou 5 MHz). Les sondes sont distantes de 20 cm. Il ne précise pas la raison pour laquelle il travaille dans cette configuration.

On voit à travers ces deux exemples que les conditions expérimentales peuvent fortement varier et qu'il semble à première vue ne pas exister de règle précise. Or, en pratique d'importantes précautions expérimentales pour réaliser les mesures doivent être prises.

Le premier travail a été donc d'établir un protocole expérimental clair et de vérifier l'influence des divers alignements sur la reproductibilité des mesures. On exclut de travailler avec des sondes focalisées car d'une part on peut se poser la question de la validité des hypothèses d'onde plane et de plus avec des sondes focalisées les alignements (angle) doivent être particulièrement soignés.

Par ailleurs, contrairement à la plupart des travaux de la littérature, nous étions contraints par les dimensions de nos échantillons. En effet, nous devons caractériser des échantillons de diamètre compris entre 13 et 16 millimètres. Cela nous impose de travailler avec des échantillons placés à la focale naturelle de la sonde émettrice plane de diamètre actif de 6 millimètres.

La tache focale à -6 dB est de l'ordre de $0.27 \cdot 6 = 1.62$ mm. Avec toutes les autres configurations, une part importante de l'énergie passée à travers le porte échantillon (annexe) rendant les mesures fausses. De plus, le porte échantillon a été conçu afin de maintenir l'échantillon sans induire le moindre effet sur le champ acoustique (figure 3-14). La sonde

réceptrice de 5 MHz et de diamètre 6 millimètres a été placée légèrement en champ lointain. La configuration finale choisie est la suivante :

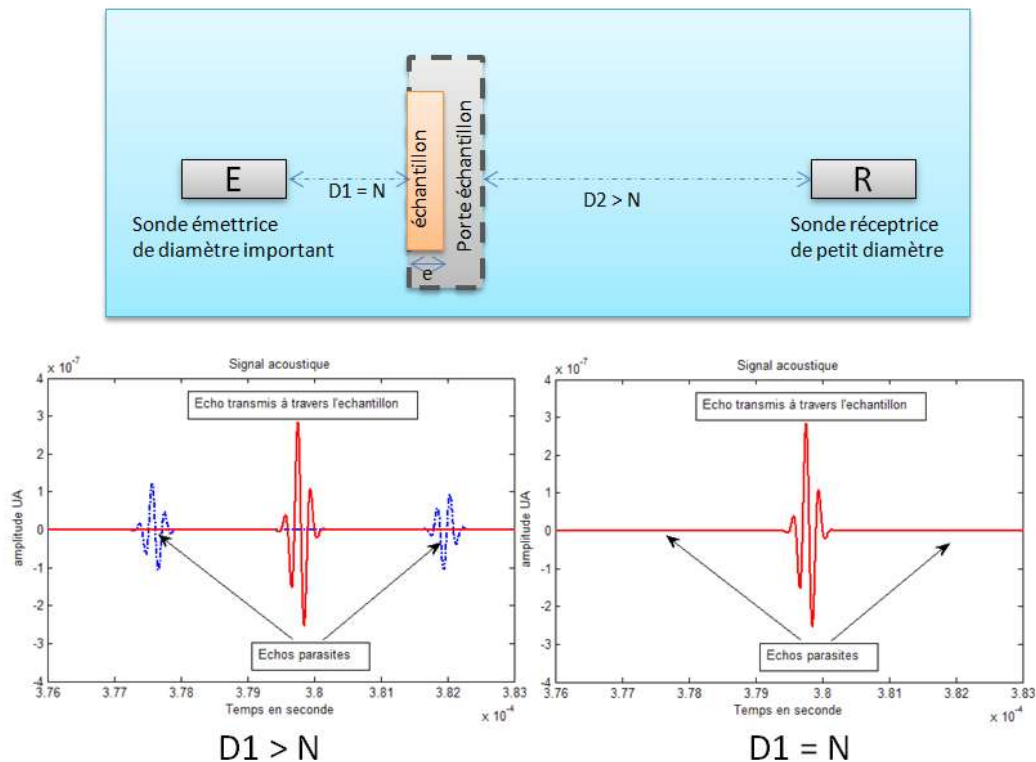


Figure 3-14 : Configuration choisie pour éliminer les échos parasites présent lorsque $D1 \gg N$.

Cette configuration est née de nombreux essais réalisés avec diverses paires de sondes placées à différentes distances.

Bien que le principe de la méthode soit simple, les précautions expérimentales sont nombreuses et nécessitent un protocole d'alignement précis que nous détaillons maintenant :

Nous réglons tout d'abord la coaxialité des deux sondes. On commence par faire un pré-alignement mécanique. Puis on effectue un réglage fin suivant l'axe x et y. Ensuite, on règle la sonde réceptrice en rotation les angles de rotation sur la sonde réceptrice. C'est deux opérations peuvent éventuellement être répétées jusqu'à maximisation de la transmission. Le maximum de transmission est trouvé en utilisant le mode persistance de l'oscilloscope qui fait apparaître une cloche sur laquelle il est très facile d'identifier le maximum.

Ensuite l'échantillon est inséré dans le champ ultrasonore et on maximise le signal réfléchi. En résumé le protocole expérimental est le suivant (figure 3-15):

- Réalignement mécanique grossier en y, z,
- réglage coaxialité,
- réglage fin en y,z,
- réglage des angles.

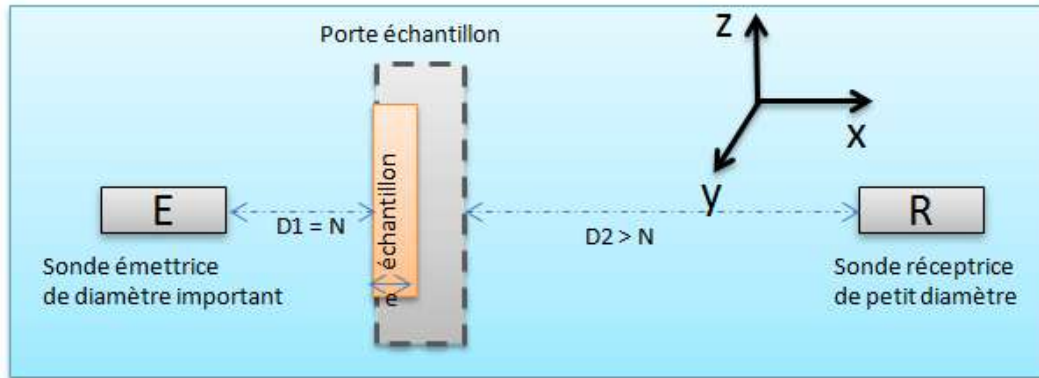


Figure 3-15: Configuration avec les axes.

La figure 3-16 présente les photos du banc de spectroscopie et de son instrumentation. Pour chaque mesure, un relevé de la température, à proximité du champ ultrasonore, est effectué à l'aide d'un thermomètre numérique de résolution de $0,01^{\circ}\text{C}$. Les mesures avec et sans échantillon devront être bien évidemment réalisées à la même température. Nous attendons la stabilisation de la température. En effet, la température influe non seulement sur la vitesse de l'eau mais aussi sur celle des polymères étudiés. Par exemple pour le PMMA une diminution de 1°C induit une augmentation de vitesse de 3 [m/s].



Figure 3-16 : Banc de spectroscopie US réalisé.

Pour caractériser et valider le banc de spectroscopie ultrasonore, on montrera l'influence de l'alignement, de la distance séparant les sondes de l'échantillon et des dimensions de l'échantillon sur les mesures de vitesse et d'atténuation. Pour ces différentes études, on utilisera un échantillon témoin de PMMA, on se référera aux données présentes abondamment dans la littérature. La figure 3-17 présente les valeurs des vitesses et atténuations regroupées dans la littérature.

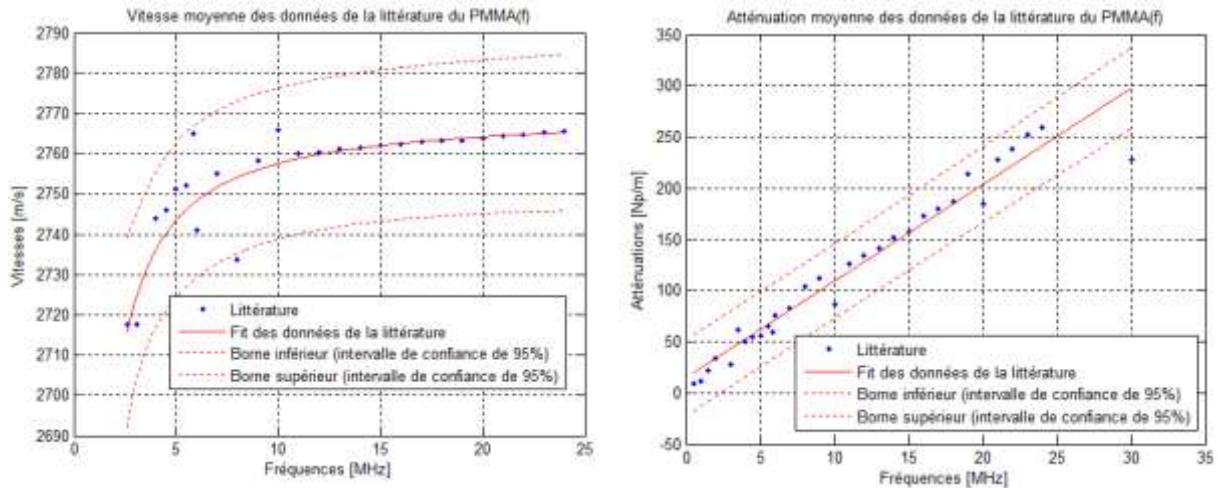


Figure 3-17 : Mesures bibliographiques des vitesses et atténuations en fonction de la fréquence.

4.2 Alignement géométriques

Une bonne configuration expérimentale de mesure de vitesse longitudinale, est une configuration dans laquelle l'hypothèse d'onde plane est vérifiée. Dans cette étude, l'importance de l'alignement et du parallélisme sera mis en évidence. L'étude a été réalisée avec un capteur de fréquence centrale 5MHz. Connaissant les caractéristiques acoustiques des sondes (champs de pression, focale, etc.), l'étude sera réalisée au point focale des sondes (maximum d'énergie). On réalise l'alignement comme expliqué précédemment. Ensuite, en fait varier l'angle pour observer l'impact de l'alignement sur la mesure de vitesse et d'atténuation. Notons θ_1 l'angle formé par les transducteurs et le plan (x, y). On commencera par faire varier l'angle θ_1 de la position initiale et on regarde l'influence de cet angle sur les mesures de vitesse. Pour chaque variation d'angle on réalise 10 mesures. Sur la figure 3-18-a on observe que la dispersion de mesure peut atteindre les 200 [m/s].

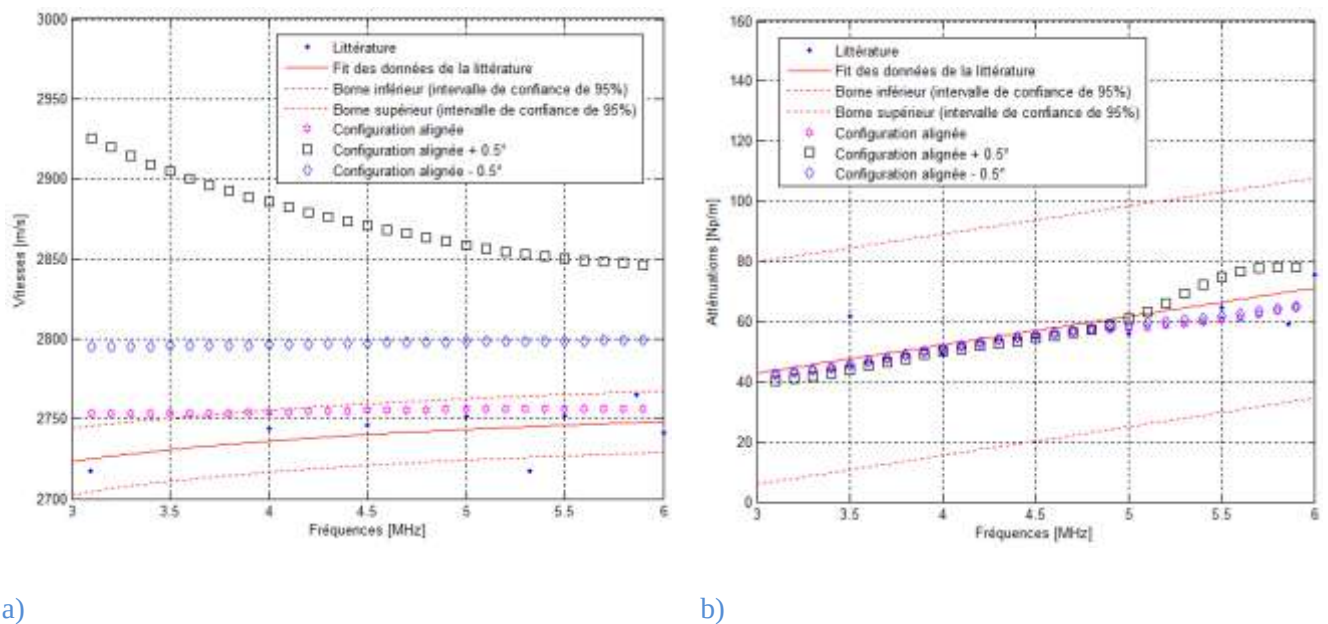
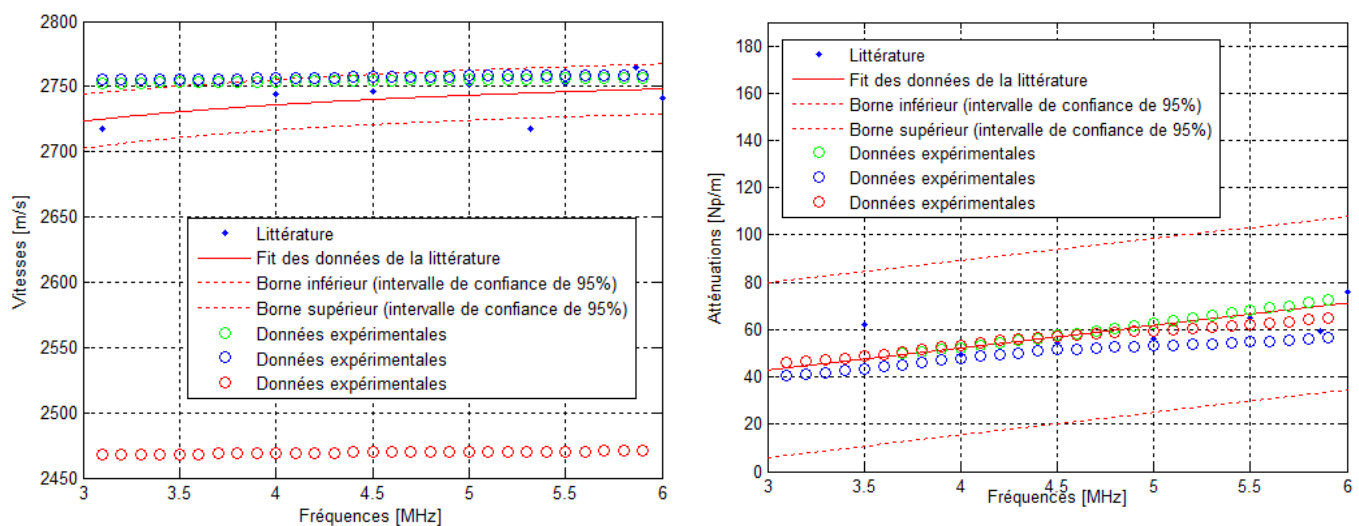


Figure 3-18 : Mesures bibliographiques des vitesses (a) et atténuations (b) en fonction de la fréquence pour trois angles différents.

On n'observe pas de variation importante sur les mesures d'atténuation (figure 3-18-b), elles paraissent plus robuste que les mesures de vitesse (figure 3-18-a). Cette expérience met en évidence que **les angles doivent être réglés à moins de 1 degré pour réaliser des mesures de vitesses correctes**. La procédure d'alignement sera donc réalisée avant chaque mesure.

4.3 Distance émetteur/échantillon/récepteur

Nous allons maintenant étudier l'influence des distances émetteur/échantillon. Les études ont été réalisées avec des capteurs plans de 5 MHz de fréquence central et diamètre actif de 6 millimètres. La distance émetteur-échantillon sera exprimée en multiple de la distance de Fresnel N . L'échantillon de référence est le PMMA de diamètre 50 mm et d'épaisseur 15 mm. Notons $D1$ la distance émetteur-échantillon et $D2$ la distance échantillon-récepteur. Les graphes de la figure de 3-19 représentent les variations de vitesse et de l'atténuation en fonction de la fréquence et de la distance $D1$ séparant l'émetteur du récepteur.



L'étude sur l'influence de la distance sur les mesures de vitesses et d'atténuation a permis de mettre en évidence qu'aux alentours de N on est toujours en configuration d'onde plane car nos mesures sont répétables et reproductibles avec une dispersion de mesure acceptable et **tant que l'échantillon est placé dans la zone focale les mesures sont bonnes**.

4.3.4. Etude sur la gamme fréquentielle 1 -12 MHz

Pour compléter la validation du banc. Nous avons fait des mesures sur une large gamme de fréquence en utilisant 3 sondes de fréquence centrale 2.25, 5 et 10 MHz. L'alignement et la maximisation du signal sera réalisée au préalable avant chaque mesure avec les couples de capteurs choisis. Nous avons constaté lors de cette étude, qu'il était nécessaire de reproduire cette procédure d'alignement pour chaque couple de sonde. En effet, l'alignement avec un couple de capteurs n'est pas valable pour tous les couples de capteurs. Par exemple pour le couple de capteurs de 10MHz, si la maximisation du signal est réalisée

avec ce couple de capteurs, on obtient 5 [m/s] de dispersion sur la vitesse et 3[Np/m] sur l'atténuation. Cependant dès lors, que l'alignement est celui d'un autre couple de sonde, une dispersion de 10 [m/s] sur la vitesse et 10 [Np/m] sur l'atténuation est observable.

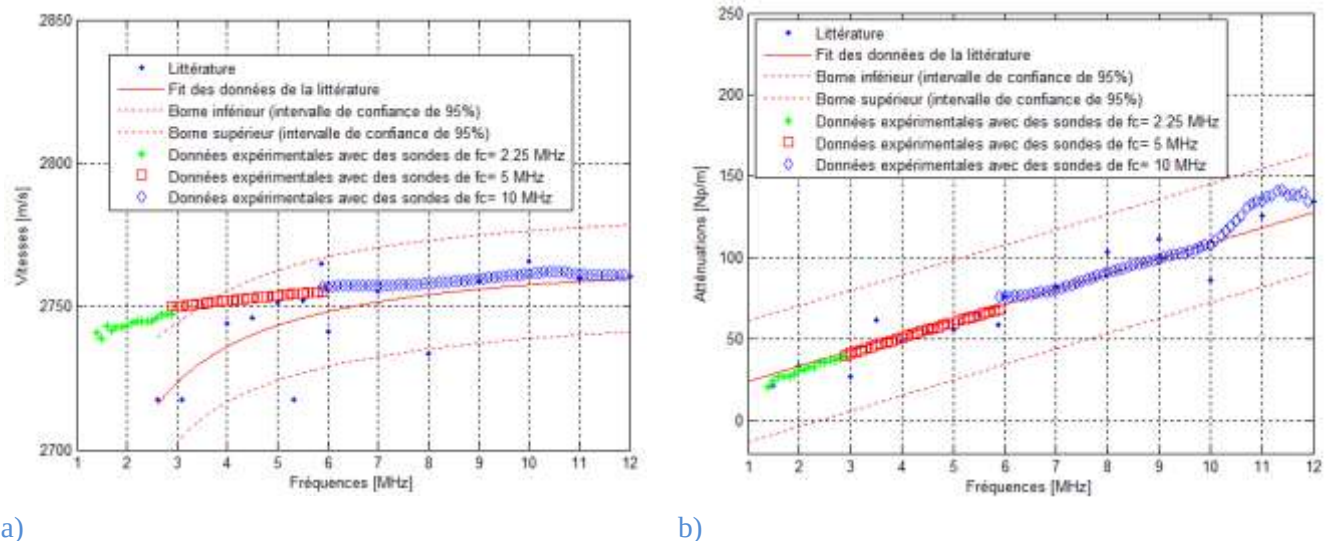


Figure 3-20 : Mesure de vitesse et d'atténuation sur un échantillon de PMMA réalisées avec 3 couples de capteurs (2.25MHz, 5MHz, 10MHz) pour couvrir la gamme fréquentielle 1-12MHz.

On constate un très bon accord entre les données expérimentales et théoriques sur l'atténuation (figure 3-20-b). Sur la vitesse (figure 3-20-a), on constate un écart plus important aux basses fréquences (inférieure à 5 MHz). Ceci pourrait être dû à la diffraction, mais nous verrons que les effets de la diffraction sur les mesures de vitesse sont négligeables. En appliquant la relation de Kramers-Kronig pour calculer la vitesse à partir de l'atténuation, on retrouve des valeurs de vitesse cohérentes avec celles mesurées. La figure 3-21 montre que les valeurs de vitesse et d'atténuation expérimentales sont correctes et que la différence de pente entre les mesures expérimentales et ceux de la littérature est sûrement due à la différence du PMMA et de température de caractérisation utilisés par les différents auteurs.

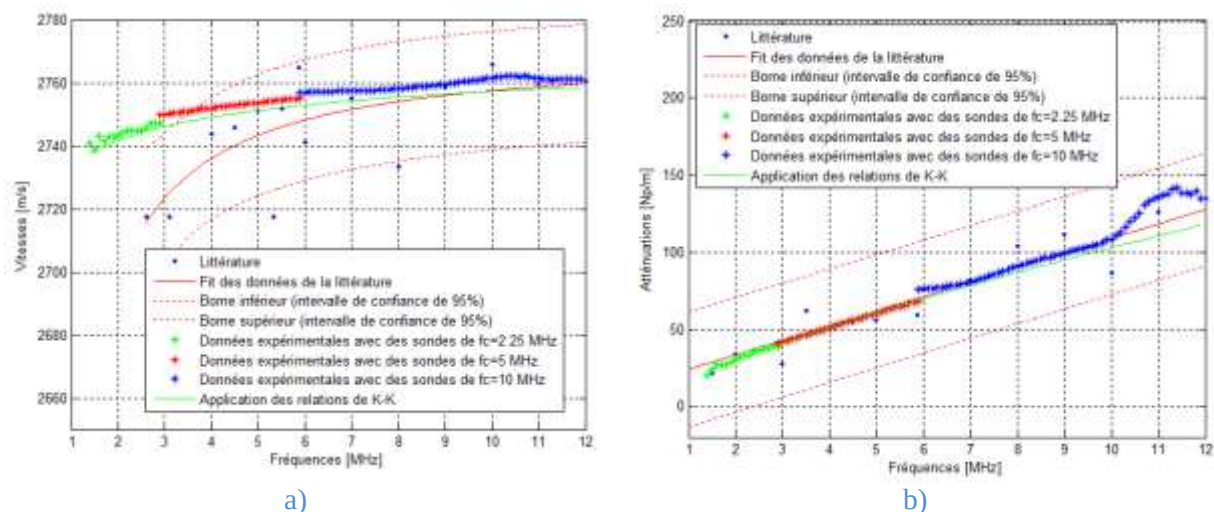


Figure 3-21 : Comparaison des mesures expérimentales et ceux de la littérature, en appliquant les relations des Kramers-Kronig (K-K) sur la vitesse (a) et sur l'atténuation (b).

4.4 Rapport diamètre / épaisseur

Des études réalisées dans le cadre d'un encadrement de stagiaire durant la thèse, ont montré l'influence du rapport de l'épaisseur sur le diamètre sur les mesures de vitesses longitudinale mesurées par la méthode échographique. Ces études ne seront pas exposées dans cette thèse. Mais nous réaliserons une étude sur l'influence du rapport diamètre/épaisseur qui semble être importante et indispensable pour l'étude et la validation du banc de spectroscopie ultrasonore, elle permettra de connaître le rapport minimum permettant une mesure de vitesse longitudinale correct. En effet, nous faisons l'hypothèse que les mesures sont faites en onde plane donc à une dimension. Nous avons donc vérifié qu'avec un échantillon de 16 mm de diamètre, les valeurs de vitesse et d'atténuation sont en accord avec les données expérimentales. Le banc est réglé avec la procédure d'alignement présentée précédemment, nous réalisons des mesures avec des échantillons de 13, 16 et 50 mm de diamètre. On considère que l'échantillon de 50 mm permet la mesure de la vitesse longitudinale (dimension de l'échantillon grand devant la longueur d'onde). Cette étude a été réalisée avec des capteurs plans de fréquence centrale de 10 MHz.

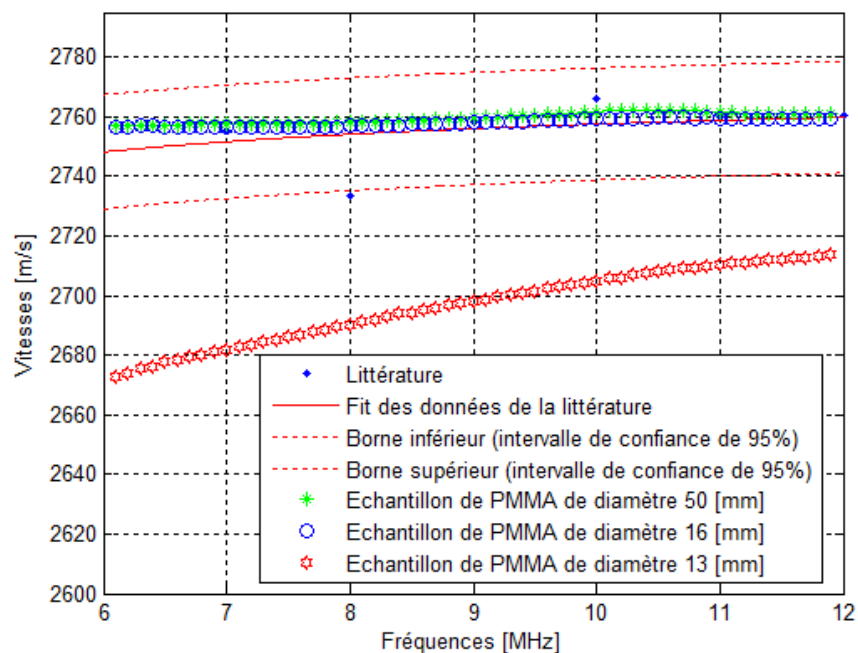


Figure 3-22 : Variation de la vitesse longitudinale en fonction des dimensions des échantillons.

Sur la figure 3-22, on n'observe pas de différence significative entre les mesures de vitesse réalisées avec l'échantillon de 50 mm et de 16 mm. Toutefois, les mesures faites avec l'échantillon de 13 mm sont beaucoup moins en accord avec les données de la littérature. Notons également que cet écart peut être dû au fait qu'une partie de l'énergie acoustique traverse le porte échantillon. Malgré que ce dernier ait été conçu pour influencer le moins possible les mesures. **Nous fixons le diamètre final à 16 mm, c'est le diamètre le plus petit que l'on puisse correctement caractériser.**

Après avoir validé le banc de spectroscopie sur des échantillons témoin de PMMA, nous nous proposons maintenant de décrire le traitement de signal associé au banc de spectroscopie, en présentant principalement le calcul de la fonction de transfert, et les précautions sur la phase.

5. Le traitement de signal associé à la spectroscopie ultrasonore

Le traitement de signal associé au banc de spectroscopie ultrasonore semble à priori simple à mettre en œuvre. Mais l'estimation de la fonction de transfert $\overline{H^t}$ notamment de sa phase n'est pas un problème facile à résoudre.

5.1 Acquisition

L'acquisition des échogrammes est réalisée avec un oscilloscope 9bits@100MHZ sur 1000 points. La fréquence d'échantillonnage a été choisie de telle sorte à acquérir les échos (écho de référence et écho échantillon) dans la même fenêtre de l'oscilloscope et ceci afin d'éliminer l'incertitude liées au retard (delay) de l'oscilloscope.

Après plusieurs essais, il a été décidé de travailler avec un signal sinusoïdal modulé en amplitude par un signal carré (burst). Une première raison vient du fait que certains matériaux étaient très atténuants et donc non caractérisables avec un autre signal. En effet, le fait d'injecter de l'énergie uniquement à la fréquence centrale des sondes augmente considérablement le rapport signal sur bruit.

D'autre part l'utilisation du « Burst » permet d'estimer la vitesse à la fréquence centrale, via une intercorrélation. Cette vitesse est à elle seule caractéristique du matériau étudié. Elle est utilisée pour déterminer la vitesse de façon légèrement différente que celle calculée à l'aide de la relation (3-25) et permet aussi de montrer la robustesse des mesures. Cependant, les principales difficultés du traitement de signal résident dans l'estimation de la fonction de transfert et surtout de l'estimation de la phase de cette dernière.

5.2 Déroulement de la phase et estimation de la fonction de transfert H

La phase $\Delta\phi$ est connue à π près (ceci est lié à la fonction MATLAB qui permet de calculer la phase, fonction « angle »). Le décalage temporel Δt entre l'écho de référence et celui de l'échantillon est tel que la phase contient de nombreux sauts, qu'il convient d'éliminer.

La phase de $\overline{H^t}$ s'exprime comme suit : $\Delta\phi = \phi_M + \phi$. Le premier terme $\phi_M = \omega T_e(n_w - n_s) = n\pi + a$ est-ce qu'on appelle la phase macroscopique ; ω est la pulsation, T_e est la période d'échantillonnage, $(n_w - n_s)$ et le décalage en nombre de points entre les deux échos et enfin, $a < \pi$ est le reste. Le second terme n'existe que si il y a de la dispersion c'est à dire quand les deux échos sont de formes différentes.

C'est la phase macroscopique qui est connue à π près et qui donc contient des sauts. Il existe une fonction qui permet de dérouler la phase (de supprimer les sauts) mais elle n'est pas robuste et doit être évitée. En pratique pour calculer $\Delta\phi$ on procède de la manière suivante :

Chacun des échos est décalé « circulairement » dans le temps afin d'avoir moins de π radians de décalage entre eux. Pour ce faire on utilise la fonction `circshift` (figure 3-23)

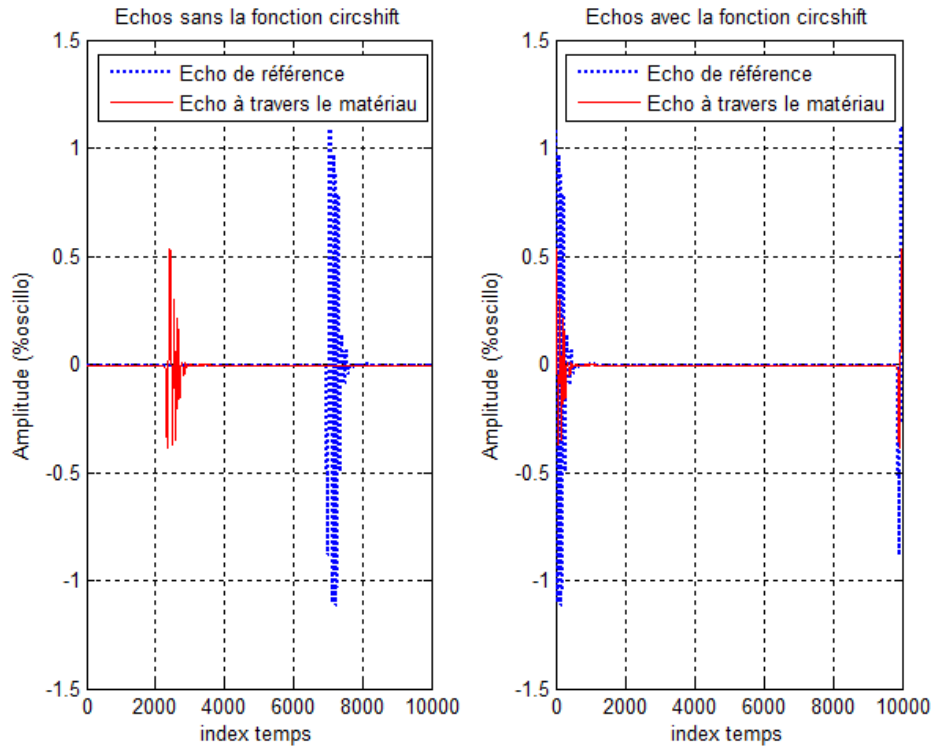


Figure 3-23 : décalage circulaire dans le temps réalisé avec la fonction `circshift`.

L'écho de référence est décalé de n_w points. L'écho de l'échantillon est décalé de n_s points, n_w et n_s sont les maximums des échos. On n'est pas très sensible au nombre de points auxquels on se décale du moment que la différence de phase est inférieure à π . On peut donc facilement calculer la phase macroscopique à l'aide de la relation ci-dessus.

$$\phi_M = \omega * Te * (n_w - n_s) \quad (3.35).$$

avec ω la pulsation et Te la période d'échantillonnage

Il ne reste plus qu'à calculer le terme lié à la dispersion, ϕ que nous appellerons phase de dispersion. Ce terme correspond à la phase de la fonction de transfert calculée à partir des échos décalés temporellement.

$$\overline{H(\omega)} = \frac{\overline{P_{sd}(\omega)}}{\overline{P_{wd}(\omega)}} \quad (3.36).$$

Ici, l'indice d est rajouté pour signifier que les échos sont décalés dans le temps. Finalement, $\Delta\phi$ est obtenue en sommant les deux termes. Or, on n'estime pas la fonction de transfert par le simple rapport des transformée de Fourier $\overline{H(\omega)} = \frac{\overline{P_s(\omega)}}{\overline{P_w(\omega)}}$. Cette fonction est calculée à l'aide d'un filtre de Wiener simplifié. La fonction de transfert sera estimée à l'aide de la relation suivante :

$$\overline{H(\omega)} = \frac{\overline{P_s(\omega)P_w^*(\omega)}}{\overline{P_w(\omega)P_w^*(\omega)}} \quad (3.37).$$

Ici, $\overline{P_w^*(\omega)}$ est le conjugué de $\overline{P_w(\omega)}$. Cette opération rejette une bonne partie du bruit qui pourrait induire des erreurs importantes sur l'estimation de $\Delta\phi$ [PINT99].

6. Effet de la diffraction sur les mesures de vitesse et d'atténuation

6.1. Introduction

Dans un milieu, le champ de pression d'une sonde n'est pas celui d'une onde plane. Dès lors, le champ diverge et il est composé de deux zones:

- La zone de champ proche (ou zone de Fresnel) : Cette zone est caractérisée par une variation rapide du module et de la phase du champ de pression. Elle est caractérisée par la distance de Fresnel $N \approx \frac{a^2}{\lambda}$ ou a est le rayon actif de la sonde (figure 3-24).
- La zone de champ lointain (zone de Fraunhofer) : Cette zone éloignée de la source est caractérisée par une variation d'amplitude et de phase lente mais une divergence du faisceau qui peut être approximativement égale à Ω :

$$\Omega \approx \sin^{-1} \frac{0.61\lambda}{a} \quad (3.38).$$

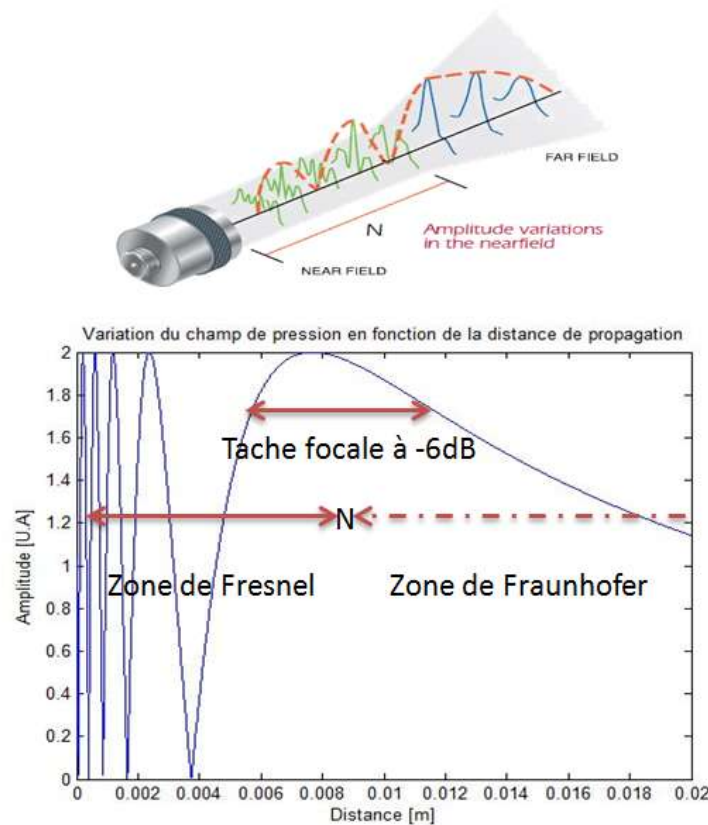


Figure 3-24 : Champ de pression acoustique sur l'axe dans la zone de Fresnel et la zone de Fraunhofer. On distingue la zone de Fresnel qui présente des oscillations rapides et la zone de Fraunhofer qui commence après N.

On distingue également la zone focale comme étant la zone à -6dB de part et d'autre de N (figure 3-24). Cette zone s'étend approximativement de $N-1/3N$ à $N+1/3N$. La tache focale fait approximativement 0.27 fois le diamètre de la sonde. **C'est la zone dans laquelle nous devons placer l'échantillon.**

La diffraction a pour effet de déphaser le signal reçu (une avance de phase et la vitesse apparaît donc plus élevée) et une diminution de l'énergie reçue (ce qui conduit à surestimer l'atténuation). Il existe de nombreux travaux qui traitent des effets de la diffraction sur la vitesse et l'atténuation acoustique [BAS58-ROG74-XU93].

Les effets de la diffraction sont facilement pris en compte lorsque le diamètre de l'émetteur et du récepteur sont égaux et que $a > 7\lambda$ ou que la distance $z > 7a$. Les effets sont pris en compte en modifiant la solution en onde plane avec un facteur correctif complexe :

$$\bar{D} = 1 - e^{-i\left(\frac{2\pi}{S}\right)} \left[J_0\left(\frac{2\pi}{S}\right) + iJ_1\left(\frac{2\pi}{S}\right) \right] \quad (3.39).$$

On constate que la diffraction est principalement due au paramètre S appelé aussi paramètre de Fresnel.

$$S = z * v / f * a^2 \quad (3.40).$$

Avec z la distance parcouru, v la vitesse de l'onde, f la fréquence et a le rayon actif de la source.

La fonction $\bar{D}$ est une fonction complexe. Le module de $\bar{D}$ permet de corriger les pertes par diffraction et la phase de $\bar{D}$ tient compte des effets de la diffraction sur la vitesse.

Dans la partie suivante on discutera des effets de la diffraction sur les mesures de vitesses et des atténuations. On explicitera les calculs pour la méthode en transmission simple.

6.2 Effets de la diffraction sur les mesures en transmission

Pour estimer l'influence de la diffraction sur les mesures réalisées, l'expression de la diffraction sera incorporée dans les expressions de la vitesse et de l'atténuation. Pour la méthode en transmission sans correction de diffraction on a :

$$V(\omega) = \frac{V_w}{1 - \left(\frac{\Delta\phi^t * V_w}{\omega * e} \right)} \quad \text{en [m/s]} \quad (3.41).$$

$$\alpha_s(\omega) = \frac{1}{e} \text{Ln} \frac{P_s}{P_w} = \frac{1}{e} * [\ln(T) - \ln(|\bar{H}^t(\omega)|)] \quad (3.42).$$

On corrigeant les effets de la diffraction on a :

$$V_s^{corr}(\omega) = \frac{V_w}{1 - \left(\frac{\Delta\phi^{corr} * V_w}{\omega * e} \right)} \quad \text{en [m/s]} \quad (3.43).$$

$$\alpha_s^{corr}(\omega) = \frac{1}{e} \text{Ln} \frac{P_s}{P_w} = \frac{1}{e} * \left[\ln(T) - \ln(|\bar{H}^t(\omega)|) + \ln\left(\left|\frac{\bar{D}_s}{\bar{D}_w}\right|\right) \right] \quad (3.44).$$

Avec $\Delta\phi^{corr} = \Delta\phi^t - \Delta\phi^{diff}$ et $\Delta\phi^{diff} = \arg\left(\frac{\bar{D}_s}{\bar{D}_w}\right)$ notons que dans les conditions en transmission

$$\bar{D}_s = 1 - e^{-i\left(\frac{2\pi}{S_s}\right)} \left[J_0\left(\frac{2\pi}{S_s}\right) + iJ_1\left(\frac{2\pi}{S_s}\right) \right] \quad (3.45).$$

$$\bar{D}_w = 1 - e^{-i\left(\frac{2\pi}{S_w}\right)} \left[J_0\left(\frac{2\pi}{S_w}\right) + iJ_1\left(\frac{2\pi}{S_w}\right) \right] \quad (3.46).$$

Et

$$S_s = \frac{(L - e) * V_w}{f * a^2} + \frac{e * V_s}{f * a^2} \quad (3.47).$$

$$S_w = L * V_w / f * a^2 \quad (3.48).$$

Avec L distance entre la sonde émettrice et réceptrice et e l'épaisseur de l'échantillon (figure 3-25).

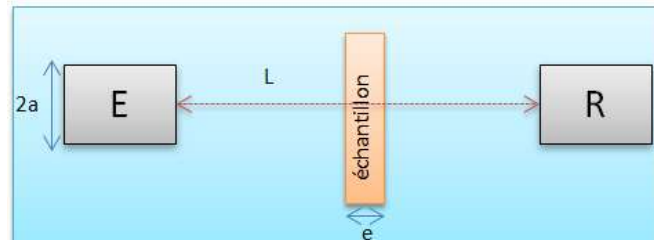
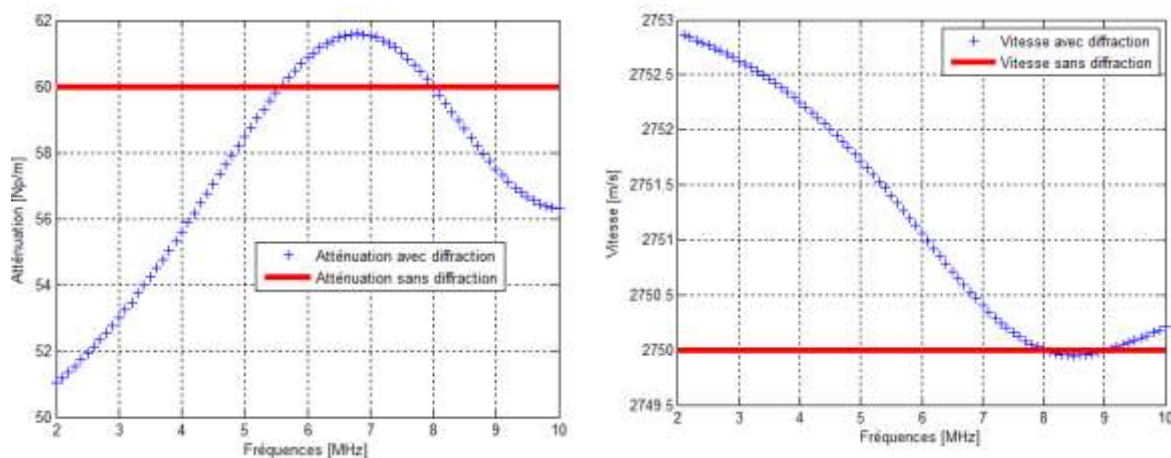


Figure 3-25 : Schéma de principe du dispositif ultrasonore.

Application numérique : on considère un milieu non dispersif de vitesse constante égale à 2750 [m/s] (correspondante à celle du PMMA), l'épaisseur de l'échantillon sera de 4 mm comme la plupart des dos. La vitesse dans l'eau de 1500 [m/s]. On obtient les résultats suivant sur l'atténuation et la vitesse qu'on corrige ou pas l'effet de la diffraction :

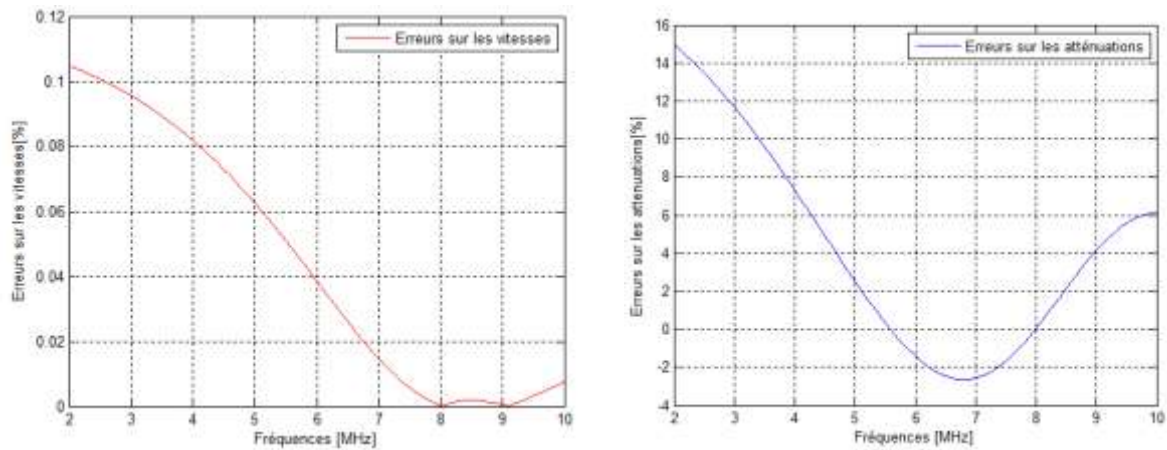


a)

b)

Figure 3-26 : courbes représentatives de l'atténuation (a) et de la vitesse (b) en fonction de la fréquence dans le cas où l'effet de la diffraction est pris ou pas en compte sur les mesures.

Les effets de la diffraction sur les mesures de vitesse sont prépondérants à basse fréquence et diminuent avec la fréquence. On constate que l'effet de la diffraction sur l'atténuation dans les conditions expérimentales choisies est plus important que sur la vitesse. On calcule l'erreur relative sur la vitesse et sur l'atténuation dans cet exemple on obtient les courbes de la figure 3-27 ci-dessous :



a)

b)

Figure 3-27 : Erreurs sur les mesures de vitesse (a) et d'atténuation (b) apportées par les effets de la diffraction

On constate que l'erreur sur la vitesse est négligeable (inférieure à 0.1%), cependant, l'erreur sur l'atténuation peut atteindre les 10%. Nous corrigerons donc les effets de la diffraction dans toutes les mesures. Notons que ceci est dû au fait que nous sommes obligés de travailler avec des petites sondes car nous devons (pour faciliter le passage car $F=P \cdot S$) fabriquer des échantillons de petit diamètre.

7. Conclusion

L'étude bibliographique sur la spectroscopie ultrasonore montre qu'il existe deux principales méthodes :

- La méthode au contact
- La méthode sans contact en immersion

La méthode au contact est utilisée pour éviter le problème de l'alignement et du parallélisme entre face. Cependant le couplage entre les sondes et l'échantillon n'est pas toujours identique, ce qui réduit la répétabilité et la reproductibilité des mesures. Par ailleurs, aucun auteur cité n'utilise la méthode au contact pour les mesures d'atténuation.

La méthode en immersion sans contact est préférée pour déterminer l'atténuation ultrasonore et la vitesse de phase. De plus, cette partie a montré que les conditions informatiques, énergétiques et géométriques du dispositif de mesure demandent des réglages très précis, notamment les conditions géométriques auxquelles la mesure de vitesse s'est avérée très sensible. Des auteurs n'hésitent pas à utiliser des instruments de précision pour déterminer les vitesses et les atténuations.

Nous avons alors développé un montage constitué d'un banc de déplacement micrométrique et de potence équipé de rotules pour régler les alignements et parallélismes. Cela nous a permis de gagner en précision, répétabilité et reproductibilité.

L'importance du réglage de la distance séparant les capteurs de l'échantillon et l'impact que cela avait sur les mesures de vitesse a été montré, mais ce sont cependant que des valeurs expérimentales qui doivent être vérifiées et appuyées par de la théorie. Les dimensions de l'échantillon est un paramètre important qui agit sur les modes d'excitation et donc sur les valeurs des vitesses mesurées.

Nous disposons donc d'un banc de mesure que nous allons utiliser pour caractériser les matériaux réalisés durant ces travaux de thèse. Le chapitre 4 et le dernier présentera les résultats obtenus sur les premiers dos acoustiques, les logiciel de simulation utilisé et leurs limites pour les dos fabriqués.

Bibliographies

- [AGG04] D.G. Aggelis and CO, "An iterative effective medium approximation (IEMA) for wave dispersion and attenuation predictions in the particulate composites, suspensions and emulsions" *JASA*, 116(6), Dec 2004.
- [BAS58] R. Bass "diffraction effects in the ultrasonic field of a piston source" *JASA*, Vol.30, 1958.
- [BAU97] Baudoin S. « Comparison between prediction and measurement of viscoelastic moduli in composite materials versus temperature using ultrasonic immersion technique with oil », *JASA*, Vol.102, N6, p3450-3457, Decembre 1997.
- [FOL45] L.L. Foldy, "the multiple scattering of waves" *phys. Rev.* Vol.67, No.107, p.119, 1945.
- [HSU06] D. K. Hsu « Nondestructive testing using air-borne ultrasound ». *Ultrasonics*, Vol.44, pp.1019–1024, 2006.
- [KIM] J.Y. Kim et al "Dispersion of elastic waves in random particulate composites" *J. Acoust. Soc. Am.* Vol.97, pp1380-1388. 1995.
- [LAW81] Lawrence C. Lynnworth and Warren "Continuous wave transmission techniques for measuring ultrasonic phase and group velocities in dispersive materials and composites" *J. Acoust. Soc. Am.* Vol.70, No.6, Dec. 1981.
- [LAW99] F. Lawrence Marple "Estimating Group Delay and Phase Delay via Discrete-Time Analytic Cross-Correlation", *IEEE Transactions on signal processing* Vol.47, No.9, Sept 1999.
- [MOB98] J. Mobley "Broadband measurements of phase velocity in Albunex® suspensions" *JASA*; Vol.103, No.4, Avril 1998.
- [ODO81] M. O'Donnell, E. T. Jaynes et J. G. Miller « Kramers-Kronig relationship between ultrasonic attenuation and phase velocity » *JASA*, Vol.69, 1981.
- [PIN01] P. He "Measurement of acoustic dispersion using both transmitted and reflected pulses" *Ultrasonics*, Vol.39, No.1, 2001.
- [PIN98] P. He "Direct Determination of ultrasonic parameters based on attenuation and dispersion measurements" *Ultrasonics imaging*, Vol.20, No.4, 1998.
- [PIN99] P. He "Direct measurement of ultrasonic dispersion using a broadband transmission technique" *Ultrasonics*, Vol.37, No.1, 1999.
- [PINT99] R. Pintelon "System Identification A Frequency Domain Approach ou Ljung, L. System Identification: Theory for the User", Second Ed., Prentice Hall PTR, 1999.
- [ROG74] P.H. Rogers, A.L. Van Buren "An exact expression for the Lommel diffraction correction integral" *JASA*, Vol.55, 1993.
- [SAC78] W. Sachse and al "On the determination of phase and group velocities of dispersive waves in solids" *Journal of applied phys* Vol.49, 1978.
- [SAY84] C.M. Sayers "Ultrasonic properties of transducer backings." *Ultrasonics*, Vol.22, No.2, pp57-60, 1984.
- [SZA00] T.L. Szabo "A model for longitudinal and shear wave propagation in viscoelastic media" *J. Acoust. Soc. Am.* Vol.107, No.5, pp2437-2446. 2000.
- [SZA02] T.L. Szabo "A model for longitudinal and shear wave propagation in viscoelastic media" *JASA*, Vol.107, 1995.
- [SZA95] T.L. Szabo "Causal theories data for acoustic attenuation obeying a frequency power law" *JASA*, Vol.95, 1995.
- [SZA97] T.L. Szabo "Causal theories data for acoustic attenuation obeying a frequency power law" *J. Acoust. Soc. Am.* pp.14-24, 1995.
- [TRI77] J. M. Tribolet, "A new phase unwrapping algorithm," *IEEE Trans. Acoust., Speech, Signal Process.* Vol.25, pp170–177, 1977.
- [TRO01] Rebecca L. Trousil, Kendall R. Waters, and James G. Miller « Experimental validation of the use of Kramers–Kronig relations to eliminate the phase sheet ambiguity in broadband phase Spectroscopy », *JASA*, Vol.109, May 2001.

- [WAN01] H.Wang « Improved ultrasonic spectroscopy methods for characterization of dispersive materials ».IEEE transaction on ultrasonics, ferroelectrique, and frequency control, Vol.48, No.4, july 2001.
- [XU93] W. XU, J.J Kaufman “Diffraction correction methods for insertion ultrasonic attenuation estimation” IEEE, Vol.40, 1993.

Chapitre 4 : RESULTATS EXPERIMENTAUX

1. Introduction

Nous avons fabriqué une série de composites métalliques tout d'abord pressés à 40 [kN] et enfin à 80 [kN] lorsque nous avons pu disposer d'une presse de capacité plus importante. Les composites pressés à 40 [kN] ont été pressés par pressage uniaxial simple action, les dos pressés à 80 [kN] par pressage uniaxial double action.

On s'attendait à ce que les dos pressés à 80 [kN] aient des caractéristiques acoustiques plus proches de celles souhaitées. Il s'agit maintenant donc de caractériser acoustiquement par mesure de la densité, de l'atténuation et de la vitesse tous les échantillons. Le but est de vérifier si nous obtenons des échantillons conformes à nos attentes. Pour ce faire, pour chaque échantillon on a d'abord déterminé la fraction volumique réelle par le biais de la mesure de la masse volumique. Cette mesure étant également nécessaire pour déterminer le coefficient de transmission T et donc l'atténuation comme vu dans le chapitre 3. Ensuite, les données expérimentales de vitesse et d'atténuation seront comparées avec les données issues du modèle de multidiffusion d'Aggelis [AGG04]. Une bonne adéquation entre les données expérimentales et théoriques sera garante de la réalisation des échantillons en conformité avec les attentes en termes de propriétés acoustiques.

Le temps de mettre en place le protocole de pressage des dos métalliques d'étain/tungstène, nous avons en parallèle réalisé quelques échantillons à base de résine d'époxy/tungstène et ce malgré les problèmes de fabrication inhérents à ce type de matériau (exposé au chapitre 1 comme notamment la sédimentation). Les échantillons, faciles à fabriquer, nous ont permis de tester le banc de spectroscopie avec des échantillons beaucoup plus atténuants que les polymères tel que le PMMA. De plus, cela nous a permis d'estimer une valeur d'atténuation pour laquelle la caractérisation des échantillons reste possible (si l'échantillon est très atténuant on n'aura pas d'échos transmis et donc il ne sera pas caractérisable).

2. Elaboration et caractérisation d'échantillons à base de résine d'époxy/tungstène

2.1. Fabrication

Nous avons réalisé 3 dos en époxy/tungstène avec de faible fraction volumique et granulométrie de tungstène pour éviter la sédimentation. Les fractions volumiques sont : 0.67%, 1.32%, 8.2%. Plusieurs échantillons de résine ont été fabriqués afin d'estimer la masse volumique de la résine. En effet, la masse volumique de la résine est nécessaire pour calculer la fraction volumique de tungstène des échantillons. La masse volumique des échantillons vaut :

$$\rho_{ech}^{exp} = V\% * \rho_{tungstene}^{th} + (1 - V\%) * \rho_{epoxy}^{exp} \quad (4.1).$$

Où $V\%$ représente la fraction volumique de tungstène, $\rho_{tungstene}^{th}$ la masse volumique théorique de tungstène et ρ_{epoxy}^{exp} la masse volumique expérimentale d'époxy.

Pour fabriquer les dos acoustiques, on vient dans un premier temps mélanger une quantité de résine (époxy) avec une quantité de tungstène. Cette opération introduit de l'air et ce d'autant plus que la fraction volumique de tungstène est élevée, car la viscosité apparente du mélange est plus élevée. On supprime l'air occlus dans le mélange à l'aide d'une trompe à eau qui permet de réaliser un léger vide, si le vide est trop important les solvants du durcisseur sont éliminés et le mélange peut même entrer en ébullition. Les bulles d'air se retrouvent toutes à la surface de l'échantillon (figure 4-1).

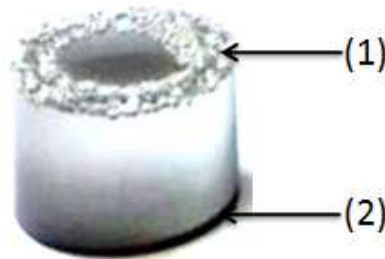


Figure 4-1: Echantillon époxy/ tungstène 30%V en présence de bulles d'air (1) et sédimentation (2)

On poli les deux faces des échantillons (dos acoustiques) pour supprimer au maximum les imperfections restantes (bulles d'air à la surface) et avoir deux faces parallèles. On suppose que la quantité de matière supprimée par polissage est infime pour considérer que le calcul de la densité et de la fraction volumique reste inchangé.

2.2. Caractérisation acoustique

Pour caractériser des dos acoustiques, on vient mesurer leurs atténuations et la vitesse des ondes le traversant par le banc de spectroscopie ultrasonore réalisé et caractérisé. Les mesures sont réalisées suivant le protocole exposé au chapitre précédent (chapitre 3). Il est

noté, que trois couples de sondes sont utilisées pour la réalisation des mesures de vitesses et d'atténuations de fréquence centrale 2.25MHz, 5MHz et 10MHz permettant de couvrir une large gamme fréquentielle de caractérisation. Les résultats sont représentés sur la figure 4-2 suivante :

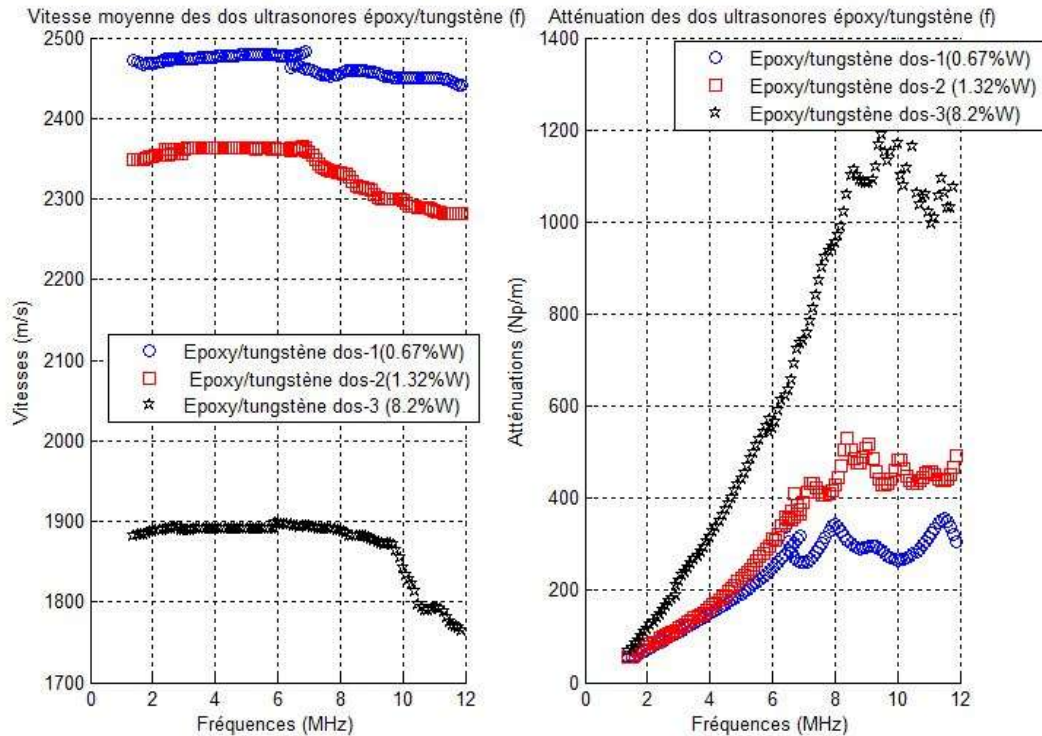


Figure 4-0 : Vitesses et atténuations des dos époxy/tungstène.

On constate que les résultats sont cohérents avec la théorie de la diffusion multiple. L'atténuation augmente bien avec la fraction volumique de tungstène. La réalisation de ces premiers échantillons nous a permis de valider définitivement le banc et le protocole de spectroscopie. On constate que les valeurs obtenues avec les 3 couples de sondes se recoupent. On remarque également que nous pouvons réaliser des mesures avec des matériaux beaucoup plus atténuants que les polymères (de l'ordre de 1200 [Np/m]) tels que le PMMA.

Lorsque les valeurs de vitesse et d'impédance à 5 MHz sont reportées et que l'on compare ces résultats avec le modèle de diffusion multiple simplifié [SAY84] (figure 4-3), on constate que l'accord est relativement bon.

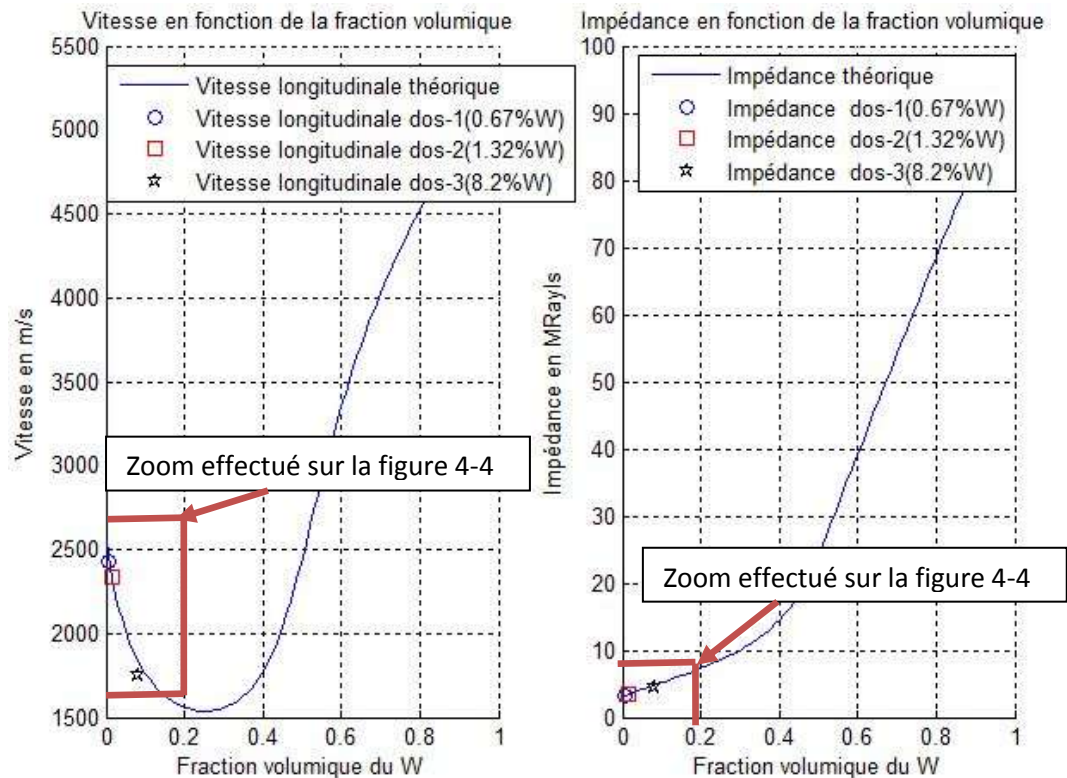


Figure 4-3: Confrontation des données expérimentales aux données théoriques.

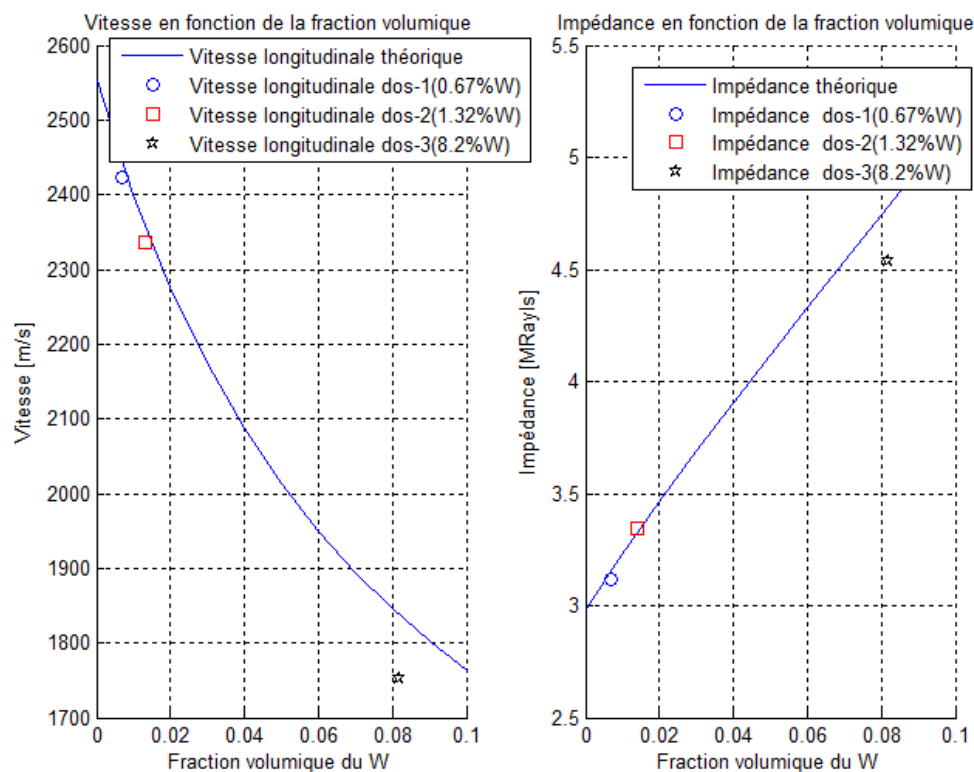


Figure 4-4: Zoom des données de la figure 4-3

3. Caractérisation des échantillons métalliques

Nous rappelons ici quelques points déjà développés aux chapitres précédents. Nous avons donc choisi de réaliser des dos à partir de composites particulières métalliques. Nous avons choisi dans un premiers temps de réaliser des composites d'étain/ tungstène. L'étain étant le métal servant de matrice et le tungstène de diffuseurs. Le contraste d'impédance entre les deux métaux n'est pas aussi important qu'entre la résine et le tungstène, mais il est suffisant pour obtenir des matériaux relativement atténuants (entre 200 à 1500 [Np /m]). A termes, nous souhaitons utiliser d'autres métaux pour la matrice comme l'aluminium (Al) et le magnésium (Mg) qui permettent d'augmenter considérablement les effets de multidiffusion et d'obtenir des échantillons plus atténuants. En effet, leur impédance est beaucoup plus faible que celle du tungstène ($Z_{Al}=20$ [MRayls] et $Z_{Mg}=10$ [MRayls]).

Nous avons choisie le tungstène comme diffuseur, car c'est le métal qui présente la plus forte impédance acoustique (101 [MRayls]). L'étain est choisi comme matrice pour l'ordre de grandeur de son impédance (23 [MRayls]) nécessaire à la réalisation de sonde utilisant les PZT (20 à 40 [MRayls]) ou encore du $LiNbO_3$ (33 [MRayls]).

3.1. Adaptation de la simulation IEMA aux échantillons métalliques étain/tungstène

Dans le modèle d'Aggelis les données d'entrée sont :

- la fraction volumique et la granulométrie des diffuseurs.
- La vitesse longitudinale et transversale théorique des diffuseurs et de la matrice.
- Les densités théoriques des diffuseurs et de la matrice.

On explicitera pour chaque point précédent sa limite et la façon avec laquelle on a pu approprier le modèle à notre étude.

3.1.1. Estimation de la masse volumique et de La fraction volumique.

Bien que de géométrie simple pour estimer la masse volumique, on utilise une méthode de double pesée. Cette méthode permet de s'affranchir de la constante de gravité g , le principe de la double pesée utilisé est simple et décrit comme suit :

- On mesure la masse m_{ech} de l'échantillon,
- par la suite on mesure la masse de l'échantillon introduit dans l'eau et retenu par une potence $m_{ech-eau}$,
- avec m_{ech} et $m_{ech-eau}$ on remonte à la masse volumique de l'échantillon en appliquant la formule suivante :

$$\rho_{ech}^{exp} = \rho_{eau}^{theo} * \frac{m_{ech}}{m_{ech-eau}} \quad (4.2).$$

Le schéma de principe est présenté sur la figure 4-5 suivante :

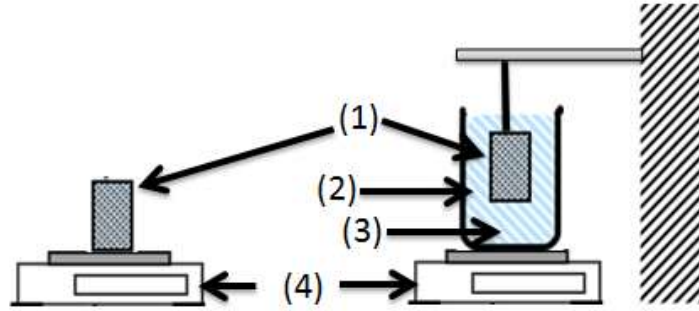


Figure 4-5 : Schéma de principe de la double pesée utilisée avec l'échantillon (1), le bécher (2), l'eau (3) et la balance (4).

Le modèle d'Aggelis considère que les diffuseurs sont des billes sphériques dispersées de façon homogènes dans une matrice possédant une atténuation négligeable. De plus il fait abstraction de la porosité du matériau. Dans le cas réel (expérimental) les diffuseurs ne sont pas des billes sphériques, mais plutôt des poudres granulaires (comme vu dans le chapitre 2 matériau). De plus, la fabrication des premiers échantillons a montré, que la densité n'atteint jamais les 100%, il faudra donc prendre en compte cette porosité. Pour ce faire, on décide d'estimer le taux de compaction des échantillons réalisés et de faire rentrer la nouvelle fraction volumique qui prend en compte la porosité dans le modèle. Pour rappel, la méthode d'estimation de la porosité est la suivante :

$$P = 1 - C \quad (4.3).$$

Avec C la compacité

$$C = \frac{\rho_{ech}^{exp}}{\rho_{ech}^{souhaité}} \quad (4.4).$$

La compacité est le critère qui permet de déterminer si un échantillon a été correctement pressé. Mais nous avons également besoin de la compacité pour estimer correctement la fraction volumique. La nouvelle fraction volumique prenant en compte la porosité ou la compaction à introduire dans le modèle est :

$$V\% = \frac{\rho_{ech}^{exp} - \rho_{matrice}^{th} * C}{\rho_{diffuseur}^{th} - \rho_{matrice}^{th}} \quad (4.5).$$

3.1.2. Estimation de la granulométrie

L'atténuation et la vitesse des échantillons sont dépendantes de la granulométrie, le modèle utilise un diamètre unique. Sachant que les diffuseurs sont granulaires et de diamètre dispersé. Il est important d'estimer le diamètre moyen des diffuseurs pour pouvoir l'utiliser dans le modèle. On estime le diamètre moyen des diffuseurs en faisant une simple moyenne arithmétique :

$$Diamètre_{moyen}^{exp} = \frac{Diamètre_{max}^{exp} + Diamètre_{min}^{exp}}{2} \quad (4.6).$$

3.1.3. Estimation de l'atténuation dans l'étain

Qu'elle que soit la fraction volumique et la granulométrie des diffuseurs, on a constaté que les valeurs d'atténuation simulées étaient toujours inférieures aux valeurs expérimentales comme le montre la figure 4-6.

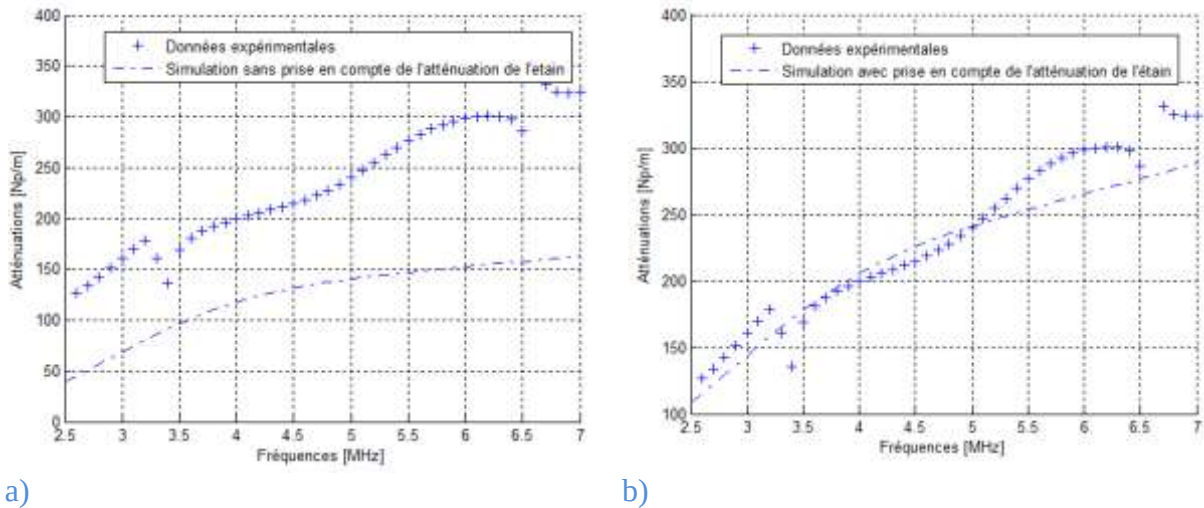


Figure 4-6: Comparaison des données expérimentales avec les données des simulations sans (a) et avec (b) prise en compte de l'atténuation de l'étain.

Il faut donc tenir compte de l'atténuation de la matrice d'étain. Nous n'avons pas trouvé dans la littérature de donnée concernant l'atténuation dans l'étain. Nous avons donc estimé l'atténuation de l'étain à partir d'une pastille d'étain pur pressée à 40 [kN], on tient compte ainsi directement de la porosité. On observe une évolution relativement linéaire et nous estimons l'atténuation de l'étain en faisant une moyenne des données expérimentales obtenue par une mesure spectroscopique sur une gamme fréquentielle comprise entre 1 et 5 MHz (figure 4-7).

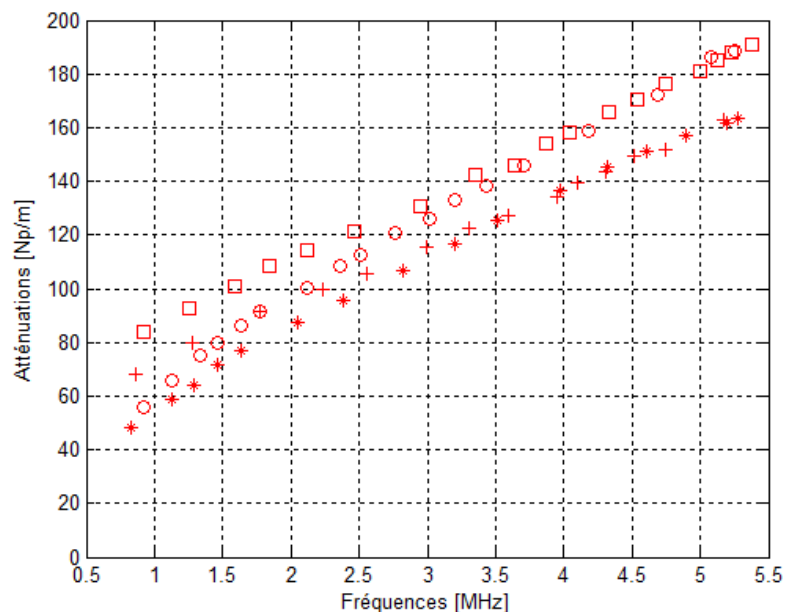


Figure 4-7 : Mesures expérimentales sur l'échantillon d'étain pur pressé à 40 [kN].

Une loi affine de l'atténuation de l'étain est déduite des mesures réalisées en fonction de la fréquence f :

$$\alpha_{sn}(f) = 12.5 * f + 37.5 \quad (4.7).$$

Cette estimation semble correct (figure 4-6-b). Toutefois, il faudra noter que cette estimation de l'atténuation de l'étain doit être améliorée par la suite des travaux. En effet, la moyenne a été faite sur une seule pastille d'étain pur pressé à 40 [kN] le processus doit être confirmé avec d'autres pastilles et d'autres forces de pressages. L'atténuation théorique totale sera égale à la somme de l'atténuation du à la diffusion multiple (billes de tungstène) et celle de l'étain pur.

$$\alpha_{ech}^{th}(f) = \alpha_{sn}(f) + \alpha_{diff}(f) \quad (4.8).$$

3.2. Caractérisation des premiers dos étain/tungstènes pressés à 40kN par simple action

Nous avons réalisé plusieurs échantillons par pressage uniaxial simple action. Nous avons utilisé deux granulométries, la première contient des grains de diamètre compris entre 44 et 74 [μ m], soit un diamètre moyen de 59 [μ m] et une distribution de taille de grain de $\sigma = \frac{74-44}{2\sqrt{3}} = 8.5$. La seconde granulométrie contient des grains compris entre 140 et 200 [μ m] soit un diamètre moyen de 170 [μ m] et une distribution $\sigma = \frac{200-140}{2\sqrt{3}} = 17.3$. On suppose que la distribution est uniforme ce qui n'est pas le cas pour les billes de tungstènes utilisées.

L'ensemble des simulations seront réalisées systématiquement avec la valeur moyenne de taille des grains et la fraction volumique de tungstène des dos calculée précédemment avec la formule (4.5). Le tableau 4-1 répertorie les dos réalisés à 40 [kN].

Tableau 4-1 : Echantillons réalisés par pressage uniaxial simple action à 40 [kN].

Echantillon	Pression [kN]	Fraction volumique [%]	Compaction [%]	Granulométrie [μ m]
5%-4T-140-200um	40	4.95	98.97	140-200
15%-4T-140-200um	40	14.52	96.82	140-200
30%-4T-140-200um	40	29.52	98.41	140-200
5%-4T-44-74um	40	4.23	84.78	44-74
15%-4T-44-74um	40	14.25	97.23	44-74
30%-4T-44-74um	40	29.56	98.55	44-74

3.2.1. Granulométrie comprise entre 44 et 74 [μ m]

On s'intéresse au premier dos pressée à 40 [kN] simple action avec une granulométrie réelle de 4.23% de tungstène de taille de grain moyenne 59 [μ m]. La comparaison des valeurs expérimentales et théoriques de l'atténuation et de la vitesse sont reportées sur la figure 4-8.

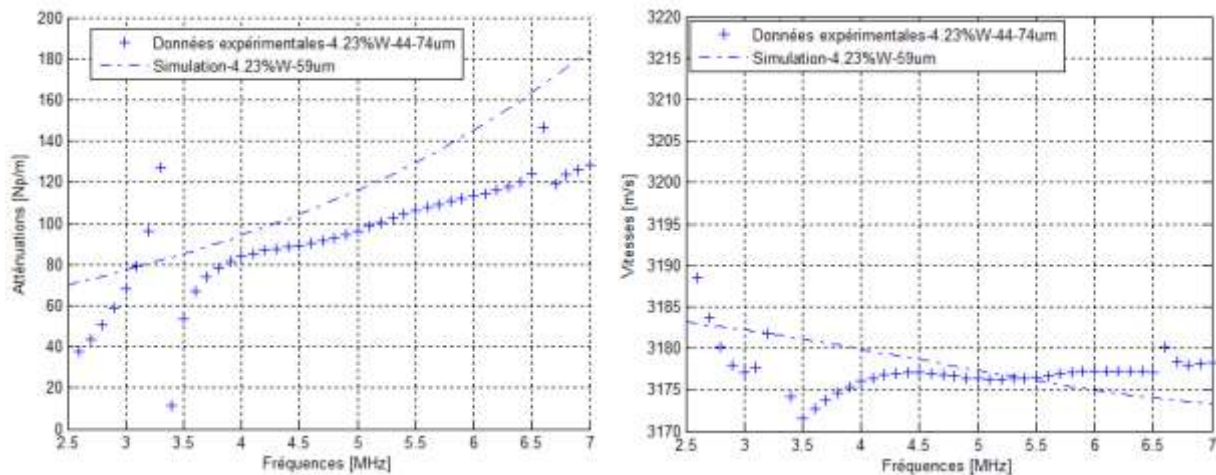


Figure 4-8: Mesures expérimentales et simulées réalisées sur un dos pressé à 40 [kN] par simple action avec une granulométrie de tungstène comprise entre 44 et 74 [μm] et une fraction volumique de 4.23%W.

On constate un accord relativement bon (-20% sur l'atténuation et -3% sur la vitesse). La différence entre les valeurs expérimentales et théoriques peut s'expliquer par la faible compaction de l'échantillon. En effet l'échantillon de 4.23% de fraction volumique de tungstène est celui qui possède la compaction la plus faible (84% de compaction). Avec 4.23% de fraction volumique de tungstène les effets de diffusion multiples sont relativement faibles et l'atténuation dépend essentiellement de la matrice poreuse d'étain. Cela prouve encore une fois que l'estimation de l'atténuation de l'étain est correcte, mais cela prouve également que la compaction ne peut pas à elle seule être un critère garantissant la bonne réalisation des dos.

Toujours avec la même granulométrie, nous avons réalisé deux autres dos avec des fractions volumiques de 14.25% et 29.56% de tungstène. On reporte la comparaison des valeurs expérimentales et théoriques de l'atténuation et de la vitesse sur la figure 4-9 et 4-10

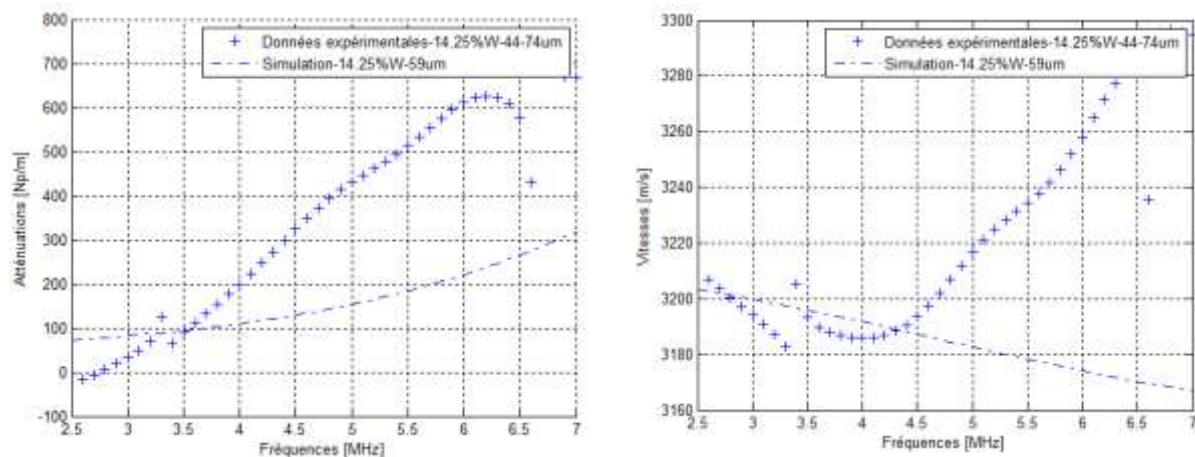


Figure 4-9: Mesures expérimentales et simulées réalisées sur un dos pressé à 40 [kN] par simple action avec une granulométrie de tungstène comprise entre 44 et 74 [μm] et une fraction volumique de 14.25%W.

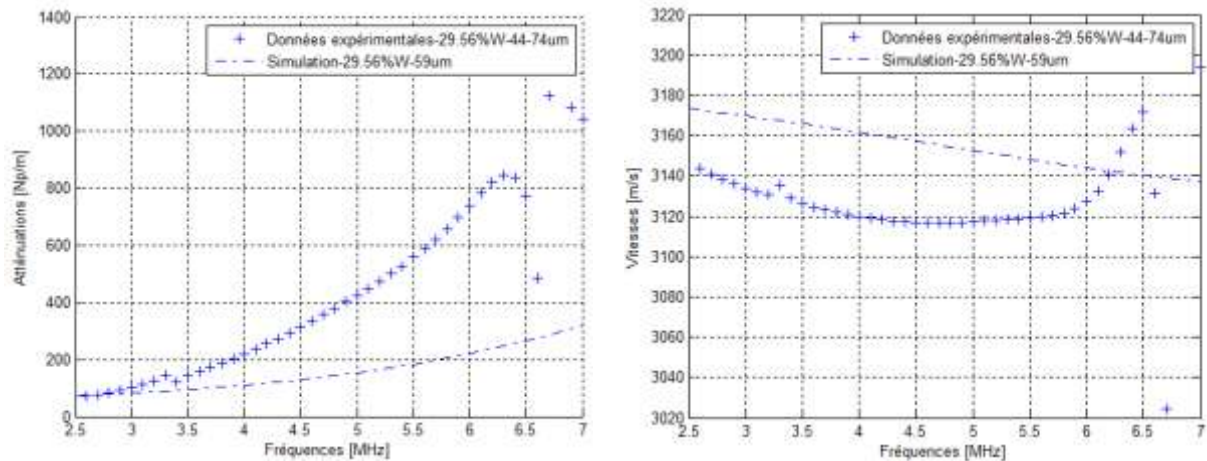


Figure 4-10 Mesures expérimentales et simulées réalisées sur un dos pressé à 40 [kN] par simple action avec une granulométrie de tungstène comprise entre 44 et 74 μm et une fraction volumique de 29.56% W.

Pour ces deux nouveaux dos, l'accord entre les valeurs expérimentales et théorique s'est dégradé par rapport au dos de 4.23% de fraction volumique de tungstène. L'atténuation semble correcte que pour les basses fréquences. L'ordre de grandeur de vitesse semble bon, mais l'allure des courbes n'est pas identique et remarquons que les variations de vitesse sur cette gamme de fréquences est faible et proche de la vitesse de l'étain pur.

On peut expliquer la dégradation de l'accord des données expérimentales et théoriques par le fait que plus on augmente la fraction volumique de tungstène plus la réalisation des dos est compliquée. L'arrangement et la distribution des grains est plus difficile, de plus, le transfert de force axiale est également dégradé. En effet, si on augmente la quantité de matière faiblement ductile (le tungstène), la cohésion des grains entre eux est plus faible. Ce phénomène va se confirmer avec la réalisation de dos avec la granulométrie la plus élevée.

3.2.2. Granulométrie comprise entre 140 et 200 μm

Les dos ont été pressés à 40 [kN] par simple action avec une presse uni axial. On choisi les fractions volumiques proche de celles des dos précédent avec une granulométrie comprise entre 44 et 74 μm (4.95%, 14.52% et 29.52% de tungstène). Les résultats des échantillons réalisés avec cette granulométrie sont reportés sur la figure 4-11.

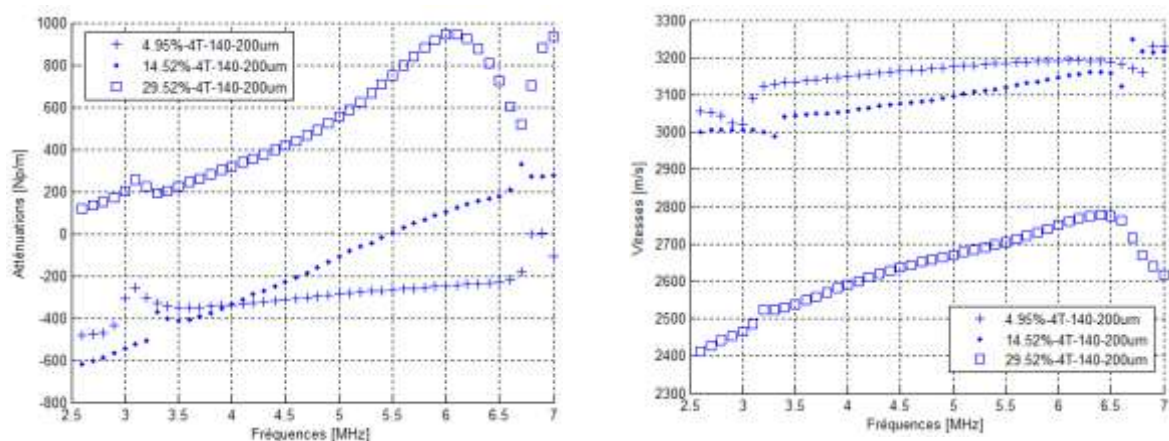


Figure 4-11: Mesures expérimentales réalisées sur les premiers dos pressés à 40 [kN] par simple action avec une granulométrie comprise entre 140 et 200 μm pour 3 fractions volumiques de tungstène.

On constate, sans aucun doute possible, qu'il est impossible d'avoir un accord entre les données expérimentales et théoriques du moins pour les fractions volumiques de 4.95% et 14.52% de tungstène, car l'atténuation est négative. Notons que les mesures ont été réalisées par plusieurs opérations différentes à plusieurs reprises. Cependant, l'accord entre les valeurs expérimentales et théoriques pour l'échantillon possédant une fraction volumique de tungstène de 29.52% est bon (inférieur à 20% pour l'atténuation et inférieure à 5% pour la vitesse), les résultats sont présentés sur la figure 4-12.

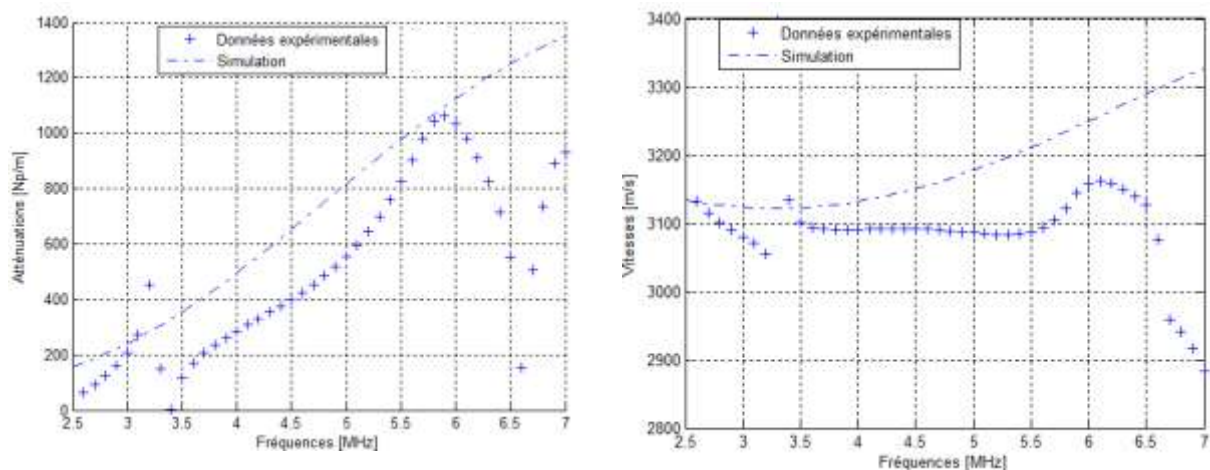


Figure 4-12: Comparaison de la mesure expérimentale réalisée sur le dos pressés à 40 [kN] avec une fraction volumique de tungstène de 29.52% par simple action.

Nous avons cherché à comprendre qu'elle pouvait être la cause de mesurer une atténuation négative. La première hypothèse que nous avons fait est que le problème pouvait provenir de la porosité qui comme nous l'avons expliqué au chapitre 2 pourrait conduire à estimer un coefficient de transmission qui serait alors inférieur à la fonction de transfert ce qui conduisait de fait à obtenir une atténuation négative. Pour vérifier cette hypothèse, nous avons utilisé la méthode 4 échos qui utilisent la réflexion et la transmission qui nous permet de s'affranchir du coefficient de transmission dans le calcul de l'atténuation. Cette méthode est décrite en détails et testée sur d'autres échantillons au chapitre 3. Cependant, bien qu'en utilisant cette méthode, l'atténuation est toujours négative, cette hypothèse est donc fausse ce qui a déjà été prouvé au chapitre 3. De plus, le taux de compaction pour les échantillons possédant une atténuation négative est compris entre 96 et 98% ce qui est déjà assez important comparé à celui de 4.23% de fraction volumique et de granulométrie comprise entre 44-75 μm qui est de 85% est qui avait des valeurs d'atténuations et de vitesses correctes.

Une fissure sur une section de l'échantillon ou bien par un non parallélisme de l'échantillon peut aussi expliquer les atténuations négatives. En effet, la faible force de pressage par simple action engendrer des fissures sur une section de l'échantillon du à la force résiduelle subsistante lors de la décharge (chapitre 2). Il a été aussi constaté en faisant les images MEB (figure 4-13) suivantes la présence de fissure interne qui peuvent justifie les atténuations négatives observées.

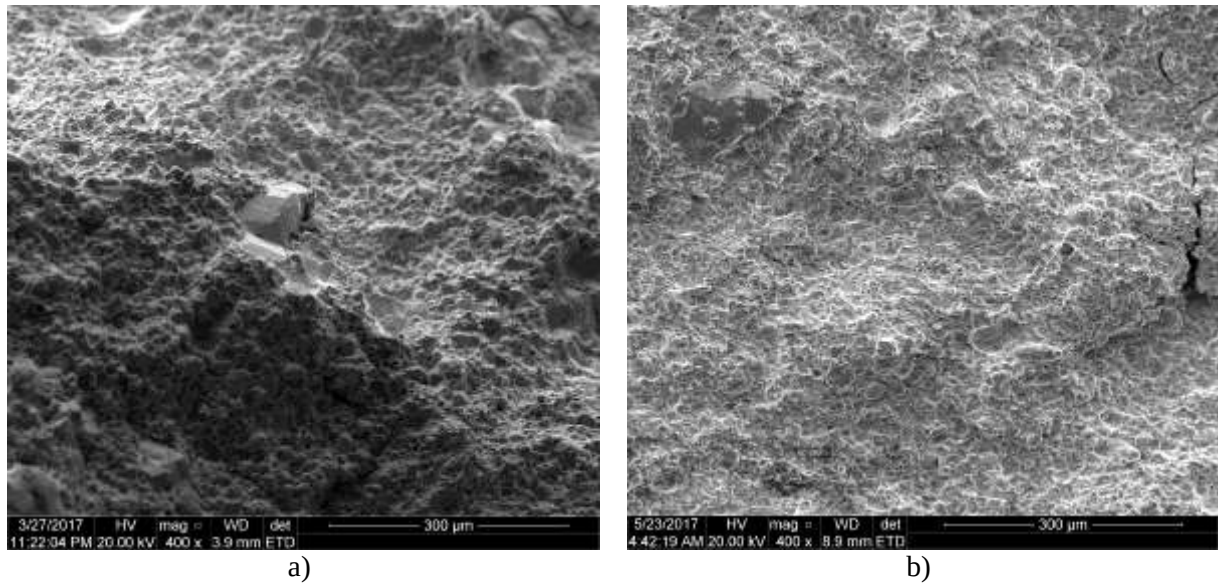


Figure 4-13: Image MEB réalisé sur des échantillons Sn/W avec une fraction volumique de 5% et 15% de tungstènes ayant des atténuations négatives.

Il apparaît donc qu'avec un pressage simple action à 40 [kN] seul certains échantillons semblent avoir les caractéristiques voulues. Nous avons donc cherché à améliorer le pressage. Cela nous a conduits à chercher une presse de capacité plus importante et de concevoir une nouvelle matrice qui permettrait de réaliser du pressage double action améliorant ainsi le pressage, ce qui a été montré au chapitre 2.

3.3. Caractérisation des dos étain/tungstènes pressés à 80 [kN] par double action

Nous avons donc réalisé une nouvelle matrice double action et obtenu l'accès à une presse de capacité de pressage de 80 [kN] ce qui nous a permis d'améliorer de manière significative la fabrication des dos acoustiques. Nous avons réalisé une nouvelle série d'échantillons avec deux granulométries différentes :

- Granulométrie comprise entre 44 et 74 [μm] de moyenne 59 [μm] et une distribution $\sigma = \frac{74-44}{2\sqrt{3}} = 8.5$.
- Granulométrie comprise entre 149 et 250 [μm] de moyenne 199.5 [μm] et de distribution $\sigma = \frac{250-149}{2\sqrt{3}} = 29.2$.

Ces valeurs sont celles utilisées dans la simulation.

3.3.1. Granulométrie comprise entre 44 et 74 [μm]

Avec une force de pressage de 40 [kN] nous étions incapables d'obtenir des dos avec les caractéristiques souhaitées. Sur les figures 4-14 à 4-17 sont reportés les valeurs d'atténuations et de vitesses des composites d'étain/ tungstène réalisés avec une granulométrie comprise entre 44-74 [μm]. On dispose de 4 échantillons de fraction volumique de tungstène de 4.81%, 9.99%, 15% et 29.59%.

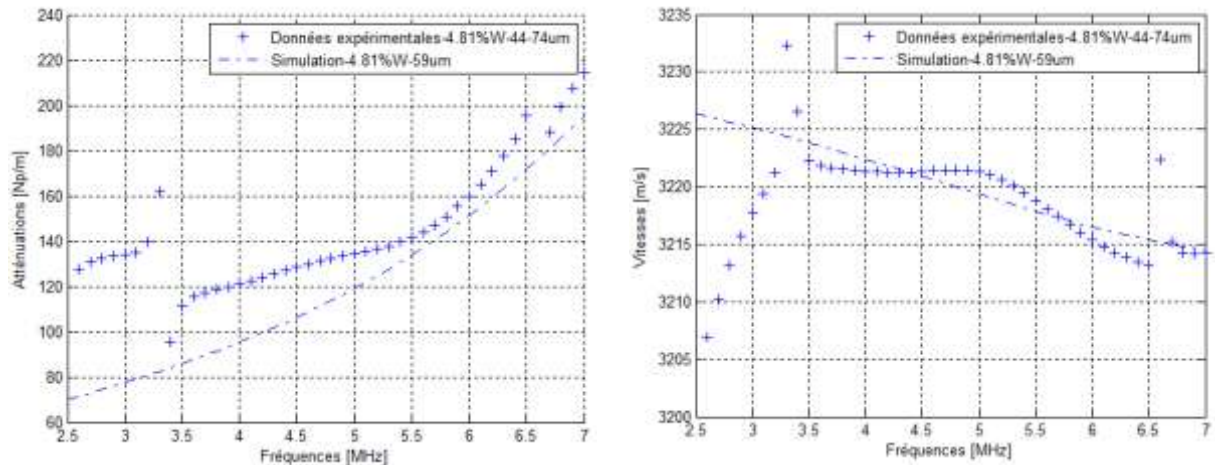


Figure 4-14: Etude expérimentale réalisées sur des dos pressés à 80 [kN] par double action avec une granulométrie de tungstène comprise entre 44 et 74 μm avec une fraction volumique de 4.81% de tungstène.

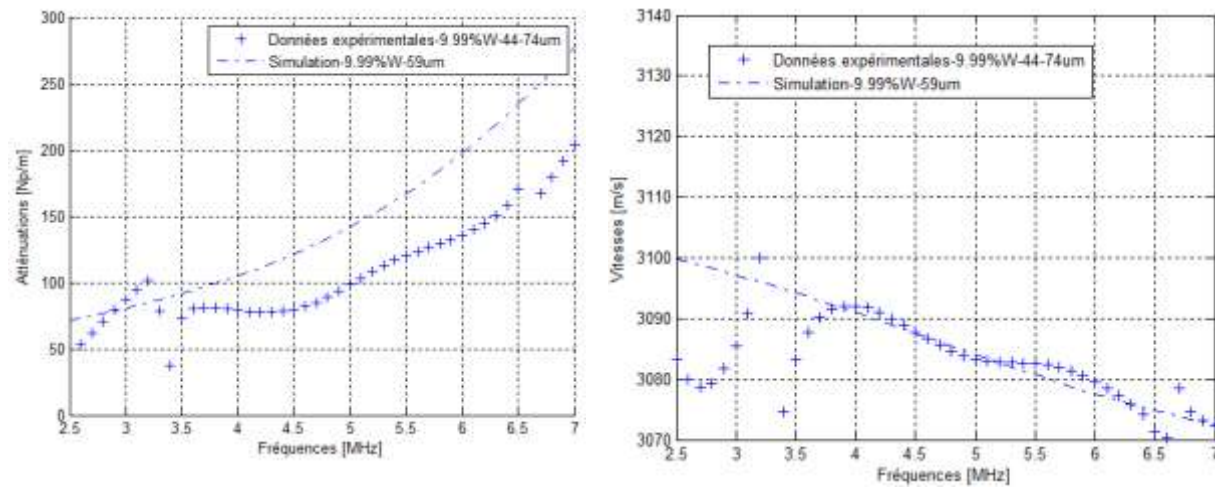


Figure 4-15: Etude expérimentale réalisées sur des dos pressés à 80 [kN] par double action avec une granulométrie de tungstène comprise entre 44 et 74 μm avec une fraction volumique de 9.99% de tungstène.

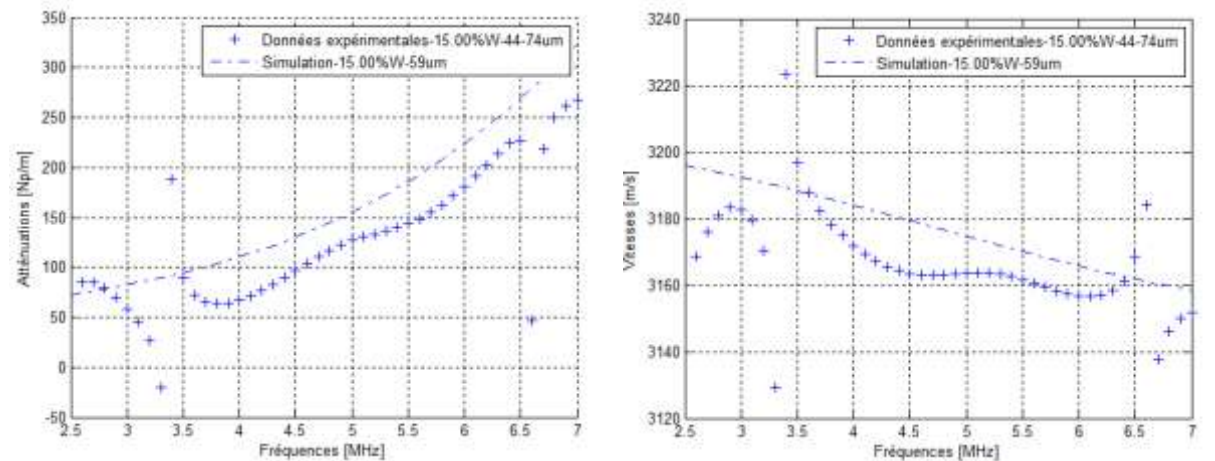


Figure 4-16: Etude expérimentale réalisées sur des dos pressés à 80 [kN] par double action avec une granulométrie de tungstène comprise entre 44 et 74 μm avec une fraction volumique de 15.00% de tungstène.

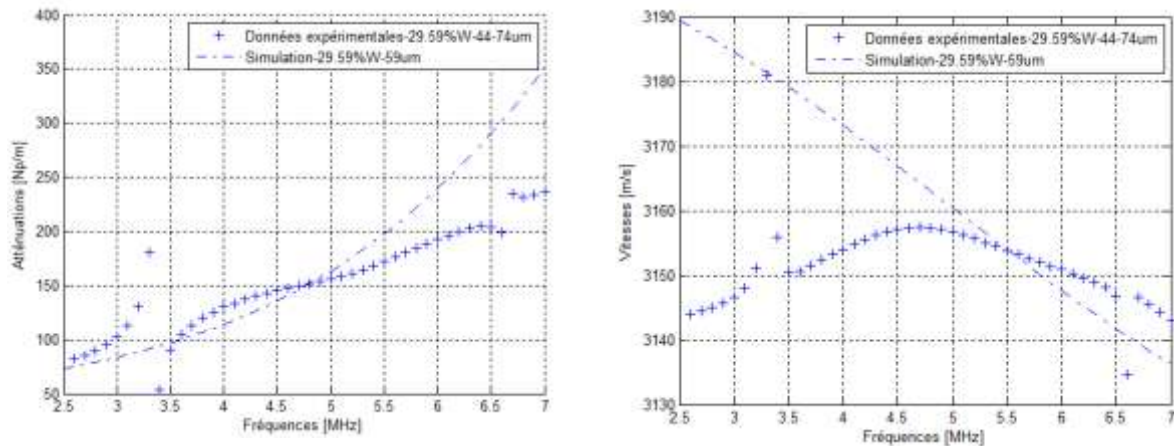


Figure 4-17: Etude expérimentale réalisées sur des dos pressés à 80 [kN] par double action avec une granulométrie de tungstènes comprise entre 44 et 74 [μm] avec une fraction volumique de 29.59% de tungstène.

Les valeurs d'atténuations expérimentales et théoriques sont plutôt en bon accord, sauf pour l'échantillon à 9.99% de fraction volumique de tungstène ou la différence relative entre les valeurs théoriques et expérimentales est de l'ordre de 25% à 6 [MHz].

Les valeurs de vitesses sont plutôt cohérentes, sauf pour l'échantillon de 29.59% de fraction volumique de tungstène. Toutefois, l'ordre de grandeur est bon et qu'elle que soit la fraction volumique de tungstène. Ces résultats sont plutôt encourageants d'autant plus qu'ici l'atténuation de l'étain estimée de manière assez grossière joue un rôle assez important, car nous sommes avec une faible granulométrie (44-74 [μm]) et donc l'atténuation due à la diffusion multiples est moins importante.

3.3.2. Granulométrie comprise entre 149 et 250 [μm]

Nous avons réalisé 5 dos avec une granulométrie comprise entre 149 et 250 [μm] de moyenne 199.5 [μm] et de fraction volumique de tungstène de 4.72%, 6.49%, 9.69%, 28.89%. Sur les figures 4-18 et 4-19 nous avons reporté les résultats de mesure pour les échantillons de fraction volumique de tungstène de 6.49% et de 9.69%.

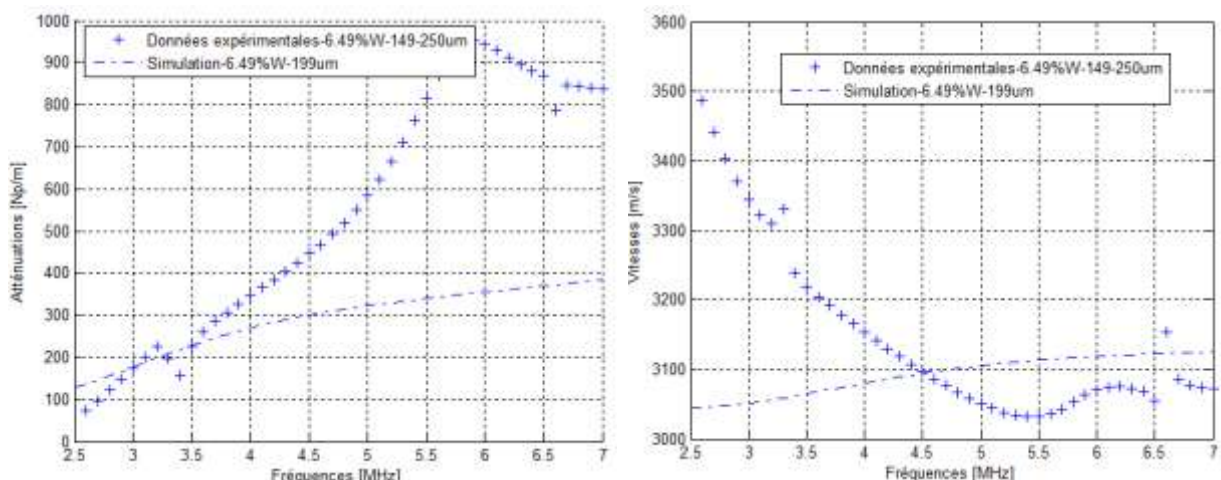


Figure 4-18: Mesures expérimentales réalisées sur des dos pressés à 80 [kN] par double action avec une granulométrie de tungstènes comprise entre 149 et 250 [μm] avec une fraction volumique de 6.49% de tungstène.

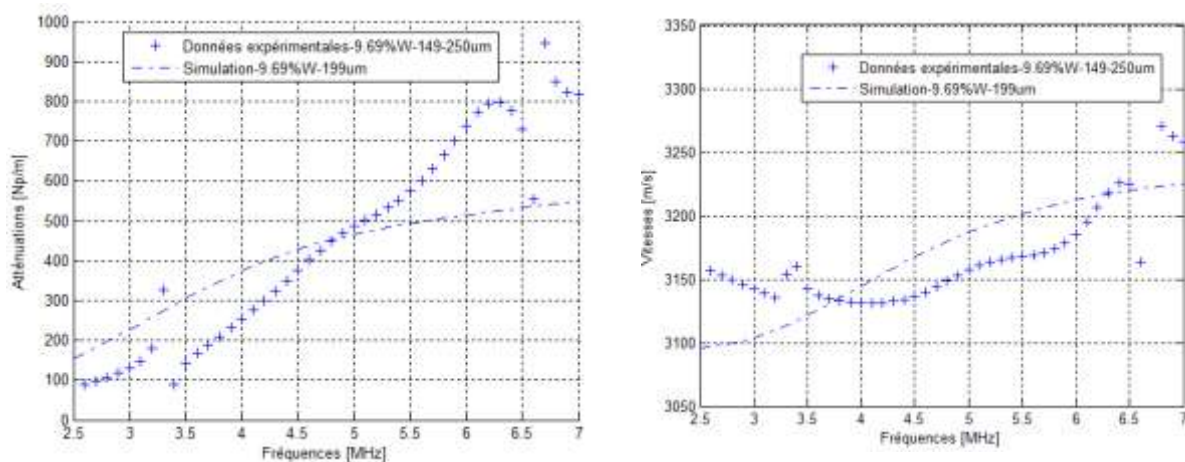


Figure 4-19: Mesures expérimentales réalisées sur des dos pressés à 80 [kN] par double action avec une granulométrie de tungstène comprise entre 149 et 250 [μm] avec une fraction volumique de 9.69% de tungstène.

L'accord entre les valeurs expérimentales et théoriques pour la valeur de fraction volumique de tungstène de 9.69% est peu satisfaisant et voire même mauvais pour le dos ayant une fraction volumique de tungstène de 6.49% qui s'avère beaucoup plus atténuant que l'échantillon de fraction volumique égale à 14.51% ce qui est théoriquement impossible. Il a du y avoir un problème lors du pressage de ces échantillons, du reste la compaction pour l'échantillon de fraction volumique de tungstène de 6.49% n'est que de 92%. Cependant, faudra faire attention, car nous avons vu que la compaction ne constituée pas un critère absolu. Il conviendrait de casser ces échantillons et de faire une image MEB pour voir un éventuel défaut. Toutefois, nous n'avons eu le temps de presser qu'un seul échantillon de chaque fraction volumique et donc cela peut être tout simplement un problème de pressage isolé. Ce que nous notons de très encourageant c'est qu'aucun des échantillons pressés à 80 [kN] par double action ne présente des valeurs d'atténuations négatives. Par ailleurs, la comparaison des valeurs de vitesses montre des résultats satisfaisants.

Sur les figures 4-20 à 4-22 ci-après sont reportés les comparaisons entre les données expérimentales et théoriques d'atténuations et de vitesses pour les fractions volumique de tungstène de 4.72%, 14.51 et 28.89%.

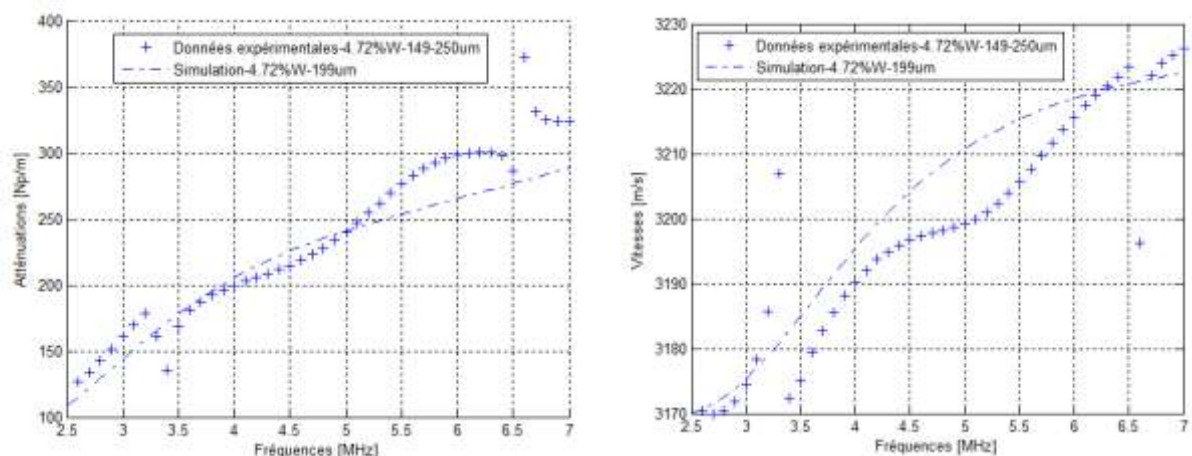


Figure 4-20: Mesures expérimentales réalisées sur des dos pressés à 80 [kN] par double action avec une granulométrie de tungstène comprise entre 149 et 250 [μm] avec une fraction volumique de 4.72% de tungstène.

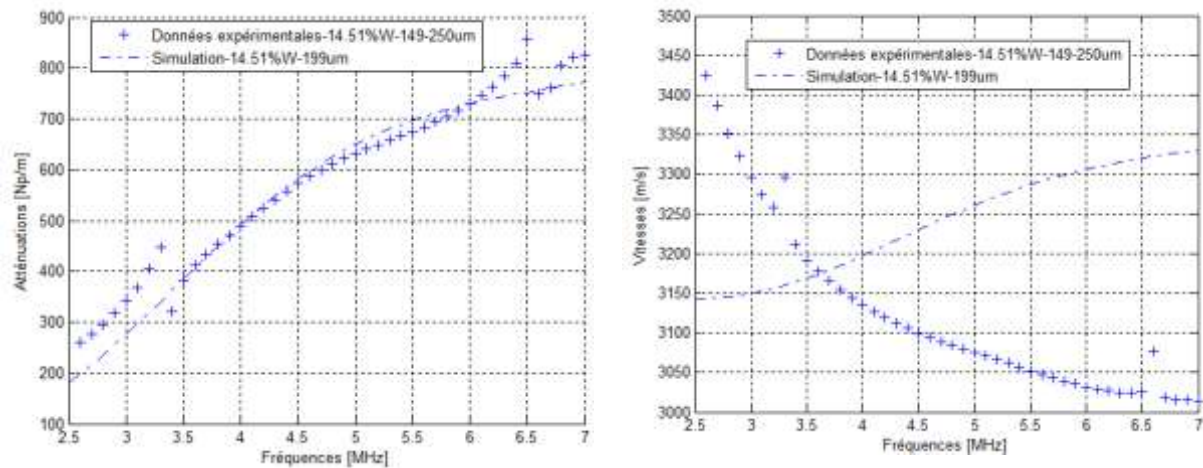


Figure 4-21: Mesures expérimentales réalisées sur des dos pressés à 80 [kN] par double action avec une granulométrie de tungstène comprise entre 149 et 250 [μm] avec une fraction volumique de 14.51% de tungstène.

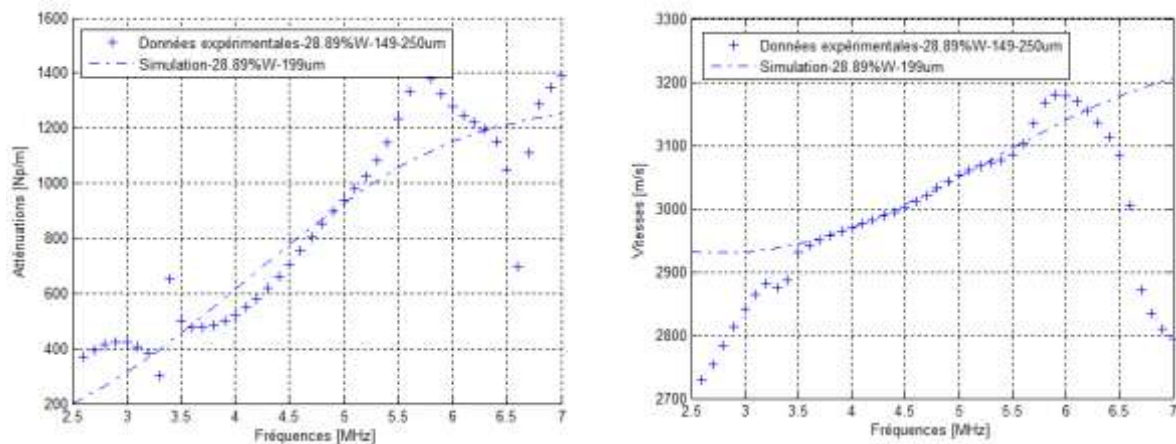


Figure 4-22: Mesures expérimentales réalisées sur des dos pressés à 80 [kN] par double action avec une granulométrie de tungstène comprise entre 149 et 250 [μm] avec une fraction volumique de 28.89% de tungstène.

On constate un très bon accord entre les valeurs expérimentales et théoriques des atténuations. Ces résultats sont d'autant plus satisfaisants qu'il s'agit ici d'échantillons pressés avec une forte granulométrie (149-250 [μm]) relativement dispersée (30 [μm]) et ceux avec les limites du modèle (mono-disperse, diffusion sphérique). De plus, on observe sur la figure 4-23 que l'atténuation augmente avec la fraction volumique de tungstène, ce qui correspond bien à la théorie et valide de façon définitive la méthode de fabrication et de caractérisation des dos acoustiques.

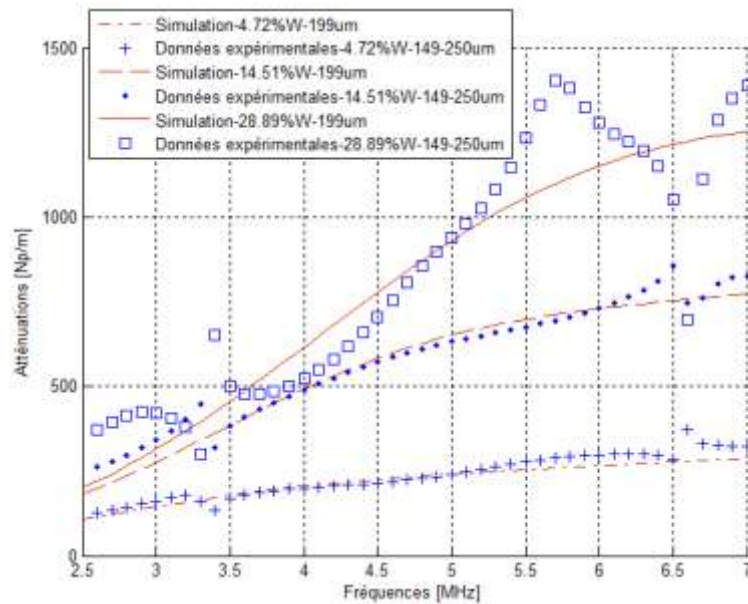
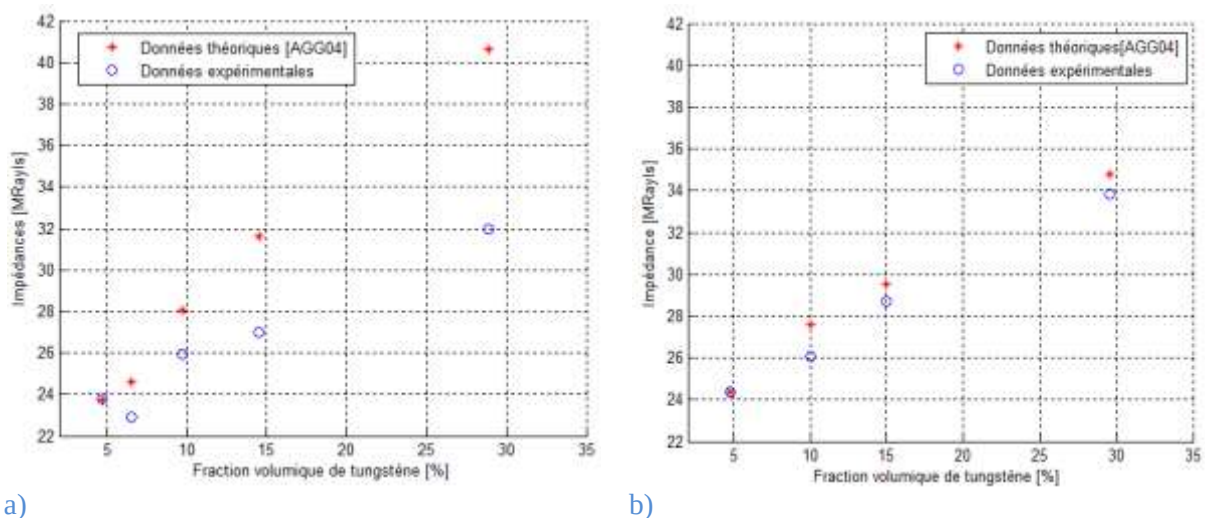


Figure 4-23: Comparaison des données expérimentales et théoriques réalisées sur des dos pressés à 80 [kN] par double action avec une granulométrie de tungstène comprise entre 149 et 250 [μm] avec une fraction volumique de 4.72%, 14.51% et 28.89% de tungstène.

De même pour les valeurs de vitesses, on obtient des résultats satisfaisants comme en témoigne les figures 4-18 à 4-22. Pour l'échantillon ayant une fraction volumique de tungstène de 14.51%, il y a eu une erreur de mesure. L'allure fréquentielle des courbes expérimentales et théoriques sont sensiblement identique, contrairement aux échantillons pressés à 40 [kN]. L'ordre de grandeur de vitesse est encore une fois bon. Il faudra noter que les courbes ont été translaté respectivement d'une valeur de 100 [m/s] soit maximum 3% vers le bas, translation déduite par inter corrélation.

Nous remarquons pour tous les échantillons pressés à 80 [kN], l'ordre de grandeur de vitesse est à 1% près celui attendu et que nous avons des taux de compacité élevé (compris entre 96% et 100%). On reporte les d'impédances acoustiques à 5 [MHz] des deux granulométries et on les compare au modèle théorique d'Aggelis à 5 [MHz] [AGG04] sur la figure 4-24.



a) b)
Figure 4-24: Comparaison entre les valeurs expérimentales et ceux d'Aggelis pour une granulométrie comprise entre 149-250 [μm] (a) et pour une granulométrie comprise entre 44 et 74 [μm] (b).

Nous remarquons sur la figure 4-24 que la gamme d'impédance couverte par les deux granulométries est sensiblement la même (entre 24 à 40 [MRayls] pour une granulométrie de 149-250 [μm] contre 24 à 36 [MRayls] pour une granulométrie de 44-74 [μm]) ce qui est déjà suffisant pour les applications visées (entre 20 et 40 [MRayls]). On constate aussi, que la dispersion de mesure augmente avec la fraction volumique (environ 2 [Np/m] pour 5% contre environ 8[Np/m] pour 30 %), mais cela reste acceptable. Cependant, il est préférable de réaliser des échantillons avec une petite granulométrie (44-74 [μm]) qu'avec une granulométrie importante (149-250 [μm]) pour répondre au mieux aux attentes théoriques. En effet, pour une fraction volumique donnée, la dispersion de mesure est plus importante pour les échantillons possédant une granulométrie de 149-250 [μm] que pour les échantillons possédant une granulométrie de 44-74 [μm].

Les récents travaux d'Amini ont permis de mettre en œuvre des dos acoustiques résistants au domaine des hautes températures. Entre 10 et 30% de porosité, Amini arrive à couvrir une gamme d'impédance comprise entre 20 et 34 MRayls (figure 4-25), ce qui est aussi le cas pour les dos réalisés durant la thèse. Cependant, l'atténuation maximale apparente dans les travaux est de 5 [dB/mm] à 4 MHz soit environ 570 [Np/m] (figure 4-25), alors que les échantillons réalisés durant la thèse peuvent atteindre 1200 [Np/m] pour une fraction volumique de 29.59% de tungstène et une taille des diffuseurs de 199 [μm] (figure 4-23). De plus, le contrôle de la porosité et de la taille des pores des dos en céramique est un processus assez complexe et peu reproductible contrairement à la fraction volumique et à la granulométrie des billes de tungstène. Amini a aussi montré la dépendance de l'atténuation en fonction de la taille des pores et de la fréquence (figure 4-25), ce qui est en accord avec l'étude réalisée dans ce chapitre qui a montré que l'atténuation augmente avec la taille des diffuseurs. En effet, pour un même ordre de fraction volumique de diffuseurs, l'atténuation acoustique est plus importante pour les dos ayant une taille de diffuseurs comprise entre 149-250 [μm] que pour ceux ayant une granulométrie comprise entre 44-74 [μm].

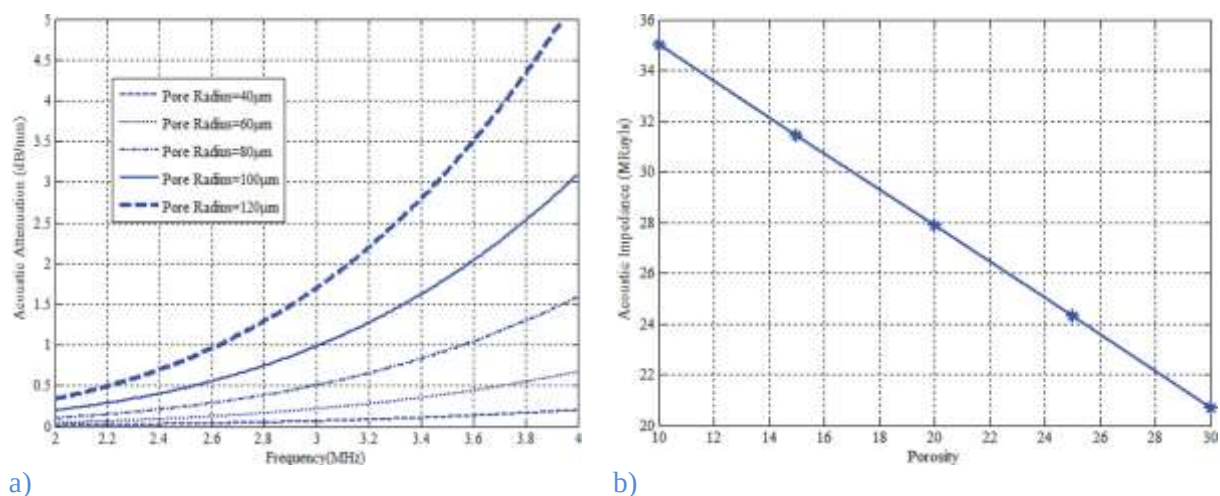


Figure 4-25: Mesure d'atténuations acoustique en fonction de la fréquence (a) et mesure d'impédance acoustique en fonction de la porosité (b) [AMI15].

4. Conclusion

Durant tout le long de ce chapitre des dos acoustiques ont été caractérisés et comparés aux données simulées par IEMA.

L'étude sur l'influence de la taille de granulométrie sur les mesures de vitesse, d'atténuation a été montrée. Il a été constaté que l'atténuation acoustique augmente avec la taille et la fraction volumique des diffuseurs.

Dans cette partie, quelques limites du modèle d'Aggelis ont été signalées. En effet, une différence entre les données simulées et les données expérimentales sont vite apparus et pour différentes raisons :

- La présence de porosité qui peut réduire les valeurs de vitesse dans le dos et augmenter l'atténuation acoustique.
- Le diamètre expérimental des billes de tungstènes est compris dans un intervalle de valeurs, alors que la simulation implémente un seul diamètre (moyen).
- Les valeurs théoriques implémentées peuvent présenter une certaine erreur par rapport aux valeurs des poudres expérimentales utilisées.
- Le modèle ne prenait pas en compte la valeur de l'atténuation de l'étain.

Cependant, il faut noter le bon accord de l'évolution et de l'ordre de grandeurs des courbes simulées et expérimentales pour tout les dos réalisés et particulièrement pour ceux pressés à 80 [kN], après toutes les modifications réalisées sur le modèle d'Aggelis.

La réalisation des dos métalliques permet pour de faible fraction volumique d'augmenter considérablement l'atténuation acoustique. De plus, les problèmes de sédimentations rencontrés dans certains dos, ne sont pas présents dans les dos métalliques. Les dos métalliques sont faciles à réaliser, contrairement au dos poreux qui nécessitent un contrôle précis de la taille des pores et donc des agents porogènes et nécessite un processus de frittage lourd et lent. De plus, l'atténuation atteinte avec des dos métalliques est plus importante que celle atteinte avec les dos en céramique poreuse.

Bibliographie

- [AGG04] D.G. Aggelis and CO, "An iterative effective medium approximation (IEMA) for wave dispersion and attenuation predictions in the particulate composites, suspensions and emulsions" *JASA*, Vol.116, No.6, Dec 2004.
- [AMI05] M. H. Amini, and co "Porous ceramics as backing element for high-temperature transducers" *IEEE transaction on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, Vol.62, No.2 feb 2015.
- [MER65] V.M. Merkulova, « Acoustical properties of some solid heterogeneous media at ultrasonic frequencies » *Sov. Phys. Acoust.* Vol.11, No.55, 1965.
- [OND03] <http://www.ondacorp.com/images/Solids.pdf>.
- [SAY84] C.M. Sayers "Ultrasonic properties of transducer backings." *Ultrasonics*, Vol.22, No.2, pp57-60, 1984.
- [YIN56] C.F. Ying "Scattering of plane longitudinal wave by a spherical obstacle in an isotropically elastic solid" *J.Appl.Phys.* Vol.27, No.1086, 1956

CONCLUSION

L'étude bibliographique du chapitre un montre que les composites métalliques présentent des impédances plus avantageuses pour les sondes piézoélectriques. Les composites métalliques sont réalisés par le mélange de deux poudres métalliques de densités différentes pour contrôler leurs impédances acoustiques et leurs atténuations. L'ajustement fin de l'impédance acoustique peut être effectué en utilisant des composites métalliques constitués de 3 poudres métalliques [ROK81]. D'autres travaux plus récents [AMI15] montrent que des céramiques poreuses peuvent être aussi utilisées comme des acoustique dans le domaine des hautes températures. La fraction volumique et la taille des pores contrôlent les caractéristiques acoustiques du dos. Ils ont été utilisés sur des sondes visant une température de fonctionnement de l'ordre de 800°C.

Le chapitre deux a permis de mettre en évidence la difficulté de trouver des matériaux résistant aux conditions hostiles dictées par les milieux des hautes températures. Il n'existe pas à ce jour de matériau pouvant résister à tous les phénomènes physico-chimiques agissant simultanément et engendrant une dégradation du matériau dans ses applications. La tenue mécanique des composites particuliers est imposée par la forme des poudres à utiliser et par la technique de fabrication du matériau final densifié. On a choisi pour ces travaux de thèse de fabriquer ces dos à partir de composites métalliques constitués d'une matrice en étain et des diffuseurs en tungstène.

Les tests ont été effectués sur un plastique témoin de PMMA. Ce matériau a été choisi car il présente une faible dispersion et qu'il existe de nombreuses données dans la littérature. Une fois validé sur du PMMA, des tests préliminaires ont été effectués sur des composites de résine / tungstène.

Pour obtenir des échantillons d'étain/tungstène de qualité, la pression de pressage doit être relativement élevée. Les échantillons doivent être de diamètre relativement petit. Le diamètre retenu est de 16 mm, en dessous une part importante de l'énergie du faisceau acoustique part dans le porte échantillon faussant ainsi les mesures de vitesse et d'atténuation. Cette contrainte est rarement rencontrée dans la littérature. Après plusieurs essais on a choisi de travailler avec l'échantillon placé dans la zone focale de l'émetteur, le récepteur est placé légèrement en champs lointain. Pour avoir une tache focale de petit diamètre, nous avons travaillé avec des sondes de 6 mm de diamètre négligeant les effets de la diffraction sur les mesures.

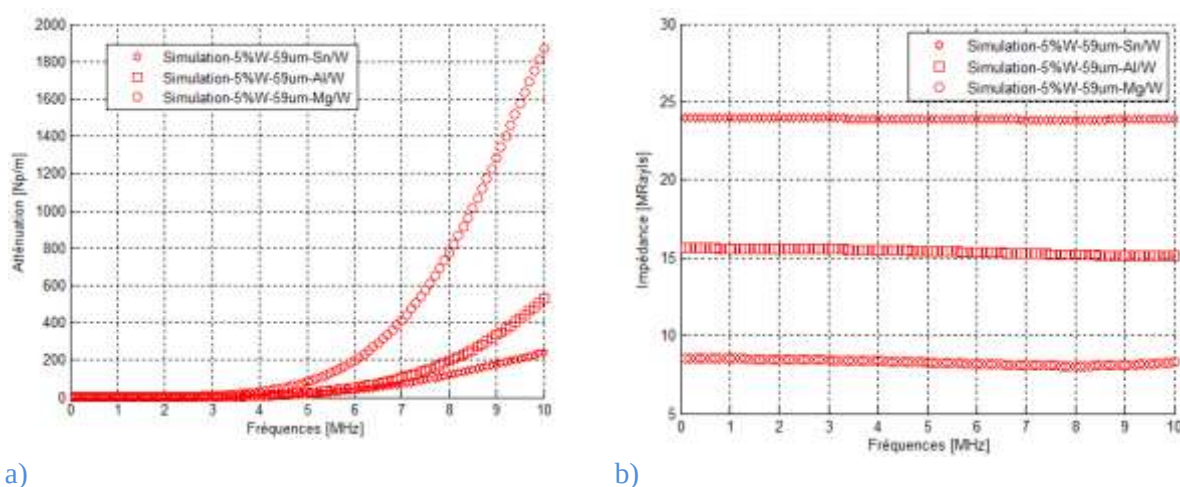
La granulométrie et la fraction volumique des diffuseurs contrôlent l'atténuation, la vitesse et donc l'impédance acoustique. Il a été constaté que l'atténuation acoustique augmente avec la taille et la fraction volumique des diffuseurs. Cependant, il est préférable de réaliser des échantillons à faible granulométrie pour estimer au mieux les caractéristiques acoustiques par le modèle d'Aggelis [AGG04], car le pressage avec une petite granulométrie

est plus facile donc les échantillons ont moins de défaut. **Les dos métalliques sont faciles à réaliser, contrairement au dos poreux qui nécessitent un contrôle précis de la taille des pores et donc des agents porogènes et nécessite un processus de frittage lourd et lent. De plus, l'atténuation atteinte avec des dos métalliques est plus importantes que celle atteinte avec les dos en céramique poreuse. De plus, Les échantillons réalisés et caractérisés tiennent en température, cela a été montré par le recuit qui a été effectué à 500°C pendant plus de 12h.**

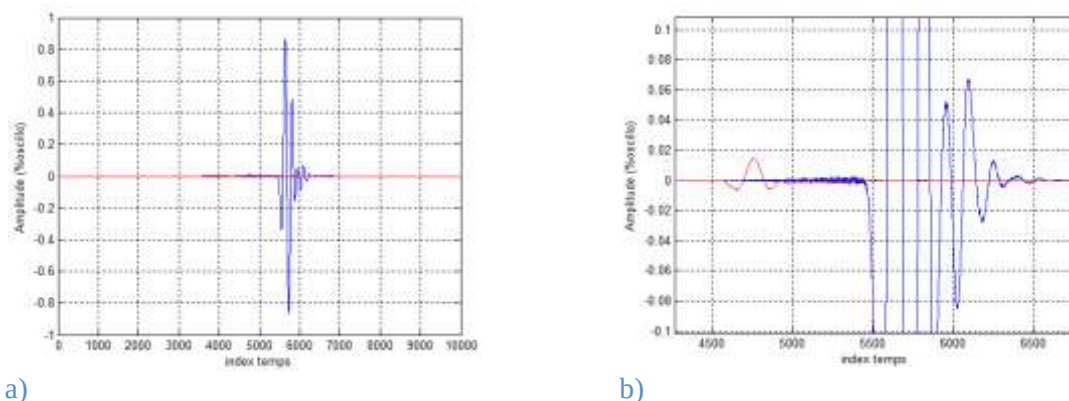
PERSPECTIVES

Les travaux de thèse ont permis de mettre en évidence la possibilité de réalisation de dos acoustique à base d'étain/ tungstène qui répondent aux caractéristiques acoustiques et matériaux attendues pour les applications dédiées aux domaines des hautes températures (200°C). Les dos étain / tungstène ont une impédance acoustique autour de 20 et 40 MRayls donc adaptable pour les sondes acoustiques à base d'élément piézoélectrique tels que le PZ46 ou PZ27. Des dos avec des impédances plus faibles sont intéressants pour travailler avec des céramiques actives d'impédance plus faible ou pour des céramiques avec des impédances de 30 à 40 MRayls qui privilège la sensibilité à la bande passante.

Durant la thèse quelques testes avec de l'aluminium / tungstène (Al/W) et du magnésium/tungstène (Mg/W) ont été réalisés. La simulation présentait des propriétés intéressantes (figure 5-1-b). De plus, ce sont des matériaux beaucoup plus atténuant que les dos étain / tungstène (figure 5-1-a). Nous avons réalisé quelque essais avec des échantillons (Al/W) et il est vite apparu que ces matériaux seraient difficiles à caractériser à cause de l'atténuation élevée (échogramme figure 5-2). Une optimisation du signal devrait résoudre se problème et nous permettre de caractériser les dos dont l'atténuation dépasse les 1500 [Np/m].



a) b)
Figure 5-1: Données de simulation d'atténuation et d'impédance acoustique pour trois échantillons différents (Al/W, Mg/W et Sn/W) possédants la même granulométrie (59um) et la même fraction volumique de tungstène (5%).



a) b)
Figure 5-2: Echo d'une mesure réalisé sur un échantillon en aluminium / tungstène avec une fraction volumique de 5% et une granulométrie moyenne de 59 um (a) et son zoom (b).

Par ailleurs l'aluminium et le magnésium sont beaucoup moins ductiles que l'étain. Aussi il faudra disposer d'une presse plus puissante. La tenue mécanique des premiers échantillons aluminium tungstène réalisés était peu satisfaisante. Cependant, on a réussi sur des faibles fractions volumiques à obtenir des mesures d'atténuation et d'impédance corrects. **Les premiers résultats (figure 5-3) sur les dos en aluminium / tungstène à faible fraction volumique et faible granulométrie sont très encourageants.**

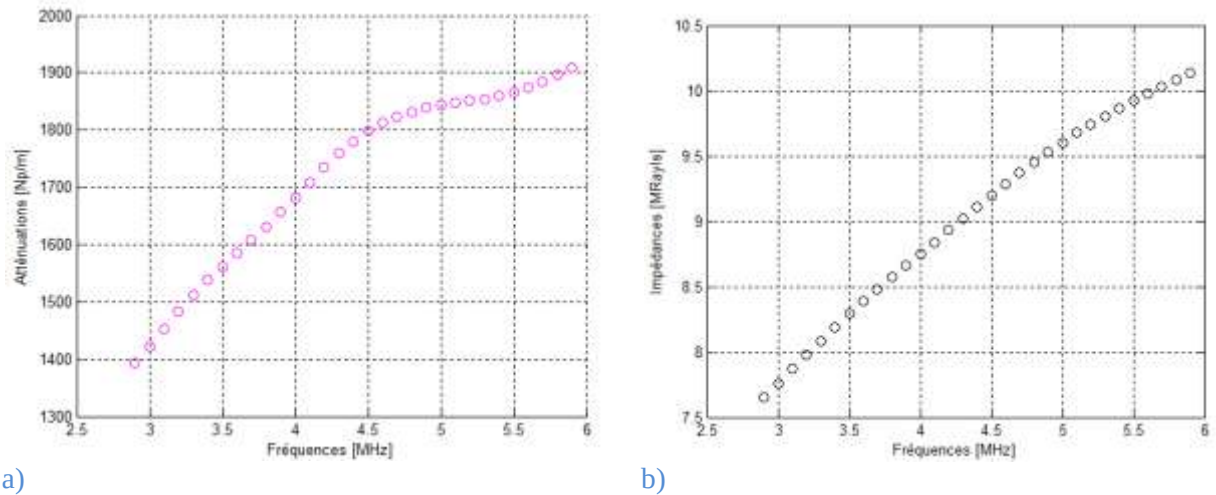


Figure 5-3: Mesures d'atténuation (a) et d'impédance acoustique (b) réalisées sur un échantillon en aluminium / tungstène avec une fraction volumique de 5% et une granulométrie moyenne de 59 um.

ANNEXE

- Méthode de la double pesée

Appelée aussi mesure hydrostatique, ou pesée par poussée d'Archimède ; la double pesée est une procédure qui consiste à déterminer la masse volumique d'un échantillon par la mesure de son poids seul dans l'air puis plongé dans l'eau montage des mesures (ci-contre). Cette méthode utilise le principe d'Archimède : l'échantillon dans l'eau est exposé à une force ascendante égale au poids du volume d'eau déplacé par l'échantillon immergé. Connaissant la masse volumique de l'eau, il est possible de déduire celle de l'échantillon.

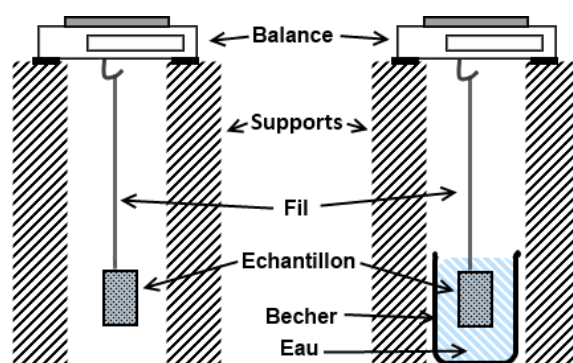


Schéma d'une mesure hydrostatique

$$\rho_{ech} = \frac{\rho_{eau}}{1 - \frac{m_e}{m_a}}$$

Méthode de calcul de la masse sur le volume

Notons e l'épaisseur de notre échantillon et D son diamètre. Le volume de l'échantillon est donné par :

$$V = \pi * (D/2)^2 * e$$

La masse est mesurée avec une balance. Par la suite pour avoir la masse volumique on fait :

$$\rho_{ech} = \frac{m_e}{V}$$

Avec :

m_a : Poids de l'échantillon seul dans l'air

ρ_{ech} : Masse volumique de l'échantillon

m_e : Poids de l'échantillon seul dans l'eau

Conversion de fraction massique à fraction volumique

$$\%Vol = \frac{\%M_w}{\%M_w + \left(\frac{\rho_w}{\rho_{epo}}\right)(1 - \%M_w)}$$

Avec :

%Vol : Fraction volumique de tungstène introduit dans l'échantillon

% M_w : Fraction massique de tungstène introduit dans l'échantillon

ρ_w : Masse volumique théorique du tungstène ρ_{epo} : Masse volumique du témoin epofix+durcisseur

Estimation de la vitesse de phase par la méthode au contact

Notons $x_1(t)$ et $x_2(t)$ deux impulsions ultrasonores, où $x_1(t)$ est un écho de référence, et $x_2(t)$ est une version atténuée et retardée de $x_1(t)$, propagé sur une distance connue, d, à travers un milieu ayant des propriétés acoustiques inconnus.

Si nous supposons que la propagation du son dans le milieu peut être modélisée comme un système linéaire décrit par la réponse impulsionnelle, h (t). On peut donc écrire :

$$x_2(t) = x_1(t) \otimes h(t) \quad (1)$$

Avec $\otimes$ est une convolution et donc dans le domaine fréquentiel on obtient :

$$X_2(w) = X_1(w) * H(w) = A(w) * X_1(w) * e^{j\phi(w)} \quad (2)$$

Avec $X_2(w)$, $X_1(w)$ et $H(w)$ les transformées de Fourier respective de $x_2(t)$, $x_1(t)$ et $h(t)$

Et $A(w)$ et $\phi(w)$ l'amplitude et la phase non déroulée respective de $H(w)$.

Pour le calcul de la vitesse de phase en fonction de la fréquence on utilise :

$$v(w) = \Delta d / \phi'(w) \quad (3)$$

Avec :

$$\phi'(w) = -\frac{\partial}{\partial w} \phi(w) \quad (4)$$

Avec $\phi(w)$ la phase déroulée de $\phi(w)$.

Estimation de la vitesse de phase et de l'atténuation de la méthode I

Expérimentalement on déduit la vitesse et l'atténuation à partir de la fonction de transfert acoustique [12].

La vitesse est donnée par la relation suivante :

$$V_s(\omega) = \frac{2 * d * w}{\Delta\phi} \quad \text{en [m/s]} \quad (5)$$

$$\Delta\phi = \phi_s - \phi_2$$

$$\alpha_s(\omega) - \alpha_w = \left(\frac{1}{d} * \ln \left[R * \frac{A_s}{A_2} \right] \right) \quad (6)$$

L'atténuation de l'eau α_w étant négligeable devant celle du matériau cette dernière relation permet de déduire α_s .

$$\alpha_s(\omega) = \left(\frac{1}{d} * \ln \left[R * \frac{A_s}{A_2} \right] \right) \quad (7)$$

$$R = \frac{(Z_w - Z_s)^2}{(Z_w + Z_s)^2} \quad (13)$$

Où $Z_w = \rho_w V_w$ et $Z_s = \rho_s V_s$

Cette méthode nous permet aussi de nous affranchir de la connaissance de l'épaisseur d de l'échantillon en connaissant une valeur de vitesse $V_s(f_0)$ et d'atténuation $\alpha_s(\omega_0)$ à une fréquence.

$$V_s(\omega) = V_s(f_0) * \frac{\Delta\phi_{2s}(f_0) * f}{\Delta\phi_{2s}(f) * f_0} \quad \text{en [m/s]} \quad (8)$$

$$\Delta\phi_{2s} = \phi_2 - \phi_s$$

$$\alpha_s(\omega) = \alpha_s(\omega_0) * \left(1 + \frac{\left(\frac{\ln[R(f) * \frac{A_s(f) * A_2(f_0)]}{\ln[R(f_0) * \frac{A_s(f_0) * A_2(f)]}} \right)}{\left(\frac{\ln[R(f_0) * \frac{A_s(f_0) * A_2(f_0)]}{\ln[R(f_0) * \frac{A_s(f_0) * A_2(f)]}} \right)} \right) \quad (9)$$

Estimation de la vitesse de phase et de l'atténuation de la méthode II

Les vitesses et les atténuations sont déduit expérimentalement par :

$$V_s(\omega) = V_w(\omega) * \left[1 + 2 * \frac{\phi_w(\omega) - \phi_s(\omega)}{\phi_2(\omega) - \phi_s(\omega)} \right] \quad \text{en [m/s]} \quad (10)$$

$$\alpha_s(\omega) = \left(\frac{\omega}{V_w(\omega)} * \ln \left[R * \frac{A_s}{A_2} \right] \right) \quad (11)$$

Dans le cas ou une valeur de vitesse à une fréquence de référence $V_s(\omega_0)$ on peut éliminer $V_w(\omega)$ les vitesses de l'onde dans le fluide. On peut écrire :

$$V_s(\omega) = V_s(f_0) * \frac{1 + 2\Delta\phi_{\omega 1}(f)/\Delta\phi_{21}(f)}{1 + 2\Delta\phi_{\omega 1}(f_0)/\Delta\phi_{21}(f_0)} \quad \text{en [m/s]} \quad (12)$$

Avec $\Delta\phi_{\omega 1} = \phi_{\omega} - \phi_1$

On supposant aussi que $\alpha_s(\omega_0)$ l'atténuation à une fréquence de référence est connue

$$\alpha_s(\omega) = \alpha_s(\omega_0) * \left(\frac{(\ln[R(f) * \frac{A_s(f)}{A_2(f)}] * f * [2\Delta\phi_{\omega 1}(f) + \Delta\phi_{21}(f)])}{(\ln[R(f_0) * \frac{A_s(f_0)}{A_2(f_0)}] * f_0 * [2\Delta\phi_{\omega 1}(f_0) + \Delta\phi_{21}(f_0)])} \right) \quad (13)$$

Estimation de la vitesse de phase et de l'atténuation de la méthode III

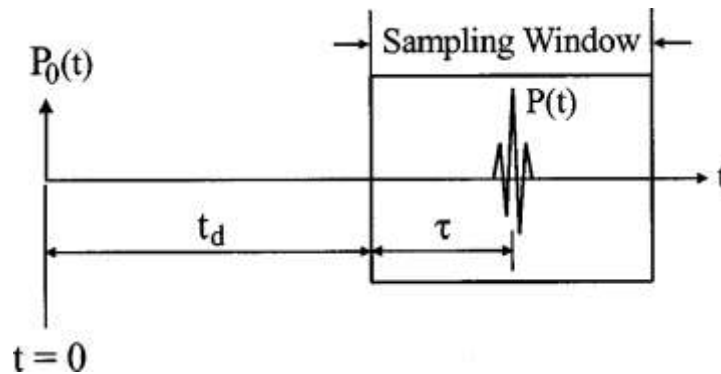
$$V_s(\omega) = V_w(\omega) * \left[1 + 2 * \frac{\phi_{\omega}(\omega) - \phi_s(\omega)}{\phi_2(\omega) - \phi_1(\omega)} \right] \quad \text{en [m/s]} \quad (14)$$

Dans ce cas là, $\phi_2(\omega)$ et $\phi_1(\omega)$ sont les phases respective de la transformée de Fourier de $p_1(t)$ et $p_2(t)$

Comme on a vu auparavant, les phases en une ambiguïté de $2m\pi$ [10]. Pour lever cette ambiguïté, certain décide de faire une rotation circulaire des échos avant de faire la transformée de Fourier [11], la phase $\phi(\omega)$ devient :

$$\phi_i(\omega) = \phi_i(\omega) + 2\pi f * t_i \quad (15)$$

Avec $t_i = t_d + \tau$



Et donc la relation (20) devient :

$$V_s(\omega) = V_w(\omega) * \left[1 + 2 * \frac{\phi_\omega(\omega) - \phi_s(\omega) + 2\pi f * (t_\omega - t_s)}{\phi_2(\omega) - \phi_1(\omega) + 2\pi f * (t_2 - t_1)} \right] \quad \text{en [m/s]} \quad (16)$$

Photo du porte échantillon



Figure 0-1: Photo du porte échantillon

Tableau des matériaux réalisés par pressage uniaxial

Echantillon	Pression [kN]	Fraction volumique [%]	Compaction [%]	Granulométrie [µm]
5%-4T-140-200um	40	4.95	98.97	140-200
15%-4T-140-200um	40	14.52	96.82	140-200
30%-4T-140-200um	40	29.52	98.41	140-200
5%-4T-44-74um	40	4.23	84.78	44-74
15%-4T-44-74um	40	14.25	97.23	44-74
30%-4T-44-74um	40	29.56	98.55	44-74
5%-8T-149-250um	80	4.72	94.43	149-250
10%-8T-149-250um	80	9.69	96.96	149-250
15%-8T-149-250um	80	14.51	96.73	149-250

30%-8T-149-250um	80	28.89	96.29	149-250
5%-8T-44-74um	80	4.81	96.21	44-74
10%-8T-44-74um	80	9.99	99.90	44-74
15%-8T-44-74um	80	15.00	100.00	44-74
30%-8T-44-74um	80	29.59	98.64	44-74

Echantillon	Compaction [%]	Fraction volumique [%]	Masse volumique [kg/m ³]	Vitesse [m/s]	Impédance acoustique [MRayls]	Granulométrie [µm]
5%-8T-149-250um	94.43	4.72	7429.01	3199	23.76	149-250
10%-8T-149-250um	96.96	9.69	8210.91	3157	25.92	149-250
7%-8T-149-250um	92.69	6.49	7515.13	3051	22.93	149-250
15%-8T-149-250um	96.73	14.51	8773.83	3075	26.98	149-250
30%-8T-149-250um	96.29	28.89	10472.33	3053	31.97	149-250
5%-8T-44-74um	96.21	4.81	7568.4	3221	24.37	44-74
10%-8T-44-74um	99.90	9.99	8460.76	3083	26.08	44-74
15%-8T-44-74um	100.00	15.00	9073.19	3164	28.70	44-74
30%-8T-44-74um	98.64	29.59	10728.16	3157	33.86	44-74

Titre : Réalisation et caractérisation de composites particulaires métalliques utilisés comme dos de sondes ultrasonores hautes températures.

Résumé :

Dans le domaine du contrôle non-destructif par ultrasons l'utilisation de sondes ultrasonores pouvant fonctionner en continue à des températures à minima de 300 °C serait d'un grand intérêt. Par exemple, cela pourrait concerner le contrôle de santé de structures de l'industrie nucléaire ou pétrolière. Plus fondamentalement, de telles sondes pourraient être également utilisées pour caractériser le comportement mécanique d'une large gamme de matériaux soumis à des stress thermiques et réaliser par exemple le suivi de l'endommagement et de vieillissement de ces matériaux. Or, commercialement il n'existe pas de sondes ultrasonores pouvant fonctionner à de telles températures, cela reste du domaine de la recherche.

Une sonde ultrasonore est constituée de 3 éléments principaux : le dos, l'élément actif et la face avant. Des éléments actifs pouvant fonctionner à des températures très élevées existent, citons à titre d'exemple le LiNbO₃ (température de curie de 1350 °C). Toutefois dans l'objectif d'obtenir des sondes ultrasonores performantes à hautes températures il est nécessaire d'optimiser les propriétés et également le couplage acoustique de chacun des trois constituants de la sonde.

Le dos est un élément important qui, par atténuation de l'onde émise en face arrière de l'élément actif, permet de contrôler la bande passante et la sensibilité des sondes. Le présent travail de thèse concerne la réalisation et la caractérisation de composites particulaires métalliques utilisés comme dos de sondes ultrasonores destinées à fonctionner à hautes températures. Les composites sont réalisés par pressage uni-axial d'une poudre servant de matrice et d'une deuxième de diffuseur. Durant ce travail exploratoire nous avons mis au point un protocole de fabrication qui nous a permis de réaliser des composites d'étain/sn ayant des propriétés acoustiques intéressantes (atténuation et impédance). Pour caractériser nos échantillons un banc de spectroscopie ultrasonore a été spécifiquement mis en œuvre.

Mots-clés : Spectroscopie US, Backing haute température, Transducteurs haute température, Composites particulaires métallique

Title: Realisation and characterisation of metal particulate composites used as backing of high temperature ultrasound transducers.

Abstract :

In the field of non-destructive ultrasonic testing, the use of ultrasonic probes, which can continuously operate at temperatures of at least 300 °C, would be of great interest. For example, this could concern the health control of structures in the nuclear and oil industry. More fundamentally, such transducers could also be used to characterise the mechanical behavior of a wide range of materials subjected to thermal stresses and to achieve for example the monitoring of the damage and the aging of these materials. However, commercially there are no ultrasound probes that can operate at such temperatures; it remains the field of research.

An ultrasonic probe consists of 3 main elements: the backing, the active element and the front face. Active element operating at very high temperature exists, for example LiNbO₃ (Curie temperature of 1350 °C). However, in order to obtain high-performance at high temperature, it is necessary to optimize the properties and the acoustic coupling of each constituents of the probe.

The backing is an important element, which by attenuating the wave emitted on the rear face of the active element, permits to control the bandwidth and the sensitivity of the probe. The present thesis concerns the realisation and the characterisation of metallic particle composite used as an ultrasonic backing intended to operate at high temperature. The composites are made by uniaxial pressing of powder. During this exploratory work, we developed a manufacturing protocol that allowed us to make tin/tungsten composites with interesting acoustic properties (attenuation and impedance). To characterise our samples an ultrasonic spectroscopy bench was specifically implemented.

Key words: US Spectroscopy, Backing for high temperature, high temperature transducer, Metal particulate composites.

Année : 2017

Nom de l'auteur : Redha BOUBENIA

Université de Montpellier