

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

BADJI MOKHAR UNIVERSITY- ANNABA
UNIVERSITE BADJI MOKHAR – ANNABA



جامعة باجي مختار - عنابة
Année 2009

Faculté des Sciences

Département de Physique

MEMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de : **MAGISTER**

**ETUDE DE L'EFFET DE LA PRESSION SUR LES
PARAMETRES ACOUSTIQUES DU MgO**

Option :

Semi-conducteurs

Par

M^{elle} Souaad DOUAFER

DIRECTEUR DE MEMOIRE : Abdellaziz DOGHMANE Prof. U.B.M.A

Devant le jury :

PRESIDENT : Abdessetar ELAKRMI Prof. U.B.M.A.

EXAMINATEURS: Zahia HADJOUR Prof. U.B.M.A.

Allaoua CHIBANI Prof. U.B.M.A.

Mohamed GUERIOUNE Prof. U.B.M.A.

دراسة تأثير الضغط على الوسائط الصوتية لـ MgO

ملخص

اهتم موضوع هذا البحث بدراسة خواص المرنة لـ MgO متساوي المناحي و الغير متساوي المناحي تحت تأثير ضغط تدريجي. تتمحور المنهجية المتبعة حول حساب معامل الانعكاس $R(\theta)$ و الإمضاء الصوتي $V(z)$ ، باستخدام نموذج شيبارد و ويلسن. التحليل الطيفي لهذه المنحنيات باستخدام تحويل فورييه السريع FFT سمح بتعيين قيم سرعات الأنماط المعتمدة. أُعيد استخدام هذه الخطوات من أجل عينة متساوية المناحي وأيضاً من أجل الاتجاهات $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ و $\langle 111 \rangle$ بالنسبة لـ MgO غير متساوي المناحي تحت تأثير ضغط يتغير من 0 إلى 150 GPa. تحليل منحنيات التبدد لسرعة رايلي بين تأثير الضغط على الخواص المرنة لـ MgO متساوي المناحي. تم استنتاج العلاقات التحليلية بالنسبة لتأثير الضغط P , على سرعة رايلي V_R , وثابت المرنة C , (معامل يونغ ومعامل القص).

$$V_R = V_{R0} + A_i e^{\left(-\frac{P}{t1}\right)} \text{ et } C = C_0 + A_j e^{\left(-\frac{P}{t1}\right)}$$

حيث V_{R0} , A_i , C_0 و A_j ثوابت مميزة لمعاملات المرنة. في الأخير أنجزت دراسة لمقارنة النتائج المحصل عليها في حالتها MgO متساوي و الغير متساوي المناحي.

الكلمات المفتاحية: MgO, خواص مرنة, ضغط, مجهرية صوتية, عدم تساوي المناحي, تبدد.

*INVESTIGATION OF PRESSURE EFFECTS ON ACOUSTIC PARAMETERS
OF MgO*

ABSTRACT

The present work deals with an investigation of elastic properties of isotropic and anisotropic MgO under increasing pressure. The methodology consists of calculating reflection coefficient and acoustic material signature via Sheppard and Wilson model. The spectral analysis, via fast Fourier transform of these signatures allowed the determination of the velocities of efficiently generated modes. Hence, we applied the simulation steps to isotropic as well as MgO $\langle 100 \rangle$, MgO $\langle 110 \rangle$, MgO $\langle 111 \rangle$ under varying pressures from 0 to 150 GPa. The analysis of velocity dispersion curves put into evidence pressure effects on MgO. Analytical relations were deduced for pressure, P , effects on Rayleigh velocities, V_R , and elastic constants, C (Young's and shear moduli):

$$V_R = V_{R0} + A_i e^{\left(-\frac{P}{t_1}\right)} \text{ et } C = C_0 + A_j e^{\left(-\frac{P}{t_2}\right)}$$

With V_{R0} , A_i , C_0 and A_j being characteristic constants of acoustic parameters. Finally a comparative study is carried out for isotropic and anisotropic MgO.

Key words: MgO, Elastic properties, Acoustic microscopy, Pressure, Anisotropy, Dispersion.

*ETUDE DE L'EFFET DE LA PRESSION SUR LES PARAMETRES
ACOUSTIQUES DU MgO*

RESUME

Le travail actuel a porté sur l'investigation, via une simulation théorique, des propriétés élastiques du MgO isotrope et anisotrope soumis à une pression progressive. La méthodologie consiste à calculer le coefficient de réflexion, $R(\theta)$, ainsi que les signatures acoustiques, $V(z)$, en appliquant le modèle de Sheppard et Wilson. L'analyse spectrale de ces signatures acoustiques via la transformée de Fourier rapide, FFT, permet la détermination des vitesses de propagation des modes générés efficacement. Ainsi, nous avons appliqué les étapes de modélisation pour un échantillon isotrope ainsi que pour les directions $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ du MgO anisotrope mises sous pression variant de 0 à 150GPa. L'analyse des courbes de dispersion de la vitesse de Rayleigh a mis en évidence l'influence de la pression sur les propriétés acoustiques de MgO. Des relations analytiques ont été déduites pour les effets de pression, P , sur les vitesses de Rayleigh, V_R , et les constantes élastiques, C , (module de Young et celui de cisaillement) :

$$V_R = V_{R0} + A_i e^{\left(-\frac{P}{\alpha_i}\right)} \text{ et } C = C_0 + A_j e^{\left(-\frac{P}{\alpha_j}\right)}$$

avec V_{R0} , A_i , C_0 et A_j des constantes caractéristiques des paramètres acoustiques. Enfin, une étude comparative des résultats obtenus sur MgO isotrope et anisotrope est présentée.

Mots clés : MgO, Propriétés élastiques, Microscopie acoustique, Pression, Anisotropie, Dispersion.

DEDICACE

*A mes très chers parents, **Zohra et Mohamed**, qui, sans leurs encouragements sans relâche, ne saurai parvenue à ce stade de compétences.*

*A ma très chère enseignante **Malika**.*

*A ma très chère sœur **Afaf**.*

*A mes très chers frères, **Hemza et Djameleddin**.*

*A mes très chers amis et collègues, **Saliha, Samira, Ibrahim, Ilham, Fatima, Houda, Zaki, Kenza, Myriam....***

A tous mes enseignants qui m'ont inculqué le savoir.

A ma grande famille....

Et surtout mes grands parents paternels et maternels.

Je dédie ce travail

REMERCIEMENTS

Le présent travail a été réalisé à l'Université d'ANNABA, au sein de laboratoire des semi-conducteurs (L.S.C). J'exprime ma très sincère reconnaissance à la Directrice du LSC, Madame Z. HADJOUR, Professeur à l'U.B.M.A., pour m'avoir acceptée au Labo., pour l'initiation à la recherche et le suivi des travaux de ce mémoire ; elle m'a toujours accordée sa confiance pendant ces deux années. Je tiens également à la remercier pour sa gentillesse, sa grande disponibilité et son total dévouement de tous les jours, aussi d'avoir accepté de participer au jury de mon mémoire.

Je remercie vivement mon directeur de thèse, Monsieur A. DOGHMANE, Professeur à l'U.B.M.A. Académicien, pour toutes les informations qu'il m'a donnée durant et après l'année théorique du magister, pour avoir initié le sujet, assuré la direction de ce travail, et pour m'avoir apporté la rigueur scientifique nécessaire à son bon déroulement. Je tiens particulièrement à le remercier pour ses conseils très utiles dans tous les domaines, le suivi attentif de l'avancement de cette étude, ses encouragements et ses suggestions.

Mes remerciements vont également à Madame F. BOUMARDES, Professeur à la Faculté de Médecine, l'Université d'Annaba, pour la critique de ce travail.

J'adresse un merci très spécial à mademoiselle M. DOGHMANE, Maitre de Conférences à l'Université 08 MAI 1945 de Guelma, dont le suivi continu, la disponibilité sans faille, le sens du dévouement et l'apport multiforme ont été décisifs pour la réalisation de ce travail.

Je remercie Monsieur le Professeur A. EL-AKRMI, Directeur de Laboratoire de Physique des Rayonnements, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse et Monsieur le

Professeur M. GUERIOUNE, Directeur de laboratoire d'Etude et de Recherche des Etats Condensés à l'université d'Annaba, qui a accepté de juger ce travail. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma sincère gratitude.

A Monsieur A. CHIBANI, professeur à l'U.B.M.A, j'exprime mes remerciements et ma gratitude pour sa participation au jury de thèse.

Je dis merci à tous mes camarades du LSC (doctorants, magisterants et masterants) pour la bonne ambiance qu'ils ont su entretenir au cours de ces années passées ensemble. J'associe également à ces remerciements tous les membres de l'U.B.M.A, chercheurs, techniciens, étudiants et personnels administratifs avec qui j'ai eu le plaisir de travailler.

*Enfin, je ne saurai clôturer cette liste sans que je n'adresse des remerciements particuliers à toute ma famille et surtout **ma chère mère et mon cher père**, pour son intarissable soutien et leur compréhension jamais prise en défaut, sans oublier mes chers frères **Afaf, Hemza et Djameleddin**.*

Liste des Tableaux

<i>Tab</i>	<i>Titre</i>	<i>Page</i>
I.1	Tableau comparatif des propriétés physiques des matériaux	4
I.2	Propriétés thermiques pour quelques céramiques	13
I.3	Modules d'Young et densités de céramiques et métaux	14
I.4	Propriétés générales des céramiques	16
I.5	Points communs et différents entre les méthodes CND	22

II.1	Propriétés élastiques de périclase pour différentes valeurs de pression	27
II.2	Constantes caractéristiques des différents modes générés.	32
II.3	Constantes caractéristiques des différents modes générés à P=0GPa	35
II.4	Période spatiales en fonction de la pression pour MgO _{iso}	37
II.5	Constantes élastiques pour MgO isotrope sous pression	40

III.1	Propriétés élastiques de MgO pour différentes directions.	43
III.2	Constantes élastiques pour MgO anisotrope dans les directions <100>, <110> et <111>.	59

Liste des Figures

<i>Figure</i>	<i>Titre</i>	<i>Page</i>
I.1	Structure chimique de la magnésie	8
I.2	Orientations cristallographique de périclase	9
I.3	Méthodes classiques de caractérisation	19
I.4	Schéma synoptique des techniques CND	20
I.5	Méthodes dynamiques (CND)	21

II.1	Coefficient de réflexion $R(\theta)$ de la structure eau/MgO pour la pression 150 GPa.	29
II.2	Amplitudes (a) et phases (b) de $R(\theta)$ pour MgO isotrope en fonction des angles d'incidences pour différentes pressions.	30
II.3	Influence de la pression sur les angles critiques ; θ_L , θ_T et θ_R .	31
II.4	Propagation d'une onde plane entre deux milieux	33
II.5	Influence de la pression sur les différentes Impédances acoustiques pour MgO isotrope	34
II.6	Variation de $V(z)$ et FFT en fonction de la pression	36
II.7	Dispersion de vitesse de Rayleigh en fonction de la pression	39

III.1	Amplitudes et phases des coefficients de réflexion $R(\theta)$ en fonction des angles d'incidences pour différentes pressions	44
III.2	Variations des angles critiques θ_L et θ_R en fonction de la pression pour MgO<100>	45
III.3	Amplitudes et phases des coefficients de réflexion $R(\theta)$ en fonction des angles d'incidences pour différentes pressions pour MgO<110>	46

III.4	Influence de la pression sur les angles critiques pour les différents modes générés pour MgO <110>	47
III.5	Amplitude et phase de $R(\theta)$ de MgO <111>.	48
III.6	Angles critiques pour les modes longitudinal, transversal et celui de Rayleigh en fonction de la pression pour MgO<111>.	48
III.7	Impédances acoustiques pour différents modes en fonction de la pression pour MgO<100>.	49
III.8	Impédances acoustiques pour différents modes en fonction de la pression pour MgO<110>.	50
III.9	Variation des impédances acoustiques en fonction de la pression pour MgO<111>.	51
III.10	$V(z)$ et spectres FFT pour différentes pressions pour MgO<100>.	52
III.11	Périodes spatiales en fonction de la pression pour <100>	53
III.12	$V(z)$ et spectres FFT pour différentes pressions pour MgO<110>.	54
III.13	Périodes spatiales en fonction de la pression pour <110>	55
III.14	$V(z)$ et spectres FFT pour différentes pressions pour MgO<111>.	56
III.15	Périodes spatiales en fonction de la pression pour <111>	56
III.16	Dispersion des vitesses de Rayleigh en fonction de la pression pour MgO<100>.	57
III.17	Dispersion des vitesses de Rayleigh en fonction de la pression pour MgO<110>.	58
III.18	Dispersion des vitesses de Rayleigh en fonction de la pression pour MgO<111>.	58
III.19	Comparaison des courbes $V(z)$ pour MgO isotrope et anisotrope	60
III.20	Dispersion de V_{Rn} en fonction de la pression	61

Liste des Symboles

C	Rapport entre vitesse de Rayleigh et celle transversale
C_{LR}	Rapport entre vitesse de Rayleigh et celle longitudinale
C_{LT}	Rapport entre vitesse transversale et longitudinale
d	Épaisseur de la couche
E	Module de Young
f	Fréquence de travail
fi	Densité de force par unité de volume
G	Module de cisaillement
g_i	Champ de la pesanteur
I_0	Intensité initiale
I_i	Intensité incidente
I_r	Intensité réfléchie
K	Module de compressibilité
k	Vecteur d'onde dans le liquide de couplage
K_{lc}	Ténacité
k_{lsaw}	Composante du nombre d'onde des ondes de fuites de surface
k_R	Vecteur d'onde dans la direction de l'onde de Rayleigh
k_z	Vecteur d'onde dans la direction de dé-focalisation z
N	Ouverture numérique
n	Vecteur unitaire
p	Pression exercée
P	Pression acoustique
$P(\theta)$	Fonction pupille de la lentille
R	Amplitude des ondes réfléchies
R_{ms}	Résistance mécanique
$R(\theta)$	Coefficient de réflexion
T	Amplitude des ondes transmises
T_{ij}	Contraintes
u	Déplacement longitudinal
U	amplitude de déformation
$U(\theta)$	Amplitude de l'onde plane générée par le transducteur

u_i^0	Polarisation de l'onde
V	Vitesse de phase
V	Vitesse de propagation du son.
$V(z)$	Signal de sortie ou signature acoustique
$V_I(\theta)$	Signature caractéristique de l'échantillon
V_L	Vitesse caractéristique de l'onde longitudinale
V_{LC}	Vitesse longitudinale du substrat
$V_{lens}(z)$	Réponse de la lentille
V_{liq}	Vitesse de l'onde ultrasonore dans le liquide
V_R	Vitesse de l'onde de fuite de Rayleigh
V_{RC}	Vitesse de Rayleigh calculée
V_{RS}	Vitesse de Rayleigh simulée
$V_S(z)$	Signature acoustique de l'échantillon
V_T	Vitesse caractéristique de l'onde transversale
V_V	Vitesse de vibration
x	Distance
z	Distance de dé-focalisation
Z	Impédance acoustique
Z_{in}	Impédance intermédiaire
Δz	Période des oscillations
α	Coefficient d'absorption
λ	Longueur d'onde acoustique
θ_L	Angle critique d'excitation du mode longitudinale
θ_T	Angle critique d'excitation du mode transversale
θ_c	Angle d'excitation critique
θ_i	Angle d'incidence
θ	Angle d'incidence
θ_R	Angle de Rayleigh
ψ	Angle entre l'axe x et la direction de propagation
β_{is}	coefficient de compressibilité isotherme.
ν	Coefficient de poisson

σ_{ij}	Composants du tenseur de contraintes
ε_{ij}	Composants du tenseur de déformations
φ	Constante
θ_{lens}	Demi-angle d'ouverture de la lentille
ρ	Densité
ρ_{liq}	Densité du liquide
ρ_{sol}	Densité du solide
ω	Impulsion acoustique
δ	Rapport des vitesses acoustiques
ζ	Résolution
Γ_{ij}	Tenseur de Christoffel,

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I : NOTIONS FONDAMENTALES SUR LE MgO	
I.1 INTRODUCTION	3
I.2 DEFINITIONS	4
I.3 CLASSIFICATIONS DES CERAMIQUES	5
I.3.1 Céramiques techniques.....	5
I.3.2 Céramiques naturelles	5
I.3.3 Céramiques vitrifiées	6
I.4 OXYDE DE MAGNESIUM, MgO	6
I.4.1 Elaboration de MgO.....	6
a) Première voie.....	7
b) Deuxième voie.....	7
I.4.2 Microstructure du MgO.....	8
I.4.3 Importance du MgO.....	9
I.5 APPLICATIONS.....	10
I.5.1 Semi-conducteurs et couches minces	10
I.5.2 Industrie nucléaire.....	10
I.5.3 Biomécanique.....	11
I.5.4 Industrie sidérurgique.....	11

I.6 PROPRIETES ET PARAMETRES PHYSIQUES.....	12
I.6.1 Propriétés électroniques... ..	12
I.6.2 Propriétés thermiques	13
I.6.3 Propriétés mécaniques	14
a) Dureté.....	15
b) Résistance à la rupture.....	15
c) Pression.....	17
I.7 TECHNIQUES DE CARACTERISATION DU MgO.....	18
I.7.1 Méthodes de caractérisation de la structure	18
a) Microscopie.....	18
b) Rayons X.....	19
I.7.2 Méthodes de caractérisation des propriétés mécaniques	19
I.7.3 Méthodes de caractérisation mécaniques non-destructives	20
I.7.4 Microscopie acoustique.....	23
I.8 CONCLUSION.....	24
 CHAPITRE II: INVESTIGATION ACOUSTIQUE DU MgO ISOTROPE SOUS PRESSION	
II.1 INTRODUCTION	25
II.2 METHODOLOGIE	26
II.2.1. Etapes de calcul.....	26
II.2.2. Conditions de simulation	26
II.3 INFLUENCE DE LA PRESSION SUR LES COEFFICIENTS DE REFLEXION	27

II.3.1 Formulation de $R(\theta)$	27
II.3.2 Détermination de $R(\theta)$ sans pression.....	28
II.3.3 Influence de la pression sur $R(\theta)$	29
II.3.4 Variations des angles critiques en fonction de la pression.....	31
II.4 INFLUENCE DE LA PRESSION SUR LES IMPEDANCES ACOUSTIQUES.....	32
II.4.1 Notion d'impédance acoustique.....	32
II.4.2 Effet de la pression sur les impédances acoustiques.....	34
II.5 INFLUENCE DE LA PRESSION SUR $V(Z)$ ET LES SPECTRES FFT.....	35
II.5.1 Formulation de la signature acoustique $V(z)$	35
II.5.2 Variation de $V(z)$ en fonction de la pression.....	36
II.5.3 Analyse spectrale de $V(z)$ en fonction de la pression.....	37
II.6 DISPERSION DE LA VITESSE DE RAYLEIGH AVEC LA PRESSION.....	38
II.7 CALCUL DES CONSTANTES ELASTIQUES.....	39
II.8 CONCLUSION.....	40
 CHAPITRE III: MICROCARACTERISATION ACOUSTIQUE DU MgO	
ANISOTROPE SOUS PRESSION	
III.1 INTRODUCTION	41
III.2 INFLUENCE DE LA PRESSION SUR $R(\theta)$	42
III.2.1 Conditions de simulation.....	42
III.2.2 Analyse de $R(\theta)$ pour $\text{MgO}\langle 100\rangle$	43
III.2.3 Analyse de $R(\theta)$ pour $\text{MgO}\langle 110\rangle$	46
III.2.4 Analyse de $R(\theta)$ pour $\text{MgO}\langle 111\rangle$	47
III.3 INFLUENCE DE LA PRESSION SUR LES IMPEDANCES ACOUSTIQUES	49

III.3.1 La structure MgO<100>.....	49
III.3.2 La structure MgO<110>.....	50
III.3.3 La structure MgO<111>.....	50
III.4 EFFET DE LA PRESSION SUR V(Z) ET SPECTRES DE FFT.....	51
III.4.1 La structure eau/MgO<100>.....	51
III.4.2 La structure eau/MgO<110>	53
III.4.3 La structure eau/MgO<111>.....	55
III.5 DISPERSION DE V _R EN FONCTION DE LA PRESSION.....	55
III.5.1 Variation de V _R en fonction de P pour MgO<100>.....	55
III.5.2 Variation de V _R en fonction de P pour MgO<110>.....	57
III.5.3 Variation de V _R en fonction de P pour MgO<111>.....	58
III.6 CALCUL DES CONSTANTES ELASTIQUES.....	59
III.7 COMPARAISON DES RESULTATS DU MgO ISOTROPE ET ANISOTROPE...59	
III.7.1 Influence de l'anisotropie et de la pression sur l'efficacité de génération.....	59
III.7.2 Influence de la pression sur les vitesses de Rayleigh normalisées.....	60
III.8 CONCLUSION.....	61
CONCLUSION GENERALE	63
REFERENCES	65

INTRODUCTION GÉNÉRALE

L'évolution spectaculaire de l'utilisation des performances du MgO, qui est un céramique, est due à une bonne compréhension de la plupart de ses propriétés (électronique, magnétiques, thermiques, etc.), de la maîtrise et du contrôle de sa structure et de son élaboration. Le MgO est un oxyde simple avec une structure de NaCl stable à quelques Méga barres [1] ; il est également caractérisé par une large gamme de stabilité température-pression. Cet oxyde trouve son application dans plusieurs domaines [2,3] allant des semi-conducteurs et couches minces jusqu'aux industries nucléaire et sidérurgique en passant par l'énergie solaire, la biomécanique, le bureautique, l'automobile, etc.

Plusieurs méthodes théoriques ont été appliquées à MgO, la plupart des recherches ont été basées sur des études semi empirique ou simplifiées par exemple, le modèle dynamique de Treillis de MgO a été étudié des premiers principes seulement à la pression nulle, bien que son élasticité ait été déterminée à haute pression. Des méthodes de caractérisation expérimentales ont été également utilisées pour son investigation [4-16]. Parmi les méthodes les plus récentes qui pourraient être appliquées à la micro caractérisation de ce matériau, la microscopie acoustique s'avère être la plus appropriées. Cette technique, non destructive, est basée sur l'émission et la réception des ultrasons. Elle permet la détermination des vitesses de propagation de différents modes de surface et par conséquence les constantes élastique [17-20].

Ainsi, pour raffiner notre compréhension et développer la maîtrise de sa structure, il est important de mieux connaître les propriétés mécaniques du MgO pour obtenir un matériau plus robuste et plus performant avec des façons beaucoup plus profitables. Afin d'aboutir à cet objectif, nous étudions le MgO sous ses différentes formes structurales : isotropes et anisotrope. Nous déterminons, pour les deux cas, les différents paramètres acoustiques (les coefficients de réflexion, les signatures acoustiques, les périodes spatiales, les impédances acoustiques, les angles d'excitations des modes de propagation, les vitesses de Rayleigh, et les constantes élastiques). Ensuite, nous étudions l'effet de la pression dans une gamme de 0 à 150GPa sur tous ces paramètres. Pour mener à bien ce travail, nous avons utilisé un programme de simulation au laboratoire des Semi-Conducteurs qui considère les conditions normales d'opération d'un microscope acoustique à balayage opérant en mode de réflexion.

Ce mémoire est structuré en trois chapitres précédés d'une introduction générale et bouclée par une conclusion générale.

Dans le premier chapitre, nous rappelons les définitions et la classification des céramiques. Ensuite, nous introduisons les différents aspects du MgO (préparation, structure, importance, applications, propriétés) ainsi que quelques méthodes de caractérisation.

Le second chapitre est consacré aux résultats obtenus pour le MgO isotrope sous différentes pression. La méthodologie est brièvement présentée. Les paramètres suivants sont étudiés : les coefficients de réflexion, les signatures acoustiques, les périodes spatiales, les impédances acoustiques, les angles d'excitations des modes de propagation, les vitesses de Rayleigh, et les constantes élastiques.

Le troisième chapitre concerne l'étude de l'influence de la pression variant de 0 à 150GPa sur les différents paramètres acoustiques du MgO anisotrope suivant trois orientations $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$. La comparaison entre les résultats est également présentée.

CHAPITRE I

NOTIONS FONDAMENTALES SUR LE MgO

I.1 INTRODUCTION

Le monde des matériaux ne cesse d'évoluer et de se diversifier, depuis les quelques matériaux naturels utilisés à l'âge de pierre, jusqu'aux dizaines de milliers de matériaux disponibles aujourd'hui sur un marché hautement concurrentiel et sans cesse en mutation [1]. L'évolution spectaculaire de la diversité et des performances des matériaux en général et des semi-conducteurs en particulier est due à une compréhension et à une maîtrise de plus en plus fines de leur structure, ainsi que des relations entre structure et propriétés d'emploi. La diversification de ces types de matériaux (alliages, composés, dopage, composants, etc.) est également liée à une spécialisation de plus en plus grande, qui repousse toujours plus loin les limites de mise en œuvre et d'utilisation finale de ces matériaux [2,3].

Dans ce contexte nous étudions le MgO considéré parmi les plus anciens céramiques mais dont ses performances ont été mises en valeurs récemment grâce aux nouvelles méthodes de préparation modernes et à ses nouvelles diverses applications (semi-conducteurs, nucléaire, sidérurgie, etc.) Ainsi, nous commençons dans ce chapitre par les définitions et la classification des céramiques. Ensuite, nous introduisons les différents aspects du MgO (préparation, structure, importance, applications, propriétés) ainsi que quelques méthodes de caractérisation.

I.2 DEFINITIONS

La céramique est tout matériau inorganique non-métallique qui est élaborée par un traitement de cuisson afin d'obtenir des outils d'intérêt particulier. Bien que présentant un comportement fragile, c'est grâce à l'intelligence et la compréhension humaine que ces matériaux possèdent une variété presque infinie de formes, de couleurs et de textures. Leur utilisation varient de grosses structures depuis l'antiquité (Pyramides de Gizeh, Parthénon, Muraille de Chine, etc...), jusqu'au composants dans les technologies modernes en passant par les objets d'utilisation quotidiennes (services de tables, des vases), les objets d'arts, les supports etc. [2,4]. Ces multiples applications sont dues à leurs propriétés physiques intéressantes regroupées dans le tableau (1.1) (ensembles avec les métaux et les polymères pour comparaison) [5]. Elles possèdent une rigidité très élevée, un coefficient de dilatation plus faible ainsi que la ductilité ce que mène à une mise en forme très difficile. Par contre elles supportent des températures d'utilisation très élevées et elles sont des bonnes conductrices thermiques.

Tableau I.1 : Tableau comparatif des propriétés physiques des matériaux [5].

Famille de matériaux \ Propriétés	Céramiques	Métaux	Polymères et élastomères
Densité	Faible	Élevée	Faible
Rigidité (module d'Young)	Élevée	Élevée	Faible
Coefficient de dilatation thermique	Faible	Moyen	Élevée
Dureté, résistance	Élevée	Élevée	Faible à élevée (fibres)
Ductilité (déformabilité)	Faible et aléatoire	élevée (plasticité)	Faible à élevée
Conductivité électrique,	Faible	Élevée	Faible (isolants)
Conductivité thermique	Élevée	Élevée	Faible (isolants)
Résistance à l'environnement (corrosion)	Élevée	Faible en général	Élevée
Température maximale d'utilisation	Très élevée	Élevée	Faible (< 200°C)
Mise en forme	Difficile (frittage)	Facile (déformation)	Très facile

I.3 CLASSIFICATION DES CERAMIQUES

Les céramiques peuvent être classées en plusieurs familles : céramiques naturelles, céramiques techniques, céramiques vitrifiées, ciment et béton, etc.

I.3.1 Céramiques techniques

Le matériau le plus connu des céramiques techniques est le diamant, utilisé industriellement pour élaborer des outils de coupe, des filières, etc. Son coût élevé a largement contribué au développement de nouveaux matériaux. La résistance mécanique d'une céramique dépend de sa ténacité (K_{Ic}) et de la distribution en taille des micros fissures. Ainsi, les céramiques techniques modernes présentent-elles, des valeurs de ténacité plus importante couplées à une distribution moins dispersée en taille de microfissures.

D'autres céramiques techniques occupent une place importante dans l'industrie, il s'agit des céramiques piézo-électriques comme le titanate de baryum et oxyde de zinc. Qui servent pour transformer un signal électrique en un signal mécanique et inversement. Ce sont les transducteurs des sondes qui permettent de générer les ondes acoustiques et de les recueillir. Leur tension de sortie est relativement élevée et ils sont insensibles à l'humidité et aux différences de température. Ils sont employés pour l'acoustique (microphone, enceintes, dans les instruments de microscopie....) ou dans des applications électroniques [2].

Les céramiques techniques peuvent être classées en plusieurs familles et ce qui nous intéresse dans le travail de cette thèse c'est la famille des oxydes métalliques et précisément l'oxyde de magnésium MgO (Périclase).

I.3.2 Céramiques naturelles

La famille des argiles, souvent employées dans l'industrie, constituent un groupe d'aluminosilicates hydratés formés par l'altération de roches feldspathiques comme le granite. Les grains individuels des minéraux argileux sont de taille microscopique et semblable à des plaquettes. Cette structure en feuillets engendre une très grande surface

qui leur permet d'absorber de grandes quantités d'eau. Ce qui leur donne leur plasticité et fait gonfler certaines variétés. Le feuillage, qui présente de très nombreuses variantes selon le mode d'empilement des plaquettes élémentaires, est le principale critère de distinction de nombreuses variétés minérales : la kaolinite, l'illite, la montmorillonite, le chlorite etc. Ainsi, l'argile est une roche plastique, imperméable et résistante quand elle est imbibée d'eau, qui durcit à la cuisson de façon irréversible [3].

L'une des céramiques naturelles est unique, il s'agit de la glace qui se forme en quantité énorme à la surface de la terre jusqu'à 3km d'épaisseur et 3000km de diamètre au niveau de la calotte glacière antarctique. On peut citer les célèbres céramiques naturelles : Calcaire (CaCO_3), Grès (SiO_2), Silicate d'alumine, Glace (H_2O) etc.

I.3.3 Céramiques vitrifiées

Les meilleurs exemples de cette famille sont les poteries, tuiles, briques de construction et réfractaires qui sont constituées d'argiles mises en forme à l'état humide (où elles possèdent un comportement plastique), puis séchées et cuites. Après cuisson, ces céramiques sont constituées de phases ordonnées (cristallines), à base de silicate, enrobées de phases désordonnées (amorphes ou vitreuse) à base de silice. La phase vitreuse fond au moment de la cuisson et s'étend entre les différentes parties cristallines, assurant la cohésion de l'ensemble [2,3].

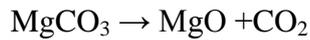
I.4 OXYDE DE MAGNESIUM, MgO

1.4.1 Elaboration du MgO

L'oxyde de magnésium, communément appelé magnésie, a pour formule MgO et se présente sous la forme de poudre blanche. La majeure partie de l'oxyde de magnésium est actuellement obtenue soit à partir de carbonate de magnésium MgCO_3 qui constitue certains minéraux tels que la magnésite (simple calcination), soit à partir de chlorure de magnésium que l'on extrait de l'eau de mer ou de saumures souterraines.

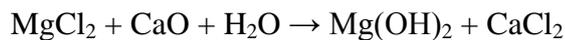
a) Première voie

La première voie utilisée est une simple calcination. Le carbonate de magnésium chauffé de 700 à 1 000 °C se décompose en oxyde de magnésium et en dioxyde de carbone.

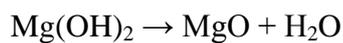
**b) Deuxième voie**

La deuxième voie met en jeu deux étapes :

- on précipite l'hydroxyde de magnésium Mg(OH)_2 par ajout de chaux à une saumure concentrée en chlorure de magnésium.



- la calcination de l'hydroxyde de magnésium ainsi obtenu fournit l'oxyde de magnésium.



Les propriétés de la magnésie obtenue dépendent grandement de la température à laquelle on réalise la calcination.

- entre 700 °C et 1 000 °C, on obtient un produit qui entre dans une grande variété d'applications industrielles, par exemple comme pigment pour les peintures, charge pour le papier et certains matériaux synthétiques, agent de neutralisation.
- entre 1 000 °C et 1 500 °C, on obtient un produit chimiquement moins réactif qui convient bien aux applications qui exigent une dégradation lente : engrais, suppléments alimentaires pour le bétail.
- entre 1 500 °C et 2 000 °C, la magnésie obtenue est dite « frittée » et elle est particulièrement stable même à très haute température. Elle trouve ses principales utilisations comme matériaux réfractaires : briques pour la

construction de fours, revêtement interne des creusets utilisés en métallurgie, produit ignifugeant pour l'industrie du bâtiment [6].

1.4.2 Microstructure du MgO

On peut séparer les céramiques en deux grandes classes, suivant qu'elles sont cristallines ou amorphes. On distingue les céramiques à caractère majoritairement covalent et celles à caractère majoritairement ionique selon leurs liaisons atomiques. Les céramiques covalentes sont composées de deux non-métaux ou d'éléments purs. On peut noter : la silice (SiO_2), diamant (C) et le silicium (Si). Le diamant est la céramique covalente type, utilisée pour sa résistance à l'usure mécanique. Les céramiques ioniques sont composées d'un métal et d'un non-métal on peut citer : Chlorure de Sodium (NaCl), Magnésie (MgO), Alumine (Al_2O_3), Zircone (ZrO_2).....etc.

La structure de la magnésie peut être décrite comme un empilement de deux réseaux CFC oxygène et magnésium ou comme un réseau CFC d'oxygène avec un atome de magnésium dans chaque interstices octaédriques. Sa structure est similaire au NaCl [7]. Les ions O^{2-} sont répartis selon un CFC.

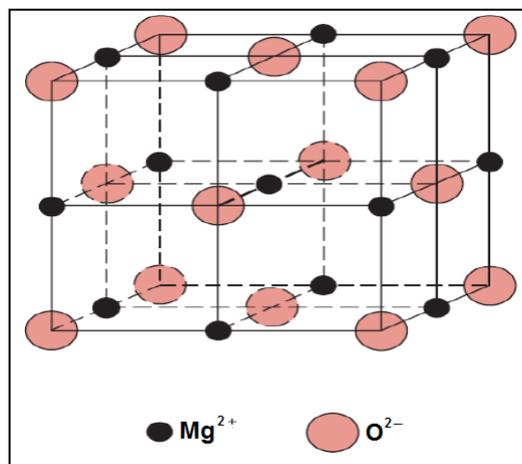


Figure I.2 : Structure chimique de la magnésie

Les propriétés des cristaux diffèrent parfois lorsqu'on change de direction ; pour cela, il nous faut préciser les positions et les orientations cristallographiques pour pouvoir caractériser l'état physique des matériaux et donc déterminer les différentes propriétés surtout les propriétés structurales [8,9]. La figure (1.3) représente les trois directions les plus importantes pour le cas de MgO.

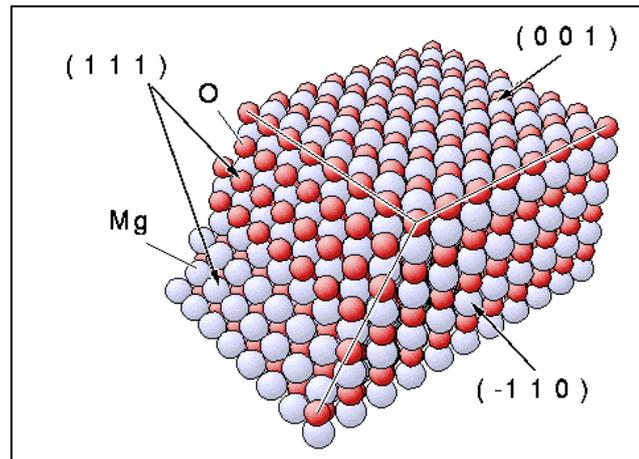


Figure I.3 : Orientations cristallographiques du MgO [10]

1.4.3 Importance du MgO

Le MgO est un matériau très important [11] pour plusieurs raisons. Aux conditions ambiantes il possède une structure de rocksalt (NaCl), et il ne représente aucune transition de phase pour des pressions inférieures à 227 GPa [12]. La seule expérience disponible pour le comportement de fonte de MgO sous pression a été effectuée par ZERR et BOEHLER [13], qui a mesuré la courbe de fusion de MgO jusqu'à 32 GPa. Ils ont trouvé une pente de la courbe de fusion à pression, un résultat qui peut soutenir la présence de partielle fonte au fond du manteau [14].

Le comportement à haute température et à haute pression de MgO a longtemps été un sujet de grand intérêt pour investigations expérimentales et théoriques pour plusieurs raisons ; MgO est souvent considéré comme oxyde de prototype dû à sa simplicité structurale et son champ large de stabilité à haute pression-température. C'est un composant important du manteau inférieur de la terre 660 à 2890 km profondeurs existant en tant que magnésium de magnésio-wustite, FeO. En outre, il est également utile comme norme de pression dans la diffraction de rayon X et en tant qu'en céramique industrielle. En particulier, à haute pression et à hautes températures le comportement des vitesses élastiques des ondes et l'anisotropie des phases géophysiquement appropriées comme MgO sont de signification immédiate en interprétant des observations sismologiques de l'intérieur profond de la terre [15].

1.5 APLICATIONS

La magnésie est utilisée dans plusieurs domaines allant des semi-conducteurs et couches minces jusqu'aux industries nucléaire et sidérurgique en passant par l'énergie solaire, la biomécanique, le bureautique, l'automobile, etc. Nous ne résumons que quelques domaines ci-dessous:

1.5.1 Semi-Conducteurs et couches minces

Des catégories de grande pureté de la magnésie ont été employées comme substrats pour la croissance des semi-conducteurs et des couches minces. D'autres applications électroniques semblables ont été étudiées [14]. L'oxyde de magnésium sert aussi de matière première pour la préparation de sels tels que le nitrate et sulfate de magnésium. Il est aussi utilisé pour l'obtention industrielle du magnésium. Il est alors réduit dans un four électrique à 1 100 °C en présence de silicium. L'oxyde de magnésium trouve aussi une utilisation en médecine comme antiacide, pour calmer les brûlures d'estomac. La poudre de magnésie est aussi utilisée dans certains sports, comme la gymnastique artistique et l'escalade [16].

1.5.2 Industrie nucléaire

Les creusets de magnésie ont trouvé l'application dans l'industrie nucléaire et l'industrie de produits chimiques où la résistance à la corrosion est exigée. La fabrication est en mettant le feu isostatique serré ou glissade pour mouler la forme faite à partir de la magnésie fondue. Des creusets avec la stabilité de 2400°C à l'air, à 1700°C en réduisant les atmosphères, à 1600°C dans le vide et à 1400°C dans l'hydrogène ont été rapportés dans la littérature [17].

Dans le nucléaire, les céramiques sont utilisées comme combustible : céramiques à base d'uranium, produits remplaçant l'uranium métallique pour les réacteurs à haute puissance. On les utilise aussi comme barre de contrôle. Matériau très absorbant neutronique, il sert à contrôler la réaction de fission nucléaire. Les céramiques servent globalement à la protection thermique et neutronique [18].

1.5.3 Biomécanique

La chirurgie et l'art dentaire font de plus en plus appel aux nouveaux matériaux pour une bonne biocompatibilité, une bonne tenue à la fatigue et une résistance élevée à la corrosion. Les céramiques utilisées comme remplacement des tissus durs (os, dents) peuvent être classés en trois groupes selon leur réaction avec le milieu physiologique :

- ✓ les céramiques inertes ou biodégradables (alumine),
- ✓ les céramiques bioactives (bioverres...) qui permettent une liaison entre le tissu et l'implant,
- ✓ les céramiques bio résorbables (phosphate de calcium) qui permettent la repousse des tissus.

1.5.4 Industrie sidérurgique

La magnésie est largement répandue dans l'industrie sidérurgique comme brique réfractaire souvent imbibée du carbone (goudron, lancement, graphite) pour donner les propriétés optimales pour la résistance à la corrosion dans les environnements des laitiers basiques. Des briques de magnésie souvent en combinaison avec le spinelle ou le chrome sont également employées dans le ferro-alliage, non ferreux, le verre et les industries cimentières.

La magnésie est utilisée pour la production de briques réfractaires destinées à certains types de fours, est produite dans un procédé multi-étapes. Après précipitation, le MgO est chauffée à 2000°C environ puis opère un changement de phase vers une structure cristalline plus dense et isolante. De manière à favoriser le traitement de le MgO et à en augmenter la densité, celle-ci est agglomérée. Le MgO étant très fin et difficile à agglomérer, elle nécessite l'emploi de pressions moyennes à élevées et un passage multiple en presse pour obtenir la densité et la résistance finale souhaitée (3-4 fois en moyenne). Les vibrations de treillis expliquent un certain nombre des propriétés des solides tels que la dilatation thermique, la chaleur spécifique, et l'entropie [15].

I.6 PROPRIETES ET PARAMETRES PHYSIQUES

I.6.1 Propriétés électroniques

En général, les céramiques présentent une résistivité assez élevée. Ces matériaux sont, en fait, des semi-conducteurs intrinsèques. Le titanate de baryum, l'alumine et le carbure de silicium, qui possèdent une conductivité très faible, sont utilisés en tant que semi-conducteurs intrinsèques [19]. Nombreuses, sont les céramiques utilisant les propriétés de semi-conduction extrinsèque. Ces dernières sont obtenues par le dopage qui consiste en l'introduction d'impureté ou atomes étrangers dans une structure donnée. Cette structure est dite de type n si les porteurs de charge libres sont de charges négatives autrement dit, des électrons. Le matériau dopé est de type P lorsque les porteurs de charge libres majoritaires sont des trous (chargés positivement).

L'oxyde de zinc dopé avec du cobalt et les pérovskites titanate de baryum ou titanate de strontium, font partie des semi-conducteurs de type N. Parmi les semi-conducteurs non stœchiométriques, l'oxyde de nickel peut aisément perdre des atomes de nickel par rapport à sa composition chimique exacte Ni O. $Ni_{1-x} O$ est alors un composé sous-stœchiométrique par défaut de nickel. Inversement, l'oxyde de zinc peut présenter un excès de zinc et sera noté $Zn_{1+x} O$. On peut même trouver $Co_{1-x} O$, $Zr O_{2-x}$, TiO_{2-x} , $Cr_{2+x} O_3$, etc. [20].

Parmi les types de conduction, on mentionne :

- ✓ *La conductivité électronique ou métallique* (unité S.I. : $(\Omega.m)^{-1}$) est la propriété de conduction par déplacement des électrons. D'autres céramiques présentent également une conductivité de type électronique, telles que ReO_2 , ReO_3 , Cr_2O_3 , VO , TiO
- ✓ *La conductivité ionique* est la propriété de conduction par déplacement des ions sous l'effet d'un champ électrique.
- ✓ *La supraconductivité*, un matériau est dit supraconducteur lorsque :
 - sa résistivité est nulle en dessous d'une certaine température,
 - l'induction magnétique est nulle (effet Meissner) à l'intérieur du matériau en dessous d'une certaine température (dans le cas idéal).

I.6.2 Propriétés thermiques

Les céramiques sont connues pour leur bon comportement aux températures élevées. Pour commenter leur comportement thermique, il faut introduire les notions de conductivité thermique, dilatation thermique et résistance aux chocs thermiques. Il y a deux possibilités d'utilisation des céramiques pour les applications thermiques :

- ✓ le matériau peut avoir à subir des chocs thermiques. Dans ce cas, il faut qu'il possède un coefficient de dilatation thermique le plus faible possible et une conductivité thermique élevée,
- ✓ mais il peut être utilisé aussi en tant qu'isolant thermique. Pour cela, il doit avoir une faible conductivité thermique.

Les céramiques sont essentiellement connues pour leur réfractivité, c'est à dire leur bon comportement aux températures élevées. En général, on admet qu'une céramique est réfractaire quand sa résistance pyroscopique est au moins de 1500°C. La résistance pyroscopique d'un réfractaire est la température à laquelle une éprouvette conique faite du matériau à étudier s'affaisse d'une valeur donnée. Les « réfractaires » ont été également définis comme les éléments ayant une température de fusion supérieure à 1580°C. On a représenté, dans le tableau ci-dessous, des valeurs utiles pour les températures de fusion et des densités pour plusieurs céramiques [19].

Tableau I.4: Propriétés thermiques pour quelques céramiques [21]

Céramiques	Formule	Température de fusion (en °C)	Densité (en kg/dm ³)
Aluminate de baryum	Ba O - Al ₂ O ₃	2000	3,99
Aluminate de béryllium	Be O - Al ₂ O ₃	1870	3,76
Aluminate de magnésium	Mg O - Al ₂ O ₃	2135	3,58
Magnésie ferrite	Mg O - Fe ₂ O ₃	1760	4,48
Oxyde d'aluminium	Al ₂ O ₃ (99,8%)	2030	3,97
Oxyde de calcium	Ca O (99,8%)	2600	3,32
Oxyde de magnésium	Mg O (99,8%)	2800	3,58
Oxyde d'yttrium	Y ₂ O ₃ (99,8%)	2410	4,5
Phosphate de calcium	3 Ca O - P ₂ O ₅	1730	3,14

La *conductivité thermique* (unité S.I. : W/m.K) est la propriété d'un matériau de transmettre un flux de chaleur par unité de surface. Elle est proportionnelle à la capacité calorifique c , la quantité et la vitesse des porteurs thermiques (électrons ou phonons) v , et leur libre parcours moyen l [3]. Pour les céramiques, les fortes conductivités seront obtenues pour les structures composées d'éléments simples ou constituées d'atomes de poids voisins. Le *graphite* aura une excellente conductivité thermique.

I.6.3 Propriétés mécaniques

Les céramiques ont, comme les métaux, un module d'Young bien défini, c'est-à-dire que le module reste constant pendant l'application d'une charge (contrairement au polymère dont l'élasticité n'est pas linéaire). Les liaisons ioniques et covalentes sont très cohésives, on arrive à : $E_{\text{céramiques}} > E_{\text{métaux}} > E_{\text{polymères}}$

En outre, les céramiques sont constituées d'atomes légers (C, O, Si, Al) et présentent une structure cristalline souvent non compacte car : $\rho_{\text{métaux}} > \rho_{\text{céramiques}} > \rho_{\text{polymères}}$. Le module spécifique des céramiques est donc très favorable $(E/\rho)_{\text{céramiques}} \gg (E/\rho)_{\text{métaux}}$. Cette propriété fait que les céramiques constituent des matériaux de choix comme charge renforçant les composites [2].

Dans le tableau (1.3), on représente les modules de Young et densités pour quelques céramiques et métaux.

Tableau I.3 : Modules d'Young et densités des céramiques et métaux [3]

Matériau	E [GPa]	ρ [SD]	E/ ρ [GPa]
Aciers	210	1.8	27
Alliages Aluminium	70	2.7	26
Alumine	390	3.9	100
Silice	69	2.6	27
Ciment	45	2.4	19

a) Dureté

Les céramiques présentent la plus grande dureté, H , de tous les matériaux. Elles sont utilisées comme abrasifs pour couper, meuler ou polir tous les matériaux, y compris le verre [9].

$$H_{\text{céramiques}} > H_{\text{alliages métalliques}} > H_{\text{métaux purs}} \gg H_{\text{polymères}}$$

b) Résistance à la rupture

La plasticité en tête de fissure offre aux métaux leur ténacité élevée. Le fait que les céramiques contiennent toujours des fissures et des porosités diminue largement leur ténacité.

$$K_{Ic} \text{ céramique} \sim 1/50 K_{Ic} \text{ métaux}$$

La résistance mécanique en traction dépend de la ténacité et de la longueur des plus grandes fissures, suivant la relation :

$$R_{mc} = K_{Ic} / (\pi am)^{1/2}$$

avec $2am$ c'est la longueur de la plus grande fissure. Numériquement, on trouve pour les céramiques des valeurs de l'ordre de : $K_{Ic} \sim 0.2 - 2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, $am \sim 10-60 \text{ }\mu\text{m}$ et $R_{méc} \sim 10-300 \text{ MPa}$. Cette relation traduit que la résistance en traction décroît lorsque la longueur de la plus grande fissure augmente, l'application numérique montre que les tailles caractéristiques des fissures provoquant la rupture sont très faibles, de l'ordre de la taille des grains d'un matériau fritté.

Il existe deux manières d'améliorer la résistance mécanique des céramiques :

- ✓ Diminuer la longueur de la plus grande fissure par un contrôle de la granulométrie des poudres et des méthodes de mise en œuvre.
- ✓ Augmenter K_{Ic} à l'aide de composites ou d'alliage, comme en incorporant de la paille hachée dans les briques ou de la fibre de verre dans le ciment.

Le tableau (1.5) résume les différentes propriétés des céramiques industrielles.

Tableau I.5 : Propriétés générales des céramiques [21]

Types		OXDIDES			CARBURE	NITRURES		
		AL ₂ O ₃	ZrO ₂ MgO	MgO	SIC	SI ₃ N ₄	AIN	BN
Propriétés								
Physiques	Masse volumique (g/cm ³)	3.9	5.75	3.58	3.2	3.29	3.26	3.49
	Poids moléculaire (g/mole)	102	-	40.4	40.1	140	41	25
	Température maximale d'utilisation sous air (°C)	1700-1800	1000	2200	1500	1100-1600	1000-1800	950
Mécaniques	Dureté H (Mohs)	9	-	5.5	9	-	7	2
	Module de Young (GPa)	300-400	-	250-300	420	280-310	318	20-35
	Coefficient de Poisson	0.25	-	0.18	0.14	0.27	0.25	-
	Résistance à la flexion (MPa)	380	400-600	450	610	830	300	-
	Ténacité (MPa.cm ^{1/2})	2-3	6-10	-	2.5-3.5	6.1	4.5	-
Electriques	Constante diélectrique	9-10	-	9-10	-	10	9.2	4.3
	Résistivité électrique à 20°C, (Ohm.cm)	10 ¹⁴	10 ¹⁰	-	10 ² -10 ⁶	10 ¹² -10 ¹⁵	10 ¹⁴	10 ¹¹ -10 ¹⁴
	Résistance diélectrique (Kv/mm)	10-20	2-10	-	-	-	15	40-200
Thermiques	Chaleur spécifique (J/K/Kg)	900	420	870-880	750	680-800	800	800-2000
	Conductivité thermique (W/m/k) à 20°C	26-35	1.5-2.5	40-50	63-155	15-43	180	20-1700
	Dilatation linéaire (x10 ⁻⁶) de 20 à 1000°C	8-9	5-16	10-13	4-5	3.3	4.4-5.3	1-36
	Point de fusion (°C)	2500	-	2800	2500	1900	2200	2600-2800

c) *Pression*

La pression, P , est une notion physique fondamentale. En tant que paramètre physique, la pression, tout comme la température, joue un rôle extrêmement important dans la plupart des domaines. La pression admet, selon les branches de la physique que l'on considère, plusieurs définitions qui coïncident toutes. En *mécanique*, la pression est définie localement à partir de la composante de la force normale à la surface sur laquelle elle s'exerce. En *mécanique des milieux continus*, la pression est définie comme le tiers de la trace du tenseur des contraintes c'est-à-dire la moyenne des termes diagonaux de ce tenseur. En mécanique des fluides incompressibles, la pression est le multiplicateur de Lagrange permettant de vérifier l'incompressibilité du matériau. On a alors à faire à une définition implicite de la pression. Du point de vue de la thermodynamique, il s'agit d'une grandeur intensive. Il est à noter qu'il existe plusieurs types de pressions : pression absolue, vide, pression atmosphérique (ou barométrique), pression relative, pression différentielle, pression hydrostatique.

Dans le système métrique international, l'unité de mesure de la pression est le pascal (Pa) : une pression de 1 pascal correspond à une force de 1 newton exercée sur une surface de 1m^2 .

Il existe plusieurs unités de pression utilisées selon les disciplines dont:

- ✓ Le pascal (Pa) est l'unité du système international. Une pression de 1 pascal correspond à une force de 1 newton exercée sur une surface de 1m^2 . Autrement dit, le Pascal s'exprime en N/m^2 .
- ✓ Le bar est égal à 10^5 Pascals. ($1\text{ bar} = 1\text{kg}/\text{cm}^2$).
- ✓ La pièze est une unité dérivée du système mètre-tonne-seconde (système mts) utilisé dans l'ancienne Union Soviétique entre 1933-1955. $1\text{ pz} = 1\text{kPa}$.
- ✓ Le psi, de l'anglais pound per square inch. (livre par pouce carré) est une unité anglo-saxonne valant $6\,894\text{ Pa}$ ou encore $0,068\,94\text{ bar}$. Elle est très utilisée notamment en hydraulique, en oléo hydraulique et en hydrostatique [6,22].

I.7 TECHNIQUES DE CARACTERISATION DU MgO

Il est indispensable pour appréhender un matériau de le caractériser, c'est-à-dire d'en analyser les propriétés. Il existe de nombreuses techniques de caractérisation des matériaux en général et du MgO en particulier qui reposent sur différents principes physiques de base, les interactions rayonnement-matière, la thermodynamique, la mécanique, les ondes élastiques, etc.

1.7.1 Méthodes de caractérisation de la structure

Pour les principales techniques utilisant l'interaction rayonnement matière on peut citer la microscopie électronique à balayage (MEB), Microscopie optique, Diffraction des rayons X et Fluorescence X etc.

On peut également réaliser des analyses mécaniques. Dans cette catégorie on distingue les méthodes statiques et d'autres dynamiques.

a) Microscopie

On peut distinguer plusieurs instruments de microscopie.

- *Microscopie électronique à balayage (MEB)*: c'est une technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions électrons-matière. C'est le plus répandu dans les laboratoires industriels et universitaires ; il est d'emploi relativement facile pour l'observation de surface (grandissement variant sur une large plage, grande profondeur de champ).
- *Microscopie électronique en transmission (MET)* : son principe repose si on bombarde d'un faisceau d'électrons un échantillon mince principalement pour en obtenir la figure de diffraction. Il donne les informations cristallographiques les plus fines sur l'échantillon grâce aux diagrammes de diffraction de lignes de Kikuchi. Il reste le meilleur en ce qui concerne la limite de résolution point en point [23].
- *Microscopie optique* : la simple et traditionnelle observation à l'échelle microscopique

b) Rayons X : Diffraction des rayons X et Fluorescence X

I.7.2 Méthodes de caractérisation des propriétés mécaniques

Les méthodes classiques de caractérisation mécanique peuvent être classées en deux catégories (i) analyse mécanique dynamique (DMA) et (ii) essais mécaniques [24]. Nous regroupons les différentes méthodes de caractérisations classiques sur la carte conceptuelle dans la figure (1.3)

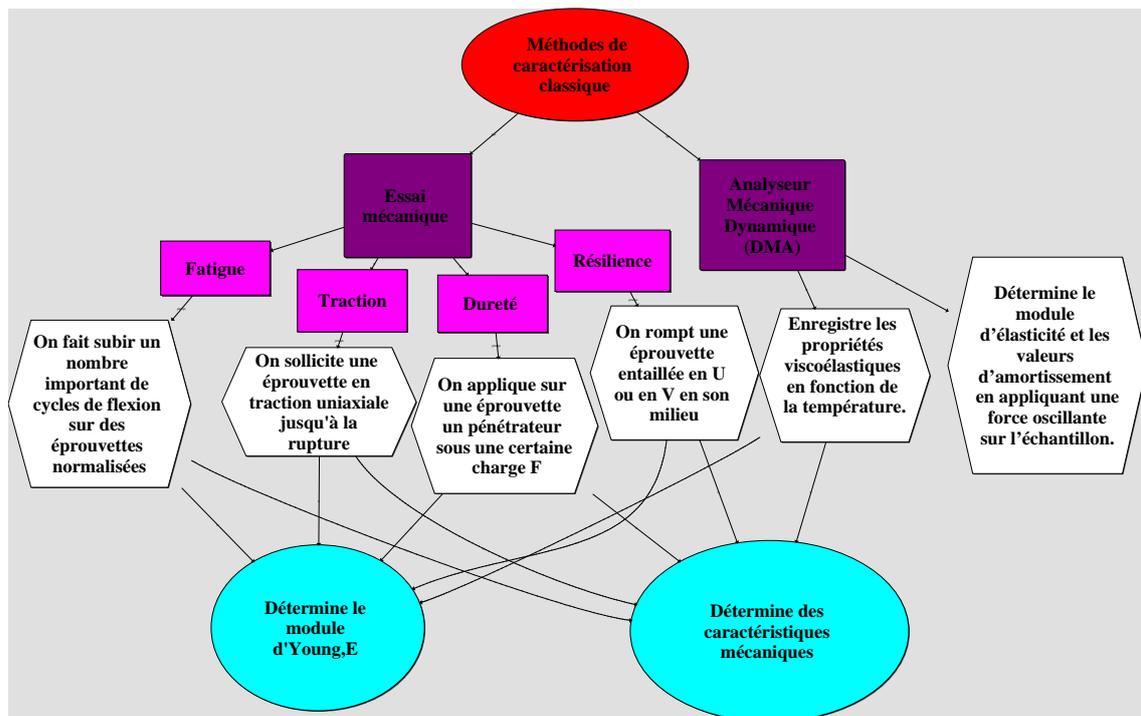


Figure I.3 : Méthodes classiques de caractérisation.

I.7.3 Méthodes de caractérisation mécaniques non-destructives

Il existe par ailleurs des techniques de caractérisation dites de contrôle non destructif. Ces techniques consistent à soumettre l'échantillon à des vibrations élastiques (mécaniques) qui créent au sein de celui-ci des tensions dont la relaxation libère de l'énergie sous la forme d'une onde de contrainte. Cette onde est porteuse d'une information concernant l'état du matériau ainsi que l'emplacement où s'est produite l'émission. Dans le cas des matériaux, les ondes élastiques peuvent être réfléchies par rupture de liaison, une discontinuité d'interface, une fissure ou des joints de grains [25].

Quelque soit la méthode adoptée, on peut représenter la mise en œuvre d'un système CND (Contrôle Non Destructif) suivant le synoptique suivant :

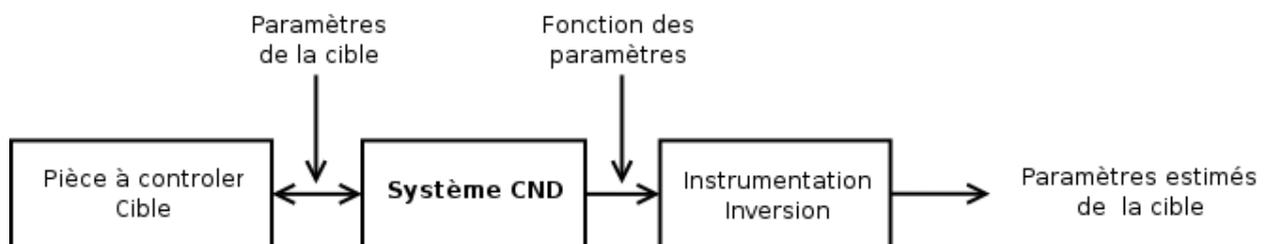


Figure I.4 : Schéma synoptique des techniques CND

Plusieurs méthodes basées sur les ondes élastiques ont été développées [26-34]:

- Test vibrationnel,
- micro-échographies haute fréquence,
- microscopie acoustique,
- réflectométrie,
- spectroscopie ultrasonore,
- échographie ultrasonore, etc.

Nous représentons ci-dessous sur une carte conceptuelle dans la figure (1.5) les différentes méthodes dynamiques avec chacune son principe, son utilisation, paramètres élastiques déduits et son applicabilité.

De plus, nous récapitulons sur le tableau (1.3) les points communs et différents de ces méthodes dynamiques.

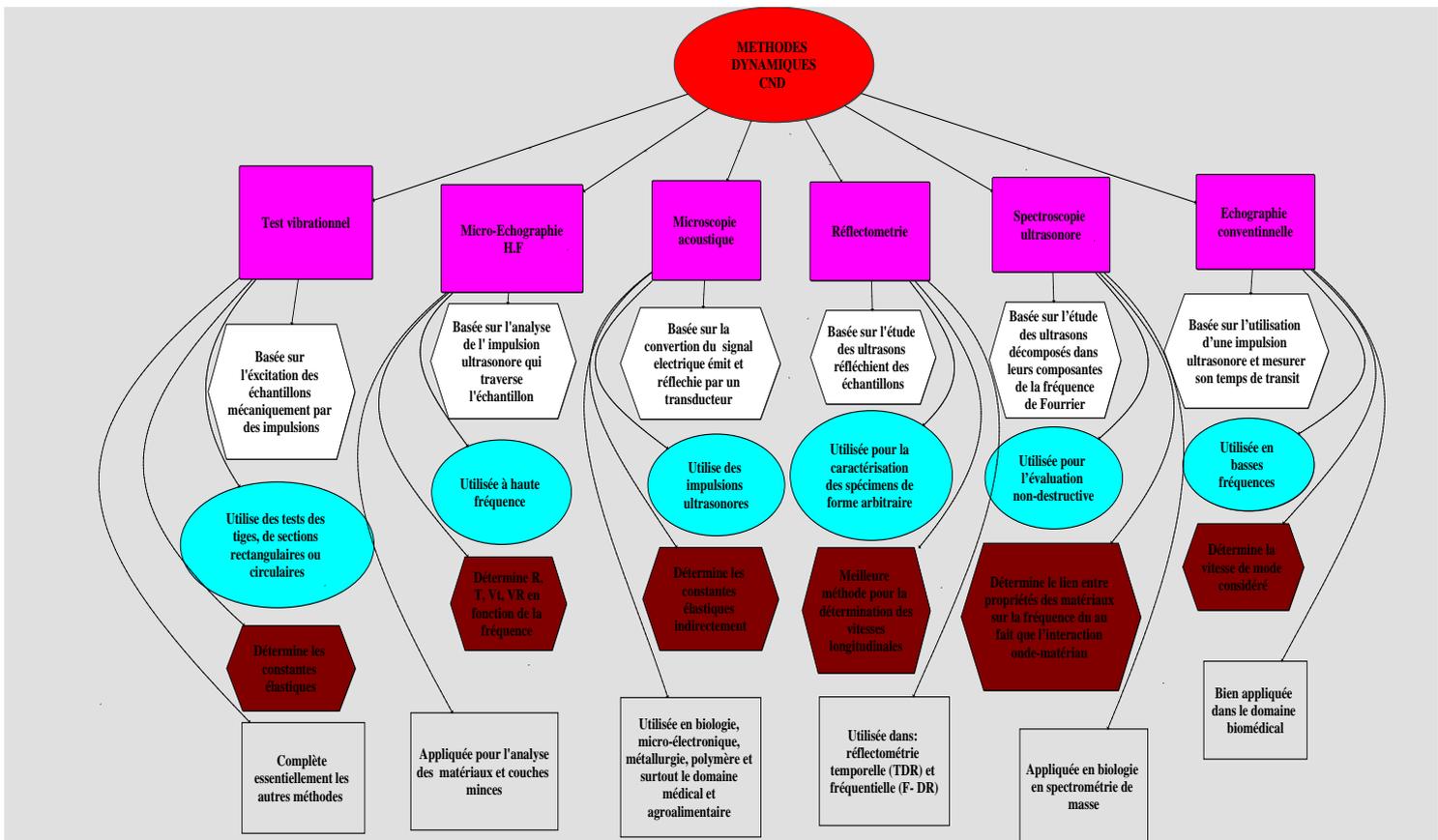


Figure I.5 : Méthodes dynamiques (CND) .

Tableau I.6 : Points communs et différents entre les méthodes CND.

POINTS COMMUNS	POINTS DIFFERENTS
<p>-Elles ont tous l'avantage de caractérisation non destructive.</p> <p>-Leur principe consiste, toujours, en l'utilisation d'une impulsion ultrasonore qui traverse l'échantillon</p> <p>- Dans chaque méthode on peut utiliser un seul transducteur pour l'émission et la réception des ondes mécaniques.</p> <p>- Les techniques de CND sont utilisées pour :</p> <ul style="list-style-type: none"> • détecter, positionner, identifier, dimensionner les défauts dans les pièces, les structures ou les assemblages. • mesurer de façon indirecte des caractéristiques des matériaux. <p>Elles sont très utilisées dans :</p> <ul style="list-style-type: none"> • l'<u>industrie automobile</u> (contrôle des blocs moteurs) ; • l'<u>industrie pétrolière</u> (pipelines, tubes, barres, soudures, réservoirs) ; • l'<u>industrie navale</u> (contrôle des coques) ; • l'<u>aéronautique</u> (poutres, ailes d'avion, nombreuses pièces moteurs, trains d'atterrissage, etc.) ; • l'<u>aérospatiale</u> et l'<u>armée</u> (dont la totalité des programmes sont confidentiels ou secret défense) ; • l'<u>industrie de l'énergie</u> (réacteurs, chaudières, tuyauterie, turbines, etc.) ; • le <u>ferroviaire</u> en fabrication et en maintenance notamment pour les organes de sécurité (essieux, roues, bogies); 	<p>Test vibrationnel : - analyse qualitative</p>
	<p>Echographie conventionnelle. : -analyse quantitative.</p> <p>-adaptée pour l'examen de la topologie des échantillons.</p> <p>-inadéquate pour la caractérisation des couches minces ou pour les matériaux ayant les mêmes caractéristiques acoustiques ou ayant une vitesse élevée, Ainsi pour des échantillons ayant une surface inférieure aux dimensions du faisceau acoustique (10 mm²) et une épaisseur inférieure à 0.5mm.</p>
	<p>Spectroscopie ultrasonore : -analyse qualitative et quantitative</p>
	<p>réflectométrie :- analyse quantitative</p> <p>Meilleure technique pour la détermination des vitesses longitudinales ainsi que le coefficient de réflexion</p>
<p>Micro échographie haute fréquence :</p> <p>-analyse quantitative.</p> <p>-donne des informations sur les molécules, et leurs assemblages, en particulier les macromolécules qui composent le monde vivant. Elle est donc complémentaire de la spectrométrie atomique qui renseigne sur de beaucoup plus petites échelles.</p>	

1.7.4 Microscopie acoustique

Selon le type d'onde utilisé par la source des instruments, plusieurs variétés de microscope ont été fabriqués, parmi les ondes exploités, les ondes acoustiques, et parmi les multitudes techniques de contrôle non destructif [35,36], nous nous sommes intéressés à la microscopie acoustique du fait de son large domaine d'application, aussi comme la seule méthode de visualisation de l'infiniment petit à l'aide des ondes ultrasoniques [37], l'importance de ces ondes fut mise en valeur par SOKLOV en 1949, qui prédit la conception d'un microscope acoustique, mais ce n'est qu'aux début des années soixante dix que commença sérieusement les activités à l'université de Stanford [35], et la microscopie acoustique est devenue un instrument très important du domaine de visualisation ultrasonique.

La microscopie acoustique permet la détermination des propriétés élastiques des matériaux isotrope [38,39] et anisotrope [40] et amorphe ainsi que des couches minces isotrope [41] et anisotrope [42,43], aussi elle permet la caractérisation de la qualité des couches minces, leurs épaisseurs [44,45], leur propriétés élastiques [46]...etc.

La microscopie acoustique en mode de réflexion a été utilisée pour l'étude quantitative des propriétés élastiques des matériaux de forte rigidité [47], le principe de la microscopie acoustique est basé sur l'utilisation d'une lentille sphérique ou cylindrique permettent de focaliser les ondes acoustiques sur l'échantillon, lorsqu'on dé-focalise légèrement le capteur, le signal de sortie V reçu par le transducteur varie en fonction de cette dé-focalisation, la courbe résultante connue sous le nom « signature acoustique $V(z)$ », l'analyse de cette courbe permet d'estimer les vitesses de propagation de différents modes et par la suite la détermination des constantes élastiques des matériaux [48].

I.8 CONCLUSION

Le domaine technologique des céramiques en général et les céramiques techniques en particulier est très vaste. L'étendue des propriétés physiques de cette classe de matériaux induit de nombreuses applications industrielles. Dans ce chapitre nous avons présenté les définitions et la classification des céramiques. Ensuite, nous introduisons les différents aspects du MgO (préparation, structure, importance, applications, propriétés). A la fin nous concluons en donnant quelques méthodes de caractérisation de structure et des propriétés mécaniques.

CHAPITRE II

INVESTIGATION ACOUSTIQUE DU MgO ISOTROPE SOUS PRESSION

II.1 INTRODUCTION

Un matériau élastique isotrope est décrit, en plus de sa densité, par des constantes élastiques. Ces dernières, connues dans la littérature sous le nom de « module », sont généralement définies comme le rapport de la pression et du changement fractionnel des dimensions [1, 2]. Ainsi, la détermination des constantes élastiques par méthodes ultrasonores nécessite la connaissance, en plus de la densité, les vitesses des ondes de volumes, longitudinale et transversale. Jusqu'à présent, seules les ondes de Rayleigh ont reçu un grand intérêt [3-5] pour en déterminer leur vitesse de propagation ; ceci est du, non seulement à leur intérêt dans diverses applications [4], mais aussi au moyens de leurs caractérisations ainsi qu'à certaines propriétés fondamentales de ces ondes. A titre d'exemple, en microscopie acoustique [6-8], la signature acoustique est due à l'interférence entre plusieurs modes, mais seul celui de Rayleigh qui apparaît ; il est le plus dominant sous les conditions d'utilisation normales.

Dans ce chapitre nous présentons les résultats obtenus pour le MgO isotrope sous différentes pressions. La méthodologie est brièvement présentée. Les paramètres suivants sont étudiés : les coefficients de réflexion, les signatures acoustiques, les périodes spatiales, les impédances acoustiques, les angles d'excitations des modes de propagation, les vitesses de Rayleigh, et les constantes élastiques.

II.2 METHODOLOGIE DE SIMULATION

II.2.1. Etapes de calcul

Pour le calcul, nous avons utilisé un programme de simulation théorique développé au Laboratoire, qui peut être appliqué pour n'importe quelle combinaison liquide/solide. La méthode de calcul est constituée de plusieurs étapes [9-11]:

- ✓ Calcul du coefficient de réflexion $R(\theta)$
- ✓ Calcul de la signature acoustique, $V(z)$
- ✓ Traitement du $V(z)$ par transformée de Fourier rapide, FFT
- ✓ Détermination de la vitesse de propagation du mode de propagation
- ✓ Toutes les étapes précédentes sont répétées pour chaque valeur de la pression

II.2.2. Conditions de simulation

Les conditions de simulations utilisées sont celles adoptées expérimentalement dans le cas d'un microscope acoustique à balayage en mode de réflexion ayant un demi-angle d'ouverture de la lentille de 50° , une fréquence de travail de 140 MHz et l'eau comme liquide de couplage.

Les paramètres acoustiques du MgO sont calculés à partir des vitesses longitudinales, V_L , vitesses transversales, V_T , et de la densité du matériau, ρ , qui sont regroupées au tableau (2.1) [12].

Tableau II.1 : Données élastiques du MgO à différentes valeurs de pression [12].

P (GPa)	ρ (g / m³)	V_L (m /s)	V_T (m /s)
0	3486	9580	5910
5	3590	9920	6040
10	3685	10250	6200
20	3856	10810	6450
40	4144	11740	6810
60	4386	12440	7060
80	4596	13050	7250
100	4785	13590	7400
125	4998	14130	7550
150	5189	14160	7690

II.3 INFLUENCE DE LA PRESSION SUR LES COEFFICIENTS DE REFLEXION

II.3.1 Formulation de R (θ)

Lorsqu'une onde est incidente sur une interface, les conditions de continuité du déplacement, à travers l'interface, et de la force d'attraction doivent être vérifiées. Ainsi, si l'amplitude des ondes en incidence normale est égale à l'unité et les amplitudes des ondes réfléchi et transmise sont respectivement R et T, les deux conditions de continuité doivent être vérifiées :

$$\text{- Continuité de la force : } R+T=1 \quad (2.1)$$

$$\text{- Continuité de la vitesse : } (1-R)/Z_1= T/Z_2 \quad (2.2)$$

avec Z_1 et Z_2 sont les impédances acoustiques des deux milieux ; notons que le signe moins est dû au changement de la direction de propagation de l'onde réfléchi. La combinaison des deux équations (2.1) et (2.2) donne :

$$R = (Z_2 - Z_1) / (Z_2 + Z_1) \quad (2.3)$$

La fonction de coefficient de réflexion, pour une interface liquide/solide, est donnée par la relation :

$$R(\theta) = (Z_{\text{Sol}} - Z_{\text{liq}}) / (Z_{\text{Sol}} + Z_{\text{liq}}) \quad (2.4)$$

avec Z_{Sol} et Z_{liq} sont les impédances acoustiques respectivement du solide et du liquide données par les relations suivantes :

$$Z_{\text{Sol}} = Z_L \cos^2 2\theta_T + Z_T \sin^2 2\theta_T \quad (2.5a)$$

$$Z_{\text{liq}} = \rho_{\text{liq}} V_{\text{liq}} / \cos\theta \quad (2.5b)$$

avec Z_L et Z_T sont les impédances acoustiques longitudinale et transversale respectivement, θ_T c'est l'angle critique d'excitation du mode transversal, ρ_{liq} et V_{liq} sont la densité du liquide de couplage et la vitesse de propagation des ondes dans ce liquide respectivement.

Donc on peut écrire le coefficient de réflexion sous la forme suivante :

$$R(\theta) = \frac{Z_L \cos^2 2\theta_T + Z_T \sin^2 2\theta_T - \rho_{\text{liq}} V_{\text{liq}} / \cos\theta}{Z_L \cos^2 2\theta_T + Z_T \sin^2 2\theta_T + \rho_{\text{liq}} V_{\text{liq}} / \cos\theta} \quad (2.6)$$

Notons que le coefficient de réflexion est une fonction complexe qui admet une amplitude et une phase, avec une réflexion totale à $|R(\theta)| = 1$.

II.3.2 Détermination de $R(\theta)$ sans pression

Nous représentons dans la figure (2.1) la courbe obtenue du coefficient de réflexion $R(\theta)$ en fonction de l'angle d'incidence θ_i pour la structure eau/MgO sans pression. L'amplitude (- - -) est donnée sur l'axe gauche de la courbe et la phase sur l'axe droit. En augmentant θ_i , on peut observer deux fluctuations pour l'amplitude ainsi que pour la phase.

La première fluctuation correspond à l'angle critique d'excitation des angles longitudinale θ_L et la seconde (en amplitude) correspond à celle des ondes transversales θ_T , au-delà de cette angle (θ_T) l'amplitude tend vers l'unité à cause de réflexion totale de l'énergie. La seconde fluctuation en la phase (—) correspond à l'angle critique d'excitation des ondes de Rayleigh θ_R . A une incidence proche de θ_R , la phase subit un grand changement de (2π) et à un très petit changement en θ_L .

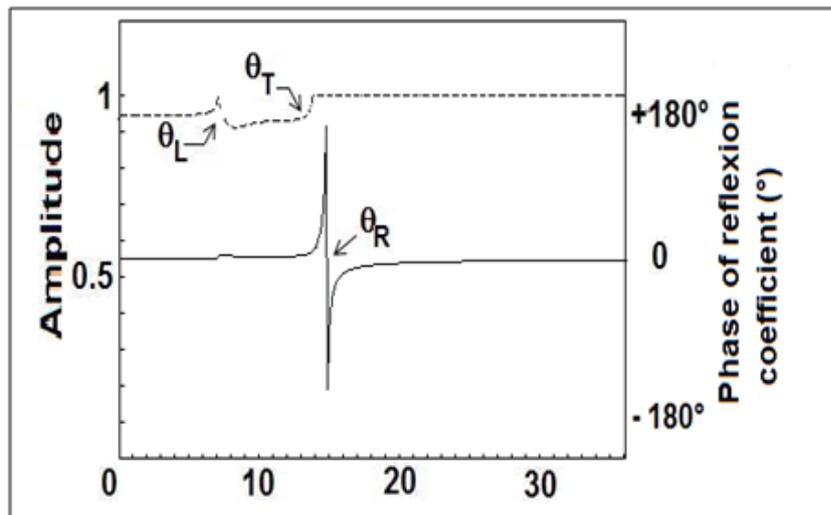


Figure II.1 : Coefficient de réflexion $R(\theta)$ de la structure eau/MgO sans pression

II.3.3 Influence de la pression sur $R(\theta)$

Pour mettre en évidence l'influence de la pression sur le coefficient de réflexion $R(\theta)$, nous avons calculés ces courbes à différentes pressions (0-150GPa). Pour plus de clarté dans la représentation des courbes, nous avons séparé l'amplitude de la phase. Ensuite, nous avons superposé les parties réelles et les parties imaginaires en fonction des angles d'incidences sur les figures (2.2.a) et (2.2.b) respectivement.

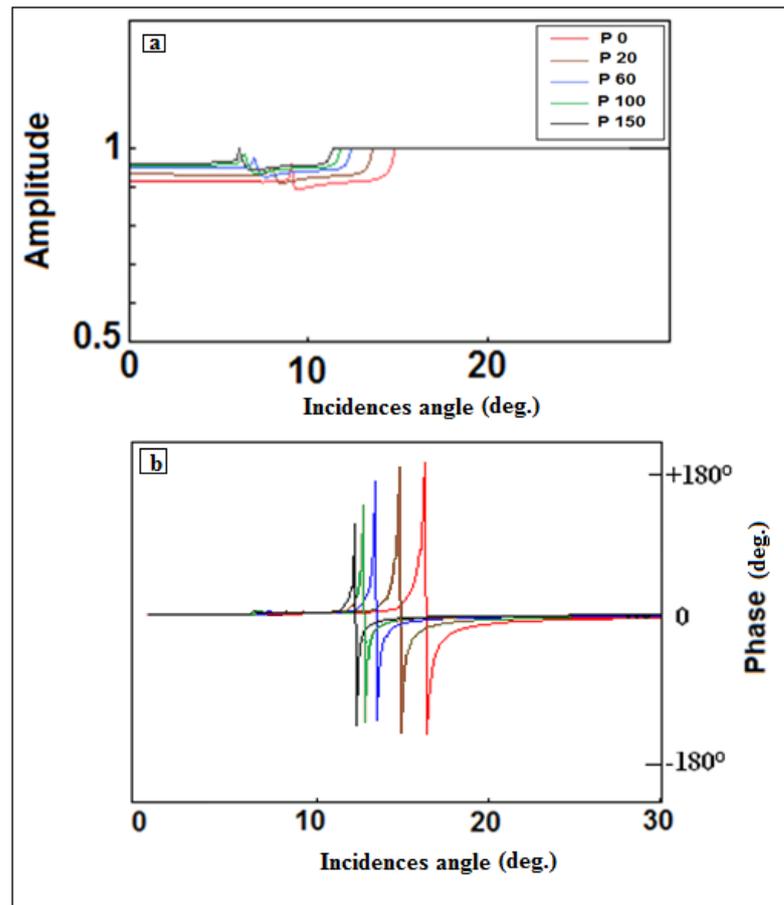


Figure II.2 : Amplitudes (a) et phases (b) de $R(\theta)$ pour MgO isotrope en fonction des angles d'incidences pour différentes pressions

La figure (2.2.a) montre clairement:

- ✓ une augmentation en amplitude de $R(\theta)$ lorsque l'angle d'incidence atteint les valeurs des angles critiques longitudinales.
- ✓ une diminution de l'amplitude de $R(\theta)$ lorsque l'angle d'incidence atteint les valeurs des angles critiques transversales.

Pour la figure (2.2.b), contrairement à l'habituel quand la phase de mode de Rayleigh varie de $(-\pi)$ à $(+\pi)$, nous constatons une diminution de phase pour le même mode généré. La hauteur de fluctuation en phase correspondante à l'angle critique θ_L augmente légèrement en fonction de la pression. On note aussi que tous les modes sont générés à des angles inférieurs à 20° , ces angles dépendent fortement des conditions de simulation (surtout du liquide de couplage) [5]. Il est clair que le mode de Rayleigh, qui montre un déphasage de π , est beaucoup plus important, par conséquent, il domine tous les autres modes qui pourraient exciter.

II.3.4 Variations des angles critiques en fonction de la pression

L'incidence d'une onde ultrasonore sur une interface liquide/solide introduit deux angles critiques [13, 14], l'un pour l'onde longitudinale dans le solide, θ_L , et l'autre pour les ondes transversales, θ_T , ces ondes correspondent respectivement aux angles d'incidences à partir desquels il n'y a plus d'ondes réfractées longitudinalement et transversalement ; ils sont définis par :

$$\theta_L = \arcsin (V_{\text{Liq}}/V_L) \quad (2.7a)$$

$$\theta_T = \arcsin (V_{\text{Liq}}/V_T) \quad (2.7b)$$

Ces angles sont appelés angles de réflexion totale car lorsque l'incidence devient supérieure à l'un des deux, la réflexion est totale pour le type d'onde considéré.

Pour mieux illustrer l'influence de la pression sur les ondes critiques d'excitation de différents modes dans le MgO, nous avons tracé la courbe (2.3) qui illustre les variations des angles critiques (longitudinal θ_L , transversale θ_T et de Rayleigh θ_R), en fonction de la pression sur la gamme de la pression (0 -150GPa).

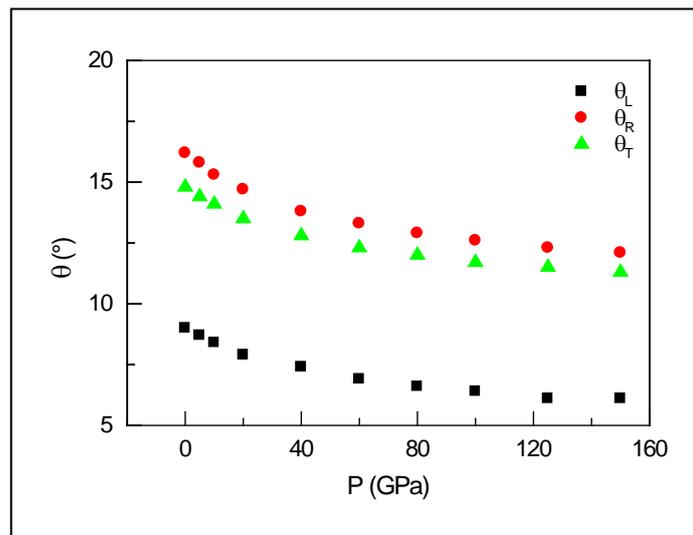


Figure II.3: Influence de la pression sur les angles critiques ; θ_L , θ_T et θ_R .

Nous pouvons remarquer que les valeurs des angles critiques longitudinales θ_i diminuent de 9 à 6 ° quand les valeurs de la pression varient de la pression nulle à 150GPa, même chose pour θ_R et θ_T (diminution par moyenne de 0,3° dans les deux cas). L'influence de la pression peut se présenter sous la forme de l'équation suivante :

$$\theta_i = A_{i1} e^{\left(-\frac{P}{t_{i1}}\right)} + A_{i2} e^{\left(-\frac{P}{t_{i2}}\right)} + \theta_{i0} \quad (2.8)$$

avec $i = L, T$ ou R , A_{i1} ; A_{i2} ; t_{i1} ; t_{i2} et θ_{i0} sont des constantes caractéristiques correspondantes à chaque mode. Le tableau (2.3) regroupe les différentes valeurs de ces constantes. On peut conclure que la pression a une grande influence sur les coefficients de réflexion, les pressions élevées correspondent à des petites réflexions, les basses pressions correspondent aux grandes valeurs de θ_L et θ_R et par conséquent une grande réflexion des ondes acoustique à l'interface.

Tableau II.2 : Constantes caractéristiques des différents modes générés.

Angles critiques (deg)	θ_0	A_1	A_2	t_1	t_2
θ_L	5.48	2.36	1.13	43.35	184.42
θ_T	10.58	1,50	2.72	24.70	119.34
θ_R	10.12	1.63	3.063	24.13	112.94

II.4 INFLUENCE DE LA PRESSION SUR LES IMPEDANCES ACOUSTIQUES

II.4.1 Notion d'impédance acoustique

L'impédance acoustique traduit la résistance d'un matériau au passage du son, de manière tout à fait analogue à l'impédance électrique. On va admettre qu'elle caractérise un milieu, mais en fait sa valeur peut dépendre de nombreux paramètres (gradients de température, de densité...). En tant que tels, ils peuvent subir des réflexions et des réfractions, tout comme la lumière. Cela nous amène même à définir l'impédance acoustique, en quelque sorte analogue de l'indice de réfraction optique pour les ondes sonores.

Pour une onde plane, on appelle impédance acoustique d'un milieu pour une pulsation le rapport :

$$Z = \frac{P}{v} \quad (2.9)$$

Puisque la pression comme la vitesse obéissent à la même équation de propagation, ce nombre est une constante du milieu liée notamment au déphasage entre ces grandeurs. Ainsi, l'impédance d'un milieu dépend de la vitesse à laquelle le son s'y propage. De manière tout à fait analogue, l'indice de réfraction d'un milieu dépend de la vitesse à laquelle la lumière s'y propage [15].

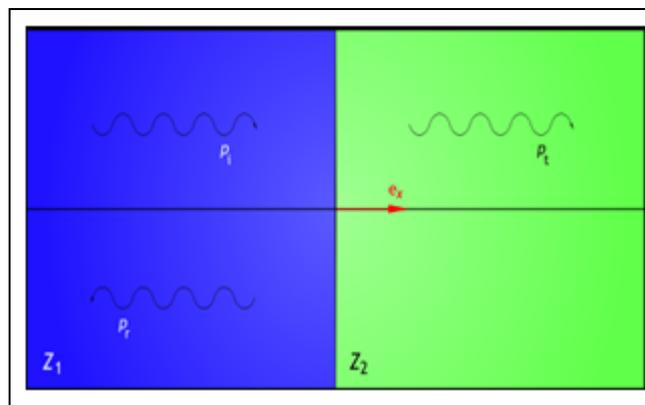


Figure II.4 : Propagation d'une onde plane entre deux milieux [16].

Relation entre impédances acoustiques des ondes acoustiques à l'interface de deux milieux :

Si l'on choisit l'origine $x = 0$ à l'interface entre les deux milieux $P_i = \{x < 0\}$, d'impédance acoustique Z_1 , et $P_t = \{x > 0\}$, d'impédance acoustique Z_2 , on peut définir le rapport acoustique Z_2 / Z_1 .

Trois cas particuliers peuvent être étudiés avec intérêt :

- $Z_2 / Z_1 = 0$, alors $r = 1$, l'onde incidente se réfléchit à l'identique sur l'interface
- $Z_2 / Z_1 = 1$, alors $r = 0$ et $t_{12} = 1$, l'onde incidente se transmet complètement, l'impédance des deux milieux est dite adaptée ;
- $Z_2 / Z_1 = \infty$, alors $r = -1$, l'onde incidente se réfléchit en changeant de signe [16].

II.4.2 Effet de la pression sur les impédances acoustiques

Nous avons calculé les impédances acoustiques du MgO à partir de la relation (2.10), ensuite, nous avons tracé la courbe (2.5) en termes de Z en fonction de P , pour différents modes : longitudinal, Z_L , transversal, Z_T , et celui de Rayleigh, Z_R .

$$Z_i = \rho V_i / \cos\theta_i \quad (2.10)$$

avec $i = L, T$ et R .

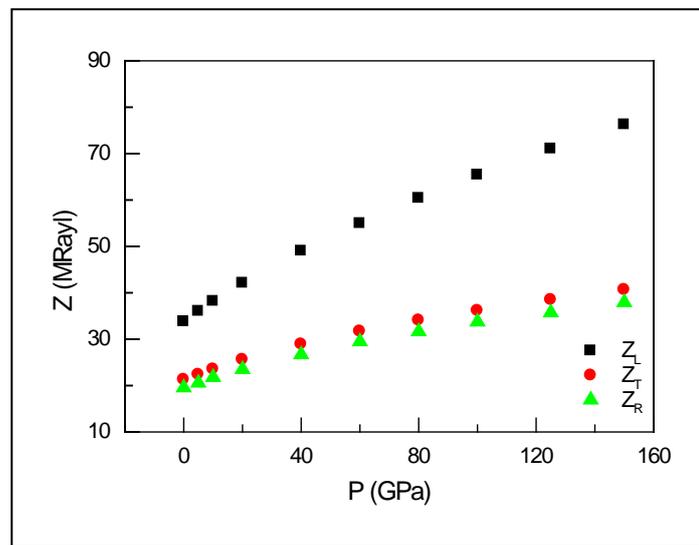


Figure II.5 : Influence de la pression sur les différentes Impédances acoustiques pour MgO isotrope

Il est clair que des variations similaires sont obtenues pour Z_L , Z_T et Z_R . Autrement dit, l'impédance acoustique augmente avec la pression. Cette variation peut être représentée (par simple fitting) sous la forme :

$$Z = Z_0 + A_1 e^{\left(-\frac{P-P_0}{t_1}\right)} \quad (2.11)$$

Avec Z_0 représente l'impédance acoustique à pression nulle, $A_1 = - 2.67\text{GRayl}$ et $p_0 = - 7.31\text{Pa.s/m}$.

Le tableau (2.3) regroupe les valeurs des différentes constantes pour le fitting des courbes des impédances acoustiques des différents modes longitudinal, Z_L , transversal, Z_T , et celui de Rayleigh, Z_R .

Tableau II.3 : Constantes caractéristiques des différents modes générés à $P = 0$ GPa

Impédances acoustiques	Z_0 (MRayl)	A_1 (GRayl)	P_0 (GPa)
Z_L	109.87	-75.77	0
Z_T	49.50	-28.05	0
Z_R	46.26	-26.59	0

II.5 INFLUENCE DE LA PRESSION SUR $V(z)$ ET LES SPECTRES FFT

II.5.1 Formulation de la signature acoustique $V(z)$

La signature acoustique représente le signal de sortie qui varie avec la distance, z , entre la lentille et l'échantillon. Au cours de ce déplacement, le signal réémis vers le capteur est le résultat des interférences entre différents modes de surface. Sa variation avec z est pseudopériodique et amortie. La courbe de la signature acoustique peut être obtenue, expérimentalement, en enregistrant la variation d'amplitude du signal en fonction du déplacement, z , de la lentille vers l'échantillon [17]. Nous résumons ci-dessous la théorie du $V(z)$.

La signature $V(z)$ est donnée par [5] :

$$V(z) = \int P^2(\theta)R(\theta)e^{i2kz\cos(\theta)} \sin(\theta) \cos(\theta)d\theta \quad (2.12)$$

avec θ est l'angle entre le vecteur d'onde, K , et l'axe de la lentille, z , $P(\theta)$ est la fonction pupille de la lentille et $R(\theta)$ c'est la fonction de réflexion de l'échantillon. La fonction pupille est élevée au carré car les ondes se passent dans les deux sens à travers la lentille. Les différents modèles de calcul de la signature acoustique nécessitent la

connaissance du pouvoir réflecteur ou coefficient de réflexion des structures en fonction de l'angle d'incidence $R(\theta)$. Le plus utilisé est celui de Sheppard et Wilson [17].

Le traitement de la signature acoustique s'effectue par transformée de Fourier rapide, FFT. A partir de la raie principale du spectre du FFT on peut déterminer non seulement la vitesse de propagation du mode correspondant mais également son efficacité de génération. Cependant, plusieurs solutions permettent d'avoir des raies ayant la même énergie alors que l'amortissement et l'amplitude de la signature acoustique sont très différents [18].

II.5.2 Variation de $V(z)$ en fonction de la pression

Rappelons que les courbes des signatures acoustiques peuvent être expérimentalement obtenues en enregistrant la variation d'amplitude, V , du signal en fonction du déplacement, z , de la lentille vers l'échantillon. Ces mêmes signatures sont calculées à partir de la relation (2.12). Les courbes ainsi calculées ($f = 140$ MHz, $\theta_{\text{lentille}} = 50^\circ$) pour la structure eau/MgO à différentes valeurs de la pression sont représentées sur la figure (2.4a). Les signatures sont normalement superposées. Cependant, pour une représentation plus claire nous les avons déplacées verticalement.

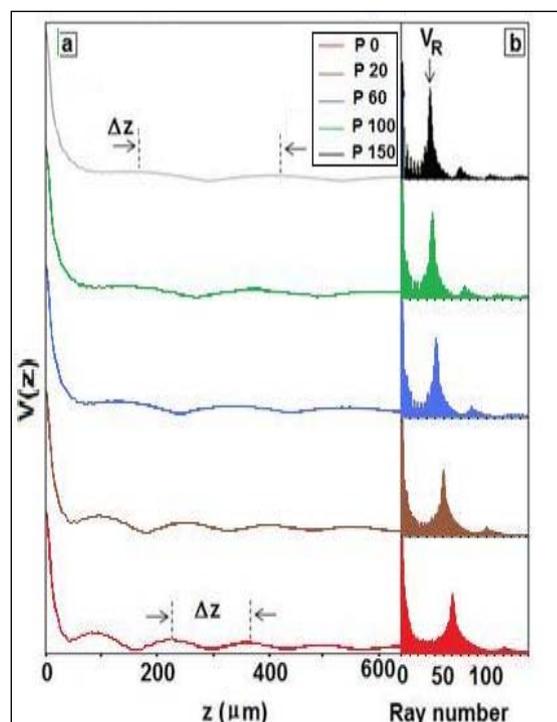


Figure II.6 : Variation de $V(z)$ et FFT en fonction de la pression.

Il est clair que toutes les courbes de $V(z)$ présentent un comportement oscillatoire du aux interférences constructives et destructives des modes de propagation. Cependant, ces signatures acoustiques varient d'une pression à une autre. On constate qu'il existe une différence entre ces $V(z)$ aussi bien en amplitude qu'en période. En amplitude, la courbe s'atténue rapidement pour $P = 150\text{GPa}$. En période, on observe un décalage plus rapide des maxima successifs au début qu'à la fin.

II.5.3 Analyse spectrale de $V(z)$ en fonction de la pression

L'analyse spectrale des courbes $V(z)$ via FFT fournit la période spatiale des pseudos oscillations. La figure (2.6.b) montre les spectres de FFT des courbes de $V(z)$ de la figure (2.6a). Toute variation dans les $V(z)$ entraîne nécessairement des variations dans les spectres de FFT. On observe l'existence d'un pic principal représentant le mode le plus dominant qui est celui de Rayleigh. Cependant l'efficacité de ce mode, représentée par sa hauteur [19], est plus importante pour la pression 150GPa. On remarque également un petit décalage pour la raie principale en raison de différence entre les vitesses de propagation. Pour le mode de Rayleigh, on a pu déterminer les périodes spatiales Δz séparant deux maxima (ou deux minima) successifs. Les données ainsi obtenues sont regroupées dans le tableau (2.4).

Tableau II.4 : Périodes spatiales en fonction de la pression pour MgO_{iso}

P(GPa)	0	5	10	20	40	60	80	100	125	150
Δz (μm)	135	142	151.6	164.4	183.4	200.7	211.6	227.8	229.3	242.1
V_R (m/s)	5378	5513	5694	5924	6252	6536	6709	6958	6980	7171

Le tableau 2.4 montre clairement que la période spatiale augmente au fur et à mesure que la pression augmente. Cette variation peut être exprimée sous la forme :

$$\Delta z = A_1 e^{\left(\frac{p-p_0}{t_1}\right)} + A_0 \quad (2.13)$$

avec A_0 représente la période spatiale à pression nulle ($P_0 = 0$), $A_1 = -123,79548\mu\text{m}$ et $t_1 = 80,42191$.

II.6 DISPERSION DE LA VITESSE DE RAYLEIGH AVEC LA PRESSION

L'onde de Rayleigh est composée d'un déplacement longitudinal et d'un déplacement transversal, elle a reçu un intérêt considérable [20] grâce à son utilité pour la détection des défauts de surface dans le teste ultrasonique non destructif des matériaux, en plus elle est employée dans la construction des lignes à retard électromécaniques utilisées pour les radars et les systèmes de télécommunication. Dans le cas où le vide est remplacé par un liquide [21-22], les ondes se propageant dans une structure liquide/solide, sont appelées ondes de Rayleigh généralisées [23] ou ondes de fuites de Rayleigh [24, 25].

Il est bien établi qu'à partir de la période spatiale Δz , on peut déterminer la vitesse de Rayleigh, V_R , par l'utilisation de la relation [20] :

$$V_R = \frac{V_{\text{liq}}}{\sqrt{1 - \left(1 - \frac{V_{\text{liq}}}{2f\Delta z}\right)^2}} \quad (2.14)$$

Ainsi, nous avons déterminé les vitesses correspondantes de Rayleigh (tableau 2.4). Le décalage des raies principales dans les spectres FFT entraîne une variation de vitesse V_R , la figure (2.7) représente graphiquement les variations de ces vitesses en fonction de la pression. Nous remarquons à partir de cette courbe qu'il y'a une augmentation rapide de la vitesse de Rayleigh V_R en fonction de la pression. Cette variation peut se justifier par la structure cristalline de MgO qui est devenue plus compacte en la comprimant.

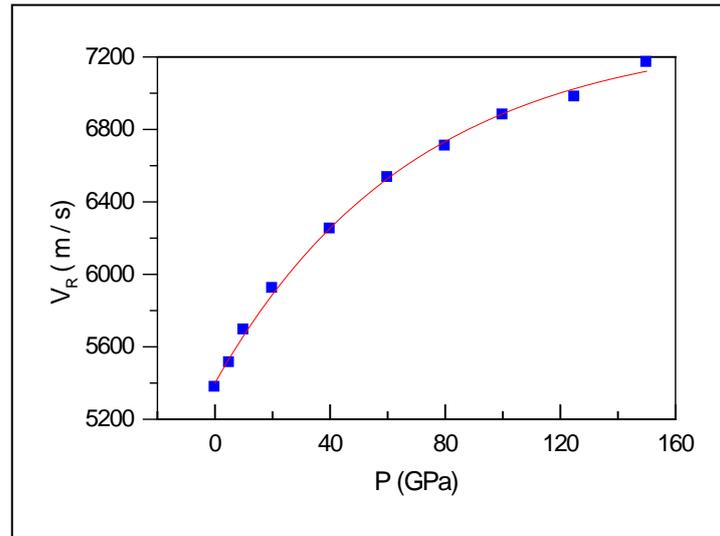


Figure II.7: Dispersion de vitesse de Rayleigh en fonction de la pression.

II.7 CALCUL DES CONSTANTES ELASTIQUES

Les constantes élastiques peuvent être déterminées d'une façon non destructive via l'utilisation des ultrasons. Ces constantes peuvent être exprimées en fonction des vitesses de propagation de ondes de différents modes. Ainsi, nous avons calculé le module de Young, E , et celui de cisaillement, G , pour le MgO sous différentes pressions, en utilisant les formules suivantes [26-29]:

$$E_1 = \rho V_T^2 (3V_L^2 - 4V_T^2) / (V_L^2 - V_T^2) \quad (2.15a)$$

$$E_2 = 3\rho V_R^2 \quad (2.15b)$$

$$G_1 = \rho V_T^2 \quad (2.16a)$$

$$G_2 = 1.154 \rho V_R^2 \quad (2.16b)$$

Les constantes élastiques du MgO, ainsi obtenues, sont regroupées dans le tableau (2.5). On note que la pression fait augmenter ces constantes. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus expérimentalement [12] par la méthode de premier principe pseudo potentiel (dernière colonne : G_3).

Tableau II.5 : Constantes élastiques calculées pour MgO sous pression.

P (GPa)	E₁ (GPa)	E₂ (GPa)	G₁ (GPa)	G₂ (GPa)	G₃ (GPa) [12]
0	290.5	302.5	121.8	116.4	121.8
5	315.7	327.3	131.0	125.9	131.2
10	343.2	358.4	141.6	137.9	141.7
20	392.6	406.0	160.4	156.2	160.4
40	479.1	485.9	192.2	186.9	192.3
60	552.0	562.1	218.6	216.2	218.5
80	616.9	620.6	241.6	238.7	241.6
100	675.6	679.7	262.0	261.4	261.9
125	740.8	730.5	284.9	281.0	284.5
150	803.0	800.5	306.8	307.9	307.3

II.8 CONCLUSION

Nous avons étudié les paramètres acoustiques du MgO sous différentes pressions. Ainsi, nous avons déterminé : les coefficients de réflexion, les signatures acoustiques, les périodes spatiales, les impédances acoustiques, les angles d'excitations des modes de propagation, les vitesses de Rayleigh, et les constantes élastiques. Il a été montré que l'augmentation de la pression entraîne une augmentation de ces paramètres (excepté les angles d'excitation des modes).

CHAPITRE III

MICROCARACTERISATION ACOUSTIQUE DU MgO ANISOTROPE SOUS PRESSION

III.1 INTRODUCTION

Les propriétés des cristaux pourraient être différentes selon l'orientation cristallographique. Ainsi, il est important d'étudier les différentes propriétés des matériaux: structurales, mécaniques, électriques etc. pour pouvoir maîtriser les multiples domaines d'application [1,2].

Les matériaux cristallins sont généralement élastiques anisotropes ; même des matériaux cubiques sont caractérisés par trois constantes élastiques, tandis que le matériau élastique isotrope ne possède que. Pour définir l'anisotropie élastique pour les matériaux cubiques, on utilise souvent le facteur élastique d'anisotropie $S = (S_{11} - S_{12} - S_{44}) / 2$ ou $A = 2(S_{11} - S_{12}) / S_{44}$ où les ij de S sont les compliances élastiques. Les matériaux deviennent isotropes quand $S = 0$ ou $A = 1$.

Récemment, il a été reporté que le MgO (fcc) peut être un matériau anisotrope [3]. C'est dans ce contexte que nous avons consacré ce chapitre à l'étude de l'influence de la pression sur les différents paramètres acoustiques du MgO suivant trois orientations, nous avons utilisé une méthode non destructive basée sur l'interaction des ondes de surface avec la matière via des relations analytiques, ensuite nous avons calculé leurs coefficients de réflexion $R(\theta)$, signatures acoustiques, spectres de transformée de Fourier rapide (FFT) ainsi que leurs vitesses de Rayleigh suivant chaque direction. Enfin, nous faisons une étude comparative des paramètres acoustiques (spectres FFT, V_R et Δz) entre MgO isotrope et anisotrope mis sous pression.

III.2 INFLUENCE DE LA PRESSION SUR $R(\theta)$

III.2.1 Conditions de simulation

Nous avons adapté pour cette étude le principe d'un microscope acoustique opérant en mode de réflexion, dont les conditions de simulation normales sont les suivantes : une fréquence de travail de 140 MHz, l'eau comme liquide de couplage (densité $\rho = 1000 \text{ kg/m}^3$ et vitesse longitudinale $V_L = 1500 \text{ m/s}$) et un demi angle d'ouverture de 50° . Le modèle de Sheppard et Wilson nécessite la connaissance des valeurs des vitesses V_L , V_T ainsi que la densité ρ du matériau massif.

Les calculs sont faits pour des échantillons de MgO sous pression hydrostatique pour les différentes orientations $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$. Les data utilisés [4] dans notre simulation sont regroupées dans le tableau (3.1). Notons que pour la direction $\langle 110 \rangle$, nous avons choisi la première valeur de la vitesse transversale V_{T1} car dans le cas où il y a deux valeurs pour cette dernière nous prendrons la valeur qui vérifie $V_T = V_L / \sqrt{2}$ [5- 7].

Tableau III.1 : Propriétés élastiques de MgO pour différentes directions [4].

		<100>		<110>			<111>	
P (GPa)	ρ (kg/m ³)	V _L (m/s)	V _T (m/s)	V _L (m/s)	V _{T1} (m/s)	V _{T2} (m/s)	V _L (m/s)	V _T (m/s)
0	3486	9140	6310	9730	5360	6310	9920	5690
5	3590	9650	6290	10010	5700	6290	10120	5900
10	3685	10140	6300	10280	6010	6300	10330	6140
20	3856	10970	6320	10770	6320	6650	10710	6540
40	4144	12370	6330	11630	6330	7600	11370	7200
60	4386	13470	6300	12300	6300	8360	11880	7740
80	4596	14390	6290	12910	6290	8940	12370	8150
100	4785	15240	6230	13440	6230	9510	12790	8560
125	4998	16140	6160	14000	6160	10130	13200	9000
150	5189	16890	6110	14450	6110	10670	13540	9400

III.2.2 Analyse de R (θ) pour MgO<100>

Afin de bien expliquer la variation des vitesses de Rayleigh, qui est notre intérêt majeur, nous avons commencé par l'analyse des courbes des coefficients de réflexion qui jouent un rôle très important dans la détermination des signatures acoustiques ainsi que des spectres FFT. La figure (3.1) représente les coefficients de réflexion en fonction des angles d'incidences pour une gamme de pressions allant de 0 jusqu'à 150GPa. Pour mieux illustrer l'influence de la pression sur l'amplitude et la phase de R(θ), nous avons séparé et superposé les modules et les phases pour chaque valeur de pression.

La figure (3.1.a) montre qu'il existe un changement dans l'amplitude au niveau des angles critiques longitudinal, transversal et celui de Rayleigh. A partir de cette courbe on observe :

- ✓ l'absence du mode longitudinal pour les pressions inférieures à 20GPa.
- ✓ la génération du mode longitudinal commence par l'application d'une pression proche de 20GPa.

- ✓ L'augmentation de la pression (au delà de 20GPa) entraîne une augmentation de la fluctuation correspondante à l'angle critique d'excitation du mode longitudinal ; cette fluctuation devient plus nette et plus important en amplitude.

La figure (3.1.b) représente les variations de phase de $R(\theta)$ en fonction de l'angle d'incidence pour des pressions comprises entre 0 et 150GPa. Nous constatons :

- ✓ Un changement dans la phase qui varie de π à $-\pi$ indiquant la génération du mode de Rayleigh.
- ✓ un décalage du pic vers les petits angles critiques au fur et à mesure que la contrainte appliquée sur le matériau augmente.

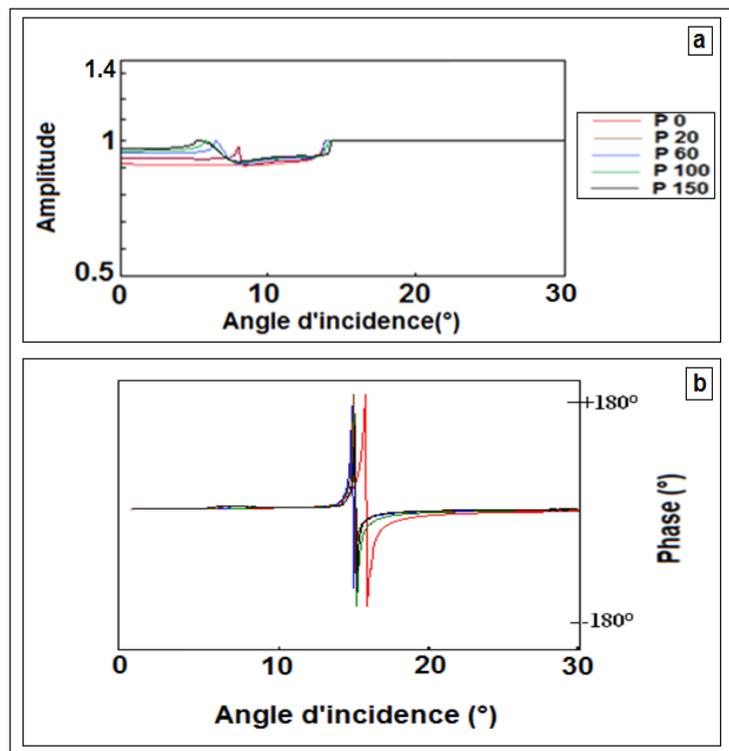


Figure III.1 : Amplitudes et phases des coefficients de réflexion $R(\theta)$ en fonction des angles d'incidence pour différentes pressions

La simulation des coefficients de réflexion nécessite la connaissance des vitesses longitudinale et transversale [8, 9]. Alors que la partie imaginaire de la courbe de $R(\theta)$ nous permet de déterminer les angles critiques, θ_{Ci} , des différents modes (transversal, $i = T$, longitudinal, $i=L$, et Rayleigh, $i=R$) qui peuvent être générés pour le matériau MgO, dans les conditions normales de fonctionnement du SAM, et pendant l'application d'une charge extérieure sur les façades de l'échantillon étudiée.

Les variations des angles critiques correspondants à la génération des différents modes, déterminés à partir de la figure (3.1) pour la structure eau/MgO<100>, sont mieux illustrées par la figure (3.2) en termes de θ_L , θ_T , et θ_R en fonction de la pression. Nous remarquons, pour l'angle critique longitudinal, au fur et à mesure que la pression augmente, nous observons un décalage de θ_L vers les petits angles.

Pour les angles d'excitation du mode de Rayleigh, nous pouvons distinguer trois régions discernables :

- ✓ la première région correspond à une diminution brusque de θ_R .
- ✓ la deuxième tend vers une saturation de 40GPa à 80GPa.
- ✓ la troisième implique une augmentation dans la gamme de pression [80-150] GPa.

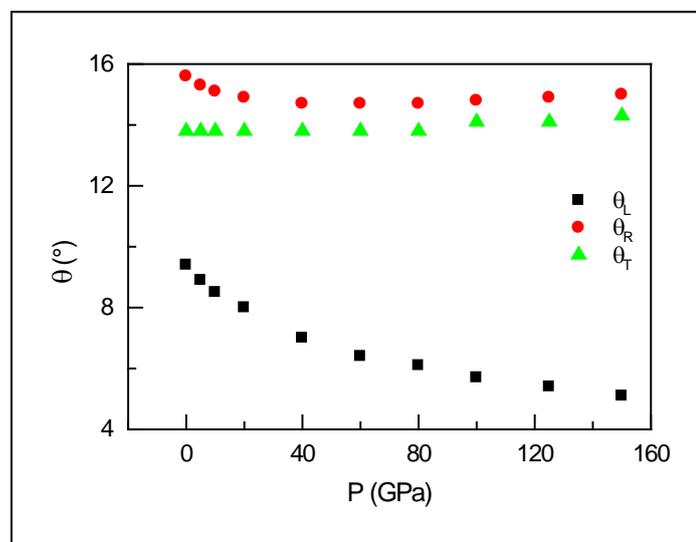


Figure III.2 : Variations des angles critiques θ_L , θ_T et θ_R en fonction de la pression pour MgO<100>

III.2.3 Analyse de $R(\theta)$ pour MgO <110>

La même investigation précédente a été menée pour le MgO<110>. Les résultats ainsi obtenus sont représentés sur la figure (3.3) pour le coefficient de réflexion aussi bien pour l'amplitude (fig. 3.3.a) que pour la phase (fig. 3.3.b). On remarque qu'il existe un changement de l'amplitude au niveau des angles critiques d'excitation des modes longitudinal, transversal et celui de Rayleigh pour chaque coefficient.

Pour la phase, on observe que plus l'angle d'incidence augmente la fluctuation correspondante au mode de Rayleigh tends vers les petits angles.

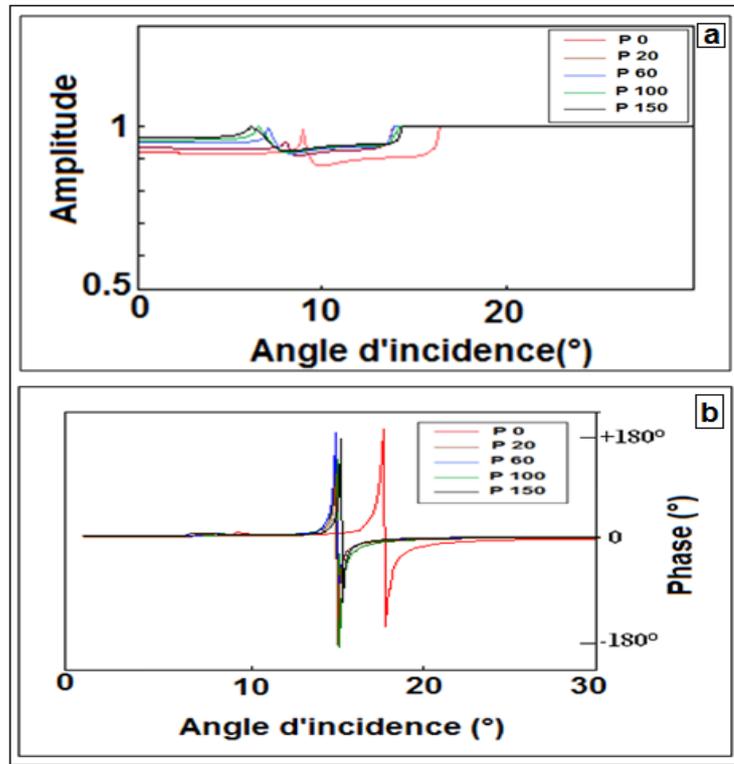


Figure III.3 : Amplitudes et phases des coefficients de réflexion R (\square) en fonction des angles d'incidences pour différentes pressions pour MgO<110>

Les angles critiques correspondants à la génération des différents modes sont déterminés à partir des coefficients de réflexion pour la structure eau/MgO<110> ; les valeurs déterminées sont regroupées sur la figure (3.4).

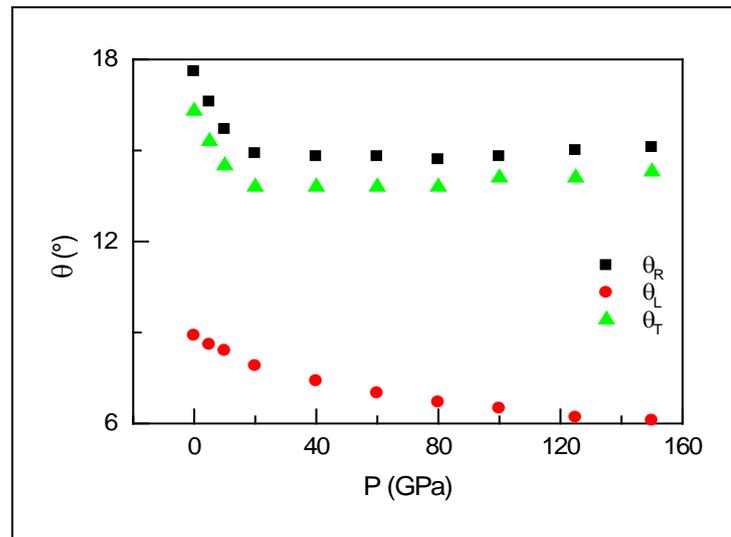


Figure III.4 : Influence de la pression sur les angles critiques pour les différents modes générés pour MgO<110>.

A partir de cette figure nous remarquons que :

- ✓ Les valeurs des angles critiques longitudinales θ_L diminuent de 9 à 6 ° quand les valeurs de la pression varient de la pression nulle à 150GPa.
- ✓ θ_R décroît de 17.6 ° jusqu'à 14.8°.
- ✓ l'angle critique correspondante au mode transversal subit une décroissance de 16.4° jusqu'à 13.8°.

III.2.4 Analyse de $R(\theta)$ pour MgO <111>

Il est très important de connaître le coefficient de réflexion pour déterminer les signatures acoustiques des matériaux et donc pour la micro caractérisation des structures ainsi pour le contrôle non destructif des matériaux [8]. Le réseau de courbe (3.5) illustre la variation des amplitudes et des phases des différents modes en fonction des angles d'incidences pour différentes pressions (0, 20, 60, 100 et 150GPa) pour le MgO<111>.

La figure (3.5.a) montre les variations en modules des réflecteurs, $R(\theta)$, pour la structure MgO <110>, on peut remarquer qu'en augmentant la pression, l'amplitude de la génération du mode longitudinal augmente alors que la phase, illustrée dans la courbe (3.5.b), tend vers les petits angles.

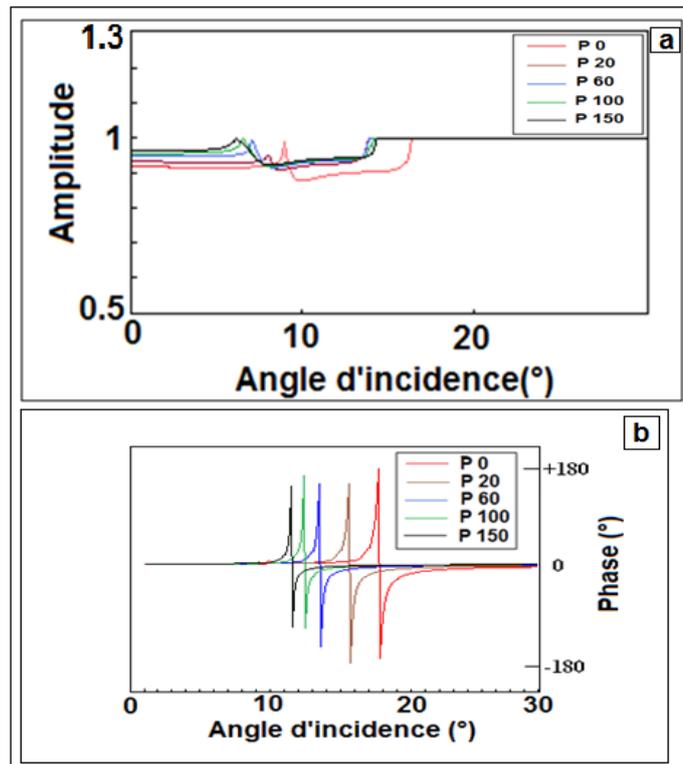


Figure III.5 : Amplitude et phase de $R(\theta)$ pour MgO $\langle 111 \rangle$ à différentes pressions.

L'influence de la pression sur les angles critiques correspondants à l'excitation de différents modes (longitudinal, transversal et Rayleigh) est mieux illustrée par la figure (3.6). Toutes les courbes montrent un comportement similaire : l'augmentation de la pression entraîne une diminution des angles critiques.

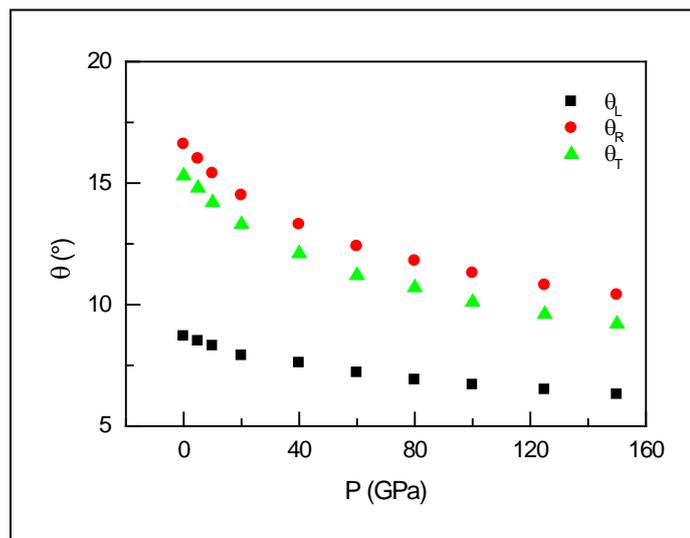


Figure III.6 : Angles critiques de différents modes en fonction de la pression pour MgO $\langle 111 \rangle$.

III.3 INFLUENCE DE LA PRESSION SUR LES IMPEDANCES ACOUSTIQUES

III.3.1 La structure eau/MgO<100>

L'impédance acoustique traduit la résistance d'un matériau au passage du son. On va admettre qu'elle caractérise un milieu, mais en fait sa valeur peut dépendre de nombreux paramètres (gradients de température, de densité...) [6, 10]. Nous avons calculé les impédances acoustiques du MgO à partir de la relation (2.10).

La figure 3.7 illustre les résultats ainsi obtenus pour l'influence de la pression sur les impédances acoustiques longitudinale, Z_L , transversale, Z_T et celle de Rayleigh, Z_R . Ces courbes montrent une augmentation des impédances acoustiques en fonction de la pression appliquée. Le changement observé pour Z_T et Z_R est identique : quand la pression varie de 0 à 150GPa, Z_T et Z_R augmentent de 22.65MRayl à 32.72MRayl et de 20.24MRayl à 31.01MRayl respectivement. Cependant, l'augmentation de Z_L est plus rapide que celles de Z_T et Z_R , avec une variation de $Z_L = 32.31\text{MRayl}$ à $P = 0$ jusqu'à $Z_L = 87.99\text{MRayl}$ pour une pression $P = 150\text{GPa}$.

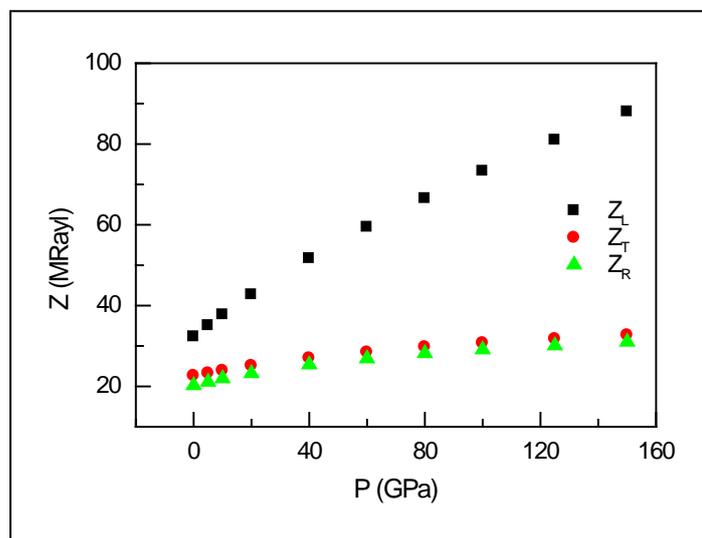


Figure III.7 : Impédances acoustiques pour différents modes en fonction de la pression pour MgO<100>.

III.3.2 La structure eau/MgO<110>

L'impédance acoustique est une caractéristique qui joue un rôle très important dans l'acoustique des structures. Nous rappelons qu'elle est définie par le rapport de la pression agissant en un point sur sa vitesse donnée du mouvement des ondes planes progressives de propagent librement [11, 12]. La figure (3.8) montre l'effet de la pression sur les impédances acoustiques longitudinal, transversale et celle de Rayleigh. A partir de cette courbe, nous remarquons :

- ✓ une augmentation des valeurs des impédances acoustiques correspondantes aux différents modes.
- ✓ une variation identique est observée pour les impédances acoustiques, transversale et celle de Rayleigh en augmentant la pression de 0 à 150GPa.

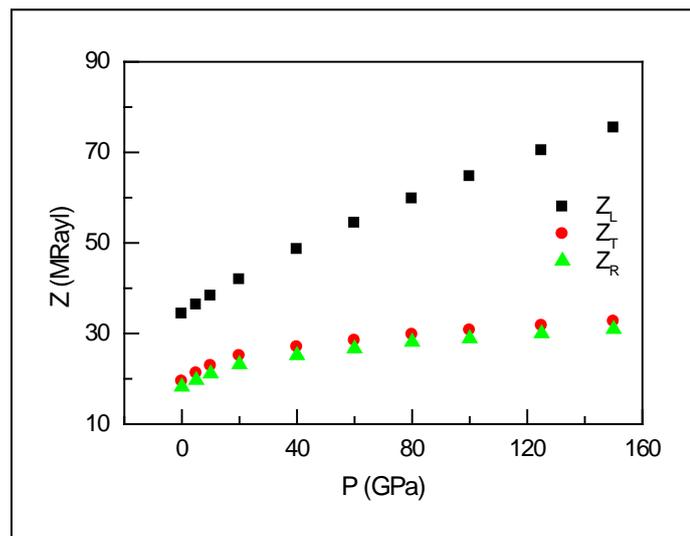


Figure III.8 : Impédances acoustiques pour différents modes en fonction de la pression pour MgO<110>.

III.3.3 La structure eau/MgO<111>

Nous représentons l'influence de la pression sur les impédances acoustiques Z_L , Z_T et Z_R sur la figure (3.9). En augmentant la pression, nous constatons un changement assez proche des valeurs des impédances acoustiques pour les différents modes. Tandis qu'elle est un peu rapide pour Z_L par rapport aux Z_T et Z_R .

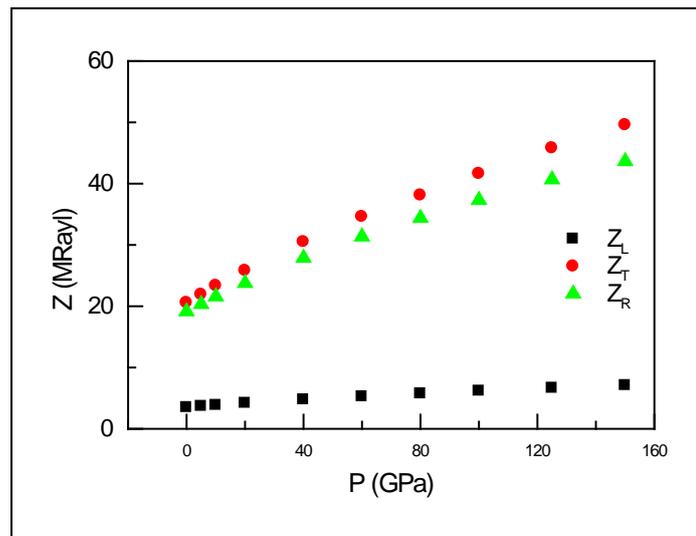


Figure III.9 : Variation des impédances acoustiques en fonction de la pression pour MgO<111>.

III.4 EFFET DE LA PRESSION SUR V(Z) ET SPECTRES DE FFT

III.4.1 La structure eau/MgO<100>

La signature acoustique est la courbe obtenue en enregistrant la variation d'amplitude, V , du signal en fonction du déplacement, z , de la lentille vers l'échantillon [13]. Le réseau de courbes (3.10) représente les signatures acoustiques (a) ainsi que les courbes traitées par FFT(b) obtenues pour le MgO<100>.

La figure (3.10.a) représente les signatures acoustiques de la structure eau/MgO<110> obtenues pour les pressions allant de 0 à 150GPa. Une analyse rigoureuse montre qu'il existe une différence entre ces $V(z)$ aussi bien en amplitude qu'en période :

- ✓ *En amplitude* : la courbe correspondante à $p = 150$ GPa présente une atténuation plus rapide pour les faibles valeurs de pression, donc l'absorption des ondes de surfaces est plus importante on appliquant une grande pression suivant la direction <100>.
- ✓ *En période* : un décalage des maxima (et des minima) est très remarquable entre les courbes dans l'intervalle [0 - 60] GPa.

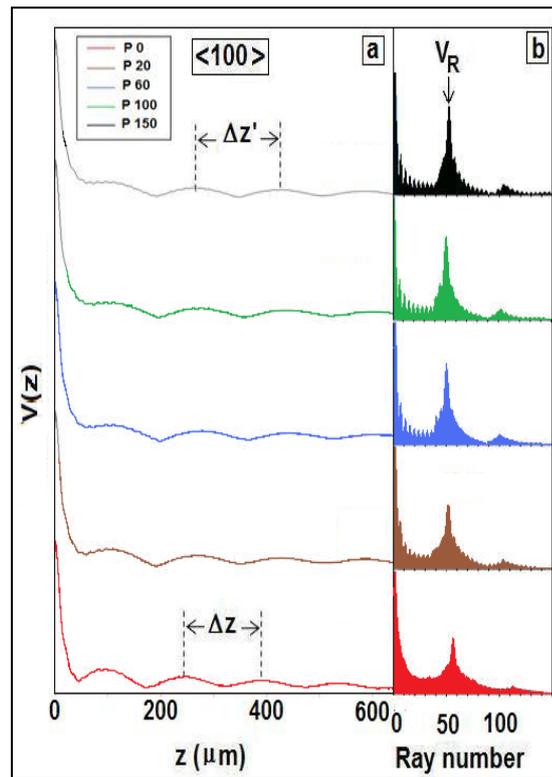


Figure III.10 : $V(z)$ et spectres FFT pour différentes pressions pour $MgO\langle 100 \rangle$.

L'analyse spectrale (fig. 3.10.b) des courbes $V(z)$ via de FFT montre l'existence d'un petit décalage de la raie principale (représentant le mode de Rayleigh). La position de cette raie fournit la période spatiale Δz , des oscillations. Les valeurs des périodes déterminées à partir des spectres des FFT sont tracées sur la figure (3.11) en fonction de la pression.

Nous remarquons une augmentation initiale de Δz de 146.2 jusqu'à 164.1 μm dans l'intervalle [0-40GPa]. Ensuite, il apparaît une saturation de 161.1 μm pour la pression de 40 à 80GPa. Enfin, on constate une décroissance de 161 μm jusqu'à 156 μm dans l'intervalle]80, 150 GPa]. On observe un décalage important initialement de 0 jusqu'à 60 GPa puis il devient lent pour le reste de la gamme de pression étudiée ([60, 150 GPa]). Cependant, l'efficacité de ce mode qui est représentée par sa hauteur [14], devient plus importante au fur et à mesure que la pression augmente.

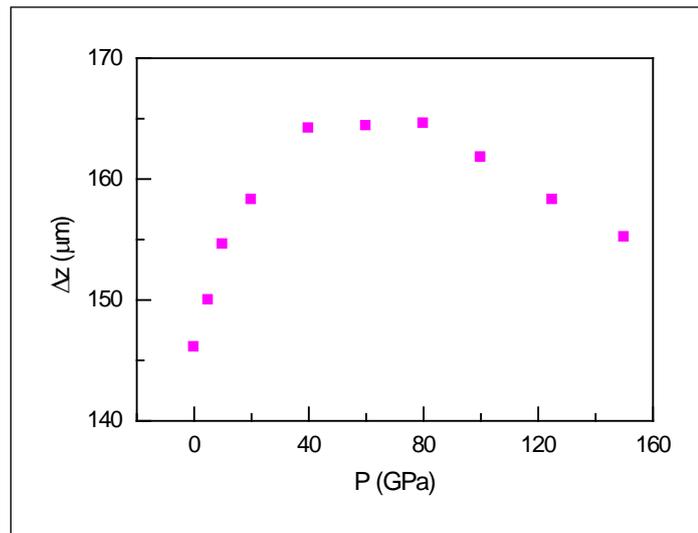


Figure III.11 : Périodes spatiales en fonction de la pression pour MgO<100>

III.4.2 La structure eau/MgO<110>

Le signal acoustique qui provient de l'échantillon est le résultat des interférences de plusieurs types d'ondes au niveau du transducteur [13]. L'investigation de la tension de sortie $V(z)$ délivré par le capteur présente des pseudos oscillations qui constituent la signature acoustique du matériau étudié [8].

La figure (3.12.a) regroupe les signatures acoustiques de la structure eau/MgO<110> déterminées pour différentes pression de 0 à 150 GPa. Cette figure montre qu'il existe des oscillations des $V(z)$, cependant, l'amplitude et les périodes spatiales de ces dernières dépendent de la pression. Nous avons trouvé que les périodes Δz varient de 115.2 μm pour pression nulle jusqu'à 160 μm pour $P = 150\text{GPa}$. Aussi, nous avons remarqué qu'à $z = 0$, toutes les courbes de $V(z)$ ont le même comportement, puis, en augmentant la distance pré-focale la différence est devenue considérable.

L'analyse des $V(z)$ montre qu'il existe une différence entre ces $V(z)$ aussi bien en amplitude qu'en période, et une atténuation rapide de ces dernières.

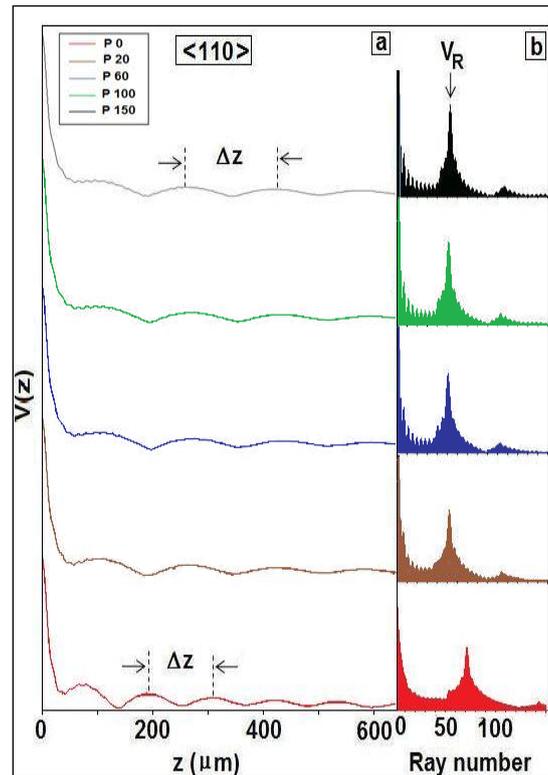


Figure III.12 : $V(z)$ et spectres FFT pour différentes pressions pour $MgO\langle 110 \rangle$.

L'analyse de ces courbes de $V(z)$, via la transformée de Fourier rapide (Fig. 3.12b) met en évidence l'existence d'un pic principal représentant le mode de Rayleigh. L'efficacité de ce mode, représentée par sa hauteur [14, 15], est plus importante pour la pression 150GPa que pour les autres valeurs ; elle augmente de 7.6 μm pour 0G Pa jusqu'à 11.2 μm pour 150 GPa.

De plus, on observe aussi un petit décalage pour la raie principale entrainant une variation de vitesse de propagation des ondes de Rayleigh. On a pu déterminer les périodes spatiales suivantes : 115.2, 157.7, 161.6, 161.2 et 155.1 μm pour les pressions 0, 20, 60, 100 et 150 GPa, comme le montre la figure (3.13) qui représente les périodes spatiales en fonction de la pression.

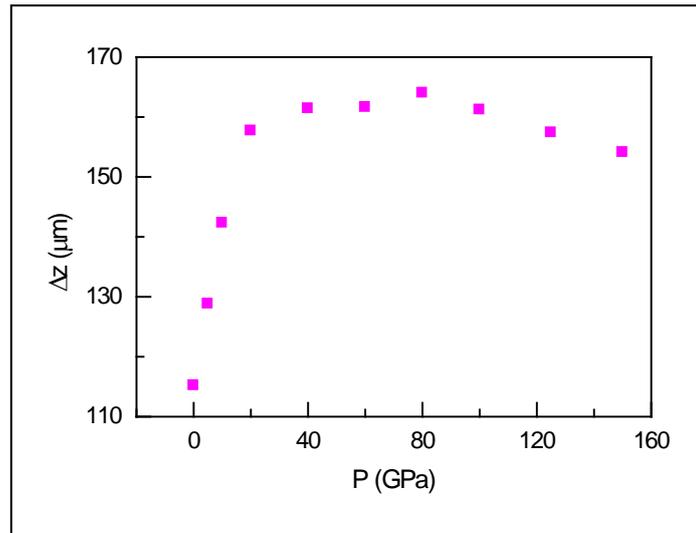


Figure III.13 : Périodes spatiales en fonction de la pression pour MgO<110>

III.4.3 La structure eau/MgO<111>

Les résultats de la structure eau/MgO<111> sont illustrés par les figures (3.14) et (3.15) sous les mêmes conditions que les courbes précédentes. Des observations similaires aux précédentes structures eau/MgO<100> et eau/MgO<110> peuvent être formulées pour (3.14). Pour la figure (3.15), lorsque la pression augmente de 0 à 150 GPa, on remarque une augmentation rapide des périodes spatiales de 128.2 μm à 331 μm.

III.5 DISPERSION DE V_R EN FONCTION DE LA PRESSION

III.5.1 Variation de V_R en fonction de P pour MgO<100>

Il existe plusieurs types d'ondes acoustiques de surface, mais dans l'étude présente, nous nous sommes intéressés à celles de Rayleigh. Ceci est dû à leur diverses utilisations, non seulement dans la détection des défauts de surfaces et dans le test non destructif mais aussi dans la fabrication des composants électrochimiques [16]. La vitesse de propagation des ondes de surfaces (V_R) sont bien déterminées des pics principaux (fig.3.11.a) via la relation (2.3). Nous avons également calculé la vitesse de Rayleigh par la relation de Viktorov, V_{RC} , afin de pouvoir estimer résultats obtenus.

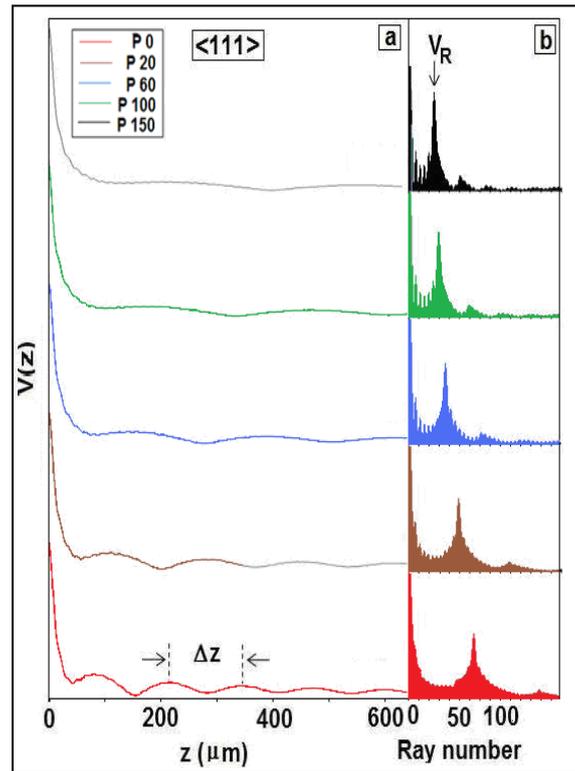


Figure III.14 : $V(z)$ et spectres FFT pour différentes pressions pour $\text{MgO}\langle 111 \rangle$.

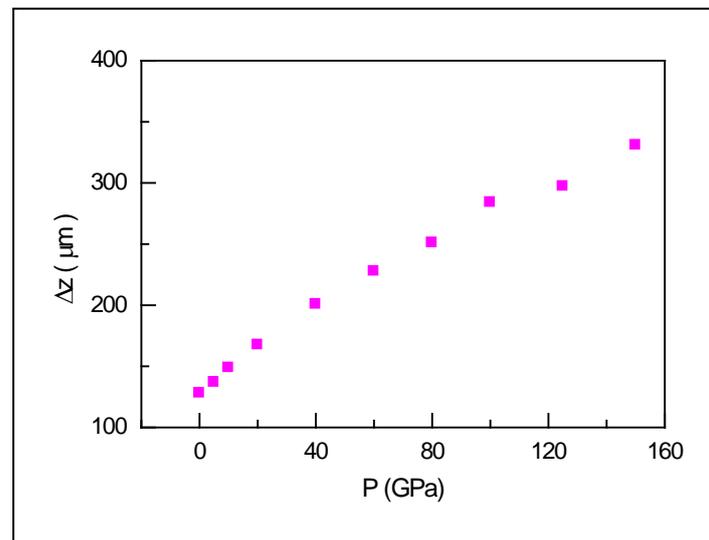


Figure III.15 : Périodes spatiales en fonction de la pression pour $\text{MgO}\langle 111 \rangle$

La figure (3.16) regroupe les variations de la vitesse de Rayleigh (V_{RC} et V_R) en fonction de la pression. Les résultats obtenus par les deux méthodes sont en très bon accord. On observe facilement que la vitesse de Rayleigh est plus grande pour les pressions comprises

entre 40 et 80 GPa que pour les autres valeurs de pression. Ceci est dû au fait que la forte pression fait rapprocher les atomes les uns des autres.

Donc la propagation des ondes de surface est plus rapide en rapprochant les atomes plus jusqu'à certaines pression (40 GPa) que les atomes ne peuvent se rapprocher d'où l'apparition du régime de saturation] 40, 80 [GPa pour laquelle la vitesse prend une valeur constante $V_R = 5930$ m/s.

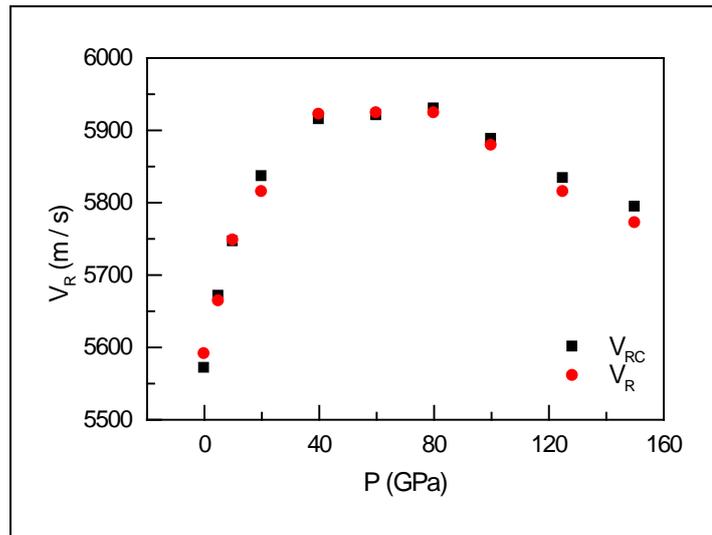


Figure III.16 : Dispersion des vitesses de Rayleigh en fonction de la pression pour MgO<100>.

III.5.2 Variation de V_R en fonction de P pour MgO<110>

Pour en déduire les paramètres acoustiques de la structure eau/MgO<110>, nous avons étudiés l'effet de la pression sur la dispersion de la vitesse de Rayleigh V_R . La variation de cette dispersion est illustrée dans la figure (3.17). On observe trois régions distinctes pour la pression:

- ✓ $P < 60$ GPa : on remarque une augmentation très brusque de V_R .
- ✓ $60 < P < 100$ GPa : correspond à la saturation des courbe pour laquelle les valeurs de V_R tendent vers une constante.
- ✓ $P > 150$ GPa : on constate une diminution faible de V_R .

III.5.3 Variation de V_R en fonction de P pour MgO<111>

Nous avons déterminé les vitesses correspondantes au mode de Rayleigh en fonction de la pression (sous les mêmes conditions que précédemment) ; les résultats sont représentés dans la figure (3.18). On remarque qu'il y'a une augmentation de V_R la pression. Il est claire que lorsqu'on applique une certaine pression sur un matériau celui-ci va subir un changement structurale i.e. la distance interatomique diminue donc la propagation des ondes de surface est plus grande en rapprochant les atomes menant à une augmentation de V_R .

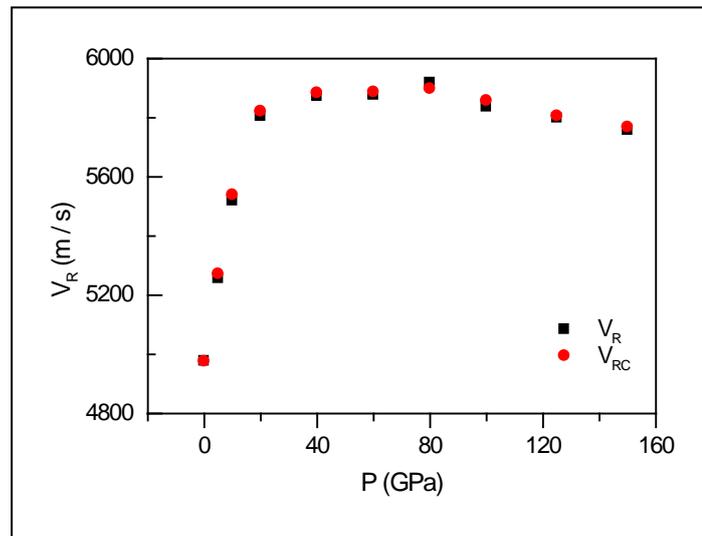


Figure III.17 : Dispersion des vitesses de Rayleigh en fonction de la pression pour MgO<110>.

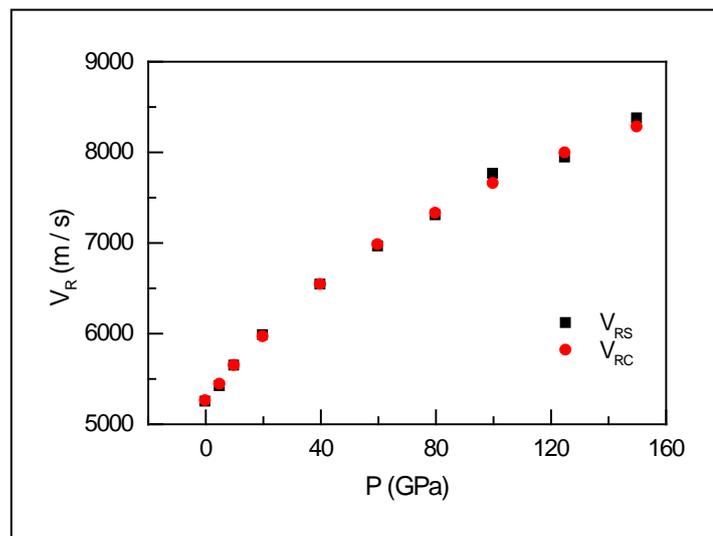


Figure III.18 : Dispersion des vitesses de Rayleigh en fonction de la pression pour MgO<111>.

III.6 CALCUL DES CONSTANTES ELASTIQUES

Connaissons les vitesses de Rayleigh pour chaque direction, nous avons pu calculer le module de Young, E, et celui de cisaillement, G, exprimés en GPa. Le tableau (3.4) regroupe les valeurs calculées par les relations suivantes :

$$E_1 = \rho V_T^2 (3V_L^2 - 4V_T^2) / (V_L^2 - V_T^2) \quad [17] \quad \& \quad E_2 = 3\rho V_R^2 \quad [18]$$

$$G_1 = \rho V_T^2 \quad [17] \quad \& \quad G_2 = 1.154 \rho V_R^2 \quad [18]$$

Tableau III.2 : Constantes élastiques pour MgO anisotrope dans les directions <100>, <110> et <111>

P (GPa)	<100>				<110>				<111>			
	E ₁	E ₂	G ₁	G ₂	E ₁	E ₂	G ₁	G ₂	E ₁	E ₂	G ₁	G ₂
0	290.0	326.9	138.8	125.8	256.8	259.0	100.2	99.6	283.2	289.1	112.9	110.7
5	321.2	345.5	142.0	132.9	293.9	297.5	116.6	114.4	310.6	318.7	125.0	121.6
10	346.8	365.2	146.2	140.5	330.2	336.7	133.1	129.5	340.9	352.2	138.9	135.5
20	385.5	391.2	154.0	150.5	381.2	389.8	154.0	150.0	394.5	411.3	163.4	159.2
40	439.2	436.0	166.0	167.7	428.2	428.7	166.0	164.9	500.7	531.7	214.8	204.4
60	473.5	461.8	174.1	177.6	460.3	454.3	174.1	174.8	594.5	640.9	262.8	245.0
80	502.6	483.9	181.8	186.1	488.9	482.9	181.8	185.8	681.7	739.7	305.3	282.8
100	519.9	496.1	185.7	190.9	506.3	488.9	185.7	188.1	767.4	840.8	350.3	332.6
125	536.6	507.0	189.6	195.0	523.4	504.2	186.6	194.0	862.8	967.2	404.8	363.4
150	552.0	518.6	193.7	199.5	539.0	515.9	193.7	198.5	948.9	1066.7	458.5	419.6

III.7 COMPARAISON DES RESULTATS DU MgO ISOTROPE ET ANISOTROPE

Afin de boucler ce travail du MgO, nous regroupons dans cette section les résultats obtenus pour les cas isotropes et anisotrope.

III.7.1 Influence de l'anisotropie et de la pression sur l'efficacité de génération

La figure (3.19) montre l'efficacité de génération du mode de Rayleigh (représentée par la hauteur du pic principal) pour le MgO isotrope et anisotrope aussi bien sans charge (Fig. 3.19a) et que sous pression maximale de 150 GPa (Fig. 3.19b).

Il est clair que la génération la plus efficace du mode de Rayleigh est obtenue pour la direction $\langle 111 \rangle$ pour le matériau aussi bien chargée que sans charge. Bien que cette efficacité reste importante bien qu'elle diminue pour les autres cas. On remarque également un glissement de la position du pic principal qui indique une variation dans la valeur de la vitesse de Rayleigh correspondante.

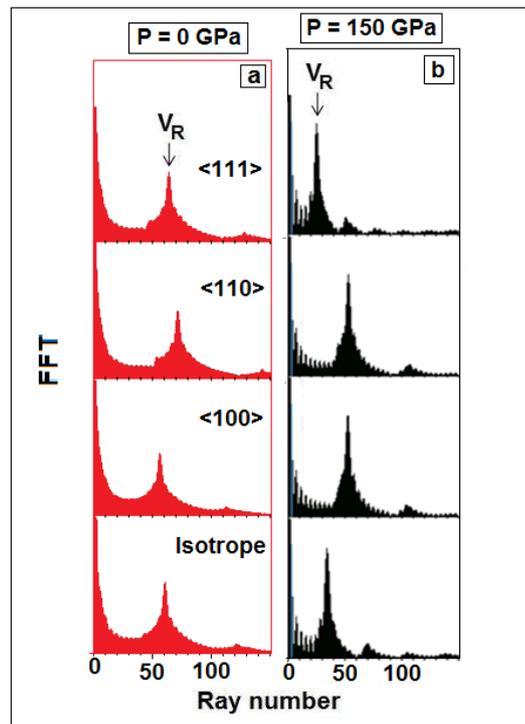


Figure III.19 : Comparaison des courbes $V(z)$ pour MgO isotrope et anisotrope.

III.7.2 Influence de la pression sur les vitesses de Rayleigh normalisées

Afin de mener une investigation comparative, nous avons calculé les vitesses de Rayleigh normalisées correspondantes aux MgO isotrope ainsi que MgO anisotrope, en utilisant la relation suivante :

$$V_{Rn} = \frac{V_R - V_{R0}}{V_{R0}} \quad (3.1)$$

Les valeurs ainsi trouvées sont regroupées dans la figure (3.20) qui illustre les variations des vitesses normalisées en fonction de la pression.

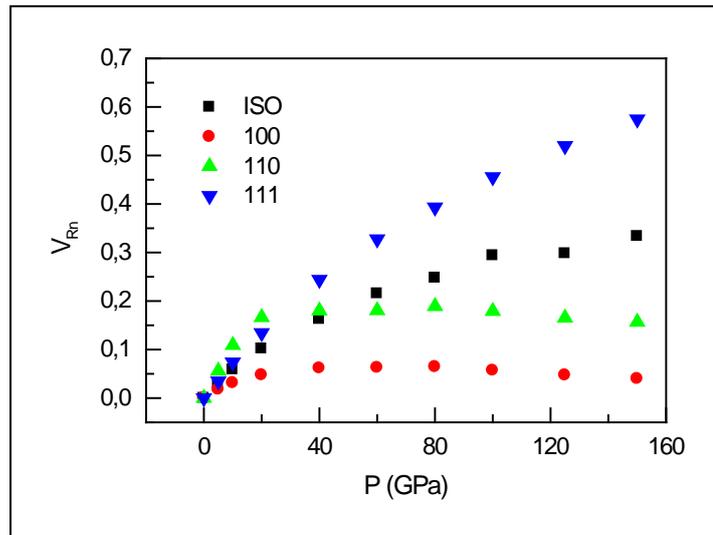


Figure III.20 : Dispersion de V_{Rn} en fonction de la pression.

Nous remarquons que:

- ✓ Pour $P < 20$ GPa, la variation normalisée des vitesses est presque la même.
- ✓ Pour $P > 20$ GPa, un écart important est produit entre les courbes de dispersion des vitesses normalisées pour les quatre cas.
- ✓ Pour les deux directions $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$, nous observons une légère diminution par rapport aux cas de la direction $\langle 111 \rangle$ et le cas isotrope.
- ✓ La valeur la plus importante correspond à la direction $\langle 111 \rangle$ qui est la plus dense.

III.8 CONCLUSION

L'influence de la pression sur les paramètres acoustiques (coefficient de réflexion, signatures acoustiques, spectres FFT et vitesses de Rayleigh) des structures eau/MgO $\langle 100 \rangle$, eau/MgO $\langle 110 \rangle$ et eau/MgO $\langle 111 \rangle$ a été étudiée dans ce chapitre. L'investigation a menée à plusieurs résultats dont les plus importants sont mentionnés ci-dessous.

- ✓ pour les coefficients de réflexion, la variation de la pression et des directions cristallographiques entraînent un changement des angles critiques des modes longitudinal, θ_L , transversal, θ_T , et celui de Rayleigh, θ_R sont évalués pour MgO $\langle 100 \rangle$, MgO $\langle 110 \rangle$ et pour MgO $\langle 111 \rangle$.

- ✓ *pour les signatures acoustiques*, nous avons trouvé, à pression nulle et faible défocalisation, les courbes de $V(z)$ possèdent la même variation. Cependant, en augmentant la pression et en changeant la direction, le période Δz montre un décalage variant de $128.2 \mu\text{m}$ pour $\langle 111 \rangle$ jusqu'à $135 \mu\text{m}$ pour MgO isotrope.
- ✓ *pour les spectres FFT*, nous avons trouvé que le mode le plus dominant est celui de Rayleigh ; la variation de la pression, pour chaque direction considérée, entraîne une variation de la vitesse de Rayleigh ; la valeur maximale correspond à $V_R = 8371 \text{ m/s}$ pour $\langle 111 \rangle$, ensuite à $V_R = 7171 \text{ m/s}$ pour MgO isotrope et $V_R = 5772 \text{ m/s}$ pour $\langle 100 \rangle$ et enfin $V_R = 5757 \text{ m/s}$ pour $\langle 110 \rangle$ à $P = 150 \text{ GPa}$.
- ✓ *Les modules élastiques* de Young, E , et de cisaillement, G , sont calculés par deux méthodes.
- ✓ *Une étude comparative* des résultats obtenus sur MgO isotrope et anisotrope est présentée à la fin de ce chapitre.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Dans cette étude, nous avons étudié l'effet de la pression sur les paramètres acoustiques du MgO, sur un intervalle de pression de 0 jusqu'à 150Gpa, (dans le cas isotrope et anisotrope) via la simulation basée sur le principe d'une méthode de contrôle non destructive c'est la microscopie acoustique.

En premier lieu, nous avons déterminé l'influence de la pression sur les propriétés acoustiques de MgO isotrope : coefficients de réflexion, les signatures acoustiques, les périodes spatiales, les impédances acoustiques, les angles d'excitations des modes de propagation, les vitesses de Rayleigh, et les constantes élastiques. Il a été montré que l'augmentation de la pression entraîne une augmentation de ces paramètres (excepte les angles d'excitation des modes).

Dans une seconde étape, nous nous sommes intéressés à l'influence de la pression sur les paramètres MgO anisotrope qui peu se résumer en ce qui suit.

- ✓ *pour les coefficients de réflexion*, la variation de la pression et des directions cristallographiques entraînent un changement des angles critiques des modes longitudinal, θ_L , transversal, θ_T , et celui de Rayleigh, θ_R sont évalués pour MgO<100>, MgO<110> et pour MgO<111>.

- ✓ *pour les signatures acoustiques*, nous avons trouvé, à pression nulle et faible défocalisation, les courbes de $V(z)$ possèdent la même variation. Cependant, en augmentant la pression et en changeant la direction, le période Δz montre un décalage variant de $128.2 \mu\text{m}$ pour $\langle 111 \rangle$ jusqu'à $135 \mu\text{m}$ pour MgO isotrope.
 - ✓ *pour les spectres FFT*, nous avons trouvé que le mode le plus dominant est celui de Rayleigh ; la variation de la pression, pour chaque direction considérée, entraîne une variation de la vitesse de Rayleigh ; la valeur maximale correspond à $V_R = 8371 \text{ m/s}$ pour $\langle 111 \rangle$, ensuite à $V_R = 7171 \text{ m/s}$ pour MgO isotrope et $V_R = 5772 \text{ m/s}$ pour $\langle 100 \rangle$ et enfin $V_R = 5757 \text{ m/s}$ pour $\langle 110 \rangle$ à $P = 150 \text{ GPa}$.
 - ✓ Les modules élastiques de Young, E , et de cisaillement, G , sont calculés par deux méthodes pour MgO isotrope et anisotrope.
 - ✓ Une étude comparative des résultats obtenus sur MgO isotrope et anisotrope est présentée à la fin de ce mémoire.
-
-

RÉFÉRENCES

INTRODUCTION GÉNÉRALE

- [1] B. B. KARKI, J L. STIXRUDE, S. J. CLARK, M.C. WARREN, G.J. ACKLAND, J and J. CRAINJ, “*Structure and elasticity of MgO at high pressure*”, American Mineralogist, **82**, 51 (1997).
- [2] B. B. KARKI and R. M. WENTZCOVITCH, “*High Pressure Lattice Dynamics and Thermo elasticity Of MgO*”, Physical Review B, **61**, 8793-8800, (1999).
- [3] M. F. ASHBY and D. R. H. JONES, ‘*Matériaux : Propriétés et Applications*’ (Dunod, Paris, 1996).
- [4] A. CARLON, G. DESROUSSEAUX, B. VIDAL et A. RENO, « *Evolution de la Granulométrie des Dépôts Discontinus d’Or sur Substrats de MgO* », Revue Phys. Appl. **24**, 93 (1989).
- [5] G. JORDAN, S. R. HIGGINS, and C. M. EGGLESTON, “*Dissolution of the périclase (001) surface: A scanning force microscope study*”, American Mineralogist, **84**, 144 (1999).

- [6] B. B. KARKI, L. STIXRUD and R. M. WENTZCOVITCH, “*High pressure Elastic properties of Major Materials of Earth’s Mantle from First Principals*”, *Reviews of Geophysics*, **39**, 4, 507, (2001).
- [7] C. BONDOUX, P. DECLERCK, P. PRENE and P. BELLEVEILLE, “*Films Minces d’Oxyde de Magnésium par Procédé Sol-Gel*”, *Matériaux* (2002).
- [8] B. LI, K. WOODY and J. KUNG, “*Elasticity of MgO to 11 GPa With an Absolute pressure scale: Implications for pressure Calibrations*”, *Journal of Geophysical Res.* **111**, B11206, doi: 10, 1029/2005JB004251, (2006).
- [9] Y. CHEN, J. B. LI, Y. S. HEN, X. Z. YANG and J. H. DAI, “*Fabrication of Decorated MgO Crystalline Fibers*”, *Materials Research Bulletin* **38**, 445 (2003).
- [10] T. UCHIDA, Y. WANG, M. RIVERS, AND S. SUTTON, “*Differential stress in MgO measured in the deformation- DIA by using high-resolution monochromatic diffraction*,” *Advanced Photon Source Activity Report 2002*, ANL-03/21 (Argonne National Laboratory, Argonne, IL, December 2003).
- [11] A. B. BELONOSHKO and L. S. DUBROVINSKY, “*A simulation study of induced failure and re-crystallization of a perfect MgO crystal under non-hydrostatic compression: Application to melting in the diamond-anvil cell*”, *American Mineralogist*, **82**, 441 (1997).
- [12] V. I. AVDEEV AND G. M. ZHIDOMIROV, “*Electronic Structure and Optical Properties of the Surface f-centers in MgO: A Theoretical Analysis by DFT Approach*”, *Journal of Structural Chemistry*. **44**, 918 (2003).
- [13] G. BILALBEGOVIAE, “*Structural and electronic properties of MgO nanotube clusters*”, *Physical Review B* **70**, 045407, (2004).
- [14] S. D. JACOBSEN, C. M. HOLL, K. A. ADAMS, R. A. FISCHER, E. S. MARTIN, C. BINA, J. LIN, V. B. PRAKAPENKA, A. KUBO and P. DERA, « *Compression of single-crystal magnesium oxide to 118 GPa and a ruby pressure gauge for helium pressure media* », *American Mineralogist*, **93**, 1823 (2008).

- [15] A. SCHLEIFE, C. RODL, F. FUCHS, J. FURTHMULLER and F. BECHSTEDT, “*Ab-Initio Studies of Electronic and Spectroscopic Properties of MgO, ZnO and CdO*”, Journal of the Korean Physical Society, **53**, 2811 (2008).
- [16] D. ALFE, “*Melting Curve of MgO from First-Principles Simulations*”, Physical Review Letters **94**, 235701 (2005).
- [17] R.A LEMONS, and C. F. QUATE, “*Acoustic Microscope-Scanning Version*”, Appl. Phys. Lett. **24**, 163 (1974).
- [18] J. ATTAL, “*L’âge adulte du Microscope Acoustique*”, La Recherche, N° **121**, 478 (1981).
- [19] A. DOGHMANE, Z. HADJOUR and F. HADJOUR, “*Nondestructive Acoustic Micro-characterisation of Heteropolysiloxanes Thin Films*”, Thin Solid Films, **310**, 203 (1997)
- [20] J. M. SAUREL, K.ALAMI, C.AMANDRIC, .DUGNE and A.GUETTE, « *Mechanical Characterization by Acoustic techniques of SiC CVD Thin films* », Conference of European Materials Research Society Strasbourg, (1989).

CHAPITRE 1

- [1] C. KITTEL, “*Introduction to Solid State Physics*” J. Wiley & Sons, New York, (1976)
- [2] J.-M. DORLOT, J.-P. BAÏLON et J. MASOUNAVE, « *Des matériaux* », Editions de l’Ecole Polytechnique de Montréal (1986).
- [3] M.F. ASHBIY, D.R.H. JONES, « *Matériaux 2 : Microstructure et mise en œuvre* », Paris ; Dunod (1991).

- [4] G.E. DIETER, Jr., “*Mechanical Metallurgy*”, Mc Graw-Hill, p. 615 New York (1961).
- [5] B. H. FLOWERS, E. MENDOZA and J. WILLEY, “*Proprieties of Matter*”, New York, (1970).
- [6] R. G. LERNER and G. L. TRIGG, “*Free Encyclopedia of Physics*”, VCH Publisher, Inc. (2009).
- [7] V. I. AVDEEV AND G. M. ZHIDOMIROV, “*Electronic Structure and Optical Properties of the Surface f-centers in MgO: A Theoretical Analysis by DFT Approach*”, Journal of Structural Chemistry. **44**, 918 (2003).
- [8] S. TRIPATHY, R.K.SONI, S.K.GHOZEL and K.P.JAIN, “*Optical properties of nano-silicon*” Bull. Mater, Sci.**24**, p.285, (2001).
- [9] B.BUSHAN (ed), “*Springer Handbook of Nanotechnology*”, (Springer, Berlin, 2004).
- [10] J. PHILIBERT, A. VIGNES, Y. BRECHET and P. COMBRADE, « *Cours de cristallographie géométrique et de radiocristallographie* », *Métallurgie, du minerai au matériau*, Masson, Direction des Etudes, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1107, (1998).
- [11] D. ALFE, “*Melting Curve of MgO from First-Principles Simulations*”, Physical Review Letters **94**, 235701 (2005).
- [12] H. BALTACHEA, R. KHENATAA, M. SAHNOUNB, M. DRIZA, B. ABBARC and B. BOUHAFS, “Full potential calculation of structural, electronic and elastic properties of alkaline earth oxides MgO, CaO and SrO”, Physica B **344**, 334–342, (2004).
- [12] T. S. DUFFY, R. J. HEMLEY, and H.-K. MAO, “Sound velocities in dense Hydrogen and the interior of Jupiter”, Phys. Rev. Lett. **74**, 1371, (1995).

- [13] A. ZERR and R. BOEHLER, “*Constraints on the melting temperature of the lower mantle from high-pressure experiments on MgO and magnesioüstite*”, *Nature* (London), 371, 506 (1994).
- [14] B. B. KARKI, J L. STIXRUDE, S. J. CLARK, M.C. WARREN, G.J. ACKLAND, J and J. CRAINJ, “*Structure and elasticity of MgO at high pressure*”, *American Mineralogist*, **82**, 51 (1997).
- [15] B. B. KARI and R. M. WENTZCIVITCH, “*High Pressure Lattice Dynamics and Thermo elasticity Of MgO*”, *Physical Review B*, **61**, 13 (1999).
- [16] C. BONDOUX, P. DEELERCK, P. PRENE, P. BELLEVEILLE, “*Films Minces d’Oxyde de Magnésium par Procédé Sol-Gel*”, *Matériaux* (2002).
- [17] G. JORDAN, S. R. HIGGINS, and C. M. EGGLESTON, “*Dissolution of the périclase (001) surface: A scanning force microscope study*”, *American Mineralogist*, Vol. **84**, pages 144–151, (1999).
- [18] M. F. ASHBY and D. R. H. JONES, ‘*Matériaux : Propriétés et Applications*’ (Dunod, Paris, 1996).
- [19] G. ALIPRANDI, « *Matériaux réfractaires et céramiques techniques* », Paris ; Editions Septima (1979)
- [20] F. JEAN-MARIE HAUSSONNE, « *Céramiques pour composants électroniques* », Techniques de l’ingénieur *Traité Electronique - E1820*, Paris. 1996.
- [21] M. COLOMBIE, « *Pratique des matériaux industriels : propriétés, choix, utilisation* », Dir. Paris, DUNOD (1990)
- [22] J.C. Chervin and J. Peyronneau, CNRS éditions, coll. « *Sciences et techniques de l’ingénieur* », 2003.

- [23] J. -L. MARTIN and A. GEORGE, « *Traité des Matériaux* », Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, (1998).
- [24] J. M. BERTHELOT, « *Matériaux composites, Comportement mécanique et Analyse des structures* », MASSON, PARIS, (1992).
- [25] H. CZICHOS, T. SAITO and L. SMITH (Eds.) “*Mechanical properties*”, in *Handbook of Materials Measurement Methods*, 283-397, (Springer 2006)
- [26] Z. HAJOUB “ *Modélisation des rayons acoustiques pour les structures non-planes et étude des caractéristiques des modes de surface. Microanalyse des matériaux pour composants à ondes et à semi-conducteurs*”, Thèse de Doctorat d’Etat, U.B.M.A., (1993).
- [27] A. BRIGGS, (ed) “*Advances in acoustic microscopy*” (Plenum, New-York, 1995)
- [28] A. KULIK, R. RICHARD, S. SATISH and G. GREMAUD, “*Acoustical Imaging*” **19**, 697 (Plenum press, NY, 1992)
- [29] I. ISHIKAWA, T. SEMBA, H. KANDA, K. KATAKURA, Y. TANI and H. SATO, “*Experimental observation of plastic deformation areas, using an acoustic microscope*”, IEEE Trans. UFFC **36**, 274 (1989)
- [30] H. A.CROSTACK, G. FSCHER and U. BELLER “*Acoustical Imaging*” **19**, 731 (Plenum Press, NY, 1992)
- [31] F. HADJOUR, Z. HADJOUR and A. DOGHMANE “*Optimisation de la Micro caractérisation Mécanique par méthodes Dynamiques*”, JMM’97 : 3èmes Journées Maghrébines sur la Mécanique, Hammam Debagh, Guelma, Algeria, *Proc. pp. 186*, (29 – 30 Avril 1997).
- [32] L. LANDINI, S. DANTARELLI, M. PANTERNI and L. VERRAZANI “*Acoustical Imaging*”, **19**, 387 (Plenum Press, N.Y, 1992).

- [33] A. DOGHMANE, Z. HADJOUB, M. DOGHMANE and F. HADJOUB “*Acoustic Investigations of Elastic Properties of Highly Porous Silicon Layers*” *Semicond. Phys. Quant. Electron. Optoelectron.* **9**, 4 (2006)
- [34] L. ADLER, “*Ultrasonic spectroscopy*” in “*Evaluation of materials and structures by quantitative ultrasonic’s*” edited by Achenbach (Springer, NY, 1993).
- [35] R.A LEMONS, and C. F. QUATE, “*Acoustic Microscope-Scanning Version*”, *Appl. Phys. Lett.* **24**, 163 (1974).
- [36] J. ATTAL, “*L’âge adulte du Microscope Acoustique*”, *La recherche*, **121**, 478 (1981).
- [37] F. AUGEREAU, G. DESPEAUX « *Microstructure des matériaux par Microscopie Acoustique et Mesure Locale non Destructive des Parametres Mécaniques Application à l’étude de l’endommagement de l’acier inoxydable 304L* », *Matériaux & Techniques* **3-4**, 17, (2000).
- [38] J. KUSHIBIKI, T.UEDA and N.CHUBACHI, “*Determination of constants by using LFB Acoustic Microscope*”, in *IEEE Ultrason, Symp. Proc.* VOL.2, pp.817, (1987).
- [39] T. MIHARA and M. OBATA, “*Elastic Constant Measurement by using LFB Acoustic Microscope*”, *experimental Mech.*, **32**, 30 (1992).
- [40] J. KUSHIBIKI, T.I. SHIKAWA, and N. CHUBACHI, “*Cut-off Characteristics of Leaky Sezawa and Pseudo- Sezawa wave Modes for Thin-Film Chracterisation*”, *Appl Phys. Lett*, **57**, 1967 (1992).
- [41] M. MENDIK, S.SATHISH, A.KULIK, G.GERMAND AND P.WACHTER, “*Surface Acoustic wave studies on Angle Crystal Nickel Using Brillouin, Scattering and Acoustic Microscope*”, *Appl. Phys*, **71**, 2830 (1992).
- [42] J. OKIN, J. D. ACHAMBACH, P.B.MIRKARINI, M.SHINN and S.A.BARNET, “*Elastic constants of single-Crystal Transition Metal Nitride Films Measured by LFB Acoustic Microscopy*”, *J. Appl. Phys.* **72**, 1805, (1992).

- [43] J.OKIN, J.D. ACHAMBACH, P.B.MIRKARINI and S.A.BARNET, "Acoustic Microscopy measurement of the elastic properties of TiN Superlattices", Phys. Rev. Vol. B **48**, 1726 (1993).
- [44] D. LAUX, G. DESPEAUX, D. BARON and J. SPINO, « *Mechanical characterization of irradiation Fuel Materials with Local Ultrasonic Methods* », Actes de la 7^{ème} conference international sur les combustibles CANDU, Kingston Ontario, Canada, 23-27 September, (2001).
- [45] A.BRIGGS, « *Acoustic Microscopy* » Calrendron, Oxford, (1992).
- [46] A.DOGHMANE, Z.HADJOURB and F.HADJOURB, "Nondestructive Acoustic Micro-characterisation of Heteropolysiloxanes Thin Films", Thin Solid Films, **310**, pp. 203 (1997).
- [47] J. M. SAUREL, K.ALAMI, C.AMANDRIC, .DUGNE and A.GUETTE, « *Mechanical Characterization by Acoustic technics of Sic CVD Thin films* », Conference of European Materials Research Society Strasbourg, (1989).
- [48] J. KUSHIBIKI and N. CHUBACHI, "Material Characterization by LFB Acoustic Microscopy", IEEE Transonic and Ultrasonic, **32**, 189 (1985).

CHAPITRE 2

- [1] B. H. FLOWERS and E. MENDOZA, « *Properties of matter* », ed. John Willey, New York, (1970)
- [2] S. AMELO, A. V.GOLDADE, U. RABE, V. SCHERER, B. BHUSHAN and W.ARNOLD, "Measurements of Elastic Properties of Ultra-thin Diamond-like Carbon Coating Using Atomic Force Acoustic Microscopy", Thin Solid Films, **392**, 75, (2001).

- [3] A. BRIGGS, “*Acoustic Microscopy*”, (Clarendon Press, Oxford, 1992).
- [4] H. UBERALI, “*Surface wave in Acoustic*”, in *Physical Acoustics Principals and Method*, (ed. Masson, W. and Thurson, R. N.), Academic Press, (1970).
- [5] Z. HAJOUB “*Modélisation des rayons acoustiques pour les structures non-planes et étude des caractéristiques des modes de surface. Microanalyse des matériaux pour composants à ondes et à semi-conducteurs*” Thèse de Doctorat d’Etat, UBMA, (1993)
- [6] H. K. WICKRAMASINGHE, “*Contrast and Imaging Performance in the Scanning Acoustic Microscopy*”, *J. Appl. Phys.*, **50**, 664 (1979).
- [7] M. DOGHMANE, F. HADJOUR, A. DOGHMANE & Z. HADJOUR, “*Quantification of pressure effects on MgO mechanical properties*” in *Proceedings 5th Edward A. Bouchet Inter. Conf. on Phys.s & High Techn.*, Tunisia, pp. 95, (2003).
- [8] I. A. VIKTOROV, “*Rayleigh and Lamb Waves*”, (Plenum Press, N. Y. 1967)
- [9] Z. HADJOUR, I. TOUTI, M. DOGHMANE and A. DOGHMANE “*Applications of negative velocity dispersion curves to the dissociation of layer elastic characteristics from those of substrates*”, *C. R. Phys.* **9**, 903 (2008).
- [10] Z. HADJOUR, I. BELDI and A. DOGHMANE “*Origin and Quantification of Anomalous Behaviour of Rayleigh Velocity Dispersion Curves for Layer Stiffening Effect*” *C. R. Phys.* **8**, 948 (2007).
- [11] I. AL-SURAYHI, A. DOGHMANE and Z. HADJOUR “*Investigation of Ag Doping Effects on Na_{1.5}Co₂O₄ Elastic Parameters*” in: *Damage and Fracture Mechanics*, edited by Boukharouba *et al.* pp. 415 (Springer Verlag, 2009).
- [12] R. B. KARKI, J L. STIXRUDE, S.J. CLARK, M.C. WARREN, G.J. ACKLAND, J and J. CRAINJ, “*Structure and elasticity of MgO at high pressure*”, *American Mineralogist*, **82**, 51, (1997).

- [13] A. ATALAR, H. KOYMEN, A. BOZKURT, and G. YARALIOGLU, ‘*Lens Geometries for Quantitative Acoustic Microscopy*’ in *Advances in Acoustic Microscopy*, **1** edited by: A. Briggs. Plenum Press, New York, (1995).
- [14] A. BRIGGS (ed.) “*Advances in Acoustic Microscopy*”, (Plenum Press New York), (1995)
- [15] P. V. ZININ in ‘*Handbook of Elastic Properties of Solids, Liquids and Gases vol.1*’ edited by: LEVY, Bass and Stern (Academic Press, pp.187, N. Y. 2001)
- [16] LESUEUR, « *Rayonnement acoustique des structures* », EYROLLES, Paris, (1988).
- [17] C.J.R.SHEPPARD and T.WILSON,” *Effects of high angles of Convergence on $V(z)$ in the scanning acoustic microscope*”, J. Appl. Phys. Lett. **38**, 858, (1981).
- [18] A. RAMDANI, F. AUGEREAU et G. Despaux, « *Etude de l'efficacité des modes de Lamb dans la signature acoustique $V(z)$ d'une couche mince par la théorie de la résonance* », J. Phys. III France **6**, 571 (1996).
- [19] J. KUSHIBIKI and N. CHUBACHI,” *Material Characterization By Line Focus Beam Acoustic Microscope*”, IEEE Sonics Ultrasound, **SU-32**, 189, (1985).
- [20] I. TOUATI, Z. HADJOUR et A. DOGHMANE, “ *Investigation Of Elastic Properties Of Al_2O_3 Layers on SiC Substrate Via Acoustic Microscopy*” Phys .Chem. News **27**, 26 (2006).
- [21] A. BRIGGS “*An Introduction to Scanning Acoustic Microscopy*”, Royal society Handbook, **12** Oxford Press, Oxford, (1985).
- [22] H. UBERALL, “*Physical Acoustics*”, Warren P. Masson, New York et London, (1973).
- [23] E. DIEULESAINT and D. ROYER, « *Ondes Élastiques dans les Solides : Application au Traitement du Signal* », Masson et Cie (1974).

- [24] F. SHENA, W. TANA, Y. ZHAOC et T. MASUOKAD, “*The Rayleigh-Stokes Problem for a Heated Generalized second grade fluid with fractional derivative model*”, *Nonlinear Analysis, Real world Applications* **7**, 1027, (2006).
- [25] CHAI WAH WU, On “*Rayleigh-Ritz Rations of generalized Laplacien Matrix of directed Graphs*”, *Linear Algebra and Its applications* **402**, 207 (2005).
- [26] D. ROYER et E. DIEULESAINT, “*Ondes élastiques dans les solides*” tome 2, Masson, (1999).
- [27] I. A. VIKTOROV, “*Surface acoustic waves in solids*”, Moscow: Nauka, (1981).
- [28] M. DOGHMANE, F. HADJOUR, Z. HADJOUR and A. DOGHMANE “*Approaches for Evaluating Young’s and Shear Moduli in Terms of a Single SAW Velocity via the SAM Technique*” *Mater. Lett.* **61**, 813 (2007).
- [29] M. DOGHMANE, F. HADJOUR, Z. HADJOUR and A. DOGHMANE “*Prediction of Elastic Moduli via simple expression derivation of Single Mode SAW Velocity*” *J. Phys. IV*, **124**, 341 (2005)

CHAPITRE 3

- [1] S. TRIPATHY, R.K.SONI, S.K.GHOZEL and K.P.JAIN, “*Optical properties of nano-silicon*” *Bull. Mater, Sci.***24**, p.285, (2001).
- [2] B. BUSHAN(ed), “*Springer Handbook of Nanotechnology*”, (Springer, Berlin, 2004).
- [3] T. UCHIDA, Y. WANG, M.L. RIVERS and S.R. SUTTON, “*Anisotropy in MgO Measured in the Deformation-DIA by using High-resolution Monochromatic Diffraction*”, Consortium for Advanced Radiation Sources, The University of Chicago, Chicago, IL, U.S.A.

- [4] R. B. KARKI, J L. STIXRUDE, S.J. CLARK, M.C. WARREN, G.J. ACKLAND, J and J. CRAINJ, “*Structure and elasticity of MgO at high pressure*”, American Mineralogist, Vol. **82**, pages 51-60, (1997).
- [5] A. BRIGGS, “*Acoustic Microscopy*”, pp. 90 (Clarendon Press, Oxford, 1992).
- [6] E. DIEULESAINT and D. ROYER, “*Ondes Elastiques Dans Les Solide Tome 1 : Propagation libre et guidée*”, Masson, 1996
- [7] M. DOGHMANE, F. HADJOUR, A. DOGHMANE and Z. HADJOUR, “*Approaches for evaluating Young’s and Shear moduli in terms of a single SAW via the SAM technique*”, Material letters **61**, 813 (2007).
- [8] Z. HADJOUR “*Modélisation des rayons acoustiques pour les structures non-planes et étude des caractéristiques des modes de surface. Microanalyse des matériaux pour composants à ondes et à semi-conducteurs*”, Thèse de Doctorat d’Etat, UBMA, (1993)
- [9] I. TOUATI, Z. HADJOUR et A. DOGHMANE, “*Investigation Of Elastic Properties Of Al₂O₃Layers on SiC Substrate Via Acoustic Microscopy*” Phys .Chem. News **27**, 26 (2006).
- [10] A. BRIGGS “*An Introduction to Scanning Acoustic Microscopy*”, Royal society Handbook, 12 Oxford Press, Oxford, (1985).
- [11] P. NAVI, « *Propriétés Acoustiques des Matériaux*», Presses Polytechniques et universitaires romandes, (2006).
- [12] P. V. ZININ in ‘*Handbook of Elastic Properties of Solids, Liquids and Gases vol.1*’ edited by: LEVY, Bass and Stern (Academic Press, pp.187, N. Y. 2001)
- [13] A. BRIGGS, (ed) “*Advances in acoustic microscopy*” (Plenum, New-York, 1995)
- [14] J. KUCHIBIKI and N. CHUBACHI, « *Material Characterization By Line focus beam Acoustic Microscope* », IEEE Sonics Ultrasound, **SU-32**, 189, (1985).

-
- [15] B. A. Auld, "*Acoustic Fields and Waves in Solids*", John Wiley, New York, (1973).
- [16] H. UBERALL, «*Surface Waves in Acoustics* », *In Physical Acoustics principals and Methods*”, ed. Masson, W. and Thurston, P.N, pp 1-57, Academic Press, (1970).
- [17] E. DIEULESAINT and D. ROYER, « *Ondes Élastiques dans les Solides : Application au Traitement du Signal*», Masson et Cie (1974).
- [18] M. DOGHMANE, F. HADJOUR, Z. HADJOUR and A. DOGHMANE "*Prediction of Elastic Moduli via simple expression derivation of Single Mode SAW Velocity*" J. Phys. IV, **124**, 341 (2005).