مقراطي بة الشعبي له الدي زائريا وري وزارة التمسعلب

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

#### BADJI MOKHTAR UNIVERSITY UNIVERSITE BADJI MOKHTAR

Année 2019

Faculté des Sciences Département de Physique

Thèse

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de

#### **DOCTORAT EN SCIENCES**

Thème :

## Utilisation des techniques acoustiques pour l'optimisation d'un système multicouche des matériaux supraconducteurs

**Option : Physique des matériaux et applications** 

Par

Nawal SAYOUD

Directeur de thèse :

Amar. BOUDOUR

Pr. U. Annaba

**Devant le jury :** 

Président du Jury : Examinateurs : Ali GASMI Ali HAFS Kamel KHOUNFAIS Rahima BOULECHFAR Pr. U. Annaba MCA. U. Taref MCA. U. Skikda Pr. U. Skikda

## REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au "Laboratoire d'Elaboration et d'Analyse des Matériaux" (LEAM), Faculté des Sciences, Département de physique à l'Université Badji Mokhtar-Annaba. Je tiens à remercier son directeur Mr Mostepha BENCHIHEUB, pour m'avoir accueillie au laboratoire et m'a permis de travailler dans de bonnes conditions qui m'ont incité à m'investir pleinement.

Tout d'abord, je tiens à remercier tout le personnel de ce laboratoire, en particulier Messieurs les professeurs Youcef BOUMAIZA et Soliman BELKAHLA.

Je suis tout particulièrement reconnaissante à Monsieur le professeur Amar BOUDOUR d'avoir accepté de suivre mon travail de thèse. Je le remercie pour son encadrement, pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail, pour son assistance, ses conseils et sa compréhension, pour sa disponibilité et sa sollicitude tout au long de ce travail. Je salue son esprit critique et ses encouragements qui m'ont permis de mener à bien ce travail de thèse.

Mes remerciements vont également à Monsieur Ali GASMI, professeur à l'Université de Annaba, pour l'honneur qu'il me fait en présidant mon jury. Je l'assure ici de ma profonde reconnaissance pour ses encouragements.

J'adresse mes chaleureux remerciements aux membres du jury, Ali HAFS, kamel KHOUNFAIS et Rahima BOULECHFAR qu'ils trouvent ici ma gratitude pour avoir accepté d'être des examinateurs de ma thèse et pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail et les critiques qu'ils ont apportés.

J'exprime ma profonde reconnaissance et mes remerciements à toutes les personnes que je n'ai pas citées et qui m'ont aidée à entreprendre et à réaliser ce travail de thèse que ce soit de près ou de loin.

Enfin, je tiens à remercier également Allah qui m'a sauvegardé et m'a permis d'atteindre ce stade.

## Abstract

This work concerns the characterization of massive and multilayer superconducting systems by acoustic and Non Destructive Testing techniques (NDT). We studied the characterization of a number of superconducting materials (YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub>, PrBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub>, DyBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub>, HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> and Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub>). The study is based on the simulation of the acoustic signal received by the acoustic microscope in reflection mode when exploring a bare or coated material. This exploration of the simulated signal allowed us to determine the variation in the reflection coefficient R ( ) of the exciter acoustic wave of the materials studied as a function of different parameters such as: coupling liquid, porosity (p), concentration (x) and temperature (T). This reflection coefficient R ( ) will allow us to deduce their longitudinal (V<sub>L</sub>), transverse (V<sub>T</sub>) and Rayleigh (V<sub>R</sub>) velocities. In addition and for coated materials, we also determined the variations of this coefficient according to the thickness of the coating layer (d). Finally, from the analysis of the reflection coefficient R ( ) and the acoustic signature V (z) we were able to determine the variations in the elastic properties of the materials considered (bare and coated): the Young's modulus (E), the shear modulus (G) and the Poisson's ratio ( ).

#### Key words:

Acoustic microscopy, Non Destructive Testing (NDT), acoustic waves, reflection coefficient R(), acoustic signature V(z), coating, Rayleigh velocity ( $V_R$ ), elastic properties, superconducting materials, porosity (p) and temperature (T).

## Résumé

Le présent travail traite de l'étude des systèmes massifs et multicouches supraconducteurs par des techniques acoustiques et contrôle non destructif (CND). La caractérisation de certains matériaux supraconducteurs (YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>., PrBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>., DyBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>., HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>. et Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub>) a été étudiée. L'étude se base sur la simulation du signal acoustique reçu par le microscope acoustique à réflexion lors de l'exploration d'un matériau nu ou revêtu. Cette exploration du signal simulé permet de définir la variation du coefficient de réflexion R() en fonction de l'angle d'incidence () de l'onde acoustique excitatrice de ces matériaux, pour différents paramètres tel que le liquide de couplage, la porosité (P), la concentration (x) et la température (T), et de déterminer leurs vitesses longitudinale (V<sub>L</sub>), transversale (V<sub>T</sub>) et de Rayleigh (V<sub>R</sub>). Par ailleurs, pour les matériaux revêtus, les variations du coefficient de réflexion de réflexion R( ) et de la signature acoustique V(z) ont permis de déterminer les variations des propriétés élastiques des matériaux considérés (nus et revêtus) : le module de Young (E), le module de cisaillement (G) et le coefficient de poisson ().

#### Mots clés :

Microscopie acoustique, Contrôle Non Destructif (CND), ondes acoustiques, coefficient de réflexion R(), signature acoustique V(z), revêtement, vitesse de Rayleigh ( $V_R$ ), propriétés élastiques, matériaux supraconducteurs, porosité (p) et température (T).

يتطرق هذا العمل إلى دراسة مجموعة المواد فائقة الناقلية في حالة طبقات على شكل رقائق أو ذات سمك كبير باستعمال تقنية الأمواج الفوق صوتية والمعالجة غير هدامة لهذه المواد. لقد قمنا في هذا العمل بدراسة وصفية لبعض المواد الفائقة الناقلية تتمثل فيما يلي: ( -Bi2Sr2Cu<sub>3</sub>O7 - PrBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O7 - PrBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O7 - PrBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O7 - VBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O7 - DyBa<sub>2</sub>Cu<sub>2</sub>Oy - BrBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O7 - PrBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O7 - VBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O7 - Bi2Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>Oy - Cacu<sub>2</sub>Oy - Bi2Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>Oy - Cacu<sub>2</sub>Oy - Cacu<sub>2</sub>Oy

للمواد الفائقة الناقلية المدروسة المغطاة وغير المغطاة، مثل معامل يونغ (E) (G) ().

#### المفاتيح:

المجهر الصوتي، المعاينة غير هدامة (CND)، الأمواج الصوتية، معامل الانعكاس ( )R، الإشارة الصوتية (V(z) المواد المواد الفائقة الناقلية، المسامية (p) (T).

## TABLE DES MATIERES

## Introduction Générale

Introduction	générale	. 2
--------------	----------	-----

## Chapitre I

Introduction Générale sur les Supraconducteurs
I- INTRODUCTION GENERALE SUR LES SUPRACONDUCTEURS
I-1 INTRODUCTION
I-2 DEFINITION
I-3 HISTORIQUE
I-4 CARACTERISTIQUES DES SUPRACONDUCTEURS
I-4.1 La Température Critique Tc9
I-4.2 La résistivité nulle
I-4.3 Le champ critique
I-4.4 Le courant critique12
I-4.5 Effet Meissner
I-4.6 Longueurs Caractéristiques
I-5 DIFFERENTS TYPES DE SUPRACONDUCTEURS
I-5.1 Critères de classement
I-5.1 Critères de classement       14         I-5.2 Les supraconducteurs de type I       14         I-5.3 Les supraconducteurs de type II       15         I-6 LES VORTEX       16         I-6.1 Grandeurs caractéristiques d'un vortex       17         I-7 LES MODELES THEORIQUES       18
I-5.1 Critères de classement       14         I-5.2 Les supraconducteurs de type I       14         I-5.3 Les supraconducteurs de type II       15         I-6 LES VORTEX       16         I-6.1 Grandeurs caractéristiques d'un vortex       17         I-7 LES MODELES THEORIQUES       18         I-7.1 Théories phénoménologiques       18         a) Théories des frères London       18         b) Théorie de Ginzburg et Landau       19         c) Théorie B.C.S et les phonons       20
I-5.1 Critères de classement14I-5.2 Les supraconducteurs de type I14I-5.3 Les supraconducteurs de type II15I-6 LES VORTEX16I-6.1 Grandeurs caractéristiques d'un vortex17I-7 LES MODELES THEORIQUES18I-7.1 Théories phénoménologiques18a) Théories des frères London18b) Théorie de Ginzburg et Landau19c) Théorie d'Abrikosov19d) La théorie B.C.S et les phonons20I-8 SURFACE CRITIQUE21
I-5.1 Critères de classement       14         I-5.2 Les supraconducteurs de type I       14         I-5.3 Les supraconducteurs de type II       15         I-6 LES VORTEX       16         I-6.1 Grandeurs caractéristiques d'un vortex       17         I-7 LES MODELES THEORIQUES       18         I-7.1 Théories phénoménologiques       18         a) Théories des frères London       18         b) Théorie de Ginzburg et Landau       19         c) Théorie B.C.S et les phonons       20         I-8 SURFACE CRITIQUE       21         I-9 CLASSES DES SUPRACONDUCTEURS       22

I-9.2 Supraconducteurs non conventionnels	
I-10 JONCTION JOSEPHSON	
I-10.1 Effet tunnel	24
I-10.2 Effet Josephson	24
a) Types d'effet Josephson	
i- Effet Josephson continu	
ii- Effet Josephson alternatif	25
I-11 APPLICATIONS DES SUPRACONDUCTEURS	
I-11.1 Applications dans le domaine du transport	
I-11.2 Applications médicales	
I-11.3 Applications militaires	
I-11.4 La supraconductivité pour le stockage et le transport d'énergie	

## Chapitre II Propriétés Acoustiques

I-12 Conclusion	
II-1 INTRODUCTION	
II-2 ELEMENTS DU MICROSCOPE ACOUSTIQUE (SAM)	
<ul> <li>II-2.1 La partie acoustique</li> <li>a) Le transducteur</li> <li>b) La ligne à retard</li> <li>c) La lentille acoustique</li> <li>d) Le liquide de couplage</li> </ul>	
II-2.2 La partie électronique	
II-2.3 La partie mécanique II-2.4 La partie imagerie	
II-3 PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT	
II-4 AVANTAGES DU S.A.M	
II-5 LES DIFFERENTS MODES DE PROPAGATION	
<ul><li>II-5.1 Les ondes de volume</li><li>a) Le mode longitudinal</li><li>b) Le mode transversal</li></ul>	
<ul><li>II-5.2 Les ondes de surface</li><li>a) Ondes de Rayleigh</li><li>b) Onde de Lamb</li></ul>	
II-6 LES CARACTERISTIQUES D'ELASTICITE	

<ul><li>d) Le coefficient de Poisson</li><li>e) La constante de Lamé</li></ul>	40 40
II-7 LE POUVOIR REFLECTEUR	40
<ul> <li>II-7.1 Le modèle de Brekhovskikh</li></ul>	41 41 43 43 43
II-8 LA SIGNATURE ACOUSTIQUE V(Z)	45
II-8.1 Modèle des raies	45
II-8.2 Bases du modèle utilisé	47
<ul> <li>II-8.3 Traitement numérique de V(z)</li> <li>a) La soustraction de la réponse de la lentille</li> <li>b) La transformée de Fourier rapide (FFT)</li> <li>c) Le fenêtrage</li> </ul>	47 47 48 49
II-9 LA POROSITE	50
II-10 LA TEMPERATURE ET LES PROPRIETES MECANIQUES DES MATERIAUX SUPRACONDUCTEURS	51
II-10.1 Modèle de Watchman	51
II-10.2 Modèle de Varshni	51
II-10.3 Modèle de Laakad	51
II-11 Conclusion	52

## Chapitre III Résultats et Discussions

III-1 INTRODUCTION	. 59
III-2 ETUDE DU SYSTEME-LIQUIDE-SUBSTRAT	. 59
III-2.1 Calcul des vitesses des modes de propagation des matériaux massifs (liquide- substrat) à partir de R()	. 61
<ul><li>III-2.2 Etude quantitative (à partir de la signature acoustique V(z))</li><li>a) Analyse des résultats de calcul obtenus à 600MHz</li></ul>	. 62 . 62
III-2.3 Calcul des modules élastiques	64
III-2.4 Le Choix du liquide de couplage	64
III-3 RELATION ENTRE LA VITESSE DE RAYLEIGH ET LA TEMPERATURE DANS UN MILIEU POREUX ET NON POREUX	5 . 66
III-3.1 Variation du coefficient de réflexion $R()$ en fonction de la température du Bi2212 pour (p = cte)	2 . 67
III-3.2 Variation du coefficient de réflexion $R()$ en fonction de la porosité dans le Bi221 pour (T = cte)	2 .68

III-3.3 Variation des propriétés élastiques en fonction de la température
III-4 Influence du paramètre x de la concentration sur les paramètres mécaniques d'un matériau supraconducteur poreux et non poreux
III-4.1 Etude du système Eau-DyBa <sub>2-x</sub> Sr <sub>x</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-</sub> avec (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6)76
III-4.2 Variation des vitesses des modes de propagation en fonction du paramètre de la concentration (x)
III-4.3 Variation des modules élastiques en fonction de la concentration (x)
III-4.4 Etude du système Eau-DyBa <sub>2-x</sub> Sr <sub>x</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-</sub> poreux avec (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) 80 a) Effet de la porosité sur les propriétés élastique du DyBa <sub>2-x</sub> Sr <sub>x</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-</sub> avec (x = 0, x = $0.3$ et x = $0.6$ )
III-5 ETUDE DU SYSTEME LIQUIDE-COUCHE-SUBSTRAT
III-5.1 Pouvoir réflecteur R ( ) du système Eau-DyBa <sub>2-x</sub> Sr <sub>x</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-</sub> -HoBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-</sub> (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) en fonction de l'épaisseur
III-5.2 Courbe de dispersion des vitesses du système $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$ -Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$ avec (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) en fonction de l'épaisseur
III-5.3 Variation de E, G et L du système $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$ -Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$ avec (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) en fonction de l'épaisseur
III-6 ETUDE DU SYSTEME : LIQUIDE-COUCHE POREUSE-SUBSTRAT
III-6.1 Variation du coefficient de réflexion et de la signature acoustique
III-3 Conclusion
Conclusion Générale

Annexe A : Publication 1

Annexe B : Publication 2

## Liste des Tableaux

## Chapitre -I-

Tableau I.1: 7	<b>Fempérature</b>	critique pour	quelques m	atériaux supi	raconducteurs	[10] 10
----------------	--------------------	---------------	------------	---------------	---------------	---------

## Chapitre -II-

Tableau II 1: Caractéristiques	de quelques couplants [21]	
Tableau II 2: Les fenêtres de j	pondération et leur fonction [7]	

## Chapitre -III-

## Liste des Figures

## Chapitre –I-

igure I.1: Volume critique
igure I.2: Courbe de résistance en fonction de la température
<b>igure I.3:</b> Évolution des températures critiques des principaux matériaux supraconducteurs.
'igure I.4: Variation de la résistivité en fonction de la température d'un supraconducteur11
igure I 5: Variation du champ critique en fonction de la température12
igure I.6: Diamagnétisme parfait des supraconducteurs (Effet Meissner)
<b>igure I. 7:</b> Evolution du champ généré par un supraconducteur de type I en fonction du
hamp extérieur appliqué
igure I. 8: Evolution du champ magnétique généré par un supraconducteur de type II 16
igure I.9: Schéma d'un vortex
igure I.10: Quelques phases du réseau de vortex dans le composé Bi <sub>2</sub> Sr <sub>2</sub> CaCu <sub>2</sub> O <sub>8</sub> 17
igure I.11: Mécanisme de formation des paires de Cooper
igure I.12: Diagramme de phases critique
igure I.13: La jonction Josephson (S-I-S)
igure I.14: Relation entre courant et tension au sein d'une jonction Josephson
igure I.15: Effet Josephson
<b>'igure I.16:</b> La lévitation magnétique
<b>'igure I.17:</b> Un train à lévitation

## Chapitre -II-

Figure II.1: Schéma du capteur acoustique focalisé	34
Figure II.2: Schéma bloc du microscope acoustique	36
Figure II. 3: Schéma du capteur et des trajets acoustiques en réflexion	37
Figure II. 4: Ondes de Rayleigh	38
Figure II. 5: Onde de Lamb	38
Figure II. 6: Coefficient de réflexion du système eau-YBCO et eau-PBCO [1].	41
Figure II. 7: Réflexion et transmission à l'interface Liquide – Solide.	42
Figure II. 8: Propagation des ondes acoustiques dans le système liquide-couche-substrat.	.43
Figure II. 9: Organigramme de traitement des données du pouvoir réflecteur R()	44
Figure II. 10: Signature acoustique V(z) des composés YBCO (a) et PBCO (b) massif [1].	45
Figure II. 11: Différents trajets des rayons acoustiques pour $z = 0$	46
Figure II. 12: Différents trajets des rayons acoustiques pour z 0	46
Figure II. 13: Exemple d'un spectre de FFT obtenu à partir de la courbe V(z) [1, 33]	48
Figure II. 14: Organigramme de traitement des données de la signature acoustique V(z)	49
Figure II. 15: Signature acoustique V(z) du silicium poreux à 600MHz et pour différents t	taux
de porosité [58]	50
Figure II. 16: Variation du module de Young en fonction de la température pour le matéri	au
supraconducteur Y123 [70].	52

## Chapitre -III-

Figure III 1: Coefficient de réflexion du système Eau / Y123.	60
Figure III 2: Coefficient de réflexion du système Méthanol / Pr123	60
Figure III 3: Coefficient de réflexion du système Eau / Dy123.	60
Figure III 4: Coefficient de réflexion du système Méthanol / Bi2212.	61

Figure III 5: Coefficient de réflexion du système Eau / Ho123.	61
Figure III 6: Signature acoustique V(z) de l'Y123 et sa FFT	62
Figure III 7: Signature acoustique V(z) de Pr123 et sa FFT.	63
Figure III 8: Signature acoustique V(z) de Dy123 et sa FFT.	63
Figure III 9: Signature acoustique V(z) de Bi2212 et sa FFT.	63
Figure III 10: Signature acoustique V(z) de Ho123 et sa FFT.	64
Figure III 11: Coefficient de réflexion de Ho123 pour différents liquides de couplage	65
Figure III 12: Signature acoustique de Ho123 et sa FFT pour différents liquides de coupla	ge.
$\mathbf{F}_{i}$ , $\mathbf{H}_{i}$ , $\mathbf{I}_{i}$ , $I$	65
<b>Figure III 13:</b> Dispersion des vitesses transversale et longitudinale du Bi2212 en fonction la terren fraction $T(K)$ many $n = 0.22$ at $E = (0.0)$ MHz. Complete Méthemel	de
Ta temperature $I(K)$ pour $p = 0.32$ et $F = 600$ MHz, Couplant: Methanol	00 du
Figure III 14: Variation du coefficient de reflexion K() en fonction de la temperature P(2212 (n - 0, n - 0.22  st n - 0.5) E = 600 MHz. Couplant: Máthanal	au 67
Bi2212 ( $p = 0, p = 0.52$ et $p = 0.5$ ), $F = 600$ MHZ, Couplant: Methanol	0/ du
Figure III 15: Signature acoustique $V(z)$ et sa FF1 en fonction de la temperature $T(K)$	
<b>Bi</b> $_{2212}$ (P = 0).	0/ du
Figure III 10: Signature acoustique $V(Z)$ et sa FF1 en fonction de la temperature $T(K)$ B:2212 (D = 0.22)	
<b>Eigune III 17:</b> Signature acoustique $V(z)$ at as FET on fonction do la température $T(K)$	00 du
Figure III 17: Signature acoustique $V(Z)$ et sa FF1 en fonction de la temperature $T(K)$ B:2212 (D = 0.5)	uu 69
DI2212 ( $P = 0.5$ ).	00
<b>Figure III 16:</b> Variation du coefficient de reflexion K() en fonction de la porosite du $B122$ T = 10V, E = 600 MHz, Couplent: Méthanol	212 60
I = 10K, $F = 000$ MHZ, Couplant. Methanol	09
<b>Figure III 17.</b> Variation du coefficient de reflexion $K(-)$ en fonction de la porosite du Di22 T = 200K E = 600 MHz. Couplant: Máthanol	60
$\mathbf{F} = 200\mathbf{K}$ , $\mathbf{F} = 000$ MHz, Couplant. Methanol Figure III 20: Variation du coefficient de réflevion $\mathbf{R}(\cdot)$ en fonction de la porosité du Bi22	)12
T = 295K $E = 600 \text{ MHz}$ Couplant: Méthanol	60
$\mathbf{F} = 275 \mathbf{K}, \mathbf{F} = 000 \text{ MHz}, \text{ Couplant. Methanol. }$	de
<b>Figure III 21.</b> Signature acoustique $V(Z)$ et sa 11 1 du Dizziz pour différences valeurs porosité à 10K	uc 70
<b>Figure III 22:</b> Signature acoustique $V(z)$ et sa FFT du Bi2212 pour différentes valeurs	de
porosité à 200K	70
<b>Figure III 23:</b> Signature acoustique $V(z)$ et sa FFT du Bi2212 pour différentes valeurs	de
porosité à 295K	70
<b>Figure III 24:</b> Dispersion de la vitesse de Ravleigh en fonction de la température po	our
différents taux de porosité.	71
Figure III 25: Vitesse transversale calculée par la relation (III.3)	72
Figure III 26: Variation du module de Young (E) en fonction de la température	72
Figure III 27: Variation du module de Cisaillement (G) en fonction de la température	73
Figure III 28: Variation du module de Volume (B) en fonction de la température	73
Figure III 29: Variation du module Longitudinal (L) en fonction de la température	74
Figure III 30: Variation du module de Young (E) en fonction de la température selon	le
modèle de Varshni pour le matériau Bi-Pb-2223 [22].	74
Figure III 31: Variation du module de Cisaillement (G) en fonction de la température sel	lon
le modèle de Varshni pour le matériau Bi-Pb-2223[22].	75
Figure III 32: Variation du module de volume (B) en fonction de la température selon	le
modèle de Varshni pour le matériau Bi-Pb-2223 [22].	75
Figure III 33: Variation du module et de la phase de du matériau DyBa2-x SrxCu3O7- (x	x =
0, $x = 0.3$ et $x = 0.6$ ) pour T = 80K.	76
Figure III 34: Signature acoustique V(z) et sa FFT du matériau DyBa2-x SrxCu3O7- (x =	= 0,
x = 0.3 et $x = 0.6$ ) pour T = 80K.	76
Figure III 35: Dispersion de vitesse longitudinale en fonction de la température du DyBa	a <sub>2-x</sub>
$Sr_xCu_3O_{7-}$ pour x = 0, x = 0.3 et x = 0.6	77
Figure III 36: Dispersion de vitesse transversale en fonction de la température du DyBa	a <sub>2-x</sub>
$Sr_xCu_3O_{7-}$ pour x = 0, x = 0.3 et x = 0.6	77

Figure III 37: Variation du module de Young (E) du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de la **Figure III 38:** Variation du module de Cisaillement (G) du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de Figure III 39: Variation du module de volume (B) du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de la Figure III 40: Variation du module Longitudinal (L) du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de la **Figure III 41:** Variation du coefficient de réflexion R( ) du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> poreux.......81 **Figure III 42:** Variation du coefficient de réflexion R( ) du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> poreux.......81 **Figure III 43:** Variation du coefficient de réflexion R() du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> poreux......81 Figure III 44: Variation de la signature acoustique V(z) et sa FFT du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>-Figure III 45: Variation de la signature acoustique V(z) et sa FFT du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>-Figure III 46: Variation de la signature acoustique V(z) et sa FFT du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>. **Figure III 47:** Variation du module de Young (E) du matériau DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction Figure III 48: Variation du module de volume (B) du matériau DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en Figure III 49: Variation du module de Cisaillement (G) du matériau DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en Figure III 50: Variation du module Longitudinal (L) du matériau DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en Figure III 51: Coefficient de réflexion R() du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> (x **Figure III 52:** Coefficient de réflexion R() du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  -Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x **Figure III 53:** Coefficient de réflexion R() du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> (x Figure III 54: Signature acoustique V(z) et sa FFT du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -Figure III 55: Signature acoustique V(z) et sa FFT du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -Figure III 56: Signature acoustique V(z) et sa FFT du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -Figure III 57: Dispersion de la vitesse transversale du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -Figure III 58: Dispersion de la vitesse longitudinale du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -Figure III 59: Dispersion de la vitesse de Rayleigh du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -Figure III 60: Variation du module de Young du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> Figure III 61: Variation de module de cisaillement du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>0<sub>7-</sub> (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) en fonction de l'épaisseur de la couche à 600MHz. 92 **Figure III 63:** Coefficient de réflexion R() du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  -Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x **Figure III 64:** Signature acoustique V(z) et sa FFT du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub> $0_{7-}$  (x = 0.6 et d = 5µm) pour deux taux de porosités à 600MHz......94

## Liste des symboles

<u>Symbole</u>	<b>Désignation</b>		
k	Nombre d'onde		
d	Epaisseur de la couche		
	Contrainte mécanique		
	Déformation		
V	Vitesse		
u	Déplacement		
λ	Coefficient de Lamé		
Т	température		
Тс	Température critique		
Bc, Hc	Champ magnétique critique		
Jc, Ic	Courant critique		
e	Charge de l'électron		
р	porosité		
	Angle d'incidence ou de réflexion ou de réfraction		
с	Angle critique		
R	Angle du mode de Rayleigh		
L	Angle du mode longitudinal		
Т	Angle du mode transversal		
ρ	Densité		
Φ	Champ acoustique scalaire		
	Champ acoustique vectoriel		
V <sub>Liq</sub>	Vitesse du liquide de couplage		
$V_L$	Vitesse longitudinale		
V <sub>T</sub>	Vitesse transversale		
V <sub>R</sub>	Vitesse de Rayleigh		
E	Module de Young		
G	Module de Cisaillement		
B	Module de volume		
L	Module longitudinal		
V D()	Coefficient de Poisson		
R( )	Coefficient de reflexion		
	Dhasa da P()		
т	Coefficient de transmission		
V(z)	Signature acoustique		
Z	Défocalisation		
Z	Période de V(z)		
FFT	Transformée de Fourier rapide		
	Pulsation		
F	Fréquence		
f	Distance focale		
Р	Fonction pupille		
Z	Impédance acoustique		
$V_{L}(z)$	Réponse de la lentille		
$V_{I}(z)$	Fonction caractéristique de l'échantillon		

# **INTRODUCTION GENERALE**

#### **Introduction générale**

Le progrès de la vie humaine dépend du progrès atteint dans différents domaines et beaucoup plus de l'industrie. Dans le domaine industriel, différents matériaux sous forme des trois états (solide, liquide et gazeux) sont utilisés. Ces matériaux ont des propriétés et des caractéristiques spécifiques telles que la conduction de l'électricité. L'étude de cette propriété a poussé de nombreux chercheurs à élaborer et développer de nouveaux types de matériaux parmi lesquels on note les matériaux dits supraconducteurs. Les supraconducteurs sont des matériaux qui peuvent conduire le courant électrique c'est à dire transporter des électrons d'un atome à l'autre sans résistance. Ceci signifie qu'aucune chaleur, ou toute autre forme d'énergie n'est dissipée dans ce type de matériaux [1] quand ils sont soumis à une valeur de la température dite température critique Tc qui peut les rendre supraconducteurs.

La supraconductivité est un phénomène extrêmement passionnant de la physique. Elle a été découverte pour la première fois pour le mercure en 1911 [2] dans le laboratoire du Professeur H.K. Onnes [3]. Les matériaux supraconducteurs ont un comportement particulier dénommé l'effet de Meissner qui signifie la non-existence de champ magnétique dans ces matériaux pour n'importe quelles conditions initiales et ceci se fait à une résistance nulle [4, 5]. Les conséquences de l'effet de Meissner mettent en évidence deux propriétés des supraconducteurs qui sont la chute à zéro de la résistance électrique et l'absence du champ magnétique dans le matériau supraconducteur [6]. Cette découverte a poussé les chercheurs à développer des modèles théoriques pour essayer d'expliquer ces phénomènes. Plusieurs théories ont ainsi été développées sans succès pour interpréter ce phénomène et il a fallu attendre 1957 pour voir trois physiciens développer la théorie dite BCS qui décrit la supraconductivité à des températures proches du zéro absolu [7-9]. Elle est la première compréhension théorique microscopique largement acceptée du phénomène de la supraconductivité [10] qui peut expliquer d'une façon claire les propriétés supraconductrices [11]. Cette théorie montre que deux porteurs de même charge électronique tels que les électrons ou les trous s'apparient pour former une nouvelle entité nommée paire supraconductrice. La création de ces paires de porteurs de même charge électrique mais de spins opposés qui sont appelés les paires de Cooper est en contradiction avec la loi de Coulomb. Les deux porteurs de charge d'une même paire s'attirent au lieu de se repousser [12, 8]. En 1962, le scientifique Josephson a découvert que ces paires de Cooper ont la faculté de traverser une mince couche isolante séparant deux couches supraconductrices. Cette jonction est nommée jonction Josephson [13, 14, 15, 16]. Elle est liée non seulement à la compréhension des propriétés supraconductrices, mais également aux possibilités importantes pour des applications technologiques [17].

L'importance du phénomène de la supraconductivité et la baisse des coûts de production des matériaux supraconducteurs, ont permis leurs utilisations dans de nombreux domaines, tels que l'industrie, la médecine, l'électronique, ...etc. Grâce au phénomène de la lévitation magnétique, des trains à lévitation flottant dans l'air ayant une grande vitesse sont construits. D'autre part, les supraconducteurs permettent de créer d'intenses champs magnétiques dans des bobines supraconductrices qui peuvent être utilisées dans des dispositifs d'imagerie médicale telles que l'Imagerie à Résonance magnétique IRM et la résonance magnétique nucléaire RMN [1]. L'utilisation appropriée des matériaux supraconducteurs dans ces domaines exige leur caractérisation et la quantification de leurs propriétés mécaniques, ainsi que l'identification des différents paramètres qui peuvent permettre leur bon fonctionnement. Dans ce travail, la caractérisation de ces matériaux par des techniques acoustiques ou la méthode ultrasonique en raison de leur aspect non destructive (CND) [18-20] a été traitée. La méthode ultrasonique fait appel à la propagation d'ondes acoustiques générées à haute fréquence [21]. L'exploitation des ondes acoustiques dans le domaine de la microscopie acoustique a été effectuée la première fois à Stanford. En effet, Ouate et Lemons [22] y développèrent leur premier instrument en 1974 appelé SAM (Scanning Acoustique Microscopy) [23].

Le microscope acoustique à balayage est un dispositif qui peut se décomposer en quatre parties distinctes: acoustique, électronique, mécanique et imagerie. Dans le microscope acoustique, la partie d'émission et de réception de l'onde acoustique est essentiellement composée d'un capteur, ultrasonique, de la ligne à retard en saphir et de la lentille acoustique [10]. Le transducteur d'ultrason est une pastille piézo-électrique permettant le transfert d'énergie électrique en énergie mécanique et inversement [24]. Le principe du microscope acoustique en mode réflexion est de générer une onde ultrasonore de très haute fréquence, puis de l'envoyer vers l'échantillon, recevoir ensuite l'onde réfléchie (ou transmise) et la traduire en un signal analogique [10] puis en une image. Ce signal permet de caractériser les propriétés des matériaux supraconducteurs. La modélisation du signal acoustique reçu permet de déterminer la signature acoustique V(z) et le coefficient de réflexion R(). Le coefficient de réflexion est une fonction complexe qui représente le module et la phase. La méthode de calcul utilisée, basée sur le bilan mécanique, la continuité des contraintes et des déplacements à l'interface, a été développée par Brekhovskikh [25]. Cette méthode permet de déterminer les différents coefficients dans le cas d'un matériau massif ou d'un système multicouche (liquidecouche-substrat). En ce qui concerne la signature acoustique V(z) caractéristique du matériau étudié [26], (qui est formée de signaux périodiques, dont la périodicité z des interférences donne des informations sur l'onde acoustique de surface [27]), nous avons utilisé le modèle simplifié par Sheppard et Wilson qui est basé sur la théorie des ondes [28].

Sachant que les ondes acoustiques ultrasonores à haute fréquence étant très rapidement amorties par l'air, il est nécessaire d'utiliser un liquide de couplage pour pouvoir transmettre le signal émis de la lentille vers l'échantillon (Eau, méthanol, ...etc.). On distingue plusieurs types de mode de propagation d'ondes acoustiques dans les milieux solides : les modes en volume (ondes longitudinales et transversales) et les modes en surface (ondes de Rayleigh et ondes de Lamb).

Dans notre présent travail, les vitesses des ondes de surface et de volume ont été déterminées à partir du coefficient de réflexion et de la signature acoustique V(z). Ainsi, les paramètres élastiques des matériaux supraconducteurs considérés tels que: le module de Young (E), le module de cisaillement (G), le module longitudinale (L), le module de volume (B) et le coefficient de Poisson () ont été évalués. Nous avons déterminé aussi les variations de ces vitesses et paramètres en fonction de la porosité, de la température, et du changement de concentration x, et de l'épaisseur des couches pour les matériaux multicouches, ont été déterminées.

Ce travail de thèse comprend trois chapitres. Le premier chapitre aborde les généralités sur les matériaux supraconducteurs. Dans le deuxième chapitre, le cadre théorique des calculs, la méthode acoustique utilisée pour caractériser ces matériaux, ainsi que le principe de base de la méthode ultrasonique et les modèles utilisés pour déterminer le coefficient de réflexion et la signature acoustique, ont été exposés. Dans le troisième chapitre, les résultats des calculs obtenus concernant les propriétés des matériaux supraconducteurs étudiés : YBaCuO, PrBaCuO, DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub>, Bi2212 et HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> à partir des résultats du coefficient de réflexion R() et de la signature acoustique V(z), sont présentés. Enfin, l'étude se termine par une conclusion générale.

[1].	Ajay Kumar.					
	Superconductivity of Fullerenes,					
	Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences. 1225					
	India. 2017.					
[2].	Annette Bussman-Holder et al.					
	The Road Map toward Room-Temperature Superconductivity: Manipulating					
	Different Pairing Channels in Systems Composed of Multiple Electronic					
	Components, arXiv: 1704.00276 (2017).					
[3].	Ivan Zahariev Kostadinov.					
	373 K Superconductors. ArXiv: 1603.01482v1. physics.gen-ph. 4 Mar 2016.					
[4].	. F. ROY, Modeling and Characterization of Coated Conductors Applied to the Design o					
	Superconducting Fault Current Limiters.					
	Thèse de Doctorat. Ecole polytechnique fédérale de Lausanne, Suisse. 2010.					
[5].	A.C. Rose-Innes and E.H. Rhoderick.					
	Introduction to superconductivity.					
	International series in solid state physics, vol. 6. Pergamon Press, Oxford, U.K.,					
	1978.					
[6].	Ph. Mangin,					
	Supraconductivité : un condensât de physique,					
	Ecole des Mines de Nancy, Séminaire IFR matériaux, (2000).					
[7].	J. Bardeen, L.N. Cooper et J.R. Schrieffer,					
	Theory of Superconductivity,					
	Phys. Rev. Vol. 108, nº 5, p. 1175-1204. 1957.					
[8].	A.C. Rose-Innes, E. H. Rhoderick,					
	Introduction to superconductivity 2 <sup>ème</sup> Edition, p. 21 (1994).					
[9].	C. A. Reynolds, B. Serin, W. H. Wright, and L. B. Nesbitt,					
	Superconductivity of isotopes of mercury.					
	Phys. Rev. 78, 487. 1950.					
[10].	A. Ouari					
	Réalisation et caractérisation de jonction Josephson YBaCuO/PrBaCuO. Applicatio					
	à la commande électrique.					
	Thèse de Doctorat d'Etat. Université Annaba. 2007.					
[11].	N. Boussouf.					
	Effet du dopage dans les céramiques supraconductrices de Bi2Sr2CaCu2O8+ .					
	Thèse de Doctorat. Université Mentouri-Constantine. 2011.					
[12].	L. N. Cooper,					
	Bound electron pairs in a degenerate Fermi gas.					
	Phys. Rev, 104.1189. 1956.					
[13].	A. I. Arbab.					
	Field theoretic model for the Josephson effect,					
	arXiv: 1802.04637v1. Physics.gen-ph. 2018.					
[14].	B.D. Josephson,					
	Possible new effects in superconductive tunneling,					
	Physics Letters, vol. 1, nº 7, p. 251-253. 1962.					
[15].	B. D. Josephson,					
	Adv. Phys. 14, 419, (1965).					
[16].	W. Guichard.					
	Mesure de l'état fondamental d'une jonction Josephson ferromagnétique.					
	Thèse de Doctorat. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2003.					
[17].	M. Sirena et al,					

Annealing effect on the reproducibility of Josephson Junctions made by ion irradiation.

Journal of Physics: Conference Series 97. 012073. 2008.

- [18]. X. Ling Yan et al. Progress and Challenges of Ultrasonic Testing for Stress in Remanufacturing Laser Cladding Coating. J. Materials, 11, 293; doi: 10.3390/ma11020293. 2018
  [19]. B. Liu et al. Coating thickness affects surface stress measurement of brush electro plating nickel
- Coating thickness affects surface stress measurement of brush electro-plating nickel coating using Rayleigh wave approach. Ultrasonics, 52, 861–865. 2012.
- [20]. K. Lalik et al. Integrated stress measurement system in tower crane mast. Measurement, 102, 47–56. 2017.
- [21]. V. Buckin. High-resolution ultrasonic spectroscopy. J. Sens. Sens. Syst., 7, 207–217, 2018.
- [22]. R. A. Lemons, C. F. Quate. Acoustic Microscopy: scanning version. Appl. Phys. Letters 24, pp.163-165, (1974).

# [23] K. Alami. Modélisation et analyse spectrale de la signature acoustique appliquées à la micro caractérisation des matériaux homogènes et stratifiés. Thèse de Doctorat. Montpellier. Mai 1991.

## [24]. T. Tahraoui. Etude de l'atténuation dans les matériaux supraconducteurs par des techniques acoustiques. Thèse de Destarrat UDM. Annahe, 2010.

Thèse de Doctorat. UBM. Annaba. 2010.

[25]. L. M. Brekhovskikh. Waves in layered media. Academic press, 1960.

#### [26]. N. Chakri, Elaboration et caractérisation de nouveaux matériaux magnétiques par Combustion Thèse du Doctorat. UBM Annaba 2007.

- [27]. C. F. Quate, A. Atalar , H. K. Wikramasinghe Acoustic microscopy with mechanical Scanning-a review". IEEE, 67, pp. 1092-1114. (1979).
- [28]. C. J. Sheppard, T. Wilson.
   Effects of high angles of convergence on V (z) in the scanning acoustic microscope. Applied phys. Letters, Juin 1981.

# **CHAPITRE -I-**

Introduction générale sur les

supraconducteurs

#### **I- INTRODUCTION GENERALE SUR LES SUPRACONDUCTEURS**

#### **I-1 INTRODUCTION**

Les matériaux connus peuvent se deviser en trois types ou catégories par rapport à la conduction du courant électrique : les conducteurs, les semi-conducteurs et les isolants. Mais les scientifiques ont pu développer un nouveau phénomène qui a produit un autre type de matériaux: les matériaux supraconducteurs. Ce phénomène remarquable de la supraconductivité est un état particulier de la matière [1] qui peut rendre le matériau parfaitement et brutalement conducteur de l'électricité [2]. Sa compréhension et sa modélisation ne sont pas aisément accessibles sans connaissances des notions de la mécanique quantique [3]. La technologie de la supraconductivité peut s'introduire dans plusieurs applications industrielles mises au service humain dans différents domaines. Par exemple dans le domaine du transport, cette technologie joue un rôle plus important dans la construction des trains fonctionnant sans frottement sur les rails (flottants dans l'air = lévitation magnétique) avec de grandes vitesses proches de celle d'un avion.

Ce chapitre traite du phénomène de la supraconductivité, les différents types de supraconducteurs, les modèles théoriques utilisés pour la compréhension de ce phénomène, la jonction Josephson, les propriétés et les applications des matériaux supraconducteurs, cette généralité sur les matériaux supraconducteurs nous permet de connaitre leurs propriétés avant d'entamer leur caractérisation par des techniques acoustiques.

#### **I-2 DEFINITION**

Les matériaux supraconducteurs sont des matériaux qui ont la propriété de conduire le courant électrique sans aucune résistance à de très basses températures proches du zéro absolu (- 273,15°C) [4-8]. Par exemple, un courant électrique peut continuer à circuler indéfiniment dans un anneau supraconducteur, une fois l'alimentation débranchée. Ces matériaux supraconducteurs s'opposent également à tout champ magnétique externe [2]. Les deux caractéristiques principales des supraconducteurs sont : la première est l'annulation de la résistivité du matériau qui se manifeste en dessous d'une température dite température critique T<sub>C</sub> propre à chaque matériau [9] tandis que la seconde est liée au caractère diamagnétique du matériau. Ainsi, les matériaux supraconducteurs peuvent transporter du courant à très haute intensité et stocker de l'électricité sans aucune perte.

#### **I-3 HISTORIQUE**

Le physicien néerlandais <u>Heike Kamerlingh Onnes</u> a pu découvrir le phénomène de la supraconductivité en 1911 [9, 10]. Son équipe composée de Gilles Holst, Cornelis Dorsman, et Gerit Flim. Kamerlingh Onnes avait réussi à liquéfier pour la première fois de l'hélium en 1908, ce qui lui permit de mener des mesures physiques jusqu'à des températures de 1,5 K (-271,6 °C) [11]. Elle entreprit alors un programme de mesures systématiques des propriétés de la matière à très basse température, en particulier la mesure de la résistance électrique des métaux. Le 8 avril 1911, elle a pu mesurer la résistivité électrique du <u>mercure</u> devenue nulle en dessous d'une certaine température critique T<sub>C</sub>, de l'ordre de 4,2 K [12, 13]. <u>En 1957</u>, une théorie complète de la supraconductivité a été proposée par John Bardeen, Leon Cooper et John Schrieffer [14]. En 1959, Gorkov a montré que la théorie BCS se ramène à la théorie de Ginzburg-Landau au voisinage de la température critique d'apparition de la supraconductivité [15]. Le 31 mai 2007, une équipe de physiciens franco-canadienne a publié une étude [16] qui a permet d'avancer sensiblement dans la compréhension des matériaux supraconducteur. En

janvier 2008, l'équipe du professeur Hosono du Tokyo a pu découvrir l'existence d'une nouvelle classe de supraconducteurs dopé avec du fluor sur le site de l'oxygène [17]. En mai <u>2008</u>, le groupe du professeur Johrendt de l'université de Munich a pu observer la supraconductivité dans le composé  $Ba_{0,6}K_{0.4}Fe_2As_2$  avec une température critique T<sub>C</sub> de l'ordre de 38K [18].

#### **I-4 CARACTERISTIQUES DES SUPRACONDUCTEURS**

Les matériaux supraconducteurs ont des caractéristiques spécifiques telles que les paramètres du champ magnétique critique  $B_C$  et de la densité du courant critique  $J_C$ . Les valeurs de ces paramètres déterminent la limite au-delà de laquelle le matériau passe de l'état supraconducteur à celui de résistif [19, 20]. Les trois grandeurs définissent un volume critique [21] au-delà duquel le composé perd ses propriétés supraconductrices (Figure. I. 1).



Figure I.1: Volume critique.

#### I-4.1 La Température Critique Tc

On peut obtenir un matériau supraconducteur à partir d'une opération de refroidissement de ce matériau jusqu'à sa température critique  $T_C$ . Dans cette opération, les atomes vibrent moins car la température baisse et on va observer que la résistance décline lentement et tombe à zéro à la température critique  $T_C$  (Figure. I.2). [22, 23].



Figure I.2: Courbe de résistance en fonction de la température.

Si la température critique  $T_C$  est inférieure à 30 K, on obtient des matériaux supraconducteurs à basse température critique BTC, au contraire si elle est supérieure à 30 K, les matériaux supraconducteurs obtenus sont dits supraconducteurs à haute température critique HTC qui sont de type II [1] et qui ont été découvert par J.G. Bednorz et K.A Müller en 1986 [24].

Le tableau suivant donne une idée sur certaines valeurs de températures critiques.

Les supra à haute T <sub>C</sub>	La <sub>2-x</sub> Sr <sub>x</sub> CuO <sub>4</sub>	YBaCu <sub>3</sub> O <sub>7-X</sub>	Bi <sub>2</sub> Sr <sub>2</sub> Ca <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>9+X</sub>	Ti2Ba2Ca2Cu3O9+X
T <sub>C</sub> (K)	35	93	110	120

Tableau I.1: Température critique pour quelques matériaux supraconducteurs [10].

La découverte de la supraconductivité à haute température HTC dans les cuprates marqua un tournant décisif dans l'histoire de la supraconductivité [24]. Elle ouvrit le champ à des applications s'affranchissant de la contrainte de l'utilisation de l'hélium liquide, elle remit en cause la validité de la théorie BCS et ainsi obligeant les théoriciens à proposer de nouvelles théories microscopiques de la supraconductivité [14]. La figure I.3 illustre l'évolution des températures critiques des principaux matériaux supraconducteurs en fonction des années de découverte.



Figure I.3: Évolution des températures critiques des principaux matériaux supraconducteurs.

#### I-4.2 La résistivité nulle

On peut dire que la première empreinte du caractère supraconducteur d'un matériau est sa résistivité nulle [2] en dessous de  $T_C$  due à l'absence de champ magnétique externe [9]. En dessous de  $T_C$ , la phase supraconductrice est stable, par contre qu'au-dessus de  $T_C$  la phase normale possède généralement les propriétés d'un métal ordinaire [9, 25]. Lorsque la résistivité change brusquement, l'intervalle de la température T est très étroit et il est inférieur à  $10^{-5}$ K dans le gallium très pur [26].

La figure I.4 illustre le changement de la résistivité en fonction de la température.



Figure I.4: Variation de la résistivité en fonction de la température d'un supraconducteur.

La courbe du changement de la résistivité en fonction de la température comprend trois zones:

T < Tc l'échantillon est dans l'état supraconducteur, donc (T) = 0.

T = Tc début de la transition résistive de la valeur à l'état normal et disparition de la supraconductivité.

T > Tc comportement métallique ou normal de l'échantillon.

#### I-4.3 Le champ critique

Durant l'état supraconducteur, la résistance (T) est nulle, dans ce cas les matériaux supraconducteurs ne peuvent pas supporter l'application des champs magnétiques extérieurs au-delà d'une certaine valeur critique du champ  $H_{C.}$  La courbe  $H_C(T)$  est une fonction de l'équation [10] :

$$H_{c}(T)/H_{c}(T=0) = \left(1 - \left(T/T_{c}\right)^{2}\right) \qquad \text{Pour T} \quad \text{Tc}$$
(I.1)

La figure I.5 représente la variation du champ critique en fonction de la température pour les supraconducteurs de type I.



Figure I. 5: Variation du champ critique en fonction de la température.

#### I-4.4 Le courant critique

Un champ magnétique peut être créé à la surface d'un matériau supraconducteur et sur une profondeur lors de la circulation d'un courant électrique dans l'échantillon. Ce matériau peut perdre ses propriétés supraconductrices dans le cas où ce champ est trop important et sa valeur dépasse celle du champ critique  $H_C$  [20]. D' où l'existence de courants critiques, cette limite est une grandeur intrinsèque au matériau. Plus la valeur de  $H_C$  est faible, plus celle de  $J_C$  critique l'est également [10].

#### I-4.5 Effet Meissner

La seconde empreinte des matériaux supraconducteurs est leur aptitude à expulser un champ magnétique extérieur appliqué  $H_a$  de faible amplitude. Ces matériaux peuvent faire cette expulsion du champ que s'ils sont refroidis en dessous de leur température critique  $T_C$  [2]. Donc pour une résistance nulle, les matériaux supraconducteurs se caractérisent par un diamagnétisme parfait et réversible [27]. Ce comportement particulier est appelé l'effet Meissner c'est à dire la non-existence de tout champ magnétique dans le matériau pour n'importe quelles conditions initiales [1]. Meissner et Ochsenfeld [28] ont expliqué cette propriété des supraconducteurs par l'apparition d'un supra courant à la surface du matériau supraconducteur créant un flux magnétique B qui s'oppose exactement au champ magnétique extérieur. Ainsi, c'est l'apparition de courants supraconducteurs de surface qui empêche le champ magnétique de pénétrer à l'intérieur du matériau [13].

La figure suivante (Figure I.6) illustre l'effet Meissner dans une sphère supraconductrice [29]:



Figure I.6: Diamagnétisme parfait des supraconducteurs (Effet Meissner).

#### I-4.6 Longueurs Caractéristiques

Il y a deux longueurs caractéristiques de l'état supraconducteur, la première est la longueur de pénétration de London  $_{\rm L}$  et la deuxième est la longueur de cohérence . Ces deux paramètres diffèrent des supraconducteurs à haute température de ceux des supraconducteurs conventionnels parce qu'ils dépendent des axes cristallographiques a, b, et c [20].

#### a) Profondeur de pénétration

La longueur de pénétration de London  $_{L}$  est la profondeur de pénétration du champ magnétique telle que définie par F. et H. London en 1935 [30]. L'induction ne s'annule pas brutalement à la surface de séparation d'une région supraconductrice avec le vide, mais tend exponentiellement vers zéro avec une constante de décroissance  $_{L}$  [31]. La profondeur de pénétration est déduite des équations de London suivantes [32] :

$$E = d\left(\Lambda JS\right)/dt \tag{I.2}$$

$$h = -crot(\Lambda JS) \tag{I.3}$$

Où :

$$\Lambda = m/N_s e^2 \tag{I.4}$$

Avec :

N<sub>S</sub> est la densité des électrons supraconducteurs e : est la charge de l'électron. c : est la vitesse de la lumière.

On peut écrire la fonction de la profondeur de pénétration  $_L$  en fonction de la concentration  $N_s$  des électrons supraconducteurs:

$$\}_{L} = \left[\frac{mc^{2}}{4f N_{s}e^{2}}\right]^{\frac{1}{2}}$$
(I.5)

#### b) Longueur de Cohérence

La notion de la longueur de cohérence a été introduite dans les supraconducteurs par A. B. Pippard de l'université de Cambridge en 1953 qui a proposé une généralisation non locale des équations de London [33]. Cette longueur, qui est notée par , représente la plus petite taille du paquet d'onde pouvant être formé par des porteurs de charges supraconducteurs et mesure également l'amortissement du courant supraconducteur [20]. Son expression est donnée par la relation suivante :

$$I_{0} = a \frac{\hbar V_{F}}{kT_{c}}$$
(I.6)

$$V_F = \frac{P_F}{m} = \sqrt{\frac{2E_F}{m}} \tag{I.7}$$

Avec :

a est une constante dépendant du matériau. V<sub>F</sub> est la vitesse des électrons à la surface de Fermi du matériau.

#### I-5 DIFFERENTS TYPES DE SUPRACONDUCTEURS I-5.1 Critères de classement

L'historique des supraconducteurs montre que le phénomène de la supraconductivité a été découvert pour la première fois dans les métaux simples (mercure), puis que les matériaux possédant la propriété de la supraconductivité pouvaient être de nature diverse tels que les métaux complexes, les céramiques ou les oxydes. La différence se retrouve au niveau de deux paramètres essentiels à la supraconductivité : le courant critique I<sub>C</sub> et le champ critique H<sub>C</sub>. Ces paramètres critiques fixent une limite au-delà de laquelle le matériau perd ses performances supraconductrices [1]. Les supraconducteurs ont été divisés par le physicien soviétique A. Abrikosov en deux types suivant leur comportement lorsqu'ils sont soumis à un champ magnétique [21]. Lorsqu'on trace le champ magnétique interne H (l'induction) en fonction du champ magnétique externe B, les courbes donnent deux comportements différents. Ceux-ci définissent les deux types de supraconducteurs [33].

#### I-5.2 Les supraconducteurs de type I

Les matériaux supraconducteurs de type I ne possèdent qu'un seul champ critique  $H_c$ , et leur diamagnétisme est parfait [34, 35]. En réalité, l'induction magnétique pénètre sur une certaine profondeur (la longueur de London L), dans laquelle se développent des "supercourants" d'écrantage. La longueur L est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres dans les supraconducteurs classiques [35]. Un matériau parfaitement supraconducteur (donc de type I) repousse tout champ magnétique extérieur, d'où un effet de lévitation possible. Dans ces matériaux, la répartition du courant n'est pas homogène, le courant circule uniquement en surface, dans l'épaisseur de London [2].

La plupart des supraconducteurs conventionnels se comportent de cette façon [36], les échantillons très purs de plomb, de mercure, et d'étain sont des exemples de supraconducteurs de type I. La figure I.7 montre que le champ magnétique induit repousse parfaitement le champ magnétique appliqué jusqu'à ce que le matériau incriminé passe brutalement de l'état supraconducteur à l'état normal.



**Figure I. 7:** Evolution du champ généré par un supraconducteur de type I en fonction du champ extérieur appliqué.

#### I-5.3 Les supraconducteurs de type II

Les matériaux supraconducteurs de type II possèdent deux champs critiques  $H_{C1}$  et  $H_{C2}$ . Le second étant nettement plus élevé que le premier (jusqu'à plusieurs centaines de teslas dans les oxydes) [13, 37, 38]. La présence de ces deux champs critiques rend les choses plus compliquées, d'où l'apparition de trois zones sont [13] :

- $\tilde{N}$  En dessous de H<sub>C1</sub>, le comportement est analogue à celui des supraconducteurs de type I.
- N Pour des champs compris entre les deux valeurs critiques, le diamagnétisme n'est pas parfait et l'écrantage est partiel. Le supraconducteur se trouve dans un état mixte. Bien que supraconducteur, le matériau est pénétré par le champ magnétique extérieur.
- Ñ Au-delà de la seconde valeur critique, le matériau redevient normal.

Les supraconducteurs en céramique à hautes températures tels que le  $YBa_2Cu_3O_7$  (Yttrium, Barium, Cuivre, Oxyde) et le  $Bi_2CaSr_2Cu_2O_9$  (Bismuth, Calcium, Strontium, Cuivre, Oxyde) sont des exemples des supraconducteurs de type II. La figure I.8 représente le champ magnétique induit en fonction du champ magnétique externe appliqué à un supraconducteur de type II.



Figure I. 8: Evolution du champ magnétique généré par un supraconducteur de type II.

La théorie de l'état mixte a été proposée pour les supraconducteurs de type II par A. Abrikosov en 1957 [39]. Quand ceci se produit, le matériau est dit dans un état mixte, avec une partie du matériau dans l'état normal et l'autre partie qui est toujours dans l'état supraconducteur. Les supraconducteurs de type II ont des valeurs beaucoup plus grandes de  $H_{C2}$ . Par exemple, le composé YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> a des valeurs de champ critique maximum proches de 100 Tesla.

#### **I-6 LES VORTEX**

Les matériaux supraconducteurs de type II, grâce aux propriétés de leur état mixte, induisant de forts paramètres critiques, sont de plus en plus étudiés. La théorie de l'état mixte montre que le matériau supraconducteur peut se subdiviser en régions alternativement normales et supraconductrices, ainsi que le flux magnétique pénètre un supraconducteur sous forme d'entité élémentaire appelée vortex qui consiste à des minuscules tourbillons d'électricité. Chaque vortex porte le même quantum de flux magnétique [20].

On peut représenter un vortex par un cylindre avec deux régions : une première région au centre du cylindre dont le rayon est de l'ordre de la longueur de cohérence et est appelée cœur du vortex où la supraconductivité est détruite. Par contre la seconde région de longueur consiste à la longueur de pénétration entourant la première, dans laquelle circulent des courants supraconducteurs permettant l'écrantage du champ magnétique siégeant au centre du vortex [2]. La figure I.9 nous donne une idée schématique de la structure d'un vortex dans le cas d'un matériau homogène et de dimension infinie.



Figure I.9: Schéma d'un vortex.

Par exemple pour le matériau supraconducteur  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ , l'évolution de la fusion du réseau de vortex pour T = 70K et H<sub>a</sub> compris entre 8.9 mT et 9.8 mT, Les zones sombres représentent les "portions" liquides du réseau de vortex [40], Cette évolution est représentée par les clichés magnéto-optiques de la figure I.10 :



Figure I.10: Quelques phases du réseau de vortex dans le composé Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8</sub>.

#### I-6.1 Grandeurs caractéristiques d'un vortex

lignes de flux à cause des interactions entre vortex [41].

Pour les matériaux supraconducteurs de type II, le vortex, on est caractérisé par deux grandeurs caractéristiques: la longueur de London  $\lambda_L$  et la longueur de cohérence . Dans la zone qui entoure le cœur du vortex, circulent des courants sans pertes. Mais, lorsque le courant dépasse la valeur critique I<sub>C</sub>, les vortex sont arrachés de leur position primitivement stable, et passent à un régime d'écoulement: il y a alors un mouvement global du réseau. Libérés, les vortex se déplacent. Ils sont freinés par des forces de type visqueux, comme dans un fluide (liquide). Une certaine résistivité apparaît, c'est la résistivité de flux flow [39]. P.W. Anderson et Y.B. Kim ont pu montrer que lorsque le courant de transport est de l'ordre du courant critique I<sub>C</sub>, les vortex sautent entre deux positions d'ancrage adjacentes dans un

régime de flux creep. Les sauts s'effectuent, de manière collective, par paquets ou bottes de

#### **I-7 LES MODELES THEORIQUES**

L'effet Meissner a mis en évidence deux propriétés des supraconducteurs qui sont la chute à zéro de la résistance électrique et l'expulsion du champ magnétique qui reste nul dans le matériau supraconducteur [42]. La recherche du modèle théorique expliquant ces phénomènes a été la préoccupation majeure des physiciens depuis la découverte de la supraconductivité.

#### I-7.1 Théories phénoménologiques

Au vue de l'importance des matériaux supraconducteurs et de leur potentiel d'applications toujours renouvelées et les difficultés rencontrées lors de leur utilisation, les scientifiques ont mis au point de nouvelles théories qui ont permis la compréhension et l'interprétation du phénomène de la supraconductivité. Ainsi, plusieurs théories ont été développées afin d'expliquer le comportement des supraconducteurs : la théorie des frères London, la théorie de Ginzburg et Landau, la théorie d'Abrikosov et la théorie B.C.S. et les phonons. Cette dernière théorie a pu donner une interprétation du mécanisme dans le cas des supraconducteurs classiques, par contre elle n'a pu être appliquée pour la compréhension des nouveaux supraconducteurs à hautes températures critiques.

#### a) Théories des frères London

Une nouvelle explication de l'effet Meissner a été présentée par les frères London en 1934. Ils ont proposé que le champ magnétique décroît à l'intérieur du matériau supraconducteur d'une façon exponentielle avec la profondeur  $\lambda_L$ , dite longueur de pénétration de London. Lorsque la température T tend vers sa valeur critique T<sub>C</sub>, le nombre d'électrons supraconducteurs tend vers zéro et  $\lambda_L$  augmente c'est-à-dire que le champ magnétique pénètre de plus en plus le matériau. Par conséquent, la longueur  $\lambda_L$  est une caractéristique propre à chaque matériau, elle évolue avec la température et sa valeur tend vers l'infini lorsque T est proche de T<sub>C</sub> [2, 39, 43]. Les premières lois décrivant le comportement des supraconducteurs apparaissent avec les équations des frères London, Ces équations rendent compte de l'effet Meissner mais n'expliquent en rien la chute à zéro de la résistivité [42].

Ce modèle phénoménologique n'explique pas ce qui se passe physiquement au niveau microscopique [10]. Maxwell montre que pour une présence d'une densité de charge q et d'une densité de courant j, les relations, entre le champ électrique E et le champ magnétique B, la relation phénoménologique  $J = \dagger E$  repose sur une analyse mécanique du mouvement des électrons sous l'effet d'un champ électrique (E) en présence des forces de frottement qui expliquent le caractère résistif du phénomène. Les frères London reconsidèrent le mouvement des électrons sous l'effet d'un champ électrique dans le cas où la résistivité est nulle [20], en tenant compte de l'équation qui a permis en première approximation de déduire la loi d'Ohm:

$$q\vec{E} - a\vec{v} = \frac{md\vec{v}}{dt} \tag{I.8}$$

L'absence du frottement dû à l'absence de la résistivité et en tenant compte de la relation nous conduit à :

$$J = Nq\vec{v} \tag{I.9}$$

La première équation de London est :

$$\vec{E} = \frac{\partial}{\partial t} \left( \Lambda \vec{J}_s \right) \tag{I.10}$$

En tenant compte de la 4<sup>ème</sup> équation de Maxwell [44] :

$$rot\vec{B} = \sim_{0}\vec{J} + \vee_{0}\sim_{0}\frac{\partial\vec{E}}{\partial t}$$
(I.11)

En négligeant les variations du champ électrique dans le temps et en appliquant le rotationnel à leur 1<sup>ère</sup> équation, les frères London obtiennent leur seconde équation :

$$\vec{B} = -\sim_0^2 I_L rot \vec{J}$$
(I.12)

Le modèle des frères London étant un modèle phénoménologique, leurs équations permettent de donner une description phénoménologique de l'expulsion du champ magnétique. Leur application montre d'une façon plus simple qu'il existe une zone de transition au voisinage de la surface de l'échantillon dans laquelle le champ magnétique passe de sa valeur B<sub>0</sub> à l'extérieur de l'échantillon à une valeur nulle au sein de l'échantillon [20, 42]. Cette zone a une épaisseur dite l'épaisseur de London que nous avons déjà cité auparavant sous le nom de profondeur de pénétration et notée  $\lambda_{L}$ .

#### b) Théorie de Ginzburg et Landau

Ginzburg et Landau ont développé en 1950 une nouvelle théorie thermodynamique et phénoménologique [47]. Elle étudie la transition de phase du second ordre de l'état normal vers l'état supraconducteur [45, 46], et montre l'existence d'un second paramètre caractéristique, en sus de longueur de pénétration de London, nommé longueur de cohérence et notée . Cette longueur de cohérence caractérise la distance moyenne entre deux électrons d'une paire supraconductrice [10]. Ils ont introduit la notion de paramètre d'ordre supraconducteur en fonction d'onde complexe dont l'amplitude donne la probabilité de présence des électrons supraconducteurs et la phase conditionne la circulation du courant [48]. La longueur caractéristique de cohérence désigne à la distance sur laquelle le paramètre d'ordre peut varier sans accroissement notable de l'énergie. Cette longueur de cohérence a été définie en premier par Pippard pour un matériau supraconducteur pur, lorsque la température est très inférieure à la température critique T << T<sub>C</sub>.

La théorie de Ginzburg et Landau définit également un paramètre  $k = \frac{}{<}$ , appelé paramètre de Ginzburg-Landau, qui caractérise le type du supraconducteur et qui est pratiquement constant lorsque la température varie [10]. Lorsque la température est proche de T<sub>C</sub>, deux limites sont définies pour [48]:

Pure : 
$$k = 0.96 \}_{L} (0) / <_{0}$$
 (I.13)

Sale : 
$$k = 0.715 {}_{L}(0)/l$$
 (I.14)

La coexistence des phases normales et supraconductrices n'est pas favorisée dans le cas où l'énergie de surface est positive et un supraconducteur de type I est obtenu, par contre une énergie de surface négative favorise la coexistence de deux phases et l'obtention d'un supraconducteur de type II possédant de fait deux champs critiques  $H_{C1}$  et  $H_{C2}$  [10]. Lorsque la température T tend vers à la température critique  $T_C$ , la théorie de Ginzburg et Landau devient une forme limite de la théorie BCS. Le paramètre d'ordre est physiquement la fonction d'onde correspondante au mouvement du centre de la masse de la paire de Cooper [9, 41].

#### c) Théorie d'Abrikosov

Pour avoir une interprétation plus claire de la supraconductivité, une autre théorie a été développée par A. Abrikosov en 1957. La constatation que des supraconducteurs ayant un paramètre de Ginzburg -Landau k très grand conduit à une théorie de l'état mixte dans les supraconducteurs de type II [39]. Le modèle de Ginzburg –Landau énonce que si l'énergie de

surface est négative un supraconducteur de type II est obtenu, par contre que la théorie d'Abrikosov propose que le supraconducteur se subdivise en régions alternativement normales et supraconductrices. Les supraconducteurs sont classés en deux catégories suivant la valeur du paramètre [10]:

$$k < \left(\frac{1}{2}\right)^{1/2}$$
: Matériau supraconducteur de type I.  
 $k > \left(\frac{1}{2}\right)^{1/2}$ : Le supraconducteur est dit de type II.

La théorie d'Abrikosov indique que les régions normales ont la forme de tubes parallèles au champ magnétique et chaque tube porte un quanta de flux magnétique d'amplitude  $_0$  qui est donné par la relation (I.15). Ces tubes qu'on peut assimiler à des vortex non indépendants et se repoussant forment un réseau dit réseau d'd'Abrikosov qui possède un pas noté (a) et il est donné par la relation (I. 16) [39].

$$\Phi_0 = \frac{h}{2e} \tag{I.15}$$

$$a = \left(\frac{2\Phi_0}{\sqrt{3}B}\right)^{1/2} \tag{I.16}$$

#### d) La théorie B.C.S et les phonons

Les théories précédentes ne donnent pas une description cohérente du phénomène de la supraconductivité et de ce fait, elles restent insuffisantes. La compréhension du phénomène de la supraconductivité a fait un important bond en avant avec l'interprétation avancée en 1957 par les trois physiciens Américains John Bardeen, Leon Cooper et John Schrieffer d'où le nom donnée à cette théorie BCS. Elle décrit la supraconductivité à des températures proches du zéro absolu [14, 49, 50]. Cette théorie est une théorie quantique générale élaborée un peu dans le prolongement du modèle phénoménologique de Ginzburg-Landau [2]. Dans la même année d'élaboration de cette théorie, John Bardeen, Leon Cooper, John Schrieffer reçoivent le prix Nobel de physique pour leur théorie car elle donne pour la première fois une bonne interprétation et une description cohérente de l'état supraconducteur [51] et une compréhension théorique microscopique largement acceptée de la supraconductivité [13]. Elle explique de façon plus claire les propriétés supraconductrices [9] et explique minutieusement le phénomène et définit l'origine physique de la supraconductivité classique [10].

La théorie de BCS montre que deux porteurs de même charge électronique tels que les électrons ou les trous s'apparient pour former une nouvelle entité nommée paire supraconductrice. La création de ces paires de porteurs de même charge électrique mais de spins opposés (les paires de Cooper) est en contradiction avec la loi de Coulomb. Les deux porteurs de charge d'une même paire s'attirent au lieu de se repousser [49, 52].

Les atomes forment une structure vibrante. Cette dernière dépend de la température, c'est-à-dire que plus le métal est chaud, plus il vibre. La vibration des atomes entraîne une déformation des orbites de ses électrons qui ont une plus grande probabilité d'entrer en collision avec les atomes ou les électrons voisins [20, 52]. Ainsi, les électrons interagissent dans le métal avec le réseau cristallin qui est formé d'ions positifs. Ces derniers attirent les électrons et se déplacent légèrement. Ces vibrations atomiques naturelles sont nommées les phonons. Les ions se déplacent et créent une zone locale électriquement positive qui persiste alors que l'électron est passé, et peut attirer un autre électron qui se trouve ainsi, par l'intermédiaire d'un phonon, apparié au précédent, et ce malgré la répulsion coulombienne

[13]. L'interaction qui lie les deux électrons de la paire est dite de type électron-phonon [4, 53].

La transition de l'état normal vers l'état supraconducteur change la nature des porteurs de charge ça veut dire le matériau passe d'un état où les porteurs de charges sont des électrons libres régies par la statistique de fermi-Dirac à un autre état où les porteurs de charge sont les paires de Cooper Régies par une autre statistique. Comme le nombre de porteurs a clairement diminué, on parle de condensation dite de Bose-Einstein [14, 20, 52]. La figure I.11 suivante illustre un réarrangement des atomes dans un supraconducteur et le mécanisme de formation des paires de Cooper.



Figure I.11: Mécanisme de formation des paires de Cooper.

#### **I-8 SURFACE CRITIQUE**

Nous avons mentionné ci-dessus que l'état supraconducteur est défini par trois paramètres très importants : le premier la température critique  $T_C$ , le deuxième est le champ critique  $H_C$  et le troisième paramètre consiste à la densité de courant critique  $J_C$ , L'obtention de l'état supraconducteur exige que le champ magnétique et la densité de courant, ainsi que la température demeurent au-dessous des valeurs critiques qui dépendent du matériau. Ces trois facteurs nous permettent de définir un domaine supraconducteur au-delà duquel le matériau retrouve son état normal [2].

On définit ainsi une surface critique en dessous de laquelle le matériau reste supraconducteur à partir de ces trois acteurs [13]. En effet, les trois paramètres (température critique, champ critique et densité de courant critique), peuvent former une surface critique délimitant un volume dans l'espace ( $T_C$ ,  $H_C$ ,  $J_C$ ) au-delà duquel le matériau cesse d'être non dissipatif et retrouve un comportement normal, et à l'intérieur de la surface, le matériau est supraconducteur.

La figure I.12 ci-dessous, qui représente un diagramme de phase critique, illustre la dépendance fonctionnelle de l'état supraconducteur en fonction de la température, du champ magnétique et de la densité du courant. Cette figure décrit l'intervalle du volume de la surface critique formée à partir des valeurs critiques de ces trois paramètres.


Figure I.12: Diagramme de phases critique

### **I-9 CLASSES DES SUPRACONDUCTEURS**

On peut classer les matériaux supraconducteurs en deux classes qui sont les matériaux supraconducteurs non conventionnels.

#### **I-9.1 Supraconducteurs conventionnels**

Certains physiciens définissent les supraconducteurs conventionnels comme étant ceux qui sont bien décrits par <u>la théorie BCS</u>, c'est-à-dire les matériaux classiques. D'autres, plus spécifiques, les définissent comme ayant un mécanisme de formation de paires de Cooper et qui font intervenir l'interaction électrons–phonons. Récemment (2015), des travaux ont permis de synthétiser des supraconducteurs conventionnels avec une température critique est élevée, de l'ordre de 203 K (soit -70°C), mais à une pression très importante de l'ordre du million de <u>bars</u> [54].

# **I-9.2 Supraconducteurs non conventionnels**

Les supraconducteurs non conventionnels parfois appelés exotiques désignent des matériaux souvent synthétisés artificiellement en laboratoire et qui ne peuvent pas être décrits à l'aide de la théorie BCS, ou dont l'origine de leur supraconductivité n'est pas encore théoriquement comprise, c'est-à-dire les nouveaux matériaux supraconducteurs. Les matériaux supraconducteurs non conventionnels diffèrent des supraconducteurs conventionnels en particulier dans le mécanisme à l'origine de la formation des paires d'électrons (paires de Cooper), responsables de la supraconductivité. On peut considérer plusieurs familles de matériaux comme non conventionnelles telles que les fermions lourds, les supraconducteurs organiques ou moléculaires, les cuprates [54]. Ces dernier sont les supraconducteurs non conventionnels les plus étudiés, découverts par Johannes Georg Bednorz et Karl Alexander Müller en 1985 [24]. Il s'agit d'oxydes sous forme de céramique composés d'oxydes mixtes de baryum, de lanthane et de cuivre dont la température critique est d'environ 35K (-238°C). Cette température critique était bien supérieure à celles connues à cette époque (23K). Cette nouvelle famille de matériau fut appelée supraconducteur à haute température critique.

# **I-10 JONCTION JOSEPHSON**

Par essence, les matériaux isolants ne permettent pas de conduire du courant électrique, mais avec l'utilisation des matériaux supraconducteurs cela devient possible dans le cas de la jonction Josephson. Cette jonction porte le nom du scientifique Josephson qui l'a découverte en <u>1962</u>. Elle est constituée de deux couches supraconductrices séparées par une mince couche isolante. Josephson pronostiqua que les électrons pouvaient traverser cette <u>barrière isolante</u> et on devrait observer alors l'apparition d'un courant électrique [55, 56, 57]. En 1963, cette jonction a été observée expérimentalement par Anderson et Rowell [58].

La jonction Josephson repose sur deux propriétés physiques importantes : l'effet tunnel (voir ci-dessous) et la longueur de cohérence des <u>paires de Cooper</u> [13].

En physique, l'effet Josephson (qui sera décrit également ci-dessous) se manifeste par l'apparition d'un <u>courant</u> entre deux matériaux <u>supraconducteurs</u> séparés par une couche constituée d'un matériau <u>isolant</u> ou <u>métallique</u> non supraconducteur (S-I-S ou S-M-S) [11, 55, 57].

La figure I.13 suivante illustre la jonction Josephson (Supraconducteur-Isolant-Supraconducteur) :



Figure I.13: La jonction Josephson (S-I-S).

Lorsque le courant est inférieur au courant critique, la résistance est nulle, il n'y a alors aucune chute de tension dans la jonction. Si cette jonction est placée à côté d'un fil traversé par un courant, le champ magnétique, généré par ce fil va abaisser la densité de courant critique de cette jonction. Ainsi, le courant critique diminue de plus en plus et devient plus faible que le courant qui passe par la jonction (qui lui ne change pas) [11, 13, 55].

La figure I.14 suivante illustre la relation entre le courant et la tension au sein d'une jonction Josephson.



Figure I.14: Relation entre courant et tension au sein d'une jonction Josephson.

Après la description succincte d'une jonction Josephson, nous allons décrire ci-dessous les phénomènes physiques qui sont à l'origine de cette propriété à savoir le passage d'électrons d'une couche supraconducteur vers une autre à travers d'une couche isolante.

# I-10.1 Effet tunnel

L'effet tunnel est le phénomène physique le plus important dans une jonction Josephson. Il fut découvert par B. Josephson et désigne la propriété que possède un objet quantique de traverser une barrière de potentiel infranchissable selon la mécanique classique. Des électrons peuvent traverser cette barrière isolante avec une résistance nulle et ils peuvent passer d'un matériau à l'autre tout en produisant une réaction magnétique. Ainsi, les électrons traversent des espaces qui leur sont interdits en physique classique, à cause de barrières du potentiel [13, 56].

# I-10.2 Effet Josephson

Par l'effet tunnel, dans l'état supraconducteur, les électrons s'attirent deux à deux et forment des paires de Cooper qui peuvent traverser simultanément la jonction Josephson tout en conservant leur cohérence. Un autre phénomène est associé au passage de ces paires c'est l'effet Josephson, un phénomène quantique macroscopique qui apparait à très basse température dans certains métaux [11, 56].

L'effet Josephson existe dans différents types de structures telles que : la jonction (S-I-S), (S-M-S) et dans une constriction où la zone qui sépare les deux supraconducteurs est plus étroite que la longueur de cohérence. Il peut être également observé dans une zone où la supraconductivité est affaiblie par le désordre (c'est le cas des supraconducteurs à haute température critique, où les joints de grains sont largement utilisés pour la fabrication de jonctions Josephson) [10, 13]. Généralement, lorsqu'une zone, (suffisamment fine pour qu'il y ait recouvrement des deux fonctions d'onde), sépare deux supraconducteurs, ces derniers sont capables d'échanger des paires de Cooper. En soumettant une jonction Josephson à un courant continu, il apparaît un courant alternatif de très haute fréquence.

La figure I. 15 illustre l'effet de Josephson et une jonction de Josephson.



Figure I.15: Effet Josephson.

# a) Types d'effet Josephson

On peut distinguer deux types d'effet Josephson prédits par Josephson à partir de la théorie B.C.S qui sont l'effet Josephson continu et l'effet Josephson alternatif [56].

# *i- Effet Josephson continu*

Lorsqu'on applique un champ magnétique à une jonction Josephson, un effet Josephson de type continu est obtenu. Un déphasage peut être produit par le champ magnétique entre les paires de Cooper qui vont traverser cette jonction. Ce déphasage peut produire des interférences destructives entre les paires de Cooper, ce qui implique une réduction du courant maximal pouvant traverser la jonction [13, 56].

#### ii- Effet Josephson alternatif

Si on applique une tension alternative aux bornes de la jonction Josephson par irradiation hyperfréquence, on va observer que le courant de paires de Cooper a tendance à se synchroniser avec cette fréquence et il va apparaître une tension continue aux bornes de cette jonction. Cette synchronisation se révèle dans les caractéristiques courant-tension par l'apparition de marches de courant pour des valeurs de tensions constantes [13].

# **I-11 APPLICATIONS DES SUPRACONDUCTEURS**

La préparation des matériaux supraconducteurs peut s'effectuer d'une façon simple. Tous les matériaux peuvent être obtenus ou préparés à partir des composés du Cuivre (Cu), du Baryum (Ba), du Calcium (Ca) et des Oxydes. Ils sont économiques et pas coûteux. Les matériaux supraconducteurs sont malléables et peuvent être utilisés sous différentes formes comme des couches minces ou substrats. La simplicité d'obtention des matériaux supraconducteurs permet leur utilisation et leur application dans plusieurs domaines. Actuellement, technologiquement l'implication des supraconducteurs à haute température critique T<sub>C</sub> n'est pas encore à la hauteur de l'enthousiasme initial de leur découverte, mais ils restent de sérieux atouts industriels pour un certain nombre de domaines [10, 59]. Au plan industriel, les matériaux supraconducteurs sont essentiellement utilisés pour créer des inductions modérées à fortes dans des volumes qui peuvent être considérables. Ainsi, la supraconductivité peut avoir de nombreuses applications plus ou moins fantasmées, dont

quelques-unes des possibles applications concrétisées des phénomènes de supraconduction cidessous.

# I-11.1 Applications dans le domaine du transport

La supraconductivité, un mot magique pour des phénomènes extraordinaires, elle a fait une entrée remarquable et un grand progrès dans le domaine du transport, grâce au phénomène de la lévitation magnétique qui peut produire des trains flottants dans l'air. Ce phénomène est dû à l'effet Meissner que nous avons cité auparavant : un supraconducteur en dessous de sa température critique repousse les lignes de champ magnétique d'un aimant que l'on tente d'approcher grâce à des courants surfaciques qui induisent un champ opposé [2, 27]. Tels deux aimants que l'on essaie de rapprocher selon leur face identique Nord-Nord ou Sud-Sud, l'aimant est repoussé au-dessus du supraconducteur, la force magnétique induite compensant la force de pesanteur et l'aimant lévite (figure I.16).



Figure I.16: La lévitation magnétique.

Les trains flottants peuvent circuler, avec une grande vitesse, sur les rails sans frottements puisque le train ne touche pas les rails. Dans ce type de trains, il y a peu de perte d'énergie et le voyageur bénéficie d'un confort appréciable (pas de vibration). Le train renferme des supraconducteurs et un dispositif de refroidissement, et des grands aimants sont disposés tout le long du trajet. Ce dispositif permet de produire le phénomène de la lévitation magnétique qui pousse le train à flotter (figure I.17).



**Figure I.17:** Un train à lévitation.

# I-11.2 Applications médicales

Le domaine médical a fait une progression plus importante de l'utilisation des supraconducteurs. Pour étudier les plus petits signaux électriques et magnétiques qui sont émis par le corps humain (par les organes humains tels que le cerveau, le cœur et les nerfs) lors d'une consultation de l'être humain, il faut éliminer les champs magnétiques extérieurs qui sont plus élevés que ces petits signaux. Ce qui nous conduira à un diagnostic plus précis

du patient. Les supraconducteurs permettent de créer d'intenses <u>champs magnétiques</u> dans des bobines supraconductrices nécessaires aux techniques de l'imagerie médicale, telles que: l'Imagerie à Résonance Magnétique <u>IRM</u>, la Résonance Magnétique Nucléaire <u>RMN</u> etc.

# **I-11.3 Applications militaires**

Les matériaux supraconducteurs sont également utilisés dans le domaine militaire notamment pour l'amélioration des radars. En effet, pour éviter l'influence des champs magnétiques extérieurs sur les images obtenus par les radars, les militaires ont conçu des cylindres supraconducteurs de différentes dimensions et ont mis pratique les propriétés des électrons pour expulser les champs magnétiques extérieurs afin d'obtenir des images beaucoup plus clairs.

# I-11.4 La supraconductivité pour le stockage et le transport d'énergie

La perte d'énergie par effet Joule est quasiment nulle dans les supraconducteurs, d'où l'utilité de l'utilisation de câbles en supraconducteur pour le transport de courant électrique, à haute tension, sur de très longues distances (sans pertes d'énergie et avec un stockage celleci).

# **I-12 CONCLUSION**

La supraconductivité qui est un phénomène très vaste. Ce chapitre a permis de définir les matériaux supraconducteurs et de connaitre leurs propriétés et les principales applications possibles. Dans le chapitre suivant sera abordée la méthode de caractérisation de ces matériaux par la microscopie acoustique et le contrôle non destructif (CND) que nous avons utilisé dans notre présent travail de thèse.

# Références

[1] F. Roy Modeling and Characterization of Coated Conductors Applied to the Design of Superconducting Fault Current Limiters. Thèse de Doctorat. Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Suisse. 2010. [2] M. Mahtali Etude et caractérisation de structures supraconductrices. Thèse de Doctorat. Université Mentouri Constantine. 2007. [3]. Philippe Mangin Rémi Kahn, Supraconductivité Introduction. 392 pages ISBN 9782759806577. (2013). [4]. N. A. Rasih, A. K. Yahya Effect of Ba-site substitution by Sr on ultrasonic velocity and electron-phonon coupling constant of DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>. superconductors. Journal of Alloys and Compounds 480, pp. 777-781. (2009). W. Abdeen, A. El Tahan, R. Awad, A. I. Abou Aly, E. M. El-Maghraby, A. Khalaf [5]. Superconductivity and mechanical properties of SmBa SmBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> added with nano-crystalline ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. Appl. Phys. A, pp. 122-574. (2016). [6]. M. B. Solunke, K. B. Modi, V. K. Lakhani, K. B. Zankat, P. U. Sharma, P. V. Reddy, S. S Shah Effect of Ag<sup>+</sup>-addition on elastic behavior of Bi-2212 superconductors Indian Journal of pure & Applied Physics, Vol. 45, pp. 764-766. (2007). [7]. R. Ravinder Reddy, P. Venugopal Reddy An analytical study of Young's moduli of HTSC at low temperatures. Physica C 265, pp. 96-106. (1996). S. Ismail, Abdel-Baset M. A. Ibrahim, A. K. Yahya [8]. Elastic moduli and step-like elastic anomalies in Ce-substituted TI<sub>0.9</sub>Bi<sub>0.1</sub>Sr<sub>2-</sub>  $_{x}Ce_{x}Ca_{0.9}Y_{0.1}Cu_{1.99}Fe_{0.01}O_{7-}$  (x=0-0.20) superconductors. A Multinational J., Vol. 88, N° 7, pp. 692-703. (2015). [9]. N. Boussouf Effet du dopage dans les céramiques supraconductrices de Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+</sub>. Thèse de Doctorat. Université Mentouri, Constantine. 2011. [10]. N. Chakri Elaboration et caractérisation de nouveaux matériaux magnétiques par Combustion. Thèse de Doctorat. UBM Annaba 2007. [11]. Sébastien. Godin-Proulx. Fabrication de jonctions Josephson BI-Epitaxiales à base de supraconducteur à haute température critique dopé aux électrons Pr<sub>2-x</sub>Ce<sub>x</sub>CuO<sub>4-</sub>. Université de Sherbrooke. Mémoire (MSc). Sherbrooke, Québec, Canada, 2010. [12]. HK Onnes The superconductivity of mercury. Comm. Phys. Lab. Univ. Leiden, pages 122–124. (1911). [13]. A. Ouari Réalisation et caractérisation de jonction Josephson YBaCuO/PrBaCuO. Applications à la commande électrique. Thèse de Doctorat. Université Annaba. 2007. [14]. J. Bardeen, L.N. Cooper, J.R. Schrieffer, Theory of Superconductivity, Phys. Rev. Vol. 108, n° 5, p. 1175-1204. (1957=. [15]. L.P. Gor'kov Microscopic Derivation of the Ginzburg-Landau Equations in the Theory of Superconductivity,

Soviet Physics JETP, vol. 36, nº 9, p. 1364-1367. (1959).

- [16]. Nicolas Doiron-Leyraud, Cyril Proust, David Le Boeuf, Julien Le vallois, Jean-Baptiste Bonne Maison, Ruixing Liang, D. A. Bonn, W. N. Hardy et Louis Taillefer, Quantum oscillations and the Fermi surface in an underdoped high-T<sub>c</sub> superconductor,
  - Nature, vol. 447, p. 565-568. 31 Mai 2007.
- [17]. Yoichi Kamihara, Takumi Watanabe, Masahiro Hirano, Hideo Hosono Iron-Based Layered Superconductor  $La[O_{1-x}F_x]$  FeAs (x = 0.05–0.12) with  $T_c = 26$  K,
  - J. Am. Chem. Soc., vol. 130, nº 11, p. 3296-3297. (2008).
- [18]. Marianne Rotter, Marcus Tegel, Dirk Johrendt, Superconductivity at 38 K in the Iron Arsenide (Ba<sub>1-x</sub>K<sub>x</sub>) Fe<sub>2</sub>As<sub>2</sub>, Phys. Rev. Lett., vol. 101, n° 10, (2008).
- [19]. P. Papon, J. Le Blond,
   Physique de transition de Phase concepts et application
   2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> cycles, pp. 230, Ecoles d'ingénieurs, Dunod, Paris, (1999).
- [20]. F. Boua cha, Propriétés Structurales et de Transport de Composés de la Famille dopés au plomb et au Zinc Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+</sub>. Mémoire Magister. Université Mentouri, Constantine. 2005.
- [21]. Christian de Boeck, Thèse de doctorat, Université de Bruxel libre, (1997).
  [22]. Stefan Köbel,
  - Thèse de doctorat, Swiss Federal Institute of Technology Zürich, (2001).
- [23]. A. David, N. Fabien, La Supraconductivité, Département de Physique, Printemps des Sciences (2002).
- [24]. J.G. Bednorz and K.A. Müller. Possible high T superconductivity in the Ba-La-Cu-0 system. Zeitschrift für Physik B Condensed Matter, 64(2):189, (1986).
- [25]. Jean Claude FRISON, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, France (1990).
  [26]. N.E. Phillips,
- *Phys. Rev.*, 134. A385-A391. (1964).
- [27]. A.C. Rose-Innes, E.H. Rhoderick Introduction to superconductivity. International series in solid state physics, vol. 6. Pergamon Press, Oxford, U.K., 1978.
- [28]. W. Meissner and R. Ochsenfeld, Nature Wissenschasten 21. 787. (1933).
- [29]. C. Kittel, Physique de l'état solide, pp. 357-360, Ed. Dunod, Paris, (1983).
- [30]. M. Brousseau, Physique du solide-propriétés électroniques pp.313-337, Masson et Cie Editeurs, Paris, France (1992).
- [31]. W. Mercouroff,
   Aspects modernes de la physique du solide,
   pp.126, Masson et Cie Editeurs, Paris, France (1969).
- [32]. M.Tinkham
   Introduction To Superconductivity
   pp.4-5, 2<sup>nd</sup> Ed International Series in Pure and Applied Physics (1996).
- [33]. B.B. Goodaman

Type II Superconductors Rep.Prog.Phs.39, 445 (1966).

- [34]. W. M. Nicolas, L. Julien, S. Edouard, Les Matériaux Supraconducteurs, pp.5-10, Rapport d'Epistémologie, Juillet (2002).
- [35]. D. Djallab
   Etude théorique des supraconducteurs à haute température critique (SHT<sub>c</sub>) au moyen du modèle statistique de Ginzburg-Landau.
   Mémoire de Magister. Université Annaba. 2008.
- [36]. D. I. dos Santos, D. Rodrigues Jr, E.A.A. Rubo, E. Cursino. Revista Brasileira d'Aplicações de Vácuo. 23, 24-26 (2004).
- [37]. S. Stavrev Thèse de doctorat. Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, (2002).
  [38]. S. Savard
  - Mémoire de maîtrise. Université de Sherbrook (2004).
- [39]. A. A. Abrikosov, Zh Ekspérim.I. Fiz. 32 1442 Soviet Phys- JETP 51174 (1957).
- [40]. Peroz. Christophe, Thèse de doctorat. Université Grenoble. (2003).
- [41]. P. W. Anderson et Y. B. Kim, Rev. Mod. Phys 36, 39 (1964).
- [42]. Ph. Mangin, Supraconductivité : un condensât de physique, Ecole des Mines de Nancy, Séminaire IFR matériaux, (2000).
- [43]. Ciazinski. M. D.
   Distributions de courant et pertes à l'intérieur d'un composite multi filamentaire supraconducteur soumis à un champ variable, Thèse de doctorat. Université Pierre et Marie Curie, Paris 6, (1986).
- [44]. E. Maxwell, Isotope effect in the superconductivity of mercury. Phys. Rev. 78, 477. (1950)
- [45]. O. M. Nes, K. Fossheim, N. Motolura, K. Kitazawa, Physica C 185-189, 13911392, (1991).
- [46]. C. Wu, K. Goretta et R. B. Poeppel Supraconductivité appliquée vol. 1, No.1/2, pp. 33-42, (1993).
- [47]. O. L. Ginzburg, L. D. Landeau, Zn. Eksperim. Teor. Fiz. 20 1064 (1950).
- [48]. M. Tinkham, Introduction to Superconductivity, pp120, 2<sup>nd</sup>Ed International Series in Pure and Applied Physics, (1996).
  [49]. A.C. Rose-Innes, E. H. Rhoderick,

Introduction to superconductivity  $2^{\text{ème}}$  Edition, p. 21 (1994).

- [50]. C. A. Reynolds, B. Serin, W. H. Wright, and L. B. Nesbitt, Superconductivity of isotopes of mercury. Phys. Rev. 78, 487. (1950).
- [51]. A. David, N. Fabien, La Supraconductivité, Département de Physique, Printemps des Sciences (2002).
- [52]. L. N. Cooper, Bound electron pairs in a degenerate Fermi gas. Phys. Rev., 104.1189. (1956).
- [53]. M.F. Bakar, A.K. Yahya Distinct effects of Al<sup>3+</sup> substitution at Cu-site and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> addition on step-like elastic

anomalies and electron–phonon coupling constant in  $EuBa_2Cu_3O_{7-}$  superconductors. Journal of Alloys and Compounds 490, 358–365. (2010)

- [54]. Record : du sulfure d'hydrogène devient supraconducteur dès -70 °C, surfuturasciences.com. 26 Mai 2017 (consulté le 26 Mai 2017).
- [55]. B.D. Josephson Possible new effects in superconductive tunneling Physics Letters, vol. 1, nº 7, p. 251-253. (1962).
- [56]. B. D. Josephson, Adv. Phys. 14, 419, (1965).
- [57]. W. Guichard. Mesure de l'état fondamental d'une jonction Josephson ferromagnétique. Thèse de Doctorat. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2003.
- [58]. P. W. Anderson and J. M. Rowell, Phys. Rev. Lett. 10, 230. (1963).
- [59]. B. Batlogg, Solid State Communications 107 – 639, (1998).

# **CHAPITRE -II-**

**Propriétés Acoustiques** 

# **II- PROPRIETES ACOUSTIQUES**

## **II-1 INTRODUCTION**

Ce travail se base sur l'utilisation d'une méthode très intéressante par son aspect nondestructif pour la caractérisation des différents types de matériaux. La méthode de Contrôle Non Destructive (CND) fait appel à la propagation d'ondes acoustiques générées à haute fréquence et utilise un transducteur piézo-électrique qui convertit une impulsion électrique en un signal acoustique. La mesure des propriétés acoustiques permet d'accéder à divers paramètres tels que : élasticité, viscosité, vitesses longitudinale, transversale et Rayleigh, module de Young, module de Cisaillement, module de compressibilité, coefficient de Poisson,....etc. [1]. La microscopie acoustique s'est imposée comme une nouvelle technique efficace de micro-caractérisation, notamment pour les matériaux optiquement opaques [2]. Elle est la seule méthode de visualisation à fournir des images du cœur de la matière, à l'échelle du micromètre (nanométrique depuis 1994). C'est une technique d'imagerie de l'infiniment petit. Les mesures de cette technique, non destructive par excellence, peuvent se faire au voisinage de la surface ou sous une profondeur relativement importante. Les deux grandes applications, couramment offertes par cette méthode, restent l'imagerie et la microcaractérisation [3]. En microscopie acoustique, le support de l'information est assuré par les ultrasons dont la longueur d'onde détermine la résolution. La génération et la détection de l'onde sont purement acoustiques. Elle fait appel à la piézoélectricité.

L'exploitation des ondes acoustiques dans le domaine de la microscopie acoustique a été réalisée pour la première fois à Stanford. <u>Quate et Lemons</u> y développèrent le premier instrument en <u>1974</u> appelé <u>SAM</u> (Scanning Acoustique Microscopy) [4]. Depuis lors, grâce à de nombreux travaux, cette technique s'est considérablement améliorée et a permis d'atteindre d'excellentes performances (<u>Atalar 1978; Kushibiki 1982; Bertoni 1984</u>) [5].

# **II-2 ELEMENTS DU MICROSCOPE ACOUSTIQUE (SAM)**

Le microscope acoustique est un dispositif de caractérisation qui est constitué de quatre parties distinctes que l'on va décrire ci-dessous.

# II-2.1 La partie acoustique

La partie d'émission et de réception de l'onde acoustique représente la partie acoustique. Elle est essentiellement composée d'un capteur du transducteur piézoélectrique (élément clé du microscope acoustique) représenté par la figure II.1, de la ligne à retard et de la lentille acoustique.

#### a) Le transducteur

Sous l'effet d'une traction ou d'une compression, les matériaux piézo-électriques produisent un champ électrique. Ces matériaux sont donc très utilisés en acoustique pour convertir les signaux électriques en ondes acoustiques et réciproquement [6].

Le transducteur d'ultrasons comprend une pastille piézo-électrique émettrice et réceptrice (le piézo-électrique est généralement du niobate de lithium (LiNbO<sub>3</sub>) pour des fréquences allant jusqu'à 400 MHz ou de l'oxyde de zinc (ZnO) pour des fréquences supérieures de l'ordre de quelque GHz permettant le transfert d'énergie électrique en énergie mécanique et inversement (figure II.1). Le champ électrique appliqué entre les deux électrodes permet la vibration du matériau piézoélectrique, dont l'épaisseur est fonction de la longueur d'onde [7].



Figure II.1: Schéma du capteur acoustique focalisé.

# b) La ligne à retard

Le milieu de propagation est disposé par rapport au transducteur de telle sorte que l'énergie se propage suivant l'axe du milieu. La longueur de la ligne à retard doit non seulement permettre la séparation temporelle des échos provenant des interfaces ligne à retard-liquide ou liquide-objet, mais également elle doit se rapprocher de la longueur de Fresnel pour pouvoir assimiler l'onde acoustique à une onde plane [8].

## c) La lentille acoustique

La figure II.1 montre que la lentille acoustique est la base du microscope acoustique. Cette lentille convergente est utilisée pour la focalisation du faisceau acoustique incident. Elle est creusée à l'extrémité de la ligne à retard à l'opposé du transducteur et elle focalise le faisceau acoustique en surface ou en profondeur de l'échantillon [9]. Comme la lentille sépare deux milieux d'indices très différents (saphir, liquide), il en découlera une très importante réfraction de l'onde acoustique. Pour assurer la meilleure qualité d'image possible, la lentille doit être taillée avec soin [10]. Plusieurs types de lentilles ont été conçues pour répondre à des exigences diverses: les lentilles cylindriques développées par les professeurs Chubachi et Kushibiki à l'université de Tohoku permettent l'étude de matériaux ayant des propriétés anisotropies [11, 12], les lentilles coniques contribuent à l'obtention de signatures acoustiques en fréquence [13, 14], les lentilles asphériques ont été développées pour la correction des défauts d'aberrations [15] et les lentilles sphériques d'un emploi universel seront celles que nous utiliserons dans ce travail.

Pour la signature V(z), seules les lentilles sphériques ont été utilisées avec un angle d'ouverture compris entre  $0^{\circ}$  et  $50^{\circ}$ . Ce type de lentilles permet d'observer les modes longitudinale, transversale et de Rayleigh dans le cas des matériaux étudiés dans le présent travail [1].

## d) Le liquide de couplage

Les ondes acoustiques ultrasonores à haute fréquence sont très rapidement amorties par l'air, d'où la nécessité d'utiliser un liquide de couplage pour transmettre le signal émis de la lentille vers l'échantillon. Ce n'est que dans les liquides ou les solides que les ondes acoustiques se propagent avec une atténuation acceptable [16, 17]. Le rôle du liquide de couplage détermine la résolution, la pénétration et la nature des objets qui peuvent être observés. L'atténuation dans le liquide détermine la fréquence maximale d'opération du microscope et par conséquent une meilleure résolution peut être obtenue [18, 19]. Le choix du fluide de couplage dépend d'une caractéristique qui est la vitesse de propagation des ondes dans ce couplant. Pour obtenir une bonne résolution, il faut choisir des liquides ayant une impédance proche de celle des solides pour éviter la réflexion d'onde acoustique [20]. Le tableau II.1 récapitule certaines caractéristiques de quelques couplants [21].

	Vitesse (m/s)	Densité (10 <sup>3</sup> kg/m <sup>2</sup> .s)	Impédance (10 <sup>6</sup> kg/m <sup>2</sup> .s)
Ethanol à 25 °C	1207	0.79	0.95
Methanol à 25 °C	1103	0.791	0.872
Mercure à 23 °C	1450	13.53	19.6
Eau à 25 °C	1497	1	1.494

Tableau II 1: Caractéristiques de quelques couplants [21].

Tout naturellement, les premières investigations ont commencé avec l'eau, qui présente un grand nombre d'avantages grâce à ses bonnes propriétés physiques (compatibilité avec la plupart des matériaux) et sa souplesse d'emploi qui ne présente aucune nocivité pour l'utilisateur. Les liquides (méthanol, éthanol, glycol) sont des corps relativement inertes, d'un point de vue chimique, ne réagissent que sur certains produits généralement dans des conditions spécifiques [22].

## II-2.2 La partie électronique

L'amélioration de la dynamique est due à la technologie du transducteur, mais également à l'électronique associée [23]. La partie électronique génère le signal électrique de haute fréquence (de l'ordre du MHz) qui est transformé par le transducteur en une onde ultrasonore de même fréquence. En récurrence, l'onde acoustique reçue de la part de l'échantillon est transformée par le transducteur en un signal électrique, qui va ensuite être traité par un système d'acquisition et de traitement (figure II.2).



Figure II.2: Schéma bloc du microscope acoustique.

# II-2.3 La partie mécanique

Trois tables X, Y et Z forment la partie mécanique. Ces tables munies de moteur permettent des micro-déplacements et des repositionnements. Pour une analyse qualitative (imagerie), les tables X et Y sont activés et quadrillent l'échantillon à étudier tandis que le capteur acoustique doit rester à une distance constante par rapport au plan XY [1].

### II-2.4 La partie imagerie

Cette dernière partie du microscope acoustique nous permet de faire l'acquisition et la visualisation d'images qui peuvent être liées à la structure ou à la nature des liaisons entre divers matériaux.

### **II-3 PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT**

Le premier microscope acoustique à balayage (SAM), conçut par l'université de Stanford, fonctionnait en transmission [24]. D'autres microscopes fonctionnant en réflexion ont été développés par la suite. Leur principal avantage est de n'utiliser qu'un seul capteur acoustique pour l'émission du signal et la détection de la réponse acoustique du matériau analysé [25].

Le principe de fonctionnement d'un microscope acoustique est de générer une onde ultrasonore de très haute fréquence, puis de l'envoyer vers un échantillon, recevoir ensuite l'onde réfléchie (ou transmise) et la traduire en un signal analogique puis en une image (Figure II.3).



Figure II. 3: Schéma du capteur et des trajets acoustiques en réflexion.

# II-4 AVANTAGES DU S.A.M

La microscopie acoustique est une technique non destructive qui permet de déterminer les propriétés élastiques de différents types des matériaux, en l'occurrence les matériaux supraconducteurs indépendamment des méthodes habituelles (essai de traction, de flexion,...).

La microscopie acoustique et la microscopie optique sont complémentaires. Généralement, lorsqu'un matériau est transparent à la lumière, il est opaque aux ultrasons, et vice-versa. A titre d'exemple, le verre est transparent à la lumière et beaucoup moins aux ultrasons, tandis que l'aluminium est opaque à la lumière et transparent aux ultrasons [26].

# **II-5 LES DIFFERENTS MODES DE PROPAGATION**

La propagation des ondes acoustiques dépend du milieu de propagation. Les ondes acoustiques se propagent dans les milieux matériels de manières différentes. Les milieux matériels peuvent être solides, liquides ou gazeux. Ils existent plusieurs types de mode de propagation d'ondes acoustiques dans le cas des milieux solides, qui se subdivisent deux catégories : les modes en surface et les modes en volume.

### II-5.1 Les ondes de volume

Tout mode de propagation d'ondes acoustiques n'est qu'une combinaison de deux modes propres fondamentaux qui sont appelés le mode longitudinal et le mode transversal.

# a) Le mode longitudinal

Chaque onde acoustique se propage selon une direction. Si celle-ci est parallèle à la direction des vibrations du point matériel excité, l'onde est longitudinale et la vitesse de propagation est dite vitesse longitudinale et elle est notée  $V_L$ .

# b) Le mode transversal

Si au contraire, la direction de propagation de l'onde acoustique est perpendiculaire à la direction de déplacement des particules, dans ce cas l'onde est transversale et la vitesse de propagation est dite vitesse transversale et elle est notée  $V_T$ .

En général, dans les matériaux solides la direction de propagation de l'onde n'est ni parfaitement parallèle ni absolument perpendiculaire à la direction de déplacement des particules. L'onde est dite alors onde quasi-longitudinale ou onde quasi-transversale [27].

# **II-5.2** Les ondes de surface

Les ondes élastiques ou acoustiques de surface appelées SAW (Surface Acoustic Wave) sont des ondes qui se propagent en parallèle de la surface d'un solide (le vecteur d'onde et le vecteur de flux d'énergie sont parallèle à la surface) avec une amplitude, en terme de longueur d'onde, qui décroît avec la profondeur du solide [28].

# a) Ondes de Rayleigh

Les deux composantes longitudinale et transversale, en quadrature (déphasées de 90°), contenues dans le plan sagittal (plan défini par le vecteur d'onde et la normale à la surface) détermine l'onde de Rayleigh. Cette onde est réémise à travers l'interface liquidesolide et s'atténue selon sa direction de propagation. Le déplacement des particules est décroissant en fonction de la profondeur et il est totalement nul à partir d'une profondeur de 2 [29,30]. Les particules de surface se déplacent en ellipse (Figure II.4). La vitesse de Rayleigh est notée  $V_R$ .



Figure II. 4: Ondes de Rayleigh.

# b) Onde de Lamb

L'onde de Lamb est un mode vibratoire d'une plaque élastique située dans le vide [23]. Lorsque le matériau sous forme de plaque d'épaisseur égale à une longueur d'onde, dans ce cas deux types d'ondes peuvent se propager : les ondes de Lamb symétrique et antisymétriques (Fig II.5).



Figure II. 5: Onde de Lamb.

- a) symétrique : les composantes transversales sont opposées et les composantes longitudinales sont égales.
- b) antisymétrique : la composante transversale ne change pas de signe alors que la composante longitudinale change de signe.

# **II-6 LES CARACTERISTIQUES D'ELASTICITE**

# II-6.1 Modules d'élasticité

La microscopie acoustique est basée sur le principe du contrôle et de l'évaluation non destructifs [31, 32], cette méthode dynamique consiste à soumettre les échantillons à des ondes ultrasonores. Chaque pulse acoustique recueilli par le transducteur constitue un événement générant un signal électrique. Celui-ci est analysé pour déterminer les différentes vitesses longitudinale et transversale  $V_L$  et  $V_T$  des matériaux étudiés. La détermination de ces vitesses permet d'en déduire les modules d'élasticité qui s'expriment en GPa ou GN.m<sup>2</sup>. Ces modules dépendent de la rigidité des liaisons et leurs densités surfaciques.

#### a) Le module de Young E

La constante élastique liant la contrainte à la déformation pour un matériau homogène isotrope est désignée par module de Young et elle est notée par E. Si on assimile une liaison à un ressort de raideur k, alors le module de Young (E) sera de l'ordre de  $k/r_0$ , avec  $r_0$ , la taille de l'atome [33]. Dans le cas d'une même contrainte, le matériau ayant un module d'élasticité élevé subira une déformation plus faible qu'un matériau de module d'élasticité faible. La détermination des vitesses permet de déterminer le module de Young. Le microscope acoustique à balayage [34, 35] est un instrument de mesure qui sert à déterminer les vitesses des ondes de propagation.

Le module de Young E peut être calculé selon la formule suivante [6, 36, 37] :

$$E = ...V_{s}^{2} \left( \frac{3V_{l}^{2} - 4V_{s}^{2}}{V_{l}^{2} - V_{s}^{2}} \right)$$
(II-1)

Avec :  $V_T$  : vitesse transversale  $V_L$  : vitesse longitudinale : densité du matériau.

#### b) Le module de cisaillement G

Le module de cisaillement (noté G), caractérise également la rigidité d'un matériau, il est équivalent à la deuxième constante de Lamé  $\mu$ . L'application des méthodes dynamiques via les vitesses des ultrasons permet son évaluation grâce à la relation suivante [6, 36]:

$$G = \dots V_s^2 \tag{II-2}$$

Par comparaison, le module de Young (E) est supérieur à celui du cisaillement (G) pour l'ensemble des matériaux.

#### c) Le module de compressibilité

Le module de compressibilité ou le module élastique de volume d'un matériau est le rapport négatif de la variation de la pression appliquée à un matériau à la variation partielle du volume. Cette propriété élastique volumique détermine la compression d'un matériau pour une pression externe exercée. Cette propriété mécanique de la matière est liée à sa compressibilité [33].

$$K = \dots \left(\frac{3V_l^2 - 4V_s^2}{3}\right)$$
(II-3)

# d) Le coefficient de Poisson

Pour caractériser la contraction de la matière perpendiculairement à la direction de l'effort appliqué, il faut déterminer le coefficient principal de Poisson (noté ). Ce coefficient pour la plupart des métaux varie entre 0.25 à 0.35 [33]. Il est exprimé en fonction des vitesses acoustiques par la relation suivante [6, 36] :

$$\in = \frac{2V_s^2 - V_l^2}{2(V_s^2 - V_l^2)}$$
(II-4)

#### e) La constante de Lamé

Le coefficient de Lamé permet de relier le module de cisaillement G à la vitesse longitudinale et la densité du milieu [33]. Il est donné par l'expression :

$$\} = ... v_1^2 - 2G$$
.

A partir des relations précédentes des constantes élastiques E, G et , on peut montrer que ces constantes sont reliées entre elles par l'expression suivante :

$$\mathbf{E} = 2\mathbf{G}\left(1 + \hat{\phantom{x}}\right) \tag{II-5}$$

Le module élastique de volume B et le module longitudinal L peuvent être également reliés au module de Young E et au coefficient de poisson selon les expressions suivantes :

$$\mathbf{B} = \frac{\mathbf{E}}{3(1-2^{\circ})} \tag{II-6}$$

$$L = \frac{(1 - \epsilon)E}{(1 + \hat{})(1 - 2\hat{})}$$
(II-7)

#### **II-7 LE POUVOIR REFLECTEUR**

Le pouvoir réflecteur est basé sur le coefficient de réflexion, qui est une fonction complexe, est représenté par son module et sa phase (figure II.6). Le module ou bien l'amplitude représente deux angles critiques : l'angle critique longitudinal  $_L$  et l'angle critique transversal  $_T$ . Il varie brusquement au niveau de  $_L$ , et devient égale à l'unité à partir de  $_T$ . Cet état correspond à la réémission de toute l'énergie par l'échantillon dans le couplant au cours de la propagation de l'onde de surface. La phase varie peu en fonction de l'angle critique longitudinal, par contre une très forte variation de 180° indique l'angle critique de Rayleigh  $_R$  correspondant à l'onde de Rayleigh [28, 38].



Figure II. 6: Coefficient de réflexion du système eau-YBCO et eau-PBCO [1].

Pour l'utilisation de l'imagerie acoustique, il faut auparavant comprendre le phénomène de la propagation des ondes dans les milieux solides et liquides et maitriser les lois régissant les transferts d'ondes aux interfaces [39]. Dans le cas d'un matériau massif c'est à dire un système liquide-substrat, l'expression du pouvoir réflecteur a été donnée par Schoch [40-43]. Une autre méthode de calcul, utilisant le bilan mécanique, la continuité des contraintes et des déplacements à l'interface, a été développée par Brekhovskikh [44]. Elle permet de déterminer les différents coefficients dans le cas d'un matériau massif ou d'un système multicouche (liquide-couche-substrat).

## II-7.1 Le modèle de Brekhovskikh

En microscopie acoustique, il faut utiliser un liquide de couplage (eau, méthanol,...etc.) et les matériaux caractérisés sont soit des matériaux massifs, soit des structures multicouches, ainsi il existe deux cas d'étude de la réflexion: réflexion à l'interface liquide-solide et réflexion à l'interface solide-solide.

### a) Réflexion à l'interface liquide-solide

Par définition, l'onde incidente est une onde acoustique qui se propage dans le liquide de couplage en direction d'un solide sous une incidence , une partie de cette onde est transmise au solide tandis qu'une autre partie est réfléchie vers le liquide (Figure II.7).



Figure II. 7: Réflexion et transmission à l'interface Liquide – Solide.

Les conditions aux limites à l'interface liquide solide, nous permettent de déterminer le coefficient de réflexion et le coefficient de transmission [45, 46] :

$$R(_{\#}) = \frac{Z_{L}\cos^{2} 2_{\#_{T}} + Z_{T}\sin^{2} 2_{\#_{T}} - Z_{0}}{Z_{L}\cos^{2} 2_{\#_{T}} + Z_{T}\sin^{2} 2_{\#_{T}} + Z_{0}}$$
(II-8)

$$T_{L}(") = \frac{2Z_{L}\cos 2_{"T}}{Z_{L}\cos^{2} 2_{"T} + Z_{T}\sin^{2} 2_{"T} + Z_{0}}$$
(II-9)

$$T_{s}(_{\#}) = \frac{-2Z_{T}\sin 2_{\#_{T}}}{Z_{L}\cos^{2} 2_{\#_{T}} + Z_{T}\sin^{2} 2_{\#_{T}} + Z_{0}}$$
(II-10)

Où :

 $Z_{_0} = ..._{_0}V_{_0}/\cos \pi$  est l'impédance acoustique du liquide

 $Z_{L} = ..._{L}V_{L}/\cos u_{L}$  et  $Z_{T} = ..._{T}V_{T}/\cos u_{T}$  sont respectivement les impédances acoustiques longitudinale et transversale du solide.

$${}_{"T} = \operatorname{arsin}\left(\cos_{"}\frac{V_{T}}{V_{0}}\right) \operatorname{.et} {}_{"L} = \operatorname{arsin}\left(\sin_{"}\frac{V_{L}}{V_{0}}\right) \text{ sont respectivement les angles de$$

réfraction transversale et longitudinale.

En posant l'impédance totale du solide:  $Z_{ror} = Z_L \cos^2 2_{w_T} + Z_T \sin^2 2_{w_T}$ , nous obtenons la relation du coefficient de réflexion très connue en acoustique, soit :

$$R(_{"}) = \frac{Z_{TOT} - Z_{0}}{Z_{TOT} + Z_{0}}$$
(II-11)

Dans le cas le plus général et sous une incidence quelconque, les angles de réfraction  $_{L}$  et  $_{T}$  et par suite les impédances acoustiques  $Z_{_{L}}$  et  $Z_{_{S}}$  sont des nombres complexes. La fonction de réflexion peut s'écrire alors sous la forme complexe [47].

$$R(_{''}) = \Gamma \exp(j < ) \tag{II-12}$$

Où :  $\Gamma$  est le module du coefficient de réflexion et  $\langle$  sa phase.

# b) Réflexion à l'interface solide-solide

Dans le cas d'une interface solide-solide, il existe deux types d'onde qui se propagent : une onde longitudinale et une autre transversale. Par contre dans le liquide, l'onde qui se propage n'est que la superposition d'une onde incidente et d'une onde réfléchie, toutes les deux longitudinales (Figure II.8).



Figure II. 8: Propagation des ondes acoustiques dans le système liquide-couche-substrat.

Le coefficient de réflexion à l'interface liquide de couplage-couche a été explicité par Z. Yu (1995) et son expression est donnée par la relation suivante [47, 48] :

$$R(_{\#}) = \frac{y_0 (M_{11}M_{22} - M_{12}M_{21}) + j_{\dots_0} \check{S}^2 (M_{11}M_{23} - M_{21}M_{13})}{y_0 (M_{11}M_{22} - M_{12}M_{21}) - j_{\dots_0} \check{S}^2 (M_{11}M_{23} - M_{21}M_{13})}$$
(II-13)

## c) Détermination du coefficient de réflexion pour un système multicouche

Pour un système multicouche, la détermination du coefficient de réflexion est compliquée du point de vue développement mathématique [5, 45, 46, 48]. L'étude de ce système est basée sur le même principe pour n'importe quel nombre de couches déposées. Car le système multicouche est composé de couches minces déposées sur un substrat massif.

### II-7.2 Calcul de la vitesse de Rayleigh d'après R ( )

La détermination de la vitesse de Rayleigh et les différentes vitesses des modes qui se propagent aux interfaces liquide-solide ou solide-solide font partie intégrante de notre travail de thèse. La représentation du pouvoir réflecteur en fonction de l'incidence s'avère donc nécessaire pour déterminer les types de ces modes. Des variations de phase et d'amplitudes au voisinage des angles critiques (cf. figure II-6) : longitudinal, transversal et Rayleigh, sont relevées et permettent de calculer les vitesses des différents modes.

Pour les systèmes multicouches, des ondes supplémentaires vont se propager qui seront caractérisées par de brusques variations de phase. Une variation de phase de 2 à un angle légèrement supérieur à T, va correspondre au mode de Rayleigh, qui se propage à l'interface liquide-solide avant de réémettre son énergie dans le liquide. Ce mode est défini pour une variation de la phase de . On peut ainsi déterminer la vitesse de Rayleigh à R [49] :

$$V_{R} = V_{Lig} / \sin_{\#R}$$
(II-14)

L'onde de Rayleigh qui se propage est directement liée à la capacité du milieu à supporter les contraintes longitudinales et transversales. Ainsi, on peut dire que la vitesse de Rayleigh  $V_R$  est un paramètre intrinsèque du matériau. La vitesse de Rayleigh peut être également exprimée par la relation de Victorov [9, 50] :

$$V_{R} = V_{T} \frac{0.718 - (V_{T} / V_{L})^{2}}{0.750 - (V_{T} / V_{L})^{2}}$$
(II-15)

Les différentes étapes effectuées pour la détermination du coefficient de réflexion R() et de la vitesse de Rayleigh  $V_R$  sont illustrées par l'organigramme de la Figure II.9.



Figure II. 9: Organigramme de traitement des données du pouvoir réflecteur R().

# **II-8 LA SIGNATURE ACOUSTIQUE V(Z)**

L'objectif de ce travail est la détermination des propriétés élastiques de certains matériaux supraconducteurs par l'utilisation d'une méthode acoustique. La microscopie acoustique à réflexion permet la détermination des propriétés acoustiques des matériaux en mesurant la signature acoustique du réflecteur par une lentille, appelée aussi signature V(z) caractéristique du matériau étudié [33].

Pour effectuer une mesure quantitative, il faut défocaliser légèrement le capteur. Le transducteur nous donnera alors un signal de sortie qui variera en fonction de la défocalisation et dépendra de la morphologie et de la nature du matériau étudié. Il en résultera la courbe de la signature acoustique V(z). Pour un substrat donné la signature acoustique dépendra essentiellement de la structure du milieu (grains, joints de grains, porosité,...etc.), alors que pour des couches sur substrat, elle sera également fonction des couches et de leurs épaisseurs [1].

La signature acoustique V(z) est formée de signatur périodiques. La figure II.10 montre une courbe typique de V(z). La périodicité z des interférences donne des informations sur l'onde acoustique de surface [51].



Figure II. 10: Signature acoustique V(z) des composés YBCO (a) et PBCO (b) massif [1].

La compréhension du mécanisme du V(z) nécessite la compréhension de deux approches théoriques : la première méthode basée sur le principe géométrique des rayons optiques a été développée par Bertoni [52, 53] et la deuxième fondée sur les principes d'optique physique de Fourier a été développée par Attalar [54, 55].

# II-8.1 Modèle des raies

Dans la courbe de la signature acoustique V(z) (cf. figure II-10), la valeur de la période z est la plus importante pour déterminer la vitesse de Rayleigh. La valeur de cette période, peut être précisé à partir de l'expression donnée par la théorie des raies [52, 53]. La figure (II.11) indique que lorsque z = 0, il y a à la focale deux rayons d'incidence normale et J d'incidence. L'onde excitée par le transducteur se réfléchit sur l'échantillon avant de revenir sur la lentille et puis récupérée par le transducteur.



Figure II. 11: Différents trajets des rayons acoustiques pour z = 0.

En déplaçant l'échantillon vers la lentille, le transducteur ne récupère que les rayons près de l'axe (rayon ) de la lentille (Figure II. 12).



Figure II. 12: Différents trajets des rayons acoustiques pour z 0.

Le V(z) représente donc l'interférence entre l'onde axiale et l'onde de surface. La périodicité du V(z) peut être obtenue en comparant la phase des rayons axiaux réfléchis par l'objet, à celle due à l'onde de surface. La périodicité z calculée par Bertoni [56, 57] est de la forme :

$$\Delta z = \frac{V_{\text{liq}}}{2f(1 - \cos_{\#_R})} \tag{II-16}$$

En appliquant la loi de Snell-Descartes et en utilisant la relation (II-14) on aboutit à la nouvelle expression de la vitesse de Rayleigh [58] :

$$V_{\rm R} = \frac{V_{\rm liq}}{\sqrt{1 - (1 - \frac{V_{\rm liq}}{2f\Delta z})^2}}$$
(II-17)

#### II-8.2 Bases du modèle utilisé

Sheppard et Wilson ont créé un nouveau modèle de V(z) basé sur la théorie des ondes [59]. Ce modèle permet de développer un traitement numérique des résultats. L'expression à laquelle ils ont abouti est de la forme [60] :

$$V(z) = \int_{0}^{\max} p^{2}(\pi) R(\pi) \exp(2jk_{0}z\cos\pi) \sin\pi \cos\pi d\pi$$
(II-18)

Avec :

R(): le pouvoir réflecteur du matériau,

 $k_0$ : le nombre d'onde dans le liquide de couplage,

z : la défocalisation du capteur par rapport à la focale,

exp (2jzk<sub>0</sub>) exprime le déphasage entre les ondes planes qui effectuent un aller et retour dans le liquide de couplage.

 $P^2()$ : la fonction pupille de la lentille qui est assimilée à une gaussienne, elle représente la répartition de l'énergie avant le passage du dioptre de la lentille.

Si l'angle d'ouverture est de 50°, la fonction pupille s'écrit alors [1] :

$$P^{2}(_{''}) = \exp\left(-3.5(50)^{2}\left(\frac{''}{_{''}}\right)^{2}\right)$$
(II-19)

# II-8.3 Traitement numérique de V(z)

Les outils les plus importants utilisés lors du traitement de la signature acoustique V(z) sont : la soustraction de la réponse de la lentille et la transformée de Fourier rapide (FFT).

#### a) La soustraction de la réponse de la lentille

Cette technique dépend de deux fonctions : la fonction caractéristique de l'échantillon et la réponse de la lentille. Leur expression a été donnée par Kuchibiki [49, 61, 62] :

$$V(z) = V_L(z) + V_I(z)$$
 (II-20)

Où:

 $V_L(z)$ : la fonction de transfert, appelée commodément réponse de la lentille.

 $V_I(z)$ : La fonction caractéristique de l'échantillon.

La courbe de la fonction de transfert peut être obtenue sur un échantillon parfaitement réfléchissant (or ou téflon) où le coefficient de réflexion R() vaut l'unité [23]. La soustraction de cette fonction de la courbe de V(z) nous donne la réponse V<sub>I</sub>(z) qui dépend exclusivement de l'échantillon [63]. Pour réduire au maximum les effets des modes

indésirables, il est indispensable d'effectuer un filtrage de  $V_I(z)$  pour obtenir la réponse  $V_I(z)$  à partir de laquelle seront effectués les calculs de la période [64].

# b) La transformée de Fourier rapide (FFT)

La signature acoustique V(z) est formée de signaux périodiques. Pour déterminer leur période, il est nécessaire d'effectuer un traitement de signal V(z) par la méthode de la transformée de Fourrier (FFT : Fast Fourrier Transformation en anglais) ou analyser les courbes par des approximations successives. Grâce à la transformée de Fourrier à partir de la position d'une raie dans le spectre de fréquence spatiale, la valeur de la période z est déterminée avec précision (figure II.13). Par conséquent, les vitesses des différents modes de propagation qui interférent dans la signature acoustique sont déduites et les modules d'élasticités déterminés [1, 33].



Figure II. 13: Exemple d'un spectre de FFT obtenu à partir de la courbe V(z) [1, 33].

Les vitesses de propagation de surface et de volume sont déterminées par l'analyse de Fourier de la signature acoustique V(z). Ce signal est en fait une transformée de Fourier de la fonction Q (t). L'expression de cette fonction sera la transformée de Fourier inverse du signal acoustique V(z) et elle donnera le spectre de V(z).

Le changement de variables [5, 45] :

$$t = \frac{\cos \pi}{f}$$
 et  $u = k_0 z$   
Ainsi que :

 $2k_0 z \cos_w = 2f ut$  et  $sin(w) cos(w) d_w = -f^2 t dt$ 

Permet d'obtenir la formule de la transformé de Fourier V(u) de la fonction Q(t) par suivante :

$$V(u) = \int_{\cos, \max}^{1/f} Q(t) \exp(-2jf ut) dt$$
(II-21)

Avec :  $Q(t) = p^{2}(t)R(t)$ 

# c) Le fenêtrage

Le fenêtrage consiste à appliquer des fonctions au signal V(z) avant le traitement de la FFT [65]. Il existe plusieurs types de fenêtrage, mais dans notre cas la fonction qui nous donne des résultats très proches à ceux obtenus par la soustraction de la réponse de la lentille  $V_L(z)$  est la fenêtre de Blackman. Ce traitement permet une meilleure localisation des différents modes de propagation [66]. L'objectif de l'utilisation de la fenêtre de pondération consiste à éviter les discontinuités et de réduire au minimum les ondulations produites par la fenêtre rectangulaire. Le tableau II.2 suivant présent quelques fenêtres de pondération et leur fonction:

Fenêtre	Fonction
Blackman	$w[k+1] = 0.42 - 0.5 \cos\left(2f \frac{k}{n-1}\right) + 0.08 \cos\left(4f \frac{k}{n-1}\right), k = 0,, n-1$
Hanin	$w[k+1] = 0.5\left(1 - \cos\left(2f\frac{k}{n-1}\right)\right), k = 0,, n-1$
Hamming	$w[k+1] = 0.54 - 0.46\cos\left(2f\frac{k}{n-1}\right), k = 0,,n-1$

Tableau II 2: Les fenêtres de pondération et leur fonction [7].

Le traitement de la signature acoustique V(z) que nous avons utilisé dans notre travail peut être représenté d'une manière schématique par l'organigramme ci-dessous (figure II.14).



Figure II. 14: Organigramme de traitement des données de la signature acoustique V(z).

#### **II-9 LA POROSITE**

Il existe différents types de matériaux, parmi lesquels on peut citer les matériaux poreux qui présentent deux phases: l'une solide et l'autre fluide. La première phase correspondant à la matrice, (ou squelette), constituée de grains à structure cristalline variée et la seconde correspondant au gaz ou liquide interpénétrant les espaces entre grains. Les vides intergranulaires sont remplis d'air ou d'eau [7]. Dans ce type de matériaux on définit le taux de porosité comme étant le pourcentage du vide dans le volume du matériau poreux. L'une des caractéristiques importantes des matériaux poreux est le degré de porosité, c'est-à dire le pourcentage de vide [28].

Dans notre travail, nous avons étudié des matériaux avec une porosité qui varie de 0 à 50%. Ainsi, les différents paramètres et grandeurs physiques que nous avons utilisés dans le présent travail, (vitesses longitudinales, transversales et vitesse du liquide de couplage, les densités du matériau et du liquide) seront tous fonction de la porosité. Il en découle que dans le cas d'un matériau poreux, l'expression du coefficient de réflexion R () tiendra compte des relations suivantes [67, 68].

$$V_{L} = V_{L0} (1 - P)^{m}$$
 (II-22)

$$V_{\rm T} = V_{\rm T0} \left(1 - P\right)^{\rm m}$$
 (II-23)

$$\dots = \dots_0 \left( 1 - \mathbf{P} \right) \tag{II-24}$$

où:

 $V_{L0}$ ,  $V_{T0}$ ,  $\rho_0$  sont respectivement la vitesse longitudinale, transversale et la densité dans le matériau non poreux.

 $V_L$ ,  $V_T$ ,  $\rho$  sont respectivement la vitesse longitudinale, transversale et la densité dans le milieu poreux.

La figure II.15 montre l'effet de la porosité et représente les variations de la périodicité de la signature acoustique V(z) dans le cas du silicium poreux.



**Figure II. 15:** Signature acoustique V(z) du silicium poreux à 600MHz et pour différents taux de porosité [58].

# **II-10 LA TEMPERATURE ET LES PROPRIETES MECANIQUES DES** MATERIAUX SUPRACONDUCTEURS

La température a une relation importante avec le changement des paramètres mécaniques des matériaux supraconducteurs tels que le module de Young, le module de cisaillement, le module de compressibilité, le coefficient de Poisson et le module longitudinal. La variation des modules élastiques avec la température d'un solide à basse température, a été prévue théoriquement pour la première fois par Born [69], puis par d'autres auteurs, qui ont prédit que la dépendance de la température avec les variations des constantes élastiques résulte de la variation de l'énergie potentielle due à l'anharmonicité [70]. Parmi les différents modèles qui ont été développés et qui nous permettent de déterminer les variations de ces modules d'élasticités, on peut citer : le modèle de Watchman, le modèle de Varshni et le modèle de Laakad.

#### II-10.1 Modèle de Watchman

La première explication de la variation du module de Young avec la température a été donnée par Watchman et al dans le cas de quelques matériaux dans une gamme de température variant de 100 à 300K [70, 71]. Selon eux, la variation des modules d'élasticités d'un matériau en fonction de la température est déterminée par l'équation suivante :

$$E(T) = E_0 - BT \exp(T_0/T)$$
(II-25)

Où :

E<sub>0</sub> est le module d'élasticité à 0K B et  $T_0$  sont des constantes.

Plus tard, Nandanpawar et Rajagopalan [72] ont observé qu'il est possible de prolonger l'applicabilité de l'équation de Watchman à d'autres métaux comme l'Au, Ag, Si et alliages comme PbSe, Mg<sub>2</sub>Sn, MgCu<sub>2</sub> etc.

#### II-10.2 Modèle de Varshni

En passant en revue la variation du comportement élastique des différents types de matériaux en fonction de la température, (en particulier les métaux), Varshni est arrivé à proposer deux équations [73] :

$$C_{ij}\left(T\right) = C_{ij}\left(0\right) - \frac{S}{e^{\frac{t}{T}-1}}$$
(II-26)

$$C_{ij}(T) = C_{ij}(0) - ST^{2}/(T+C)$$
(II-27)

Où :

 $C_{u}(T)$  et  $C_{u}(0)$  sont les modules d'élasticités d'un échantillon à 0K et à une température T donnée.

S, C et t sont des constantes.

#### II-10.3 Modèle de Laakad

Une autre explication des variations des propriétés mécaniques a été avancée par Laakad pour des basses et hautes températures [74]. L'avantage de ce modèle est que si deux valeurs des constantes élastiques pour deux températures différentes et aussi la température de Debye <sub>D</sub> d'un matériau sont connues, on peut prédire les constantes élastiques sur la gamme entière de température. Ainsi, Kanrar et Ghosh ont utilisé le model de Laakad pour prédire les constantes élastiques des alliages cristal simples de l'alliage Ni-Fe sur une gamme de température variant de 80 à 300K [75]. Le modèle de Laakad nous permet de déterminer la variation des constantes élastiques du matériau en fonction de la température selon l'équation suivante [70, 76] :

$$E(T) = E_0 \left[ 1 - kF(T/_{\#_D}) \right]$$
(II-28)

 $O\dot{u}$ :  $E_0$  est la constante élastique à 0K, et k est une constante.

$$F(T/_{m_{D}}) = 3(T/_{m_{D}})^{4} \left(x^{3} \left[\exp(x) - 1\right]^{-1}\right) dx \text{ Avec } x = h \varepsilon / kT$$

Ces modèles ont pu être confirmés par des résultats expérimentaux. A titre d'exemple, la figure II.16 présente la variation du module de Young en fonction de la température pour le matériau supraconducteur Y123.



Figure II. 16: Variation du module de Young en fonction de la température pour le matériau supraconducteur Y123 [70].

# **II-11 CONCLUSION**

Ce chapitre a permis l'étude de la porosité sous ses différents aspects et surtout de comprendre les diverses théories de détermination des paramètres caractérisant les matériaux par la microscopie acoustique. Les résultats et les données des deux chapitres précédents nous ont permis d'effectuer des simulations en utilisant Matlab. Les résultats obtenus seront développés et discutés dans le 3<sup>ème</sup> et dernier chapitre. Le chapitre aborde la modélisation de certains matériaux supraconducteurs (YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>-, PrBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>-, DyBaCuO, HoBaCuO et Bi-2212), la détermination de la variation du coefficient de réflexion et de la signature acoustique en fonction de l'épaisseur, de la porosité, de la concentration et de la température. Ce qui permettra de déterminer les vitesses longitudinale, transversale et de Rayleigh, ainsi que les paramètres élastiques des matériaux étudiés.

# Références

[1]	A. Ouari.
	Réalisation et caractérisation de jonction Josephson YBaCuO/PrBaCuO. Applications à
	la commande électrique.
	Thèse de Doctorat. Université Annaba. 2007.
[2]	R. A. Lemons, C. F. Quate.
	Acoustic Microscopy: scanning version
	Appl. Phys. Letters 24, pp.163-165, (1974).
[3]	R. A. Lemons, C. F. Quate.
	Acoustic Microscopy
	Physical Acoustics 14, pp.1-92, Academic press, London, (1979).
[4]	K. Alami
	Modélisation et analyse spectrale de la signature acoustique appliquées à la micro
	caractérisation des matériaux homogènes et stratifiés
	Thèse de Doctorat. Montpellier .Mai 1991.
[5]	A. Briggs
	Acoustic Microscopy
	Clarendon press, Oxford, (1992)
[6]	B. A. Auld
	Acoustic fields and waves in solids
[7]	Volume 1 et 2. Wiley and Sons. 1973
[/]	T. Tahraoui.
	Etude de l'attenuation dans les materiaux supraconducteurs par des techniques
	acoustiques.
r <b>0</b> 1	H Matthews
[0]	n. Maunews
	Wiley intervience, chapitre 1 pp 47 51, Janvier 1077
[0]	N Harbad (feu) A Benchaala A Abbas A Abtouche
[7]	Caractérisation Mécanique de l'Acier Inox par Microscopie Acoustique Simulée
	18 <sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique, Grenoble, 27-31 Août 2007
[10]	I Serra
[10]	"Image analysis and mathematical morphology"
	Ed Academic Press New York (1982)
[11]	J. Kushibiki, N. Chubachi
[]	Material characterisation by line-Focus-Beam Acoustic Microscope
	IEEE Transaction on Sonics and Ultrasonics, vol.SU-32N°.2.pp.189-212. Mars 1985.
[12]	J. Kushibiki, N. Chubachi
	Acoustic microscopy for material characterisation
	Ultrasonics international conférence. Le Touquet, France.1-4 Juillet 1991.
[13]	Atalar, H. Köymen, L. Degertekin
	Characterisation of layered materials by the lamb wave lens
	IEEE Ultrasonics Symposium. p.p.359-362. (1990).
[14]	L. Ferdj-Allah
	Etude et modélisation de la signature acoustique fréquentielle v (f) Application de
	l'adhérence des systèmes multicouches
	Thèse de Doctorat : Montpellier 1993.
[15]	J. Attal, A. Saied, J. M. Saurel,
	Deep focusing inside materials at gigahertz frequencies
	Acoustical Imaging, 17ième International Symposium Mai-Juin 1988
[16]	M. Dubois, M. Viens, A. Moreau, C. K. Jen.
	Ultrasonic attenuation measurements at 300 MHZ.

Review of progress in quantitative non-destructive evaluation, plenium press, New York, vol.18, pp.1439-1456, (1996)

[17]	K. Yamanaka.
[]	Analysis of Saw attenuation measurement using the acoustic microscope
	Electronics Letters vol 18 pp 587-589 (1982)
[18]	J. Attal. C. Amaudric Du Chaffaut, K. Aami, H. Coelho-Mandes, A. Saied.
[10]	Role of coupling fluid in the acoustic signature $v(z)$
	Electronics Letters vol 25 $n^{\circ}24$ pp 1625-1626 (1989)
[19]	W Bounour A Benaldija A Quari M Guerrioune D Vrel
[17]	Inter journal of Self- Propagation High-Temperatue Synthesis Volume 15 Number 3
	(2006)
[20]	C Cinhis G Desnaux C H Chou B T Khuri-Ykuh
[20]	Illtrasonics in situ measurement of the marine micro layer
	Illtrasonic Symposium IEEE HAWAL pp 1057-1060 (1990)
[21]	G S Kino
[21]	Acoustic waves
	Prentice-Hall new Jersy (1987)
[22]	A Boudour
[22]	"Etude par microscopie acoustique des différents modes de propagation dans les
	structures monocouches et multicouches"
	Thèse de Doctorat Université Badii Mokhtar-Annaba Septembre 1998
[23]	E Ogam
[20]	caractérisation ultrasonore et vibroacoustique de la santé mécanique des os humains
	Thèse de doctorat de l'université de provence aix-marseille L 12 juin 2007
[24]	R. A. Lemons, C. F. Quate.
[]	Advances in mechanically scanned acoustic microscopy
	IEEE Ultrasonics Symposium Proceedings, pp.41-44, (1974)
[0.5]	
1251	A. Atalar, M. Hoppe.
[25]	A. Atalar, M. Hoppe. High performance acoustic microscope .
[25]	A. Atalar, M. Hoppe. High performance acoustic microscope . Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)
[25]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> </ul>
[25]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par</li> </ul>
[25]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> </ul>
[25]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> </ul>
[25]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> </ul>
[25] [26] [27]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> </ul>
[25] [26] [27]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> </ul>
[25] [26] [27] [28]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> </ul>
[25] [26] [27] [28]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> <li>Etude des effets de la porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux par</li> </ul>
[25] [26] [27] [28]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> <li>Etude des effets de la porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux par micro acoustique.</li> </ul>
[25] [26] [27] [28]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> <li>Etude des effets de la porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux par micro acoustique.</li> <li>Thèse de Doctorat UBM. Annaba. 2012.</li> </ul>
[25] [26] [27] [28] [29]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> <li>Etude des effets de la porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux par micro acoustique.</li> <li>Thèse de Doctorat UBM. Annaba. 2012.</li> <li>E. Dieulesaint, D.Royer.</li> </ul>
[25] [26] [27] [28] [29]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> <li>Etude des effets de la porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux par micro acoustique.</li> <li>Thèse de Doctorat UBM. Annaba. 2012.</li> <li>E. Dieulesaint, D.Royer.</li> <li>"Ondes élastiques dans les solides"</li> </ul>
[25] [26] [27] [28] [29]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> <li>Etude des effets de la porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux par micro acoustique.</li> <li>Thèse de Doctorat UBM. Annaba. 2012.</li> <li>E. Dieulesaint, D.Royer.</li> <li>"Ondes élastiques dans les solides"</li> <li>2<sup>ème</sup> trimester. Ed. Masson. 1974.</li> </ul>
[25] [26] [27] [28] [29] [30]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> <li>Etude des effets de la porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux par micro acoustique.</li> <li>Thèse de Doctorat UBM. Annaba. 2012.</li> <li>E. Dieulesaint, D.Royer.</li> <li>"Ondes élastiques dans les solides"</li> <li>2<sup>ème</sup> trimester. Ed. Masson. 1974.</li> <li>L. M. Brekhovskikh.</li> </ul>
[25] [26] [27] [28] [29] [30]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> <li>Etude des effets de la porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux par micro acoustique.</li> <li>Thèse de Doctorat UBM. Annaba. 2012.</li> <li>E. Dieulesaint, D.Royer.</li> <li>"Ondes élastiques dans les solides"</li> <li>2ème trimester. Ed. Masson. 1974.</li> <li>L. M. Brekhovskikh.</li> <li>"Waves in layered media".</li> </ul>
[25] [26] [27] [28] [29] [30]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> <li>Etude des effets de la porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux par micro acoustique.</li> <li>Thèse de Doctorat UBM. Annaba. 2012.</li> <li>E. Dieulesaint, D.Royer.</li> <li>"Ondes élastiques dans les solides"</li> <li>2<sup>ème</sup> trimester. Ed. Masson. 1974.</li> <li>L. M. Brekhovskikh.</li> <li>"Waves in layered media".</li> <li>Academic press, 1960.</li> </ul>
<ul> <li>[25]</li> <li>[26]</li> <li>[27]</li> <li>[28]</li> <li>[29]</li> <li>[30]</li> <li>[31]</li> </ul>	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> <li>Etude des effets de la porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux par micro acoustique.</li> <li>Thèse de Doctorat UBM. Annaba. 2012.</li> <li>E. Dieulesaint, D.Royer.</li> <li>"Ondes élastiques dans les solides"</li> <li>2<sup>ème</sup> trimester. Ed. Masson. 1974.</li> <li>L. M. Brekhovskikh.</li> <li>"Waves in layered media".</li> <li>Academic press, 1960.</li> <li>E. A. ASH.</li> </ul>
[25] [26] [27] [28] [29] [30] [31]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> <li>Etude des effets de la porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux par micro acoustique.</li> <li>Thèse de Doctorat UBM. Annaba. 2012.</li> <li>E. Dieulesaint, D.Royer.</li> <li>"Ondes élastiques dans les solides"</li> <li>2<sup>ème</sup> trimester. Ed. Masson. 1974.</li> <li>L. M. Brekhovskikh.</li> <li>"Waves in layered media".</li> <li>Academic press, 1960.</li> <li>E. A. ASH.</li> <li>Scanned Image Microscopy,</li> </ul>
[25] [26] [27] [28] [29] [30] [31]	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> <li>Etude des effets de la porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux par micro acoustique.</li> <li>Thèse de Doctorat UBM. Annaba. 2012.</li> <li>E. Dieulesaint, D.Royer.</li> <li>"Ondes élastiques dans les solides"</li> <li>2<sup>ème</sup> trimester. Ed. Masson. 1974.</li> <li>L. M. Brekhovskikh.</li> <li>"Waves in layered media".</li> <li>Academic press, 1960.</li> <li>E. A. ASH.</li> <li>Scanned Image Microscopy,</li> <li>Academic Press (1980).</li> </ul>
<ul> <li>[25]</li> <li>[26]</li> <li>[27]</li> <li>[28]</li> <li>[29]</li> <li>[30]</li> <li>[31]</li> <li>[32]</li> </ul>	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> <li>Etude des effets de la porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux par micro acoustique.</li> <li>Thèse de Doctorat UBM. Annaba. 2012.</li> <li>E. Dieulesaint, D.Royer.</li> <li>"Ondes élastiques dans les solides"</li> <li>2<sup>ème</sup> trimester. Ed. Masson. 1974.</li> <li>L. M. Brekhovskikh.</li> <li>"Waves in layered media".</li> <li>Academic press, 1960.</li> <li>E. A. ASH.</li> <li>Scanned Image Microscopy,</li> <li>Academic Press (1980).</li> <li>C. F. Quate.</li> </ul>
<ul> <li>[25]</li> <li>[26]</li> <li>[27]</li> <li>[28]</li> <li>[29]</li> <li>[30]</li> <li>[31]</li> <li>[32]</li> </ul>	<ul> <li>A. Atalar, M. Hoppe.</li> <li>High performance acoustic microscope .</li> <li>Rev.Sci.Instrum. pp.2568-2576, (1986)</li> <li>A. Benbelghit.</li> <li>Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion .</li> <li>Mémoire de magister, Université Amar Telidji, Laghouat (2002).</li> <li>P. Geramics, P. Muller.</li> <li>Introduction à la mécanique des milieux continus</li> <li>Masson (1995).</li> <li>S. Debboub.</li> <li>Etude des effets de la porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux par micro acoustique.</li> <li>Thèse de Doctorat UBM. Annaba. 2012.</li> <li>E. Dieulesaint, D.Royer.</li> <li>"Ondes élastiques dans les solides"</li> <li>2<sup>ème</sup> trimester. Ed. Masson. 1974.</li> <li>L. M. Brekhovskikh.</li> <li>"Waves in layered media".</li> <li>Academic press, 1960.</li> <li>E. A. ASH.</li> <li>Scanned Image Microscopy,</li> <li>Academic Press (1980).</li> <li>C. F. Quate.</li> <li>Acoustic Microscopy Recollection.</li> </ul>

[33]	N. Chakri,
	Elaboration et caractérisation de nouveaux matériaux magnétiques par Combustion.
	Thèse de Doctorat. UBM Annaba 2007.
[34]	M. F. Ashby,
	Choix des Matériaux
[0.5]	Dunod, Paris, 2004.
[35]	R. D. Weglein,
	"A model for predicting acoustic material signature",
[26]	Apil. Lett. vol, 34, N°3, pp. 179-181, Feb (1979).
[30]	E. Dieulesaini, D. Royer.
	Masson Paris np. 181 201 (1974)
[37]	A Boudour V Boumaïza M Guerioune S Belkahla
[37]	Mechanical characterization of thin layer of chromium on steel substrate by acoustic
	methods
	phys. stat. sol. (a) 201. No. 1. 80 –89 (2004).
[38]	L. M. Brekhovskikh, Waves in layered media,
	(2nd ed), Academic Press, New Press, (1980).
[39]	R. A. Lemons, C. F. Quate.
	"Physical acoustic, principals and methods".
	Academic Press, 1979.
[40]	L. Breazeal, G. Adler, W. Scott.
	"Interaction of ultrasonic wave incident at the Rayleigh angle into a liquid solid
	interfaces".
	j., AppL. physics, February 1977.
[41]	Werner, G. Neubaeur.
	«Ultrasonics reflex ion of a bounded beam at Rayleigh and critical angles for a plane
	Inquid solid interface .
[42]	AppL., physics Letters, 1975.
[42]	"Unified theory of Payleigh angle phenomena for acoustic beams and liquid solid
	interfaces"
	Appl physics $n^{\circ}$ pp 157-172 (1973)
[43]	G. Mott.
[]	"Reflexion and refraction coefficients at a fluid-solide-interface ",
	the journal of the Acoustical society of America, vol 50 n°3, pp. 819-829. (1970).

- [44] L.M.Brekhovskikh. "Waves in layered media". Academic press, 1960.
- [45] G. A. D. Briggs.Acoustic Microscopy.Oxford University, 2010.
- [46] L. M. Brekhovskikh, O.A.Godin."Acoustic of layered media I: plane and quasi-plane waves" Springer-Verlag, Berlin, (1990).
- [47] T. Tahraoui et al.Ultrasonic investigation for coated materials.Int. J. Microstructure and Materials Properties, Vol. 7, Nos. 2/3, (2012).
- [48] Z. YU.
   "Scanning acoustic microscopy and its applications to material characterisation" Reviews of Modern physics, vol.67, No.4, October 1995.
- [49] J. Kushibiki, A. Ohkubo, N. Chubachi."Theoretical analysis for v (z) curves obtained by acoustic microscope with L.F.B"

	Electronics letters (18), n°15, pp.663-664, Juillet 1982.
[50]	I. A. Victorov
	In Rayleigh and lamb waves, physical theory and application
[51]	Plenium Press, New York, (1967).
[31]	C. F. Quale, A. Atalar, H. K. wikialiasingle
	IEEE 67  pp 1092-1114 (1979)
[52]	H I Bertoni
[32]	"Ray optical evaluation of $y(z)$ in the reflection acoustic microscope"
	IEEE Transactions of Sonics Ultrasonics, vol SU 31 n°2, pp. 105, 106, march 1984.
[53]	W. Parmon, H. L. Bertoni.
	"Ray interpretation of the material signature in the acoustic microscope".
	Electronics letters, vol n°15, pp.684-686, (1979).
[54]	A. Atalar.
	"An angular spectrum approach to contrast in reflection acoustic microscopy".
	J. AppL., physics, Octobre 1978.
[55]	A. Atalar.
	"A physical model for acoustic signatures".
[[] (]	J. Appl., Décembre 1979.
[56]	A. Briggs.
	An introduction to scanning acoustic microscopy .
[57]	E Olive A Waintal I C Revnaud I I Buevoz
[]]	"The acoustical material signature" Evaluation of a nondestructive film thickness
	measurement method.
	4ème colloque international, la qualité des composants éléctroniques, Bordeau, 1989
[58]	S. Debboub et al.
	Attenuation of Rayleigh Surface Waves in a Porous Material.
	Chin. Phys. Lett. Vol. 29, No. 4 (2012).
[59]	C. J. Sheppard, T. Wilson.
	"Effects of high angles of convergence on v (z) in the scanning acoustic microscope"
	Applied phys. Letters, Juin 1981.
[60]	A. Benbelghit, D. Boutassouna, B. Helifa, I.K. Lefkaier.
	Determination of the elastic properties of some coated materials by simulation of the
	analogue signal of the reflection acoustic incroscope. NDT &E International 30, 76, 81, (2006)
[61]	F Dieulesaint D Rover
[01]	"Ondes élastiques dans les solides, applications au traitement du signal".
	Masson, Paris, pp.181-201, (1974).
[62]	H. Coelho-Mandes.
	"Influence des ondes latérales sur la signature acoustique V(z)"
	Thèse de Doctorat Montpellier. Novembre 1990.
[63]	Yung-Chun, Jino. Kim and Jan D. Achenbach.
	"Acoustic microscopy measurement of elastic constants and mass density".
	IEEE Transactions on Ultrasonics, Feroelectrics, and Frequency control, vol.42, N°.2,
5 4 4 3	pp.253-264. March 1995.
[64]	C. Amaudric du chaffaut.
	"Micro caractérisation de matériaux de la Microélectronique utilisant la méthode de la signature accestique $V(z)$ "
	signature acoustique v(Z). Thèse de Destoret Montpollier Juillet 1000
[65]	A Tria
[05]	"Traitement Spécifique de la signature acoustique et approche du problème inverse"
	Thèse de Doctorat. Montpellier. Septembre 1994.

[66] G. L. Francesca, L. Wang, T. Besagni. J. Am. Ceram. Soc, 80, 1821 (1997). [67] R. J. M. Da Fonseca, J. M Saurel, A. Faucaran, E. Massone, T. Taliercio, J. Camassel Acoustic microscopy investigation of porous silicon. Thin Solid Films 255, 155-158. (1995). [68] N. Sayoud et al. Acoustic identification of the elastic properties of porous and nonporous superconducting materials DyBa<sub>2-X</sub> Sr<sub>X</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub>. Journal of Physics: Conf. Series 1017 (2018). [69] M. Born, K. Huang, Dynamical Theory of Crystal Lattice Oxford P. Oxford, p.54. (1954). [70] R. Ravinder Reddy, P. Venugopal Reddy. An analytical study of Young's moduli of HTSC at low temperatures. Physica C 265 pp. 96-106. (1996). [71] J. B. Watchman Jr. W.E. Tefft, D.G. Lam and C.S. Apstein, Phys. Rev. 122. 1754. (1961). [72] M. L. Nandanpawar and S. Rajagopalan, J. Appl. Phys. 49. 3976. (1978). [73] Y. P. Varshni, Phys. Rev. B 2. 3952. (1970). [74] S. C. Laakad, J. Appl. Phys. 42. 4277. (1971). [75] A. Kanrar, U.S. Ghosh, J. Phys. Chem. Solids 44. 457. (1983). [76] N.A. Rasih, A.K. Yahya,

[70] N.A. Rasin, A.K. Yanya,
 Effect of Ba-site substitution by Sr on ultrasonic velocity and electron-phonon coupling constant of DyBa<sub>2-X</sub> Sr<sub>X</sub> Cu<sub>3</sub> O<sub>7</sub> superconductors.
 J. Alloys Compd 480. 777-781. (2009).
# **CHAPITRE -III-**

Résultats et discussions

#### **III- RESULTATS & DISCUSSIONS**

#### **III-1 INTRODUCTION**

L'étude ultrasonique joue un rôle très important dans l'étude des matériaux supraconducteurs à hautes températures critiques. L'utilisation de cette technique est basée sur l'émission et la réception des ondes ultrasoniques. Parmi les multiples techniques utilisées, la microscopie acoustique à balayage est intéressante de sa large application. Pour une étude quantitative d'un matériau, l'utilisation d'un microscope acoustique fonctionnant en réflexion est privilégiée car il ne nécessite qu'un seul transducteur qui va jouer le rôle d'émetteur et de récepteur. Son principe est basé sur l'utilisation d'une lentille sphérique ou cylindrique, convergente, creusée dans un barreau de saphir (ligne à retard), qui permet de créer des ondes réfractées sous divers angles et de les focaliser. En effet, le Contrôle Non Destructif (CND) permet d'en déduire les propriétés élastiques des matériaux à partir des résultats que l'on peut obtenir de l'analyse quantitative de la signature acoustique V(z) et du coefficient de réflexion R(), à savoir les différents modes de propagation dans les matériaux étudiés et les vitesses de ces modes (longitudinale (V<sub>L</sub>), transverse (V<sub>T</sub>) et de la vitesse de Rayleigh (V<sub>R</sub>)). La détermination précise de ces vitesses permet de calculer les différents modules d'élasticités : le module de Young (E), le module de cisaillement (G) et le coefficient de Poisson ().

#### **III-2 ETUDE DU SYSTEME-LIQUIDE-SUBSTRAT**

Le présent travail a consisté à la modélisation de la signature acoustique V(z) et du coefficient de réflexion R() afin de caractériser différents types de matériaux supraconducteurs. Cette modélisation a été effectuée dans le cas d'une seule fréquence de travail de 600MHz, mais pour différents liquides de couplage. Pour ce type de système, l'étude d'une interface liquide-solide, expliquée auparavant, a été faite. Le système composé de liquide-matériau supraconducteur (massif), tel que l'eau-YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub>, le méthanol-PrBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub>, l'eau-DyBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub>, le méthanol-Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> et l'eau-HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub>, a été abordé. Cette étude faite sous environnement du logiciel Matlab, elle a été menée à bien grâce au programme qui a été développée au sein du Laboratoire d'Elaboration et d'Analyse des Matériaux (LEAM) de l'Université Badji Mokhtar Annaba. Ce programme nous a permis de déterminer le coefficient de réflexion R() selon le modèle de Brekhovskikh (équation II.8). La détermination du coefficient de réflexion est nécessaire pour pouvoir caractériser les matériaux (supraconducteurs) en déterminant leurs propriétés mécaniques et en quantifiant leurs modules d'élasticités : module de Young (E), module de Cisaillement (G) et coefficient de Poisson ().

Les figures III.1 à III.5 donnent respectivement le coefficient de réflexion R ( $\theta$ ) théorique des systèmes Eau-Y123, Méthanol-Pr123, Eau-Dy123, Méthanol-Bi2212 et de l'eau-Ho12 dont la densité et les vitesses sont indiquées dans les tableaux III.1 et III.1 ainsi que celles du méthanol prise comme liquide de couplage. Le coefficient de réflexion R ( $\theta$ ), représenté par son amplitude et sa phase, montre des variations de phase et d'amplitude au voisinage des angles critiques correspondant aux modes de Rayleigh, longitudinale et transversal.

Les figures III.1a à III.5a, montrent que l'amplitude du pouvoir réflecteur R() varie brusquement au voisinage de l'angle critique longitudinal ( $\theta_L$ ), et à partir de l'angle critique  $\theta_T$ , correspondant aux ondes transverses, elle devient égale à l'unité (R() =1). Cela signifie qu'il n'y a plus de propagation d'onde dans l'échantillon.

De même, on peut observer sur les figures III.1b à III.5b montrent que la phase varie peu au voisinage de l'angle critique longitudinal ( $\theta_L$ ), mais présente une très forte variation (égale à  $\pi$ ) lorsqu'elle atteint la valeur critique ( $\theta_R$ ) correspondant aux ondes de surface dites de Rayleigh.



Figure III 1: Coefficient de réflexion du système Eau / Y123.



Figure III 3: Coefficient de réflexion du système Eau / Dy123.



Figure III 4: Coefficient de réflexion du système Méthanol / Bi2212.



Figure III 5: Coefficient de réflexion du système Eau / Ho123.

# III-2.1 Calcul des vitesses des modes de propagation des matériaux massifs (liquide-substrat) à partir de R( )

En utilisant la relation généralisée de R ( $\theta$ ) et les lois de Snell-Descart (relations III.1) qui régissent la propagation des ondes acoustiques, on calcule les différentes vitesses qui interagissent dans les systèmes considérés, Les résultats de calcul sont regroupés dans les tableaux III.1 et III.2.

$$\frac{\sin_{"}}{V_{Liq}} = \frac{\sin_{"T}}{V_{T}} = \frac{\sin_{"L}}{V_{L}}$$
(III.1)

Couplant	Eau	Methanol
$\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )	1000	796
V <sub>L</sub> (m/s)	1500	1088
$V_{T}(m/s)$	0	0

Tableau III 1: Caractéristiques des liquides de couplage.

	Y123	Pr123	Dy123	Bi2212	Ho123
$\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )	5690	5300	6980	6379	5600
Couplant	Eau	Methanol	Eau	Methanol	Eau
L(°)	20.7520	25.5469	17.85595	19.6289	21.25067
т(°)	35.3027	43.5352	31.54796	31.5430	36.59032
$R(^{\circ})$	39.3311	49.3066	34.75092	35.4248	40.7671
V <sub>L</sub> (m/s)	4233.4	3478.30	4894.37	3238.8	4140.5
$V_{L  Litt}  (m/s)$	4242 [1]	3489 [1]	4900 [2]	3246 [3]	4150 [4]
V <sub>T</sub> (m/s)	2595.6	2177.7	2868.21	2079.8	2517.5
V <sub>T Litt</sub> (m/s)	2598	2179	2870	2080	2520
$V_R(m/s)$	2366.7	1978.3	2632.7	1877.0	2298.1
V <sub>R</sub> Victorov	2376.25	1985.28	2644.3	1884.1	2308.5
(m/s)					

Tableau III 2: Caractéristiques des matériaux étudiés.

Les résultats reportés dans le tableau III.2 montrent que les valeurs des vitesses des modes de propagation longitudinal, transversal, obtenues à partir de la modélisation du coefficient de réflexion  $R(\)$  sont en bon accord avec celles de la littérature [1-4]. De plus, les valeurs de la vitesse de Rayleigh sont proches de celles obtenues à partir de la relation de Victorov (relation II.15) [5].

# III-2.2 Etude quantitative (à partir de la signature acoustique V(z))a) Analyse des résultats de calcul obtenus à 600MHz

Les figures III.6 à III.10 représentent l'amplitude des signatures acoustiques V(z) respectivement et leurs FFT après application de la fenêtre de Blackment à (-92 dB) à partir du modèle simplifié de Bertoni et d'Atalar par Sheppard et Wilson [6-11] (relations II.16, II.18), on remarque que le fenêtrage permet d'éliminer les lobes secondaires, élargir le lobe central, ainsi qu'il permet de diminuer les perturbations basses fréquences. Cette fenêtre est la mieux adaptée pour le traitement de V(z).

Comme nous l'avons déjà signalé, (cf. chap. II), la signature acoustique joue un rôle essentiel dans la caractérisation des matériaux supraconducteurs grâce à la périodicité z des interférences qui donne des informations sur l'onde acoustique de surface. Enfin, de la détermination de la période z de la signature acoustique V(z) on peut en déduire les vitesses des différents modes de propagation longitudinal, transversal et de Rayleigh. Les résultats de calcul sont regroupés dans le tableau III.3.



Figure III 6: Signature acoustique V(z) de l'Y123 et sa FFT.



Figure III 9: Signature acoustique V(z) de Bi2212 et sa FFT.



Figure III 10: Signature acoustique V(z) de Ho123 et sa FFT.

	Y123	Pr123	Dy123	Bi2212	Ho123
Z	19.6910	17.0667	25.6000	14.6286	17,9667
	6.8267	6.8267	8.8780	6.0235	6.4000
	5.6889	5.3895	6.8267	4.8762	5.1200
$V_L (m/s)$	4278.1	3383.1	4859.7	3139.3	4093.01
$V_T(m/s)$	2600.6	2184.8	2931.7	2062.1	2526.5
V <sub>R</sub> (m/s)	2398.3	1959.9	2600.6	1873.4	2291.0

**Tableau III 3:** Vitesses des matériaux étudiés déterminées à partir de V(z).

La comparaison des valeurs des vitesses longitudinale, transversale et de Rayleigh obtenues à partir de la signature acoustique V (z), qui sont regroupées dans le tableau III.3, avec celles obtenues à partir du coefficient de réflexion R (), (voir tableau III.2), montre une grande similitude des résultats.

#### III-2.3 Calcul des modules élastiques

Les caractéristiques mécaniques E, G et des différents matériaux supraconducteurs massifs sont calculées à partir du paragraphe II.6.1, d'une méthode non destructive [12-16], selon les équations (II.1), (II.2) et (II.4) présentées dans le deuxième chapitre.

L'analyse des résultats obtenus sont en bon accord avec ceux de la littérature (tableau III.4).

	Y123	Pr123	Dy123	Bi2212	Ho123
E (GPa)	91.9131	59.1996	142.0508	63.4148	85.6569
E Litt (GPa)	92.20 [1]	59.4 [1]	142 [2]	64.86 [3]	85.3 [4]
G (GPa)	38.3349	25.1346	57.3860	27.5917	35.4909
G Litt (GPa)	38 [1]	25 [1]	57.5 [2]	28.39 [3]	35.3
	0.1988	0.1776	0.2377	0.1492	0.2067
Litt	0.19 [1]	0.18 [1]	0.24	0.162 [3]	/

Tableau III 4: Modules élastiques des matériaux supraconducteurs étudiés.

#### III-2.4 Le Choix du liquide de couplage

Sachant que les ondes acoustiques ultrasonores à haute fréquence sont très fortement et rapidement atténuées dans l'air, il est donc primordial de choisir un liquide de couplage pour transmettre le signal émis de la lentille vers l'échantillon et inversement. On présente dans ce manuscrit uniquement les résultats obtenus pour le matériau supraconducteur Ho123 où trois liquides de couplage sont utilisés (l'eau, le méthanol et le tétrachlorure de carbone (CCL4)), afin de mettre en évidence l'effet du liquide de couplage (figure III.11 et III.12).



Figure III 11: Coefficient de réflexion de Ho123 pour différents liquides de couplage.



Figure III 12: Signature acoustique de Ho123 et sa FFT pour différents liquides de couplage.

La figure III.11 indique un déplacement significatif des angles critiques de l'ensemble des modes (longitudinal, transversal et de Rayleigh) obtenus avec les liquides de couplage méthanol et CCL4, comparativement à ceux obtenus avec l'eau comme liquide de couplage. On peut noter que lorsque la vitesse du liquide est inférieure à celle de l'eau, le glissement des des angles critiques s'effectuent vers les angles de valeurs inférieures. De même, on peut remarquer sur la figure III.12 que l'effet de la vitesse de propagation dans le liquide de couplage sur la signature acoustique se manifeste par une augmentation du nombre d'arches et une décroissance de la période des pseudos oscillations.

Les résultats de calcul des vitesses des différents modes de propagation dans le matériau Ho123, sont résumés dans le tableau III.5.

	Eau	methanol	CCL4
L (°)	21,2402	15,2344	12,9883
т (°)	36,5723	25,5859	21,6797
$_{R}(^{\circ})$	40,7471	28,2471	23,8525
$V_L(m/s)$	4140,5	4140,5	4137,9
$V_T(m/s)$	2517,5	2519,3	2517,5
$V_R(m/s)$	2298,1	2298,9	2299,8

**Tableau III 5:** Vitesses de propagation dans Ho123 pour différents liquides de couplage.

Il est observé que les angles critiques, déduits de la figure III.11, diminuent lorsque la vitesse du liquide diminue. En appliquant la loi de Snell-Descart, nous avons calculé les

vitesses longitudinale, transversale et la vitesse de Rayleigh. On obtient les mêmes valeurs quel que soit le liquide de couplage considéré. Ainsi, le choix du fluide de couplage dépend de la vitesse de propagation des ondes dans ce couplant [17].

Les techniques de contrôle non destructif ont fortement contribué à une meilleure compréhension de nombreux matériaux [18-19], elle a été utilisée pour caractériser différents composés supraconducteurs [20-23], mais pour obtenir une bonne résolution il faut choisir des liquides de couplage qui doivent avoir une impédance proche de celle des solides pour éviter d'une part la réflexion d'onde acoustique et d'autre part, pour éviter le recouvrement des modes de propagation dans le matériau.

#### III-3 RELATION ENTRE LA VITESSE DE RAYLEIGH ET LA TEMPERATURE DANS UN MILIEU POREUX ET NON POREUX

Cette étude a été effectuée sur la base des résultats expérimentaux obtenus par Chang Fanggao et al [24]. Ce travail a pour objet l'étude de l'influence de la température sur la vitesse de Rayleigh ( $V_R$ ) d'un matériau supraconducteur (Bi2212) poreux et non poreux, avec un taux de porosité de 0,32 et 0,5, dans une gamme de température variant de 10K à 295K et une fréquence de travail de 600MHz.

La figure III.13 montre l'évolution de différentes vitesses des modes qui se propagent dans le matériau supraconducteur Bi2212 (taux de porosité de 0,32) en fonction de la température. On peut remarquer que les vitesses transversales et longitudinales diminuent lorsque la température augmente. Le mode de surface (de Rayleigh) étant lié directement aux différents modes de propagation des ondes longitudinales et transversales, la diminution de ces vitesses en fonction de la température affecterait directement le mode de surface. Cela nous incite à développer un programme sous environnement Matlab menant à l'obtention du coefficient de réflexion R() (module et phase) et de la signature acoustique V(z) du matériau étudié. Nous avons utilisés le méthanol comme liquide de couplage à la place de l'eau afin d'éviter le recouvrement des vitesses V<sub>L</sub>, V<sub>T</sub> et V<sub>R</sub> qui interagissent dans le matériau de type Bi2212, avec une fréquence de travail de 600 MHz.



Figure III 13: Dispersion des vitesses transversale et longitudinale du Bi2212 en fonction de la température T(K) pour p = 0.32 et F = 600 MHz, Couplant: Méthanol.

# III-3.1 Variation du coefficient de réflexion R( ) en fonction de la température du Bi2212 pour (p = cte)

Comme indiqué sur la Figure III.14 la modélisation du coefficient de réflexion R() (amplitude (a) et phase (b)), nous permet d'en déduire les angles critiques ( $_L$ ), ( $_T$ ) et ( $_R$ ) de propagations des différents modes (d'ondes longitudinales, transversales et de Rayleigh) pour trois températures et pour les trois porosités (0, 0,32 et 0,5)), en utilisant la loi de Snell–Descart avec le méthanol comme liquide de couplage. On note un glissement des angles critiques vers des angles supérieurs en fonction de la température et par conséquence une diminution des vitesses de ces modes.

Les signatures acoustiques V(z) et leurs FFT pour les différentes températures et pour des porosités constantes (0, 0.32 et 0.5) sont déduites du pouvoir réflecteur R() (figures III.15 à III.17).



**Figure III 14:** Variation du coefficient de réflexion R() en fonction de la température du Bi2212 (p = 0, p = 0.32 et p = 0.5), F = 600 MHz, Couplant: Méthanol.



**Figure III 15:** Signature acoustique V(z) et sa FFT en fonction de la température T(K) du Bi2212 (P = 0).



**Figure III 16:** Signature acoustique V(z) et sa FFT en fonction de la température T(K) du Bi2212 (P = 0.32).



**Figure III 17:** Signature acoustique V(z) et sa FFT en fonction de la température T(K) du Bi2212 (P = 0.5).

# III-3.2 Variation du coefficient de réflexion R( ) en fonction de la porosité dans le Bi2212 pour (T = cte)

De la même manière que dans le paragraphe II-9, on représente R() pour différentes valeurs du taux de porosité du Bi2212 à des températures constantes T = 10 K, T = 200 K et T = 295 K (figures III.18 et III.20). On remarque pour les différentes valeurs du paramètre (p) qu'il ya un déplacement important des angles critiques vers des angles supérieurs pour tous les modes par rapport aux angles critiques relatif du matériau non poreux (p = 0).

Les signatures acoustiques V(z) et leurs FFT pour les différents taux de porosité (0, 0.32 et 0.5) sont déduites du pouvoir réflecteur R() (figures III.21 à III.23).



Figure III 18: Variation du coefficient de réflexion R() en fonction de la porosité du Bi2212 T = 10K, F = 600 MHz, Couplant: Méthanol..



Figure III 19: Variation du coefficient de réflexion R() en fonction de la porosité du Bi2212 T = 200K, F = 600 MHz, Couplant: Méthanol.



Figure III 20: Variation du coefficient de réflexion R() en fonction de la porosité du Bi2212 T = 295K, F = 600 MHz, Couplant: Méthanol.



Figure III 21: Signature acoustique V(z) et sa FFT du Bi2212 pour différentes valeurs de porosité à 10K



**Figure III 22:** Signature acoustique V(z) et sa FFT du Bi2212 pour différentes valeurs de porosité à 200K.



**Figure III 23:** Signature acoustique V(z) et sa FFT du Bi2212 pour différentes valeurs de porosité à 295K.

Le traitement des signatures acoustiques V(z) (figures III.21-III.23) par FFT et par application de la fenêtre de Blackman à -92dB au lieu de la fonction de transfert qui représente la réponse de la lentille, nous a permis de déterminer les vitesses de Rayleigh avec une très bonne précision en fonction de la température.

On remarque dans les deux cas, que lorsque le taux de porosité augmente, le signal du V(z) est fortement atténué avec une diminution du nombre d'arche, d'où une décroissance de la vitesse de Rayleigh, cette vitesse diminue également avec la température (figure III.21-III.23).

Ces derniers résultats nous ont incité à montrer l'importance de l'effet de la température sur la vitesse de Rayleigh (figure III.24) et d'en déduire une relation entre eux. A cet effet, le fit des courbes  $V_R$  permet d'obtenir une relation entre la vitesse de Rayleigh ( $V_R$ ) et la température (T) sous forme d'un polynôme de 5<sup>ème</sup> degrés présentée dans la relation (III.2).

$$V_{R} = B_{0} + B_{1}T - B_{2}T^{2} + B_{3}T^{3} - B_{4}T^{4} + B_{5}T^{5}$$
(III.2)

Où :

 $B_0$ ,  $B_1$ ,  $B_2$ ,  $B_3$ ,  $B_4$  et  $B_5$  sont des paramètres du polynôme dont les valeurs sont regroupées dans le tableau III.6.



Figure III 24: Dispersion de la vitesse de Rayleigh en fonction de la température pour différents taux de porosité.

	P = 0	P = 0.32	P = 0.5
B <sub>0</sub>	1765,31	1458,56	1371,91
B1	0,1	0,04	0,01
<b>B</b> <sub>2</sub>	-0,005	-0,0038	-0,001
B <sub>3</sub>	6,81.10 <sup>-5</sup>	4,87.10-5	9,47.10-6
<b>B</b> 4	-3,57.10 <sup>-7</sup>	-2,71.10-7	-4,46.10 <sup>-8</sup>

**Tableau III 6:** Paramètres du polynôme d'ordre 5.

Pour vérifier la relation (III.2), la vitesse transversale est calculée selon [25, 26], ce qui nous permet d'établir une nouvelle relation entre la vitesse de Rayleigh et la vitesse transversale :

$$V_T \cong V_R \left( 1,14418 - 0,25771^{\dagger} + 0,12661^{\dagger 2} \right)$$
(III.3)

La décroissance de la vitesse transversale en fonction de la température et les résultats obtenus à partir de la relation (III.3) sont en bon accord avec ceux de la bibliographie (résultats expérimentaux [24]).



Figure III 25: Vitesse transversale calculée par la relation (III.3).

#### **III-3.3** Variation des propriétés élastiques en fonction de la température

A partir des relations (III.2) et (III.3) <u>sous forme d'un polynôme d'ordre 5</u>, on trace les différentes courbes donnant la dispersion des paramètres mécaniques du Bi2212 (module de Young (E), module de Cisaillement (G), module élastique de volume (B) et le module longitudinal (L)) selon les relations (II.2, II.5, II.6 et II.7) du chapitre II (figures III.26-III.29).



Figure III 26: Variation du module de Young (E) en fonction de la température.



Figure III 27: Variation du module de Cisaillement (G) en fonction de la température.



Figure III 28: Variation du module de Volume (B) en fonction de la température.



Figure III 29: Variation du module Longitudinal (L) en fonction de la température.

De la même manière que précédemment, on note une décroissance des paramètres mécaniques en fonction de la température (T) quel que soit le module d'élasticité considéré. De plus, on peut noter que les variations du module de Young (E) et celui du volume (B) sont pratiquement identiques avec celles données par la littérature (cf. réf. [24]).

Ce dernier résultat est en bon accord avec celui obtenu par R. Ravinder en 1996 pour le matériau supraconducteur Bi-Pb-2223 en utilisation les modèles, de Watchman, de Varshni et de Laakad.

A titre d'exemple, les figures III.30 à III.32 montrent la dispersion des modules élastiques de ce matériau en fonction de la température selon le modèle de Varshni II :



Figure III 30: Variation du module de Young (E) en fonction de la température selon le modèle de Varshni pour le matériau Bi-Pb-2223 [22].



**Figure III 31:** Variation du module de Cisaillement (G) en fonction de la température selon le modèle de Varshni pour le matériau Bi-Pb-2223[22].



Figure III 32: Variation du module de volume (B) en fonction de la température selon le modèle de Varshni pour le matériau Bi-Pb-2223 [22].

# **III-4 INFLUENCE DU PARAMETRE X DE LA CONCENTRATION SUR LES PARAMETRES MECANIQUES D'UN MATERIAU SUPRACONDUCTEUR POREUX ET NON POREUX**

III-4.1 Etude du système Eau-DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>. avec (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6)

Dans ce paragraphe nous déterminons les différentes vitesses de propagation des ondes et les différents paramètres élastiques du matériau non poreux ( $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$ ) en fonction de la variation du paramètre de concentration x (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) pour une fréquence de travail de 600MHz.

Les résultats de modélisation du coefficient de réflexion R() et de la signature acoustiques V(z) que nous avons obtenus, pour une température donnée, sont représentés dans les figures III.33 et III.34.

On remarque pour les différentes valeurs du paramètre x qu'il ya un déplacement des angles critiques vers les angles inférieurs pour l'ensemble des modes considérés et ce quel que soit la valeur du paramètre x, si l'on prend la courbe avec x = 0 comme état de référence (figure III.33). Alors que sur la figure III.34, on peut noter, (en fonction de la concentration), des allures différentes de la signature acoustique V(z). En effet, on observe une décroissance de la période des pseudos oscillations z, ce qui signifie un changement des vitesses des modes qui se propagent dans le matériau supraconducteur étudié.



**Figure III 33:** Variation du module et de la phase de du matériau DyBa2-x SrxCu3O7- (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) pour T = 80K.



**Figure III 34:** Signature acoustique V(z) et sa FFT du matériau DyBa2-x SrxCu3O7- (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) pour T = 80K.

# **III-4.2** Variation des vitesses des modes de propagation en fonction du paramètre de la concentration (x)

La bonne précision des angles critiques des modes qui se propagent dans le matériau (l'angle critique longitudinale <sub>L</sub>, l'angle critique transversale <sub>T</sub> et l'angle critique du mode de Rayleigh <sub>R</sub>),), permet de calculer les vitesses de ces modes pour le matériau DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> avec (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) (figures III.35, III.36). Les résultats obtenus de ces vitesses du matériau étudié, pour T = 80K, sont récapitulés dans le tableau III.7.

Les vitesses des modes de propagation dans le matériau supraconducteur étudié diminuent avec l'augmentation de la température et ce quelle que soit la concentration considérée. Les résultats obtenus sont comparables avec ceux de la référence (Yahia, 2009).



**Figure III 35:** Dispersion de vitesse longitudinale en fonction de la température du DyBa<sub>2-x</sub> Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> pour x = 0, x = 0.3 et x = 0.6.



**Figure III 36:** Dispersion de vitesse transversale en fonction de la température du DyBa<sub>2-x</sub> Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> pour x = 0, x = 0.3 et x = 0.6.

	VL	V <sub>L(Litt)</sub>	VT	V <sub>T(Litt)</sub>	VR
Système	(m/s)	(m/s) [4]	(m/s)	(m/s) [4]	(m/s)
Eau / DyBa <sub>2-x</sub> Sr <sub>x</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-</sub>					
(x = 0)	4888	4900	2867,3	2870	2632,2
Eau / DyBa <sub>2-x</sub> Sr <sub>x</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-</sub>					
(x = 0.3)	5295,4	5320	2879,3	2880	2668,4
Eau / DyBa <sub>2-x</sub> Sr <sub>x</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-</sub>					
(x = 0.6)	5404,7	5430	3037,7	3040	2807,2

**Tableau III 7:** Détermination des vitesses du matériau DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> avec (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) pour T =80K.

#### III-4.3 Variation des modules élastiques en fonction de la concentration (x)

A partir des courbes des vitesses longitudinale et transversale présentées ci-dessus (figures III.35-III.36) et a partir les équations (II.2, II.5, II.6 et II.7), on détermine les paramètres élastiques (E, G, B et L) du matériau considéré en fonction de la concentration (x = 0, x = 0,3 et x = 0,6). (figure III.37 à III.40). Les résultats obtenus sont confinés dans le tableau III.8.



**Figure III 37:** Variation du module de Young (E) du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de la température pour la concentration x = 0, x = 0.3 et x = 0.6.



**Figure III 38:** Variation du module de Cisaillement (G) du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de la température pour la concentration x = 0, x = 0.3 et x = 0.6.



**Figure III 39:** Variation du module de volume (B) du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de la température pour la concentration x = 0, x = 0.3 et x = 0.6.



**Figure III 40:** Variation du module Longitudinal (L) du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de la température pour la concentration x = 0, x = 0.3 et x = 0.6.

Système	Eau / DyBa <sub>2-x</sub> Sr <sub>x</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-</sub> (x = 0)	Eau / DyBa <sub>2-x</sub> Sr <sub>x</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-</sub> (x = 0.3)	Eau / DyBa <sub>2-x</sub> Sr <sub>x</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-</sub> (x = 0.6)
E (GPa)	142,05	148,02	159,97
E <sub>Litt</sub> [4]	142	148	161
G (GPa)	57,38	57,39	63,02
G <sub>Litt</sub> [4]	57,4	57,5	63,1
L GPa)	166,57	194,62	199,46
L <sub>Litt</sub> [4]	167	196	202

**Tableau III 8 :** Détermination des paramètres élastiques du matériau DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> avec(x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) pour T =80K.

D'après les résultats obtenues, on peut noter que les constantes élastiques calculées sont liées à la variation du paramètre x et sont en concordance avec les résultats expérimentaux \*[4].

#### III-4.4 Etude du système Eau-DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>- poreux avec (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6)

Pour le matériau DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> poreux les variations du coefficient de réflexion R() sont déterminées de la même manière que précédemment (§.III.4.1) en remplaçant les vitesses de propagation des ondes de volume, de la densité du matériau poreux et du taux de porosité par les relations (II.22), (II.23) et (II.24) du second chapitre (figures III.41-III.43).



Figure III 41: Variation du coefficient de réflexion R( ) du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> poreux pour x = 0.



Figure III 42: Variation du coefficient de réflexion R( ) du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> poreux pour x = 0.3.



Figure III 43: Variation du coefficient de réflexion R( ) du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> poreux pour x = 0.6.

On note un déplacement important des angles critiques pour l'ensemble des modes vers les angles supérieurs par rapport aux angles critiques relatif au matériau non poreux (p = 0%), ce qui va correspondre à une diminution des vitesses de ces modes.

La fonction de réflexion R( ) va nous permettre de tracer la variation de la signature acoustique du matériau supraconducteur DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> pour les valeurs du paramètre x ( x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) et pour des porosités différentes (figures III.44-III.46).



**Figure III 44:** Variation de la signature acoustique V(z) et sa FFT du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> poreux pour x = 0.



**Figure III 45:** Variation de la signature acoustique V(z) et sa FFT du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> poreux pour x = 0.3.



**Figure III 46:** Variation de la signature acoustique V(z) et sa FFT du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> poreux pour x = 0.6.

#### a) Effet de la porosité sur les propriétés élastique du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>. avec (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6)

A partir de la signature acoustique V(z) on a pu déterminer les vitesses des modes qui se propagent dans le matériau supraconducteur poreux étudié et les modules d'élasticités en fonction de la porosité pour les trois concentrations (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6). Les figures (III.47-III.50) représentent la variation du module de Young (E), de volume (B), de cisaillement (G) et du module longitudinal (L) du matériau DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de la porosité qui varie de 0 à 12% avec une fréquence de travail de 600 MHz.



**Figure III 47:** Variation du module de Young (E) du matériau DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de la porosité pour différentes concentration à 600MHz.



**Figure III 48:** Variation du module de volume (B) du matériau DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de la porosité pour différentes concentration à 600MHz.



**Figure III 49:** Variation du module de Cisaillement (G) du matériau DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de la porosité pour différentes concentration à 600MHz.



**Figure III 50:** Variation du module Longitudinal (L) du matériau DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de la porosité pour différentes concentration à 600MHz.

On remarque sur ces figures indiquent que les constantes élastiques diminuent lorsque la porosité augmente (Tableau III.9), La diminution de ces paramètres (E, G, B et L) avec l'augmentation du taux de porosité résulte de la diminution des vitesses des modes, (vitesse longitudinale et transversale), qui se propagent dans le matériau supraconducteur considéré DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub>, et l'atténuation de l'amplitude du signal reçu [26].

	X	= 0	x =	0.3	x =	= 0.6
P(%)	0	11.7	0	10.9	0	11.9
E(GPa)	142.05	110.91	148.02	117.37	159.97	124.78
B(GPa)	90.25	70.44	115.47	89.49	117.55	93.03
G(GPa)	57.38	44.81	57.39	45.50	63.02	49.21
L(GPa)	166.76	131.5	194.04	155.86	199.50	158.13

**Tableau III 9:** Détermination des paramètres élastiques du matériau DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de la porosité pour différentes concentration à 600MHz.

De plus, la variation du paramètre de concentration x du matériau supraconducteur DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> conduit à une variation des vitesses des modes de propagation dans ce matériau. C'est-à-dire l'augmentation de la concentration x entraîne la croissance des vitesses des modes longitudinaux, transversaux et de Rayleigh. De ce fait, les modules d'élasticités varient lorsque la concentration x varie de 0 à 0.3 puis à 0.6. Ceci résulte du fait que les paramètres élastiques et les vitesses des différents modes de propagation, dans le matériau supraconducteur, sont intimement liés. De même pour un matériau supraconducteur poreux, ces vitesses diminuent avec l'augmentation du taux de porosité, ce qui entraine une diminution des valeurs des modules élastique de ce matériau (E, G, B et L).

La détermination des différents modules d'élasticité ainsi que des vitesses des ondes longitudinales et transversales, permettra la détermination de la température acoustique de Debye [2] pour le matériau supraconducteur  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$ . Cette température ( <sub>D</sub>) du

matériau supraconducteur peut fournir des informations au sujet du rôle des phonons dans son mécanisme supraconducteur. Elle est donnée par la relation suivante [4, 27, 28]:

$${}_{m_{D}} = \frac{h}{K_{B}} \left(\frac{3N}{4fV}\right)^{1/3} v_{m} \qquad \text{Avec:} \quad \frac{3}{v_{m}} = \frac{1}{v_{l}^{3}} + \frac{2}{v_{T}^{3}}$$

、 1/

#### **III-5 ETUDE DU SYSTEME LIQUIDE-COUCHE-SUBSTRAT**

Pour mettre en évidence les différents facteurs qui interviennent dans la caractérisation des matériaux revêtus [18], nous nous sommes intéressés à l'étude du système Eau-DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> avec (x = 0, x = 0,3 et x = 0,6). Ces deux matériaux ont la particularité d'avoir une impédance acoustique très voisine. Ce choix va nous permettre de mettre en évidence les paramètres qui influent directement sur les propriétés mécaniques dans ce type de matériaux.

L'étude théorique de la dispersion des vitesses en fonction de l'épaisseur de la couche du  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  (qui varie de 0 à  $30\mu m$ ) déposée sur  $HoBa_2Cu_3O_{7-}$ ; nous nous intéressons ensuite à l'éffet de l'épaisseur de la couche déposée sur les propriétés mécaniques.

### III-5.1 Pouvoir réflecteur R ( ) du système Eau-DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) en fonction de l'épaisseur.

Les résultats du coefficient de réflexion obtenus selon la relation II.13 du système Eau- DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> avec les valeurs des concentrations x (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) pour différentes épaisseurs et pour une fréquence de travail égale à 600MHz, sont représentés par les figures III.51 à III.53.

On peut remarquer sur ces figures, que pour chaque épaisseur (d), les tracés des courbes du module et de la phase de R(), pour une fréquence constante nous montrent l'effet de dispersion. Ces courbes montrent que, pour l'épaisseur  $d = 0 \mu m$ , et ce quel que soit la valeur du paramètre de la concentration x, les pics des modes qui se propagent dans ce système revêtu correspondent à ceux du HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>0<sub>7</sub>. nu. Au fur et à mesure que l'épaisseur de la couche augmente, ces pics se déplacent vers les positions des pics correspondants au DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>. nu. Les résultats de calculs sont regroupés dans les tableaux III.10 et III.11.



**Figure III 51:** Coefficient de réflexion R() du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  -Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x = 0) pour différentes épaisseurs à 600MHz.



**Figure III 52:** Coefficient de réflexion R() du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  -Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x = 0.3) pour différentes épaisseurs à 600MHz.



Figure III 53: Coefficient de réflexion R( ) du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  -Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x = 0.6) pour différentes épaisseurs à 600MHz.

		$d=0\;\mu m$	$d = 2 \ \mu m$	$d = 30 \ \mu m$
	L	21.25067	21.24242	17.85595
$\mathbf{x} = 0$	Т	36.59032	36.58001	31.54796
	R	40.76714	37.17181	34.75092
	L	21.25067	21.24059	16.42442
x = 0.3	Т	36.59032	36.57647	31.4447
	R	40.76714	36.82971	34.25013
	L	21.25067	21.23645	16.05605
x = 0.6	Т	36.59032	36.55825	29.60113
	R	40.76714	35.48316	32.35046

**Tableau III 10:** Angles critiques du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  -Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  pour (x = 0, x= 0.3 et x = 0.6) et pour différentes épaisseurs à 600MHz.

		$d = 0 \mu m$	$d = 2\mu m$	$d = 30 \mu m$
	VL	4140.5	4142.05	4894.37
$\mathbf{x} = 0$	VT	2517.5	2518.11	2868.21
	VR	2298.1	2483.67	2632.7
	VL	4140.5	4142.39	5307.65
x = 0.3	VT	2517.5	2518.32	2876.66
	VR	2298.1	2503.43	2666.4
	VL	4140.5	4143.16	5426.11
x = 0.6	VT	2517.5	2519.4	3038.09
	VR	2298.1	2585.28	2804.5

**Tableau III 11:** Vitesses déterminées à partir de R() du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> - HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> pour (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) et pour différentes épaisseurs à 600MHz.

III-5.2 Courbe de dispersion des vitesses du système  $DyBa_2-xSr_xCu_3O_7$  - Ho $Ba_2Cu_3O_7$ . avec (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) en fonction de l'épaisseur.

Le traitement par la FFT de la signature acoustique V(z), du système étudié, à partir des courbes (III.54 à III.56) nous permet de tracer l'évolution des différentes vitesses en fonction de l'épaisseur de la couche de  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  déposée, avec l'utilisation de l'eau (H<sub>2</sub>O) comme liquide de couplage.

On constate sur les figures (III.54 à III.56) que lorsque l'épaisseur de la couche déposée de  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  augmente, la pseudo période z augmente et nous donne les valeurs des vitesses des modes longitudinal, transversal et de Rayleigh. Les résultats de calculs sont reportés dans le tableau III.12.

De plus on remarque, que les différentes vitesses évoluent depuis celles du substrat seul jusqu'à celles de la couche du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> lorsque l'épaisseur de la couche déposée augmente (figure III.57 à 59).



**Figure III 54:** Signature acoustique V(z) et sa FFT du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> - HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> (x = 0) pour différentes épaisseurs à 600MHz.



**Figure III 55:** Signature acoustique V(z) et sa FFT du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  - Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x = 0.3) pour différentes épaisseurs à 600MHz.



**Figure III 56:** Signature acoustique V(z) et sa FFT du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> - HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> (x = 0.6) pour différentes épaisseurs à 600MHz.

		$d = 0 \ \mu m$	$d = 2 \ \mu m$	$d = 30 \ \mu m$
		18,3799	18,3999	25,9587
	Z	6,3600	6.4109	8.4557
$\mathbf{x} = 0$		5.1200	6.1335	6,9997
	$V_L$	4138.14	4140.38	4892.77
	VT	2519.48	2528.45	2866 .62
	V <sub>R</sub>	2291.0	2479.20	2630,09
		18,3799	18,42	30,712
	Z	6,3600	6.4149	8.5149
x = 0.3		5.1200	6.4000	7,2143
	VL	4138.14	4142.49	5311.77
	VT	2519.48	2529.15	2875.84
	VR	2291.0	2526.5	2666,21
		18,3799	18.4400	32.109
	Z	6,3600	6.4239	9.5789
x = 0.6		5.1200	6.7809	8.0379
	$V_L$	4138.14	4144.66	5428.79
	VT	2519.48	2530.73	3036.90
	V <sub>R</sub>	2291.0	2592.76	2800.72

**Tableau III 12:** Vitesses déterminées à partir de V(z) du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  - Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) pour différentes épaisseurs à 600MHz.



Figure III 57: Dispersion de la vitesse transversale du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> - HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) à 600MHz.



**Figure III 58:** Dispersion de la vitesse longitudinale du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> - HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) à 600MHz.



Figure III 59: Dispersion de la vitesse de Rayleigh du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  - Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) à 600MHz.

# III-5.3 Variation de E, G et L du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>. -HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>. avec (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) en fonction de l'épaisseur.

A partir des courbes théoriques de E, G et L (figures III.60-III.62), nous pouvons conclure que pour des épaisseurs de la couche déposée supérieures à  $\lambda_T$  et pour une fréquence de travail égale à 600 MHz, les résultats obtenus concernant les propriétés mécaniques du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> sont ceux de la couche déposée (DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub>). Les résultats de calculs sont regroupés dans le tableau III.13.

		$d = 0 \ \mu m$	$d = 2 \ \mu m$	$d = 30 \ \mu m$
	E	85.65	85.70	141.81
$\mathbf{x} = 0$	G	35.4909	35.50892	57.20182
	L	96.00493	96.07715	167.03012
	Е	85.65	85.72	148.92
x = 0.3	G	35.4909	35.51484	57.65971
	L	96,00493	96,09305	195.89602
	Е	85.65	85.78	160.33
x = 0.6	G	35.4909	35.54531	63.04084
	L	96.00493	96.12849	201.09359

**Tableau III 13:** Constantes élastiques du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  -Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) pour différentes épaisseurs à 600MHz.



**Figure III 60:** Variation du module de Young du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  -Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) en fonction de l'épaisseur de la couche à 600MHz.



**Figure III 61:** Variation de module de cisaillement du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  - Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) en fonction de l'épaisseur de la couche à 600MHz.



**Figure III 62:** Variation du module longitudinal du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  - Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) en fonction de l'épaisseur de la couche à 600MHz.

Nous pouvons noter que les résultats théoriques obtenus selon le modèle théorique développé au laboratoire, sont en bon accord avec les résultats expérimentaux obtenus dans la littérature [2, 4].

A partir des différentes valeurs des vitesses, accumulent les incertitudes et les imprécisions commises sur ces dernières, d'où un résultat théorique différent de celui expérimental.

#### III-6 ETUDE DU SYSTEME : LIQUIDE-COUCHE POREUSE-SUBSTRAT III-6.1 Variation du coefficient de réflexion et de la signature acoustique

Dans ce qui suit, nous allons présenter les résultats obtenus concernant l'étude du système: Eau-DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> pour des différents taux de porosité de la couche de DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> dans le cas d'une concentration fixe, (x = 0.6), et pour une fréquence de travail égale à 600MHz.

Les figures (III.63) et (III.64) représentent la variation du coefficient de réflexion R() (module et phase), ainsi que la signature acoustique V(z) et sa FFT du système poreux (p = 0% et p = 11.9%), pour une épaisseur de la couche de revêtement de  $5\mu m$ .



**Figure III 63:** Coefficient de réflexion R() du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  -Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x = 0.6 et d = 5µm) pour deux taux de porosités à 600MHz.


**Figure III 64:** Signature acoustique V(z) et sa FFT du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> - HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> (x = 0.6 et d = 5 $\mu$ m) pour deux taux de porosités à 600MHz.

Pour le système revêtu DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> -HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub>, on peut noter que la présence d'une porosité se caractérise aussi par un déplacement clair des pics des différents modes, (modes longitudinal, transversal et de Rayleigh), vers les angles supérieurs comparativement aux angles critiques des modes qui se propagent dans un système où la porosité est nulle (p = 0%) (Figure III.63). Cet effet de la porosité peut également se vérifier à partir des courbes de la signature acoustique V(z) et de sa FFT où nous pouvons remarquer une diminution de la périodicité z (Figure III.64).

Les résultats obtenus des variations des vitesses, transversale et de Rayleigh, en fonction de l'épaisseur de la couche poreuse de  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_7$ . (x = 0.6), pour p = 0% et pour p = 11.9% sont représentés par les figures III.65 et III.66, ainsi que la dispertion des paramètres mécanique (figure III.67).



**Figure III 65:** Dispersion de la vitesse transversale du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  - Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x = 0.6) pour une porosité de 0% et 11.9% à 600 MHz.



**Figure III 66:** Dispersion de la vitesse de Rayleigh du système  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  - Ho $Ba_2Cu_3O_{7-}$  (x = 0.6) pour une porosité de 0% et 11.9% à 600MHz.



**Figure III 67:** Variation du module de cisaillement du système DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> - HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> (x = 0.6) pour une porosité de 0% et 11.9% à 600MHz.

L'effet de la porosité influe de manière importante sur les vitesses des différents modes de propagation dans les systèmes poreux. Les courbes des figures (III.65, III.66) de la dispersion des vitesses transversale et de Rayleigh montrent que ces dernières diminuent en fonction de la porosité. Par exemple: pour p = 0% et d =  $30\mu m$  on obtient V<sub>T</sub> = 3038.09 m/s et V<sub>R</sub> = 2804.5 m/s, tandis que pour p = 11.9% et pour la même épaisseur de couche déposée, on obtient V<sub>T</sub> = 2856.87 m/s et V<sub>R</sub> = 2638.79 m/s.

Cette diminution des vitesses de propagation, avec l'augmentation du taux de porosité, est confirmée par la loi de Snell-Descart qui montre que lorsque l'angle critique du mode de propagation croît, sa vitesse diminue. Ce qui est représenté par la figure III.63, où il apparait un déplacement des pics des modes vers les angles supérieurs ce qui a entrainé la décroissance de leurs vitesses. Celle-ci est fonction de la porosité et entraîne directement la diminution également des modules élastiques du système poreux considéré. Par exemple si on prend le module de cisaillement (G) représenté par la figure III.67, pour p = 0% et d =  $30\mu m$ ,

est égale à 63.04 GPa. tandis que pour p = 11.9% et pour la même valeur de l'épaisseur de la couche déposée, on obtient que G = 49,13 GPa. Cette valeur que nous obtenons pour le module de cisaillement est très proche de celle donnée par la littérature (G = 49 GPa) [2].

#### **III-3 CONCLUSION**

Ce travail est la concrétisation de l'étude des systèmes massifs et multicouches supraconducteurs par des techniques acoustiques. Il met en application la technique non destructive de la microscopie acoustique à balayage. Cette étude avait essentiellement pour but la mise en évidence des différents modes de propagation des ondes acoustiques susceptibles d'exister lors de l'utilisation d'une lentille sphérique demi-angle d'ouverture de 50° et d'un liquide de transmission.

### Références

[1]	R. G. Munro.
	Elastic Moduli Data for Polycrystalline Ceramics,
	National Institute of Standars and Technology, Gaitherburg, Maryland 20899.
	NISTIR 6853, (2002).
[2]	N. A. Rasih, A. K. Yahya
	Effect of Ba-site substitution by Sr on ultrasonic velocity and electron-phonon
	coupling constant of $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$ superconductors.
	Journal of Alloys and Compounds 480, pp. 777-781. (2009).
[3]	M. B. Solunke et al.
	Effect of Ag <sup>+</sup> -addition on elastic behavior of Bi-2212 superconductors.
	Indian Journal of pure & Applied Physics. Vol .45, pp. 764-766. (2007).
[4]	A.K. Yahya et al.
	Anomalous elastic response of HoBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-</sub> .
	Ceramics international 30, 1597-1601 (2004).
[5]	I. A. Victorov
	In Rayleigh and lamb waves, physical theory and application
	Plenium Press, New York, (1967).
[6]	A. Ouari
	Réalisation et caractérisation de jonction Josephson YBaCuO/PrBaCuO. Applications
	à la commande électrique.
	Thèse de Doctorat. Université Annaba. 2007.
[7]	N. Chakri,
	Elaboration et caractérisation de nouveaux matériaux magnétiques par Combustion.
	Thèse de Doctorat. UBM Annaba 2007.
[8]	T. Tahraoui
	Etude de l'atténuation dans les matériaux supraconducteurs par des techniques
	acoustiques.
503	Thèse de Doctorat. UBM. Annaba. 2010.
[9]	H. L. Bertoni.
	"Ray optical evaluation of v (z) in the reflection acoustic microscope".
F101	IEEE Transactions of Sonics Ultrasonics, vol SU 31 n°2, pp.105, 106.march 1984.
[10]	A. Briggs.
	"An introduction to scanning acoustic microscopy".
F111	Oxford University press, 1985.
[11]	F. Olive, A. waintai, J. C. Reynaud, J. L. Buevoz.
	The acoustical material signature
	Evaluation of a nondestructive film thickness measurement method, 4eme colloque
[10]	N. Dualtin
[12]	V. Buckin.
	High-resolution ultrasonic spectroscopy.
[12]	J. Sens. Sens. Syst., $7, 207-217, (2018)$ .
[13]	A. Ling Yan et al.
	Progress and Challenges of Ultrasonic Testing for Stress in Remanufacturing Laser
	Cladding Coating. L Matariala 11, 202, Dai: 10,2200/ma11020202 (2018)
F1 41	J. Materials, 11, 295; Dol: 10.5590/ma11020295, (2018).
[14]	B. Liu et al.
	coating unickness affects surface stress measurement of brush electro-plating mickel
	Ultrasonios 52, 861, 865, (2012)
[15]	U1u asonics 52, 001–003. (2012). K. Lalik et al
[1]]	IN. Lank of al. Integrated stress measurement system in towar grane mast
	megrated succes measurement system in tower crane mast.

Measurement, 102, 47–56. (2017).

- [16] A. Briggs. Acoustic Microscopy. Clarendon Press, Oxford, (1992).
- [17] C. Cinbis, et al.Ultrasonics in situ measurement of the marine micro layer.Ultrasonic Symposium IEEE HAWAL.pp.1057-1060. (1990).
- [18] Zuliang Yu.
   Scanning acoustic microscopy and its applications to material characterization. Reviews of Modem Physics, Vol.67, No.4. (1995).
- [19] S. Debboub, et al. Attenuation of Rayleigh Surface Waves in a Porous Material Chin. Phys. Lett. 4, Vol. 29. pp. 044301. (2012).
- [20] W. Abdeen, A. El Tahan, R. Awad, A. I. Abou Aly, E. M. El-Maghraby, A. Khalaf Superconductivity and mechanical properties of SmBa SmBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>- added with nano-crystalline ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. Appl. Phys. A, pp. 122-574. (2016).
- [21] M. B. Solunke, K. B. Modi, V. K. Lakhani, K. B. Zankat, P. U. Sharma, P. V. Reddy, S. S Shah
   Effect of Ag<sup>+</sup>-addition on elastic behavior of Bi-2212 superconductors
- Indian Journal of pure & Applied Physics, Vol. 45, pp. 764-766. (2007).
  [22] R. Ravinder Reddy, P. Venugopal Reddy. An analytical study of Young's moduli of HTSC at low temperatures. Physica C 265, pp. 96-106. (1996).
- [23] S. Ismail, Abdel-Baset M. A. Ibrahim, A. K. Yahya.
   [23] Elastic moduli and step-like elastic anomalies in Ce-substituted. TI<sub>0.9</sub>Bi<sub>0.1</sub>Sr<sub>2-x</sub>Ce<sub>x</sub>Ca<sub>0.9</sub>Y<sub>0.1</sub>Cu<sub>1.99</sub>Fe<sub>0.01</sub>O<sub>7-</sub> (x=0-0.20) superconductor.
   A Multinational J., Vol. 88, N° 7, pp. 692-703. (2015).

# [24] Chang Fanggao et al. The effects of quenching and lead substitution on the ultrasonic wave velocity and attenuation in bismuth cuprate high T<sub>c</sub> superconductors. Supercond. Sci. Technol., Vol. 3, pp. 546-555. (1990).

- [25] G. A. D. Briggs. Acoustic Microscopy. Oxford University, (2010).
- [26] R. J. M. Da Fonseca, J. M Saurel, A. Faucaran, E.Massone, T. Taliercio, J. Camassel. Acoustic microscopy investigation of porous silicon. Elsevier science, thin solid films 255, 155-158. (1995).
- [27] L. Sihan, H. Yusheng, W. Chongde, S. Zhaohui, Supercond. Sci. Technol. 2 145–148. (1989).
- [28] M.F. Bakar, A.K. Yahya Distinct effects of Al<sup>3+</sup> substitution at Cu-site and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> addition on step-like Elastic anomalies and electron–phonon coupling constant in EuBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> superconductors Journal of Alloys and Compounds 490 358–365. (2010).

**CONCLUSION GENERALE** 

#### **Conclusion Générale**

Dans le présent travail de recherche de thèse, nous avons été amenés à développer un programme de modélisation, (basé sur le logiciel Matlab) en vue de la caractérisation des systèmes massifs et multicouches supraconducteurs par des techniques acoustiques. Dans ce travail, nous avons pris en considération la technique de la microscopie acoustique à balayage, technique non destructive par excellence. L'étude avait pour but, essentiellement, la mise en évidence des différents modes de propagation des ondes acoustiques qui sont susceptibles d'exister dans les différents systèmes considérés, (massif et multicouche), en utilisant une lentille sphérique de demi angle d'ouverture de 50°, un liquide de couplage et une fréquence de travail égale à 600 MHz.

Les principaux résultats obtenus dans le présent travail nous ont permis d'aboutir à des conclusions concernant: le coefficient de réflexion, la signature acoustique, les vitesses des modes de propagation et les constantes élastiques des matériaux supraconducteurs étudiés.

D'après l'analyse de la fonction de réflexion, simulée selon les développements mathématiques de Brekhovskikh, nous avons conclu que pour ces matériaux supraconducteurs étudiés, l'existence des modes de surface est donnée par l'apparition de pics dominants dans le tracé de la phase du coefficient de réflexion. Le nombre des modes de surface correspond au nombre de ces pics.

Lors de la substitution du liquide de couplage par un autre, nous avons pu montrer que les pics de la phase et du module du coefficient de réflexion se déplacent. Ce glissement des pics est dû à la différence des vitesses de l'onde acoustique dans les liquides de couplage. Cependant, les glissements observés n'affectent nullement les valeurs des vitesses des différents modes.

L'étude des matériaux revêtus a montré que, pour une épaisseur donnée de la couche de revêtement, le système couche-substrat est dispersif. Les vitesses des différents modes dépendent de l'épaisseur de la couche déposée, et ces vitesses varient en fonction de l'épaisseur de la couche lorsque la fréquence de travail est maintenue constante.

L'analyse du signal acoustique simulé selon le modèle de Sheppard et Wilson, nous a permis de conclure que la périodicité du signal V(z), pour les matériaux nus étudiés, est due à la dominance du mode de surface sur les modes de volume. Il en est de même pour les matériaux hétérogènes étudiés, on montre que la signature acoustique V(z) ne possède qu'une seul période.

L'étude des vitesses des modes qui se propagent dans les matériaux supraconducteurs étudiés, (YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub>, PrBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub>, DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> et Bi2212), a montré que ces dernières dépendaient fortement de la porosité (p), de la température (T) et de la concentration (x). La vitesse longitudinale, la vitesse transversale et la vitesse de Rayleigh diminuent avec l'augmentation de la température et de la porosité, par contre ces vitesses augmentent avec l'augmentation de la concentration. Ces évolutions des vitesses sont dues à la variation du volume, l'augmentation du volume entraîne la décroissance de ces vitesses. La détermination des vitesses des ondes longitudinales et transversales, permettra la détermination de la température acoustique de Debye <sub>D</sub> pour un matériau supraconducteur qu'elle peut fournir des informations au sujet du rôle des phonons dans son mécanisme supraconducteur.

D'après les résultats obtenus concernant les calculs des constantes élastiques nous pouvons conclure que les constantes élastiques des matériaux revêtus étudiés, en l'occurrence le module de Young, le module de cisaillement, le module longitudinal et le module de volume, varient également en fonction des paramètres cités ci-dessus, (taux de porosité, température et concentration). En effet, ces modules varient avec la variation de la température, de la porosité et de la concentration, de la même manière que les vitesses longitudinale, transversale et de Rayleigh évoluent en fonction de ces paramètres. Ainsi, dans le cas des matériaux revêtus et quand l'épaisseur de la couche déposée croit, les constantes élastiques varient continuellement des valeurs correspondantes au substrat à celles correspondantes à la couche de revêtement. Face à des sollicitations mécaniques dans le domaine élastique, le matériau revêtu présente un comportement analogue à celui du matériau massif de la couche au-delà d'une épaisseur de quelques dizaines de micromètres.

Les résultats obtenus relatifs aux constantes élastiques des matériaux étudiés sont en bonne concordance avec les résultats expérimentaux cités dans la littérature, ce qui témoigne de la validité de la méthode de modélisation proposée.

En conclusion, on peut dire que pour l'ensemble des systèmes étudiés, la validation de la simulation de la signature acoustique et du coefficient de réflexion est bonne. La concordance de nos résultats avec ceux cités dans la littérature en témoigne.

En perspective, il nous paraît intéressant si d'autres études s'attèlent à la caractérisation de systèmes avec plusieurs couches déposées, (dispositifs en sandwich par exemple, etc.).

101

## ANNEX A



Figure 1: Variation du module et de la phase de du matériau DyBa2-x SrxCu3O7- (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) pour T = 80K.



**Figure 2:** Signature acoustique V(z) et sa FFT du matériau DyBa2-x SrxCu3O7- (x = 0, x = 0.3 et x = 0.6) pour T = 80K.



Figure 3: Dispersion des vitesses longitudinale et transversale en fonction de la température du DyBa<sub>2-x</sub>  $Sr_xCu_3O_7$ . pour x = 0.



Figure 4: Dispersion des vitesses longitudinale et transversale en fonction de la température du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O 7- pour x = 0,6.



**Figure 5:** Variation des modules (E, G et B) du  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  en fonction de la température pour la concentration x = 0.



**Figure 6:** Variation des modules (E, G et B) du  $DyBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-}$  en fonction de la température pour la concentration x = 0,3.



**Figure 7:** Variation des modules (E, G et B) du DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-</sub> en fonction de la température pour la concentration x = 0,6.



Figure 8: Variation propriétés élastiques du matériau  $DyBa_{2-x} Sr_xCu_3O_{7-}$  en fonction de la porosité à 600MHz.

## ANNEXE B



**Figure 1:** Variation du coefficient de réflexion R() en fonction de la température dans le cas du Bi2212 (p = 0).



Figure 2: Variation du coefficient de réflexion R() en fonction de la température dans le cas du Bi2212 (p = 0 et p = 0.32).



Figure 3: Variation du coefficient de réflexion R() en fonction de la température dans le cas du Bi2212 (p = 0 et p = 0.5).



Figure 4: Variation du coefficient de réflexion R( ) en fonction de la porosité du Bi2212 T = 10K à F = 600 MHz



Figure 5: Variation du coefficient de réflexion R( ) en fonction de la porosité du Bi2212 T = 200K à F = 600 MHz



Figure 6: Variation du coefficient de réflexion R( ) en fonction de la porosité du Bi2212 T = 295K à F = 600 MHz



Figure 7 : Signature acoustique V(z) et sa FFT en fonction de la température T(K) du Bi2212 (P = 0.32).



Figure 8 : Signature acoustique V(z) du Bi2212 pour différentes valeurs de porosité à 200K et 295K.



Figure 10 : Dispersion de la vitesse de Rayleigh en fonction de la température pour différents taux de porosité.

 $V_{R} = B_{0} + B_{1}T - B_{2}T^{2} + B_{3}T^{3} - B_{4}T^{4} + B_{5}T^{5}$ 

#### Relation entre la température et la vitesse de Rayleigh $V_R$ :



Figure 11 : Vitesse transversale calculée par la nouvelle relation.