

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي  
Ministère de l'Enseignement Supérieures et de la Recherche Scientifique

BADJI MOKHTAR ANNABA UNIVERSITY

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR ANNABA



جامعة باجي مختار عنابة

Année 2010

Faculté des Sciences  
Département de Physique  
**Laboratoire L. E. A. M.**

THESE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de

**DOCTORAT**

**Etude de l'atténuation dans les matériaux  
supraconducteurs par des techniques acoustiques**

**Option:**

**MATERIAUX SUPRACONDUCTEURS ET DIELECTRIQUE S**

Par

**Tarek TAHRAOUI**

Devant le Jury:

<b>Président</b>	<b>Soliman BELKAHLA</b>	<b>Pr.</b>	<b>Univ. Annaba</b>
<b>Rapporteurs</b>	<b>Amar BOUDOUR</b>	<b>M. C.</b>	<b>Univ. Annaba</b>
	<b>Youcef BOUMAIZA</b>	<b>M. C.</b>	<b>Univ. Annaba</b>
<b>Examineurs</b>	<b>Mohamed Cherif SAHOUR</b>	<b>Pr.</b>	<b>Univ. Guelma</b>
	<b>Abdelhani BOUKROUCHE</b>	<b>Pr.</b>	<b>Univ. Guelma</b>
	<b>Mohamed RETIMA</b>	<b>M. C.</b>	<b>Univ. Annaba</b>

## Résumé

Le présent travail traite de l'étude de l'atténuation ultrasonore dans certains matériaux supraconducteurs et non supraconducteurs. Cette étude se base sur la modélisation du signal acoustique reçu par le microscope acoustique à réflexion lors de l'exploration d'un matériau massif et stratifié. L'exploitation du signal modélisé nous a permis de connaître la variation du coefficient de réflexion en fonction de l'angle d'incidence de l'onde acoustique excitatrice. De plus, et pour les matériaux monocouche et multicouches, nous avons pu déterminer les variations de ce coefficient en fonction de l'épaisseur de la couche de revêtement, de la fréquence du signal, du taux de porosité et du coefficient d'atténuation transversale et longitudinale. Tandis que pour les matériaux supraconducteurs nous avons déterminé les constantes élastiques, les vitesses des différents modes de propagation, l'atténuation acoustique du mode de Rayleigh en fonction de la température à partir du coefficient de réflexion  $R(\theta)$  et de la signature acoustique  $V(z)$

## Mots clé:

microscopie acoustique, ondes acoustiques, signature acoustique, coefficient de réflexion, atténuation, matériaux supraconducteurs, matériaux stratifiés, matériaux poreux, constantes élastiques, Contrôle Non Destructif (CND).

## Abstract

The present work has as subject the simulation study of the ultrasonic attenuation in some superconductor and non superconductor materials. This study is based on the simulation of the acoustic signal obtained by the reflection acoustic microscope upon the exploration of a coated or uncoated material. The examination of the simulated signal has permitted the determination of the variation of the reflection coefficient with respect to the incidence angle of the exciting acoustic wave. Moreover, for monolayer and multilayer materials, we have determined the variations of this coefficient with respect to the thickness of the coating layer, the signal frequency, porosity and the transverse and longitudinal attenuation coefficient. For superconductor materials, we have determined the variations of the elastic constants, velocities and Rayleigh's acoustic attenuation with temperature from reflection coefficient  $R(\theta)$  and the acoustic signing  $V(z)$ .

## Keywords:

acoustic microscopy, acoustic waves, acoustic signing  $V(z)$ , reflection coefficient  $R(\theta)$ , attenuation, superconductor materials, stratified materials, porous materials, elastic constants, Non Destructive Testing (NDT)

## ملخص

يتطرق هذا العمل إلى الدراسة بالمحاكات للتخامد الفوق صوتي لبعض المواد الفائقة الناقلية و الغير فائقة الناقلية. ترتكز الدراسة على محاكات الإشارة الصوتية الملتقطه بواسطة المجهر الصوتي الذي يعمل على مبدأ انعكاس الأمواج خلال عملية استكشاف المواد المغطاة و غير المغطاة. مكننا الإستغلال الجيد لهذه الإشارة من تحديد تغيرات معامل انعكاس الأمواج الصوتية بدلالة زاوية ورود الموجة على السطح. بالإضافة إلى ذلك وبالنسبة للمواد المغطاة فقد حددنا تغيرات هذا المعامل بدلالة سمك طبقة الغطاء، تردد الموجة الصوتية الواردة، نسبة المسامات ومعامل التخامد. بالنسبة للمواد الفائقة الناقلية و من خلال تغيرات معامل انعكاس الأمواج الصوتية و الإشارة الصوتية، حددنا سرعات مختلف أنماط الإنتشار، ومعامل تخامد نمط إنتشار رايلي بدلالة درجة الحرارة.

**المفاتيح:** المجهر الصوتي، الأمواج الصوتية، الإشارة الصوتية، معامل الانعكاس، التخامد، المواد الفائقة الناقلية، المواد المغطاة، المواد المسامية، معاملات المرونة، المعاينة غير المحطمة (م غ م)

# *Dédicace*

*Je dédie ces pages :*

*A mes très chères parents*

*A mes enseignants, du primaire à l'université.*

*En témoignage de ma profonde gratitude*

# REMERCIEMENTS

*Je tien à remercier avant tout le dieu tout puissant qui nous a garder jusqu'à l'atteindre de ce niveau et j'exprime ma profonde reconnaissance et mes remerciements à toutes les personnes qui mon aider dans ce travail que ce soit de près ou de loin.*

*Ce travail a été effectué au Laboratoire LEAM, Département de physique, Faculté des Sciences, Université Badji Mokhtar-Annaba , dirigé par monsieur le professeur **Soliman Belkahla** que je tiens à remercier très chaleureusement pour son accueil et pour avoir accepté de présider le jury de cette thèse.*

*Mes remerciements vont particulièrement à monsieur le maître de conférences **AMAR BOUDOUR**, qui a assumé la direction de ce travail, qu'il veuille bien trouver ici l'expression de ma gratitude pour son dévouement, sa patience, ses conseils et son enseignement qu'il m'a apporté tout le long de cette thèse.*

*Je tiens aussi, à exprimer ma profonde gratitude à mon co-directeur de thèse, monsieur le maître de conférences **YOUCEF BOUMAIZA** pour sa disponibilité, ses précieux conseils et son aide constante en suivant de près mes travaux de recherche, qu'il trouve ici l'expression de mon plus profond respect.*

*Mes sincères remerciements s'adressent aux rapporteurs ainsi qu'aux examinateurs; monsieur le professeur **Mohamed Cherif Sahour**, monsieur le professeur **Abdelhani Boukrouche** et monsieur le maître de conférences **Mohamed Retima**, qui ont accepté de juger ce travail et d'y apporter leur caution.*

*Mes chaleureuses attentions vont également vers tous enseignants qui ont contribué à me former depuis les classes primaires à tous et à toute merci.*

*À Toute ma famille.*

*Merci,*

**TAHRAOUI TAREK**

## *Liste des symboles*

$B$	induction magnétique
$B_c$	induction critique thermodynamique
$B_{c1}$	1re induction critique
$B_{c2}$	2e induction critique
$B_{c3}$	3e induction critique
$C$	capacité thermique volumique
$E_F$	énergie de Fermi
$F_p$	force d'ancrage volumique (force de pinning)
$f$	force d'ancrage linéaire (force de pinning)
$H_c$	champ magnétique critique
$h$	constante de Planck
$J$	densité de courant
$J_c$	densité de courant critique
$k$	constante de Boltzmann
$\ell$	libre parcours moyen
$T_c$	température critique
$v_F$	vitesse de Fermi
$\gamma$	coefficient de capacité thermique électronique
$\Delta$	largeur de la bande interdite
$\xi$	longueur de cohérence
$\theta_D$	température de Debye
$\kappa$	paramètre de Ginzburg-Landau
$\lambda_L$	longueur de pénétration de London
$\lambda_{eph}$	coefficient de couplage électron-phonon
$\mu$	coefficient de répulsion coulombienne
$\mu_0$	perméabilité du vide
$\eta_s$	densité des électrons
$\alpha$	Coefficient d'atténuation
$k$	Nombre d'onde
$d$	Epaisseur de la couche mince
$\sigma$	Contrainte mécanique
$\varepsilon$	Déformation
$v$	Vitesse
$u$	Déplacement
$\lambda, \mu$	Coefficients de Lamé
$\beta$	Composante tangentielle du vecteur d'onde
$\eta$	Composante normale du vecteur d'onde
$\theta$	Angle d'incidence ou de réflexion ou de réfraction

$\theta_c$	Angle critique
$B$	Module de compressibilité des liquides
$\rho$	Densité
$\Phi$	Champ acoustique scalaire
$\Psi$	Champ acoustique vectoriel
$E$	Module de Young
$G$	Module de cisaillement
$K$	Module de compressibilité
$\nu$	Coefficient de Poisson
$R(\theta)$	Coefficient de réflexion
$\Gamma$	Module de $R(\theta)$
$\xi$	Phase de $R(\theta)$
$V(z), V(u)$	Signature acoustique
$Q(t)$	Transformée de Fourier inverse de $V(u)$
$z$	Défocalisation
$\Delta z$	Période de $V(z)$
$\omega$	Pulsation
$f$	Fréquence
$f$	Distance focale
$P$	Pression acoustique
$P$	Fonction de pupille
$T_l(\theta)$	Coefficient de transmission pour l'onde longitudinale
$T_s(\theta)$	Coefficient de transmission pour l'onde transversale
$Z$	Impédance acoustique
$U$	Fonction d'onde

# REMERCIEMENTS

*Je tien à remercier avant tout le dieu tout puissant qui nous a garder jusqu'à l'atteindre de ce niveau et j'exprime ma profonde reconnaissance et mes remerciements à toutes les personnes qui mon aider dans ce travail que ce soit de près ou de loin.*

*Ce travail a été effectué au Laboratoire LEAM, Département de physique, Faculté des Sciences, Université Badji Mokhtar-Annaba, dirigé par monsieur le professeur **Soliman Belkahlia** que je tiens à remercier très chaleureusement pour son accueil et pour avoir accepté de présider le jury de cette thèse.*

*Mes remerciements vont particulièrement à monsieur le maître de conférences **AMAR BOUDOUR**, qui a assumé la direction de ce travail, qu'il veuille bien trouver ici l'expression de ma gratitude pour son dévouement, sa patience, ses conseils et son enseignement qu'il m'a apporté tout le long de cette thèse.*

*Je tiens aussi, à exprimer ma profonde gratitude à mon co-directeur de thèse, monsieur le maître de conférences **YOUCEF BOUMAIZA** pour sa disponibilité, ses précieux conseils et son aide constante en suivant de près mes travaux de recherche, qu'il trouve ici l'expression de mon plus profond respect.*

*Mes sincères remerciements s'adressent aux rapporteurs ainsi qu'aux examinateurs; monsieur le professeur **Mohamed Cherif Sahour**, monsieur le professeur **Abdelhani Boukrouche** et monsieur le maître de conférences **Mohamed Retima**, qui ont accepté de juger ce travail et d'y apporter leur caution.*

*Mes chaleureuses attentions vont également vers tous enseignants qui ont contribué à me former depuis les classes primaires à tous et à toute merci.*

*À Toute ma famille.*

*Merci,*

**TAHRAOUI TAREK**

### *Liste des symboles*

$B$	induction magnétique
$B_c$	induction critique thermodynamique
$B_{c1}$	1re induction critique
$B_{c2}$	2e induction critique
$B_{c3}$	3e induction critique
$C$	capacité thermique volumique
$E_F$	énergie de Fermi
$F_p$	force d'ancrage volumique (force de pinning)
$f$	force d'ancrage linéaire (force de pinning)
$H_c$	champ magnétique critique
$h$	constante de Planck
$J$	densité de courant
$J_c$	densité de courant critique
$k$	constante de Boltzmann
$\ell$	libre parcours moyen
$T_c$	température critique
$v_F$	vitesse de Fermi
$\gamma$	coefficient de capacité thermique électronique
$\Delta$	largeur de la bande interdite
$\xi$	longueur de cohérence
$D\theta$	température de Debye
$\kappa$	paramètre de Ginzburg-Landau
$\lambda_L$	longueur de pénétration de London
$\lambda_{eph}$	coefficient de couplage électron-phonon
$\mu$	coefficient de répulsion coulombienne
$\mu_0$	perméabilité du vide
$s\eta$	densité des électrons
$\alpha$	Coefficient d'atténuation
$k$	Nombre d'onde
$d$	Epaisseur de la couche mince
$\sigma$	Contrainte mécanique
$\varepsilon$	Déformation
$v$	Vitesse
$u$	Déplacement
$\lambda, \mu$	Coefficients de Lamé

$\beta$	Composante tangentielle du vecteur d'onde
$\eta$	Composante normale du vecteur d'onde
$\theta$	Angle d'incidence ou de réflexion ou de réfraction
$\theta_c$	Angle critique
B	Module de compressibilité des liquides
$\rho$	Densité
$\Phi$	Champ acoustique scalaire
$\Psi$	Champ acoustique vectoriel
E	Module de Young
G	Module de cisaillement
K	Module de compressibilité
$\nu$	Coefficient de Poisson
$R(\theta)$	Coefficient de réflexion
$\Gamma$	Module de $R(\theta)$
$\xi$	Phase de $R(\theta)$
$V(z), V(u)$	Signature acoustique
$Q(t)$	Transformée de Fourier inverse de $V(u)$
$z$	Défocalisation
$\Delta z$	Période de $V(z)$
$\omega$	Pulsation
$f$	Fréquence
f	Distance focale
P	Pression acoustique
$P$	Fonction de pupille
$T_l(\theta)$	Coefficient de transmission pour l'onde longitudinale
$T_s(\theta)$	Coefficient de transmission pour l'onde transversale
Z	Impédance acoustique
U	Fonction d'onde

# Sommaire

Introduction générale.....	7
CHAPITRE I.....	9
Supraconductivité .....	10
I.1. Introduction .....	10
I.2. Histoire des supraconducteurs .....	10
I.3. Le modèle à deux fluides.....	12
I.4. Les équations de London .....	12
I.5. Le modèle BCS.....	15
I.6. Types de supraconducteurs.....	17
I.6.1. Le type I.....	17
I.6.2. Le type II.....	18
I.6.3. Les supraconducteurs Atypiques .....	19
I.6.3.1. les fullerènes.....	19
I.6.3.2. les supraconducteurs organiques.....	20
I.6.3.3. les Fermions lourds .....	21
I.6.3.4. Les Ruthenates .....	21
I.7. Densité d'états et gap supraconducteur.....	22
I.8. Effet de cohérence .....	24
Chapitre II .....	25
Ultrasons.....	26
II.1. Microscopie acoustique .....	26
II.2 Configuration du SAM .....	27
II.2.1 Modes de fonctionnement .....	27
II.2.2. Analyse qualitative.....	27
II.2.3. Analyse quantitative.....	28
II.3. Principe de fonctionnement du S.A.M .....	29
II.4. Avantages du S.A.M .....	30
II.5 Eléments du S.A.M .....	30
II.5.1. Partie acoustique .....	30
II.5.1.1. Le transducteur.....	30
II.5.1.2 Ligne à retard .....	31
II.5.1.3 La lentille acoustique.....	31
II.5.1.4 Liquide de couplage .....	31
II.6. Ondes acoustiques et coefficient de réflexion .....	33
II.6.1. Ondes acoustiques et mode de propagation .....	33
II.6.1.1. Propagation d'ondes acoustiques .....	33
II.6.1.1.1 Equation générale de propagation .....	33
II.6.1.1.2. Equations d'ondes dans les fluides homogènes.....	34
II.6.1.1.3. Equations d'ondes dans les solides homogènes .....	34
II.6.1.2. Définition des contraintes et déplacements .....	34
II.6.3. Modes de propagation .....	35
a) Les modes en volume .....	35
Le mode longitudinal.....	35
Le mode transversal.....	36

b) Les modes de surface .....	36
Ondes de Rayleigh .....	36
Ondes de Stoneley .....	36
Ondes de Lamb.....	37
II.6.2. Réflexion et transmission d'une onde acoustique par une interface .....	37
II.6.2.1. Réflexion et transmission par une interface liquide–solide .....	37
II.6.2. 2. Réflexion et transmission à l'interface solide-solide.....	38
II.6.3. Etude du coefficient de réflexion.....	39
II.6.3.1. Introduction .....	39
II.6.3.2. Modèle de Brekhovskikh .....	39
II.6.3.2.1. Détermination du coefficient de réflexion dans le cas d'un matériau massif.....	39
II.6.3.2.1.1. Réflexion à l'interface liquide – solide .....	39
II.6.3.2.2. Détermination du coefficient de réflexion dans le cas monocouche .....	42
II.6.3.2.2.1. Réflexion à l'interface solide–solide .....	42
II.6.3.2.2.2. Détermination du coefficient de réflexion pour un système multicouche .....	44
II.6.2.2.3. Structure multicouche immergée dans un fluide.....	47
II.6.4. Modèle de Schoch .....	48
II.6.5. Importance du pouvoir réflecteur.....	49
II.6.5.1 Détermination des propriétés mécaniques des matériaux .....	49
II.7. Signature acoustique $V(z)$ .....	50
II.7.1. Introduction .....	50
II.7.2. Modèle de la théorie des raies .....	51
II.7.3. Modèle de la théorie des champs.....	52
II.7.3.1 Définition de la fonction pupille .....	55
II.7.4. Traitement de la signature acoustique $V(z)$ .....	56
II.7.4.1. La soustraction de la réponse de lentille .....	56
II.7.4.2. La Transformée de Fourier Rapide (FFT).....	57
II.7.4.3. Traitement de $V(z)$ par la méthode inverse: .....	58
II.7.4.4. Le fenêtrage .....	59
II.8. Atténuation des ultrasons .....	59
II.8.1. L'atténuation dans les fluides.....	60
II.8.1.1. Effet de la température .....	62
II.8.2. L'atténuation dans les solides .....	63
II.8.3. Atténuation de l'onde de Rayleigh.....	64
II.8.4. Mesure de l'atténuation de l'onde de surface à partir du $V(z)$ .....	65
II.8.5. Effet de l'atténuation sur le coefficient de réflexion $R(\theta)$ .....	65
II.8.6. Effet de l'atténuation sur la signature acoustique $V(z)$ .....	66
II.8.7. Rapport entre atténuation et porosité .....	66
II.8.8. Techniques de mesure ultrasonore.....	69
II.8.8.1. Principe de la mesure ultrasonore .....	69
II.8.9. Atténuation ultrasonore dans les matériaux supraconducteurs .....	70
II.8.10. Propriétés élastiques des matériaux supraconducteurs.....	71
Chapitre III .....	74
Résultats et discussions.....	74
III.1. Introduction .....	74

III.2. Etude des structures monocouches .....	75
III.2. 1. Etude du cas 'couche plus rapide que le substrat' .....	75
III.3. Etude des structures multicouches.....	81
III.3.1. Effet de l'atténuation dans les structures multicouches .....	85
III.4. Etude des matériaux supraconducteurs .....	85
III.4.1. Effet de la porosité.....	86
III.4.2. Effet de l'atténuation.....	88
III.4.3. Effet de la température .....	96
Les fenêtres de pondération et ces fonctions .....	108

## Liste des Figures

Figure I. 1: Pénétration du champ magnétique .....	14
Figure I. 2: Température critique en fonction de l'année de découverte de plusieurs supraconducteurs .....	17
Figure I. 3: Variation de l'aimantation en fonction du champ magnétique .....	17
Figure I. 4: Variation de l'aimantation en fonction du champ magnétique appliqué .....	18
Figure I. 5: Le gap dans la densité d'états .....	22
Figure I. 6: Détail de la densité d'états au-dessus du niveau de Fermi .....	22
Figure I. 7: Dépendance de la fonction de « gap » du plomb en fonction de la température, observée à l'aide d'une jonction tunnel (Pb/Pb) et comparaison avec la théorie BCS .....	23
Figure I. 8: Dépendance en température du rapport des processus d'absorption supraconducteurs et normaux à basse des cas I et II .....	24
Figure I. 9: Atténuation des ultrasons dans le vanadium .....	24
Figure II. 1: Fonctionnement du SAM en Transmission .....	27
Figure II. 2: Fonctionnement du SAM en Réflexion .....	27
Figure II. 3a: Image de surface de l'Aluminium, Fréquence 600 MHz, liquide de couplage l'eau [32] ..	28
Figure II. 3b: Image de surface (200×130 μm) du matériau supraconducteur YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-x</sub> à une fréquence de 1,7 GHz .....	29
Figure II. 4a: Signature acoustique V(z), Fréquence 600 MHz, liquide de couplage l'eau .....	29
Figure II. 4b: Signature acoustique V(z) du matériau supraconducteur YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-x</sub> .....	29
Figure II. 5 Schéma du principe de conversion des ondes acoustiques - signal analogique. ....	29
Figure II. 6: Schéma synoptique d'un microscope acoustique fonctionnant en mode de réflexion. ...	32
Figure II. 7: Vue d'un microscope acoustique fonctionnant en mode de réflexion .....	33
Figure II. 8: Propagation des ondes de Rayleigh .....	36
Figure II. 9: Propagation des ondes de Lamb dites ondes de plaques .....	37
Figure II. 10: Réflexion et transmission des ondes acoustiques à l'interface liquide-solide .....	37
Figure II. 11: Réflexion et transmission d'une onde acoustique aux interfaces liquide-solide et solide-solide. ....	38
Figure II. 12: Variation du module et de la phase du coefficient de réflexion en fonction de l'angle d'incidence pour le système (Eau - YIG) .....	41
Figure II. 13: Propagation des ondes acoustiques dans le système liquide - couche - substrat .....	42
Figure II. 14: Variation du module et de la phase du coefficient de réflexion en fonction de l'angle d'incidence à une fréquence de 2 MHz du système (eau – couche de 0,5 mm de Cuivre – Aluminium) .....	44
Figure II. 15: Vecteurs d'ondes des ondes : incidente, réfléchie et transmise dans un système de couches d'impédance d'entrée et d'épaisseur .....	44
Figure II. 16: Variation du module et de la phase du coefficient de réflexion en fonction du système (aluminium 1.6 mm / époxy 0.2 mm / aluminium 0.6 mm) à une fréquence de 4 MHz .....	48
Figure II. 17: Signature acoustique du système eau-acier, Fréquence 600 MHz, liquide de couplage l'eau .....	51
Figure II. 18a: Schéma des chemins parcourus par les raies acoustiques pour z = 0 .....	51
Figure II. 18b : Schéma des chemins parcourus par les raies acoustiques pour z ≠ 0 .....	52
Figure II. 19: Propagation du champ acoustique à travers le système acoustique .....	53

Figure II. 20: Différence de phase entre le rayon réfléchi au plan focal et le rayon réfléchi à la défocalisation $z$ .....	55
Figure II. 21: Principe de soustraction de la réponse de la lentille .....	57
Figure II. 22: Signature acoustique $V(z)$ théorique et sa FFT correspondante pour le système H <sub>2</sub> O/Al [100] capteur ouvert à 50°, $f = 565$ MHz .....	58
Figure II. 23: Atténuation des ultrasons dans l'Hélium liquide en fonction de la température à une fréquence de 1GHz .....	63
Figure II. 24: Variation de l'absorption des ultrasons en fonction de la fréquence .....	63
Figure II. 25: Variation du coefficient de réflexion en fonction de $\theta$ pour le système (Eau/YAG (grenat d'yttrium aluminium)) à 1, 2, 4, 8 GHz .....	66
Figure II. 26: Image acoustique d'un échantillon de ciment à 600 MHz (1000 x 700 $\mu\text{m}^2$ ) .....	67
Figure II. 27: Signature acoustique du silicium poreux .....	68
Figure II. 28: Vitesses des modes du système eau/silicium pour différentes valeur du taux de porosité ( $f = 600\text{MHz}$ ) .....	68
Figure II. 29: Variation de l'atténuation en fonction de la fréquence pour un matériau céramique piézoélectrique dense et pour un céramique poreux avec ( $p = 0,5$ ) .....	69
Figure II. 30: Variation de l'atténuation transversale en fonction de la température .....	70
Figure II. 31a: Variation du module de Young en fonction de la température pour le matériau supraconducteur Y-123 .....	72
Figure II. 31b: Variation du module de Young en fonction de la température pour le matériau supraconducteur Bi-Pb-223/Ag .....	72
Figure III 1: Fonction de réflexion du système acier/chrome pour différentes fréquences ( $d = 4\mu\text{m}$ ) .....	75
Figure III 2: Dispersion des vitesses transversale et Rayleigh pour une épaisseur de ( $d = 4\mu\text{m}$ ) de chrome.....	75
Figure III 3: Pouvoir réflecteur $R(\theta)$ du système Cr / Fe pour $\alpha_s \neq 0$ ( $d = 4 \mu\text{m}$ ; $f = 225$ MHz) .....	76
Figure III 4: Pouvoir réflecteur $R(\theta)$ du système Cr / Fe pour $\alpha_L \neq 0$ ( $d = 4 \mu\text{m}$ ; $f = 225$ MHz) .....	76
Figure III 5: Pouvoir réflecteur $R(\theta)$ du système Cr/Fe pour $\alpha_{s1} \neq 0$ ( $d = 4 \mu\text{m}$ ; $f = 225$ MHz) .....	77
Figure III 6: Pouvoir réflecteur $R(\theta)$ du système Cr/Fe pour $\alpha_{L1} \neq 0$ ( $d = 4 \mu\text{m}$ ; $f = 225$ MHz).....	77
Figure III 7: $R(\theta)$ du système Al/Si pour plusieurs épaisseurs de la couche ( $f = 550\text{MHz}$ ) .....	78
Figure III 8: Courbes de dispersion du système Al/Si.....	79
Figure III 9: Pouvoir réflecteur $R(\theta)$ du système Al/Si pour $\alpha_L \neq 0$ ( $f = 550\text{MHz}$ ; $d = 4.5 \mu\text{m}$ ) .....	79
Figure III 10: Pouvoir réflecteur $R(\theta)$ du système Al/Si pour $\alpha_s \neq 0$ ( $f = 550\text{MHz}$ ; $d = 4.5 \mu\text{m}$ ).....	80
Figure III 11: Pouvoir réflecteur $R(\theta)$ du système Al/Si pour $\alpha_{L1} \neq 0$ ( $f = 550\text{MHz}$ ; $d = 4.5 \mu\text{m}$ ) .....	80
Figure III 12: Pouvoir Réflecteur $R(\theta)$ du système Al/Si pour $\alpha_{s1} \neq 0$ ( $f = 550\text{MHz}$ ; $d = 4.5 \mu\text{m}$ ).....	80
Figure III 13: Pouvoir Réflecteur $R(\theta)$ du système multicouche, $f = 5$ MHz (Al 1.6mm/époxy 0.2mm/Al 0.6mm).....	81
Figure III 14: Courbes de dispersion des modes de Lamb, (a) multicouche immergé dans de l'eau, (b) couches d'aluminium assemblées par collage, (Al 1.6 mm/époxy 0.2 mm/Al 0.6 mm).....	82
Figure III 15 : Courbes de dispersion des couches d'aluminium isolées, a) la couche de Al d'épaisseurs 1.6 mm, b) la couche d'Al d'épaisseur 0.6 mm.....	83
Figure III 16: Courbes de dispersion angulaire du multicouche) immergé dans de l'eau (Al 1.6 mm/époxy 0.15 mm/Al 0.6 mm).....	83
Figure III 17: Courbes de dispersion des couches d'aluminium assemblées par collage.....	84

Figure III 18: Courbes de dispersion angulaire des modes de Lamb du multicouche immergé dans un fluide de densité 0.5; (Al 1.6 mm/époxy 0.15 mm/Al 0.6 mm).....	84
Figure III 19: Courbes de dispersion angulaire des modes de Lamb du multicouche immergé dans un fluide de densité 0.5; (Al 1.6 mm/époxy 0.15 mm/Al 0.6 mm).....	84
Figure III 20: Courbes de dispersion du multicouche immergé dans de l'eau avec et sans atténuation (Al 1.6 mm/époxy 0.2 mm/Al 0.6 mm), a) Atténuation longitudinale: $\alpha_L$ , b) Atténuation transversale: $\alpha_s$ .....	85
Figure III 21: Variation des vitesses longitudinale et RAYLEIGH en fonction de la porosité (F = 600 MHz (couche de 4 $\mu\text{m}$ de Si poreux / Si)). .....	86
Figure III 22: Variation des vitesses des modes de Lamb en fonction de la porosité, F = 600 Mhz (couche de 4 $\mu\text{m}$ de Si poreux / Si)). .....	86
Figure III 23: Variation du module et de la phase de $R(\theta)$ ( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ).....	87
Figure III 24: Signature acoustique $V(z)$ et FFT du( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ) .....	87
Figure III 25: Module de $R(\theta)$ du matériau atténuant et non atténuant.....	88
Figure III 26: Traitement du $V(z)$ par soustraction de la réponse de la lentille.....	88
Figure III 27a: $R(\theta)$ du matériau supraconducteur ( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ) pour $\alpha_L \neq 0$ .....	90
Figure III 27b: $V(z)$ du matériau supraconducteur ( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ) pour $\alpha_L \neq 0$ .....	91
Figure III 28a: Variation de la vitesse de Rayleigh du matériau supraconducteur ( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ) en fonction de la fréquence pour différents $\alpha_L$ .....	91
Figure III28b: Variation de la vitesse de Rayleigh du matériau supraconducteur ( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ) en fonction de $\alpha_L$ pour différentes fréquences	91
Figure III29b: Variation de la vitesse de Rayleigh du matériau supraconducteur ( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ) en fonction de $\alpha_L$ pour différentes fréquences .....	91
Figure III 30a: Variation de $\Gamma_{\min}$ en fonction de $\alpha_s$ et $\alpha_L$ pour (f = 600 Mhz et f = 1000 Mhz)	92
Figure III 30b: Variation de $\Gamma_{\min}$ en fonction de la fréquence pour différentes atténuations	92
Figure III 31: Variation de $R(\theta)$ et $V(z)$ en fonction de l'atténuation du matériau supraconducteur YBaCuO .....	95
Figure III 32: Variation du gap normalisé ( $\Delta/\Delta_0$ ) et de l'atténuation normalisée ( $\alpha_s/\alpha_n$ ) en fonction de la température normalisée (T/Tc) pour le matériau supraconducteur de type I (Pb) .....	96
Figure III 33: Variation du module de Young en fonction de la température pour les matériaux supraconducteurs Y-123 et Bi-2223/Ag selon les modèles de Varshni et Watchman .....	97
Figure III34: Variation des constantes élastiques en fonction de la température pour le matériau supraconducteur Y-123 selon le modèle de Watchman	98
Figure III35: Variation des vitesses transversale et longitudinale en fonction de la température pour le matériau supraconducteur Y-123	99
Figure III36: Variation de $R(\theta)$ et du $V(z)$ en fonction de la température Y-123.....	98
Figure III37: Variation de $\alpha_R$ et $V_R$ en fonction de la température Y-123.....	99
Figure III38: Variation $\alpha_R$ et $V_R$ en fonction de la température Bi-2212/Pb .....	99

## Introduction générale

La supraconductivité est un phénomène surprenant, non seulement du point de vue scientifique, mais aussi du point de vue historique. Elle se manifeste par la disparition à basse température de toute résistance au passage d'un courant électrique constant. L'absence de dissipation qui la caractérise, doit être ce qui se rapproche le plus de la concrétisation du vieux rêve de mouvement perpétuel. Depuis sa découverte par H. Kamerlingh Onnes en 1911, cette propriété n'a cessé de susciter un vif intérêt pour ses applications technologiques: le transport de courant sans perte sur de grandes distances, le stockage quasi-éternel de l'énergie, la génération de puissants champs magnétiques, la lévitation, l'isolation électromagnétique et thermique, les appareils de détection ultra-sensibles (mesure de quantum de flux magnétique, de photon unique...), et tout récemment, une possible réalisation de l'ordinateur quantique. Mais c'est aussi et surtout pour la compréhension plus profonde du monde physique, apportée par les travaux menés en rapport avec elle, qu'elle continue à être un des domaines majeurs de la matière condensée. Son étude nécessite en particulier l'emploi de la mécanique quantique et de la physique statistique des systèmes fortement corrélés. Elle est continument et intimement liée au développement de nouvelles techniques expérimentales et d'originales approches théoriques.

Le contrôle non destructif (CND) joue un rôle fondamental dans tous les domaines où les exigences de sécurité sont importantes, comme l'industrie nucléaire, aéronautique, automobile, ferroviaire...

Les techniques utilisées sont diverses (ultrasons, la microscopie acoustique, l'EMAT (electromagnetic acoustic testing), la gammagraphie, les courants de Foucault pulsés, l'interférométrie Laser, la thermographie, les rayons X, la radiographie, les inspections visuelles...). Elles dépendent à la fois de la nature du matériau, de la précision requise et de la géométrie à contrôler.

Le CND par microscopie acoustique est couramment utilisé pour rechercher des défauts dans des pièces métallurgiques. Il se base sur le principe suivant : un signal électrique est envoyé au transducteur ultrasonore, qui émet dans la structure à contrôler une onde élastique dont la propagation sera influencée par la présence d'éventuels défauts (fissures, inclusions...). Après avoir traversé la partie à contrôler, l'onde est détectée par un récepteur ultrasonore, souvent confondu à l'émetteur.

Cette onde est alors convertie en signal électrique, que l'on peut mesurer facilement. Cette mesure et son interprétation doivent permettre de déduire la présence ou non de défaut, ainsi que leur nature et leur dimension.

Ce principe simple met en jeu des phénomènes physiques tels que la diffraction de la source, la réflexion/réfraction aux différentes interfaces, l'interaction de l'onde avec le défaut, qui peuvent rendre l'interprétation des mesures difficiles, a fortiori pour une analyse de dimensionnement.

En effet, la microscopie acoustique permet la détermination des propriétés élastiques des matériaux isotropes, anisotropes et amorphes, ainsi que ceux des nano cristaux. Elle est également utilisée pour caractériser l'usure et l'endommagement par frottements et pour la détection des fissures. La microscopie acoustique permet la caractérisation de la qualité des revêtements des matériaux, en l'occurrence, leur épaisseur et leur homogénéité, leurs propriétés élastiques, leur taux de porosité, leur état d'adhésion et des défauts de revêtements comme le décollement par exemple ou la présence de fissures internes. La microscopie

acoustique est également utilisée dans le domaine de la corrosion. En microélectronique, elle permet de tester les géométries réalisées des structures des dispositifs microélectroniques ainsi que leur état d'adhésion.

L'atténuation acoustique dans les supraconducteurs a été l'un des premiers phénomènes à être étudié à la fois expérimentalement et théoriquement. Ceci est dû au grand nombre d'informations que cette méthode permet de recueillir sur le supraconducteur. Pour comprendre le mécanisme de la supraconductivité nous avons axé nos recherches vers l'utilisation de techniques non destructive en l'occurrence la microscopie acoustique afin de déterminer les propriétés élastiques de ce type de matériau. Plusieurs études ont été faites pour montrer l'effet d'atténuation, de la température et de la porosité sur ces propriétés des matériaux supraconducteurs. Dans le souci de corroborer avec les orientations de recherches actuelles, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'effet d'atténuation, de la température et de la porosité sur les modes de propagation des ondes élastiques et par la suite aux propriétés élastiques des matériaux supraconducteurs en comparant nos résultats à ceux obtenus expérimentalement par micro échographe.

Ce travail est consacré à l'étude de l'atténuation dans les matériaux (supraconducteur et non supraconducteur). Le mémoire est organisé en trois chapitres :

Le premier chapitre introduit les connaissances de base sur la supraconductivité et s'adresse à un large public. Il a pour but de présenter les phénomènes fondamentaux, les concepts et la terminologie nécessaires à la compréhension de la suite du mémoire. Dans un premier temps nous présenterons quelques aspects théoriques reliés au phénomène de la supraconductivité.

Le deuxième chapitre est une brève description des éléments constituant le microscope acoustique. La seconde partie du chapitre est consacrée aux méthodes utilisées pour interpréter et prévoir les courbes  $V(z)$ . Le modèle des rayons géométriques et celui basé sur l'optique de Fourier y sont rappelés. Le coefficient de réflexion  $R(\theta)$  étant indispensable dans la modélisation de la réponse du microscope acoustique, les modèles de Schoch et de Brékhovskikh utilisés pour son calcul pour différentes structures (massif, monocouche et multicouche) seront exposés. Par la suite, nous présenterons une étude détaillée de l'atténuation acoustique et son rapport avec la porosité et la température et ses effets sur le coefficient de réflexion  $R(\theta)$  et la signature acoustique  $V(z)$ .

Le dernier chapitre est consacré à l'effet des différents paramètres (fréquence, épaisseur de la couche mince, atténuation, porosité, température...) sur le coefficient de réflexion  $R(\theta)$  et la signature acoustique  $V(z)$  dans les différents types de matériaux et en particulier les matériaux supraconducteurs.

# CHAPITRE I

# **Supraconductivité**

## **1.1. Introduction**

La théorie microscopique de la supraconductivité a été formulée par Bardeen, Cooper et Schrieffer (théorie du BCS) en 1957 [1], près de cinq décennies après la découverte originelle du phénomène par Kamerlingh Onnes en 1911 [2]. On s'attachera dans ce chapitre à l'introduction d'une théorie plus intuitive en ne discutant que brièvement les principaux résultats de la théorie microscopique. Une des façons les plus simples pour décrire la supraconductivité consiste à utiliser le modèle à deux fluides [3]. Beaucoup de propriétés caractéristiques des supraconducteurs peuvent être comprises grâce à la simple hypothèse que certains électrons se comportent de façon normale, presque comme des électrons libres, tandis que les autres se comportent de façon anormale. Les frères London [4] décrivent l'électrodynamique de ce qui est maintenant connu sous le nom de supraconducteurs de type II en développant cette idée. Leur approche peut être déduite facilement de la théorie microscopique mais comme elle est plus simple, nous la présentons en premier dans ce chapitre. Après avoir défini les supraconducteurs de type I et de type II, nous terminons par quelques mots sur les effets de cohérence dont l'importance prendra pleine mesure dans la compréhension du rapport entre le coefficient d'atténuation acoustique et les différents paramètres des matériaux supraconducteurs à l'état normal et supraconducteur.

## **1.2. Histoire des supraconducteurs**

La supraconductivité est un état de la matière fascinant, qui est resté longtemps inexplicé. En 1911 la supraconductivité a été d'abord observée dans le mercure par le physicien hollandais Heike Kamerlingh Onnes d'Université Leiden [2]. Il a remarqué que la résistance de ce dernier a soudainement disparu lorsqu'il l'a refroidi à la température de l'hélium liquide  $4^{\circ}K$ .

En 1933, Walter Meissner et Robert Ochsenfeld ont découvert une propriété supplémentaire des supraconducteurs: l'effet Meissner [5]. Ils ont montré que les supraconducteurs, pour une température ( $T$ ) inférieure à  $T_c$ , possèdent non seulement une résistance électrique nulle mais également un comportement de diamagnétique idéal. En d'autres termes, cela signifie qu'en dessous de la température de transition  $T_c$ , les supraconducteurs sont imperméables aux champs magnétiques ( $H$ ). L'effet Meissner constitue la base du phénomène de lévitation magnétique. Walter Meissner et Robert Ochsenfeld ont découvert qu'un matériau supraconducteur repoussera un champ magnétique. Un aimant se déplaçant près d'un conducteur envoie des courants dans le conducteur. C'est le principe sur lequel se base le fonctionnement du générateur électrique. Tandis que pour un supraconducteur, les courants envoyés reproduisent exactement le champ qui aurait pénétré dans le matériau supraconducteur, repoussant ainsi l'aimant. Ce phénomène de démagnétisation est connu sous le nom de "l'effet Meissner".

En 1950, Vitaly Ginzburg et Lev Landau proposèrent une théorie intuitive et phénoménologique (souvent appelée théorie macroscopique) de la supraconductivité. La théorie de Ginzburg-Landau [6] donne un aperçu pratique des propriétés caractéristiques de beaucoup de matériaux supraconducteurs (incluant les oxydes à haute température critique). En 1957, Alexei Abrikosov [7] étudia le comportement des supraconducteurs en présence d'un champ magnétique externe et découvrit que l'on peut distinguer deux types de matériaux: les supraconducteurs de type I et de type II. Nous évoquerons en détails ce qui distingue ces

deux types de supraconducteurs. On peut énoncer que le premier type expulse complètement le champ magnétique depuis l'intérieur, tandis que deuxième n'est valable que pour des champs faibles et n'exclue que partiellement le champ magnétique pour des champs extérieurs plus forts. Cet aspect des supraconducteurs de type II permet justement à ces matériaux de maintenir la supraconductivité même en présence de champs supérieurs à 10 Tesla. Les supraconducteurs de type II sont donc ceux qui présentent le plus d'intérêt dans le domaine des différentes applications.

Durant la décennie suivante, d'autres matériaux supraconducteurs ont été découverts (des alliages, des composés, ... etc.). En 1941, les chercheurs ont montrés que le Niobium - Nitride devient supraconducteur à  $16^{\circ}K$ .

En 1953 le Silicium de vanadium a montré des propriétés superconductrices à 17.5 K.

La première compréhension théorique largement acceptée sur la supraconductivité a été avancée en 1957 par des physiciens américains John Bardeen, Léon Cooper et John Schrieffer, connu sous le nom (théorie BCS).

En 1962 les scientifiques à Westinghouse ont développé le premier fil supraconducteur commercial (un alliage de Niobium et le Titanium). La première utilisation de ce fil de haute énergie a été utilisée pour la fabrication des électro-aimants pour accélérateur de particule, cependant, il n'est apparu qu'en 1987 où il a été employé au Fermilab Tevatron.

Un autre avancement théorique significatif est annoncé en 1962 où Brian Daniel Josephson, a prévu que le courant électrique circulerait entre deux matériaux supraconducteurs même quand ils sont séparés par un élément non-supraconducteur ou un isolant. On connaît aujourd'hui ce phénomène de tunnelage comme celui de "l'effet Josephson" et ont été appliqué aux dispositifs électroniques comme le CALMAR, un instrument capable de détecter les champs magnétiques les plus faibles.

En 1964 Bill Little de l'Université Stanford avait suggéré la possibilité de l'existence de supraconducteurs organiques (à base de carbone). Le premier de ces supraconducteurs théoriques a été synthétisé avec succès en 1980.  $(TMTSF)_2PF_6$  à 1.2 K (la température de transition  $T_c$ ) et soumis à de haute pression pour passer à l'état supraconducteur.

Les années 1980 furent une décennie de découverte sans précédent dans le domaine des supraconducteurs.

En 1986, une importante découverte a été faite dans le domaine de la supraconductivité par Alex Müller et Georg Bednorz [8], ils ont créé un composé de céramique fragile qui devient supraconducteur à haute température, soit  $30^{\circ}K$ . Ce qui a rendu remarquable cette découverte c'est que les céramiques sont classées dans la catégorie des matériaux isolants et donc ne peuvent conduire le courant électrique. Ce que les chercheurs ne considérés pas comme de possibles éléments supraconducteurs de haute température. Ces céramiques synthétisés a base de Lanthanum, Baryum, Cuivre et d'Oxygène leurs comportements ne sont pas encore compris. Il fut prouvé par la suite que le dopage par des petites quantités de plomb ( $Pb$ ) des céramiques fait passer la température de supraconductivité de  $30^{\circ}K$  à  $58^{\circ}K$ , rendant ainsi la découverte encore plus remarquable.

Cette dernière découverte a déclenché une grande activité dans les laboratoires, pour produire des matériaux supraconducteurs avec la température de transition  $T_c$  la plus haute possible. Ce n'est qu'en janvier 1987 qu'une équipe de recherche de l'Université de l'Alabama - Huntsville a substitué l' *Yttrium* au *Lanthanum* dans la molécule de Müller et Bednorz et a pu atteindre un record incroyable soit une température  $T_c$  à  $92^{\circ}K$  ( $YBaCO$ ).

### 1.3. Le modèle à deux fluides

La première description des supraconducteurs couronnée de succès fut le modèle à deux fluides, développé par Gorter et Casimir dans les années 30 [3]. Selon le modèle à deux fluides, un supraconducteur se comporte comme s'il contenait des électrons de deux types différents: des électrons normaux, dont le comportement ressemble à celui des électrons dans les métaux normaux, et les supra électrons qui possèdent quant à eux des caractéristiques inhabituelles. Les deux types d'électrons transportent du courant: les électrons normaux avec résistance et les supra électrons, sans résistance. Les électrons normaux transportent de la chaleur mais le superfluide, supposé être parfaitement ordonné, n'a pas d'entropie et ne peut pas transporter de chaleur quant à lui. Lorsque l'on passe au-dessous de la température critique  $T_c$ , la densité de superfluide est supposée augmenter depuis zéro tandis que la densité de fluide normal chute. Puisque le fluide normal et le superfluide conduisent en parallèle, la conductivité électrique  $(d - c)$ . devient infinie au-dessous de  $T_c$  tandis que la conductivité thermique tombe à zéro à  $T = 0$ .

Cette description à deux fluides relativement simple fournit une base physique à la compréhension de la supraconductivité et subsiste dans une certaine mesure dans la théorie microscopique moderne du BCS.

### 1.4. Les équations de London

F. et H. London [4] commencèrent avec l'idée qu'il était nécessaire de modifier les équations électrodynamiques usuelles afin de parvenir à décrire l'effet Meissner; les équations de Maxwell demeurent cependant toujours valides. C'était donc la loi d'Ohm qui devait être modifiée et pour ce faire, ils travaillèrent avec le modèle à deux fluides que nous venons de présenter. On introduit  $n, n_n$  et  $n_s$ , les densités respectives de tous les électrons de conduction, les électrons de l'état normal et les électrons supraconducteurs avec  $n = n_n + n_s$

On suppose aussi que l'on a :  $n_s(T_c) = 0$  et  $n_s(0) = n$ .

Ainsi, sur la densité d'électrons totale  $n$ , il y en a une fraction  $n_s$  qui se comporte de façon spécifique et représente les électrons supraconducteurs. Ceux-ci ne sont diffusés ni par les impuretés ni par les phonons et ne contribuent donc pas à la résistivité. Ils sont accélérés librement par un champ électrique. Si  $v_s$  est leur vitesse, l'équation du mouvement peut-être écrite comme:

$$m \frac{dv_s}{dt} = e E \quad (\text{I.1})$$

On peut définir une densité de courant supraconducteur :

$$J = n_s e v_s \quad (\text{I.2})$$

qui obéit à l'équation suivante :

$$\frac{dJ}{dt} = n_s e^2 \frac{E}{M} \quad (\text{I.3})$$

En utilisant l'équation de Maxwell  $\text{rot}E = \mu_0 \frac{\partial h}{\partial t}$  dans laquelle nous avons remplacé l'induction magnétique  $B$ , qui varie sur une échelle macroscopique, par le champ local microscopique  $h$  ( $B$  est une moyenne de  $\mu_0 h$ , microscopique), on obtient :

$$\frac{1}{m} \frac{\partial (\text{rot}J + \mu_0 n_s e^2 h)}{\partial t} \quad (\text{I.4})$$

Ceci est une équation générale susceptible de s'appliquer à n'importe quel métal de densité d'électrons de conduction  $n_s$  et n'explique en rien l'effet Meissner.  $F$  et  $H$ . London se sont aperçus qu'avec la loi d'Ohm et une conductivité infinie, l'équation (I.4) conduit à  $\frac{\nabla h}{\nabla t} = 0$ .

Une conductivité infinie implique simplement que le champ magnétique ne peut pas changer, ce qui est contraire à l'observation expérimentale. Ils ont ainsi réalisé que le comportement caractéristique d'un supraconducteur pouvait être obtenu en restreignant l'ensemble des solutions de l'équation (1.4) à celles pour lesquelles l'expression comprise dans la parenthèse est nulle, pas seulement sa dépendance au temps. Ils ont donc intégré l'équation (1.4) et considéré la solution particulière suivante :

$$\text{rot} J + \frac{\mu_0 n_s e^2 h}{m} = 0 \quad (\text{I.5})$$

Ceci est l'équation de London qui décrit l'électrodynamique d'un supraconducteur. Cette équation n'est pas une preuve de la propriété de supraconductivité mais simplement une description de la façon dont un supra-courant est accéléré en présence d'un champ électrique. Afin d'établir comment l'équation (I.5) conduit à l'effet Meissner, on utilise l'identité:  $\nabla * \nabla * B = \nabla(\nabla \cdot B) - \nabla^2 B = -\nabla^2 B$

$$J = \text{rot } h \quad (\text{I.6})$$

En appliquant l'opérateur rotationnel des deux côtés et en combinant avec l'équation (I.5) on a:

$$\text{rot}(\text{rot } h) + \frac{\mu_0 n_s e^2 h}{m} = 0 \quad (\text{I.7})$$

Soit: 
$$\nabla^2 h + \frac{\mu_0 n_s e^2 h}{m} = 0 \quad (\text{I.8})$$

Cette équation qui nous permet de calculer le champ local à l'intérieur d'un supraconducteur est une autre expression de l'équation de London. On montre un exemple de l'effet Meissner en considérant une solution pour une interface plane supraconducteur par rapport au vide:

Si on réécrit l'équation (I.8) pour un problème unidimensionnel, on a :

$$\frac{d^2 h}{dt^2} = \frac{h}{\lambda^2} \quad (\text{I.9})$$

où l'on a défini :

$$\frac{\lambda^2}{m} = \mu_0 n_s e^2 \quad (\text{I.10})$$

Si on considère un supraconducteur infini et uniforme dans la région  $x > 0$  et si on applique un champ magnétique  $H_0$  parallèle à la surface, le champ à l'intérieur du supraconducteur est donné par une solution de cette équation :

$$H = H_0 e^{\left(\frac{-x}{\lambda}\right)} \quad (\text{I.11})$$

Le champ magnétique (et la densité de supra-courant) décroît exponentiellement à l'intérieur du supraconducteur, sur une longueur caractéristique  $h$ , comme le montre la figure suivante :

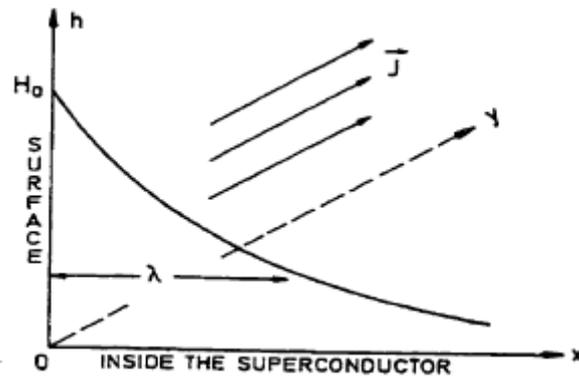


Figure I. 1: Pénétration du champ magnétique [9]

$\lambda$  est la profondeur de pénétration de London qui mesure l'étendue de la pénétration du champ magnétique à l'intérieur du supraconducteur.  $\lambda$  montre que pour avoir un champ nul au cœur du matériau, il faut qu'il y ait un courant supraconducteur qui circule dans une épaisseur  $h$  en surface, créant ainsi un champ opposé à l'intérieur du supraconducteur qui annule le champ magnétique extérieur appliqué. On voit maintenant que l'équation (1.8) décrit bien l'effet Meissner. En raison de ces supra-courants circulant dans l'épaisseur  $h$  qui jouent le rôle de courants écrans en expulsant le champ magnétique appliqué du cœur du matériau, cette équation est aussi connue sous le nom d'équation d'écran » (screening equation).

On peut obtenir une relation entre le supra-courant ( $i$ ) et le potentiel vecteur  $A$  en utilisant l'équation (I.5) combinée avec  $\text{rot } A = \mu_0 h$  (on prend la jauge  $\text{div } A = 0$  et ainsi on a  $\text{div } J = 0$ ).

$$J(r) = \frac{-A(r)}{\mu_0 \lambda^2} \quad (\text{I.12})$$

Cette équation remplace la loi d'Ohm pour un supraconducteur. Les équations (I.5), (I.8) et (I.12) sont autant de façons d'écrire l'équation de London pour les supraconducteurs de type II.

### Remarques:

- Pour obtenir rapidement une estimation de l'ordre de grandeur de  $h$ , on peut par exemple considérer un électron par site. Si  $a_0$  est la distance interatomique, la densité de supra-électrons est  $n_s \approx a_0^{-3} \approx 10^{29} \text{ m}^{-3}$ . Cette valeur entrée dans l'équation (I.10) fournit typiquement une profondeur de pénétration  $\lambda$  de l'ordre de  $150 \text{ \AA}$ . On remarque que cette longueur est généralement beaucoup plus grande que la distance interatomique.

- L'équation (I.12) montre clairement que l'électrodynamique de London est locale et signifie que le courant en un point est donné par le potentiel vecteur au même point. Ceci n'est pas toujours vrai car le courant au point  $r$  dépend en général du potentiel vecteur dans la région autour de point. Sans vouloir donner de détails, il importe de signaler que cette électrodynamique locale n'est valable que pour les supraconducteurs de type II, qui sont l'objet de cette étude. Elle n'est valable que près de la température de transition  $T_c$  pour les supraconducteurs de type I.

- Dans cette approche de London, la variation de  $n_s$  en fonction de la température n'est pas donnée. Cette précision nécessite une théorie plus générale telle que, par exemple, celle de Ginzburg-Landau que nous n'explicitons pas dans le cadre de cette thèse [9].

## 1.5. Le modèle BCS

La théorie BCS [1] apporte une excellente explication des propriétés des supraconducteurs à l'équilibre. Nous allons développer dans cette section les principes qualitatifs de base qui vont déjà nous permettre de comprendre de quoi il s'agit, en nous concentrant sur les deux caractéristiques majeures de la théorie BCS que sont le mécanisme d'appariement et la notion de longueur de cohérence.

La découverte de l'effet isotopique (dépendance  $T_c \propto M^{-\frac{1}{2}}$  entre la température de transition  $T_c$  et la masse atomique  $M$ , suggérée par Frohlich en 1950 en excellent accord avec les expériences menées sur les isotopes du mercure la même année) a indiqué que l'interaction entre les électrons et le réseau cristallin devait entrer en ligne de compte dans l'explication du phénomène. Le fait est que cette interaction entre les électrons et le réseau cristallin conduit à une interaction entre les électrons eux-mêmes, dont la nature peut être expliquée comme suit. Un électron en mouvement dans le métal déforme, ou polarise, le réseau cristallin au moyen de forces électriques. Les ions du réseau se déplacent et cela affecte alors l'état d'un autre électron qui se trouve ainsi dans le champ du réseau polarisé avec une structure modifiée. Ceci résulte alors en une interaction effective entre ces deux électrons. Le déplacement de l'ion  $I$ , causé par son interaction avec l'électron  $e$ , affecte l'état d'un autre électron. Cette force attractive peut être vue de la façon suivante : suite à la déformation du réseau, l'électron se retrouve entouré par un nuage de charge positive qui est attiré par cet électron. L'amplitude de cette charge positive peut dépasser celle de la charge de l'électron et l'électron accompagné de son nuage environnant peut alors constituer un système chargé positivement qui va être attiré par un autre électron. A haute température, une agitation thermique suffisamment intense se charge d'éloigner les particules les unes des autres et balaye le manteau d'ions, ce qui réduit considérablement les forces attractives. Il n'en va pas de même, en revanche, à basse température où ces forces jouent alors un rôle très important. Prenons par exemple le cas d'un métal à  $0^\circ K$ . Le processus que nous venons de décrire peut être visualisé en termes quantiques comme l'émission d'un phonon par un électron se déplaçant à travers le réseau et l'absorption consécutive de ce phonon par un autre électron. Cet échange de phonon est ce qui conduit à l'attraction entre les deux électrons.

A basse température, cette attraction prévaut sur la répulsion Coulombienne qui existe entre les deux électrons pour les supraconducteurs (et c'est d'ailleurs ce qui fait leur distinction). Là, le système des électrons se comporte comme une seule unité liée et il requiert une énergie finie pour être excité. Le spectre d'énergie du système d'électrons (en insistant sur le fait que l'on ne se réfère pas à l'énergie d'électrons individuels mais à celle du système entier d'électrons liés, traités comme une seule unité) n'est pas continu dans ce cas. L'état excité du système d'électrons est séparé de l'état fondamental par un gap d'énergie  $\Delta$ . Le caractère discret du spectre d'énergie concerne donc un système d'électrons macroscopique dans le cas des supraconducteurs.

On sait que la résistivité d'un métal est due à l'interaction du système des électrons en mouvement (le courant électrique) avec les vibrations du réseau cristallin ou les impuretés. Il est clair, cependant, que s'il existe un gap dans le spectre d'énergie, les transitions quantiques dans le fluide électronique ne vont pas toujours être possibles. Le système des électrons ne sera pas excité s'il se déplace lentement. Ceci implique un mouvement sans friction et donc, l'absence de résistivité électrique. On conçoit maintenant que si le courant dépasse une valeur critique (celle du courant critique), la supraconductivité disparaît.

L'interaction entre les électrons et le réseau cristallin est l'un des mécanismes de base de la résistivité électrique dans un métal ordinaire. Il est remarquable que ce soit précisément cette interaction qui, sous certaines conditions, conduise à l'absence de résistivité, i.e. la

supraconductivité. Cela explique le comportement de métaux tels que l'or, l'argent et le cuivre qui sont d'excellents conducteurs en temps ordinaires mais ne s'avèrent pas supraconducteurs. Une bonne conductivité indique que la résistivité électrique est faible et c'est le signe que l'interaction entre les électrons et le réseau est très faible. Près du zéro absolu, une interaction si faible ne parvient pas à créer une attraction inter-électronique suffisante pour vaincre la répulsion de Coulomb. Il ne se produit donc pas de transition supraconductrice.

Au zéro absolu, les électrons dans un métal occupent les états d'énergie jusqu'au niveau de Fermi d'énergie  $E_F$ . La surface de Fermi est définie par l'équation  $E_p = E_F$  dans l'espace des

impulsions et c'est une sphère lorsque l'on a:  $E = \frac{p^2}{2m^*}$  ( $m^*$  étant la masse effective des

électrons), dans le cas le plus simple. L'existence de cette attraction conduit à une restructuration de la surface de Fermi de par l'entrée en scène du gap  $\Delta$  Tandis que l'énergie électronique, rapportée à la surface de Fermi et pouvant donc être rendue arbitrairement

petite, est égale à  $\xi = \frac{p^2}{2m^*} - E_F$  pour un métal normal, elle est décrite par l'expression

suivante pour un supraconducteur :

$$\varepsilon = \left( \xi^2 + \Delta^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{I.13})$$

On voit que le minimum de l'énergie électronique  $\varepsilon$ , qui correspond à  $\xi = 0$ , est égal à  $\Delta$ . Les électrons compris dans une bande de largeur  $\Delta(0)$  de part et d'autre de la surface de Fermi vont former des paires liées.

La supraconductivité résulte donc d'une attraction interélectronique. Cette attraction possède toutefois des caractéristiques spécifiques. Intéressons-nous par exemple, au comportement d'un électron dans un supraconducteur: cet électron est attiré inégalement par tous les autres électrons. Il va choisir un électron spécifique (l'électron choisi sera de spin et d'impulsion opposés) et l'interaction entre cette paire sera la plus forte. Le système des électrons d'un supraconducteur peut être décrit comme consistant en paires liées de tels électrons et une excitation du système des électrons peut être vue comme la cassure d'une telle paire. La quantité  $2\Delta(0)$  (où  $\Delta(0)$  est le gap) est l'énergie de liaison de la paire.

La question de la taille d'une paire électronique mérite attention. Pour en donner une estimation, on peut se placer dans le plus simple des cas où l'énergie de Fermi  $E_F$  est égale à

$\frac{p_F^2}{2m}$ . On a vu que l'état supraconducteur est caractérisé par l'existence d'un gap  $\Delta$  près de la

surface de Fermi. L'étendue de l'impulsion correspondante est déterminée par la relation  $\frac{p_F \delta p}{2m} = \Delta$  où  $\delta p = \frac{m \Delta}{p_F}$ . En utilisant la relation d'incertitude  $\delta p \delta r = \hbar$ , on peut estimer

l'étendue spatiale comme étant  $\delta r = \frac{\hbar}{\delta p} = \frac{\hbar v_F}{\Delta}$ , où  $v_F$  est la vitesse de Fermi. Il est pratique

d'introduire un facteur numérique et la longueur de cohérence intrinsèque BCS (la taille d'une paire de Cooper) est alors donnée par l'expression :

$$\xi_0 = \frac{\hbar v_F}{\pi \Delta} \quad (\text{I.14})$$

La quantité  $\xi_0$  donne l'échelle des corrélations spatiales dans un supraconducteur. A partir de tables fournissant l'amplitude des valeurs de  $v_F$  et  $\Delta$  pour différents matériaux [9], on calcule

que la longueur de cohérence vaut 16000 Å pour l'aluminium pur, 380 Å pour le niobium pur et seulement environ 10 Å pour les nouveaux supraconducteurs, les oxydes à hauts  $T_c$ .

## 1.6. Types de supraconducteurs

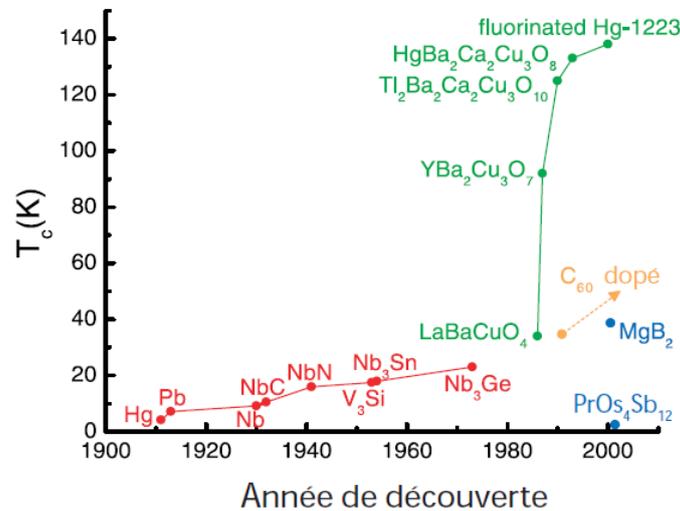


Figure I. 2: Température critique  $T_c$  en fonction de l'année de découverte de plusieurs supraconducteurs [10, 11]: (rouge) supraconducteurs classiques à basse  $T_c$ , (vert) cuprates, (orange) fullerènes dopés, (bleu)  $MgB_2$  et  $PrOs_4Sb_{12}$ .

### 1.6.1. Le type I

Les matériaux supraconducteurs qui expulsent la totalité du flux magnétique jusqu'au retour à l'état normal sont les supraconducteurs de type I. L'intensité du champ magnétique appliqué requise pour parvenir à détruire complètement l'état de diamagnétisme parfait à l'intérieur de l'échantillon supraconducteur correspond à ce qui est défini comme le champ thermodynamique critique  $B_c$ . La variation de l'aimantation en fonction du champ magnétique appliqué pour un supraconducteur de type I est donnée sur la figure suivante (fig. I.3) :

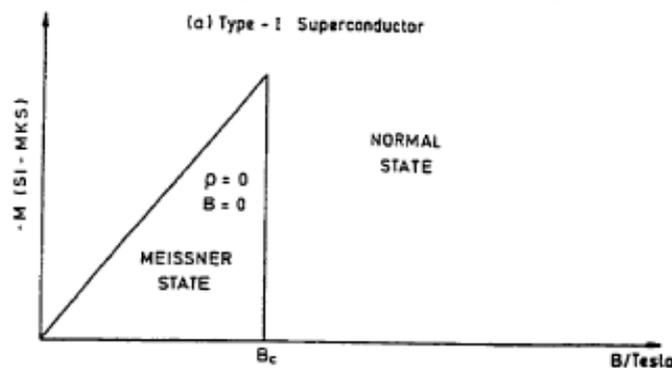


Figure I. 3: Variation de l'aimantation en fonction du champ magnétique [9]

La figure I.3 donne la courbe d'aimantation d'un supraconducteur de type I idéal. Dans le système d'unité MKSA, on peut écrire:  $B = \mu_0(H + M)$  avec  $\mu_0 = 4 \pi 10^{-7}$ ,  $M$  étant l'aimantation. Tant que le champ appliqué reste inférieur au champ critique  $B_c$ , on voit que l'échantillon est dans l'état Meissner. L'effet Meissner est tel que pour avoir  $B = 0$ , il faut  $M = -H$ . Le signe négatif provient du fait que c'est par l'intermédiaire de courants de surface que l'échantillon devient un diamagnétique parfait en expulsant le champ magnétique depuis l'intérieur.

La catégorie des supraconducteurs de type I est principalement constituée de métaux et de métalloïdes qui présentent une certaine conductivité à température ambiante. Ils requièrent une très basse température pour ralentir assez les vibrations moléculaires et faciliter ainsi le flux d'électron sans frottement en accord avec la théorie BCS. La théorie BCS suggère que les électrons se couplent en "paires de Cooper" de façon à s'aider les uns les autres à passer les obstacles moléculaires. Les supraconducteurs de type I (nommés "soft superconductors" en anglais) ont été découverts en premier et requièrent une très basse température pour obtenir de la supraconductivité. Ce type est caractérisé par une transition brutale vers un état de supraconductivité et un parfait diamagnétisme (capacité de repousser un champ magnétique). D'autres éléments peuvent être mis en état de supraconduction par application de hautes pressions. Par exemple le supraconducteur de type I avec la température critique la plus élevée est le sulfure à  $17K$ . Mais il a besoin d'une pression de 930 000 atmosphères pour être supraconducteur et de 1,6 million atmosphères pour atteindre sa température critique de  $17K$ .

### I.6.2. Le type II

Pour un supraconducteur de type II, il existe deux champs critiques:  $B_{c1}$  et  $B_{c2}$  avec  $B_{c1} < B_{c2}$ . Le flux est entièrement expulsé tant que le champ appliqué n'excède pas  $B_{c1}$ . Tant que  $B < B_{c1}$ , le supraconducteur de type II se comporte exactement comme un supraconducteur de type I pour  $B < B_c$ . Lorsque le champ appliqué devient supérieur à  $B_{c1}$ , le flux pénètre partiellement à l'intérieur de l'échantillon jusqu'à ce que le champ appliqué atteigne la valeur du champ critique  $B_{c2}$ . Au-dessus de  $B_{c2}$ , le matériau recouvre l'état normal. La variation de l'aimantation en fonction du champ appliqué est illustrée sur la figure suivante (fig. I-4) :

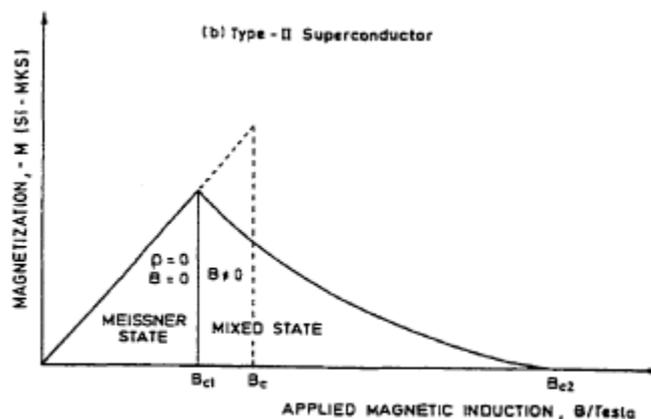


Figure I. 4: Variation de l'aimantation en fonction du champ magnétique appliqué [9]

La figure I.4 montre qu'entre  $B_{c1}$  et  $B_{c2}$ , le supraconducteur est dans ce que l'on appelle l'état mixte (ou l'état vortex) pour lequel l'effet Meissner est seulement partiel. Pour n'importe quel champ appliqué compris entre  $B_{c1}$  et  $B_{c2}$ , le flux magnétique pénètre partiellement l'échantillon sous la forme de fins filaments microscopiques dénommés vortex.

Excepté pour les éléments *Vanadium*, *Technetium* et *Niobiom*, la catégorie des supraconducteurs de Type II est faite de composés métalliques et d'alliages. La découverte récente de composés supraconducteurs "perovskites" (les céramiques métal-oxyde, qui ont normalement un ratio de 2 atomes de métal pour 3 atomes d'oxygène) appartient au groupe des Types II. Ils ont une température critique plus élevée que le Type I par un mécanisme non

encore entièrement compris. La sagesse conventionnelle maintient que cela est dû aux couches planaires à l'intérieur de la structure cristalline. Bien que des recherches récentes suggère que cela est dû à des trous d'atomes d'oxygène sous-charge dans les réservoirs de charge. Les cuprates supraconducteurs (oxydes de cuivre) ont donné des températures critiques étonnément hautes quand on considère qu'en 1985 la plus haute température critique atteignait seulement les  $23^{\circ}K$ . Actuellement la plus haute de ces températures est  $138^{\circ}K$ . Le premier composé Supraconducteur de type II, un alliage de plomb et de bismuth, a été fabriqué en 1930 par W. de Hass et J. Voogd. Mais, il n'a été reconnu comme supraconducteur que longtemps plus tard, après que l'effet Meissner n'ait été découvert. Le premier des oxydes supraconducteur a été créé en 1973 avec le  $Ba(Pb, Bi)O_3$  qui à une température critique de 13K. Les supraconducteurs oxocuprates ont suivi en 1986. Les supraconducteur de Type II (aussi nommés en anglais : "hard superconductors") différents du Type I dans le fait que leur transition d'un état normal à un état supraconducteur est graduel dans des régions d'état mixte. Un supraconducteur de Type II autorisera aussi de légères pénétrations par un champ magnétique extérieur dans sa surface. Ce qui générera quelques nouveaux phénomènes macroscopique comme les "lignes" supraconductrices et le "vortex de flux fenêtré"

### I.6.3. Les supraconducteurs Atypiques

Un des grands paradigmes de la physique de la matière condensée de ces trentes dernières années est l'émergence de la supraconductivité non conventionnelle. Classiquement, les comportements des métaux simples sont bien décrits par la théorie de Landau des liquides de Fermi, à laquelle viennent s'ajouter un certain nombre d'instabilités, dont les deux les plus prépondérantes sont la transition supraconductrice et la condensation en onde de densité de charge ou de spin.

Depuis ces vingt-cinq dernières années, un certain nombre de composés présentant une supraconductivité ne correspondant pas à la théorie Bardeen Cooper Schriffier/Ginzburg Landau (*BCS/GL*) ont été mis à jour. Cette supraconductivité non conventionnelle est désignée ainsi pour plusieurs raisons :

- le mécanisme d'appariement des quasi-particules est différent de la simple attraction entre électrons via l'interaction retardée entre les électrons et les phonons. L'identification de ce mécanisme constitue souvent une des questions centrales dans la compréhension de la supraconductivité non conventionnelle.
- le paramètre d'ordre exhibe une symétrie différente de celle observée dans les métaux simples supraconducteurs, ou il est de symétrie  $s$ .

Un certain nombre de classes de composés montrent cette supraconductivité non conventionnelle.

On peut citer entre autres parmi les métaux d'oxydes de transition les cuprates, les cobaltates et les ruthenates, puis parmi les intermétalliques actinides et lanthanides les fermions lourds au cérium et à l'uranium, les borocarbides et les skutterudites, et enfin les composés organiques. Bien entendu mis à part l'observation phénoménologique d'une supraconductivité non conventionnelle, tous ces composés présentent des problématiques physiques fondamentalement différentes. Nous nous restreindrons ici aux deux familles des cuprates et des fermions lourds [11].

#### I.6.3.1. les fullerènes

Comme si les céramiques supraconductrices n'étaient pas assez étranges, d'autres supraconducteurs encore plus mystérieux ont été découverts. Parmi ceux-ci, un est basé sur des composés centrés autour des "Fullerène". Le nom "Fullerène" vient du designer-auteur

Buckminster Fuller. Fuller est l'inventeur du dôme géodésique (structure à la forme de ballon de football). Les Fullerènes (aussi appelle buckminsterfullerene ou "buckyball") existent à un niveau moléculaire lorsque 60 atomes de carbone se joignent pour faire une sphère. Quand un fullerène est dopée avec un ou plusieurs métaux alcalins elle devient une "fulleride" et souvent aussi supraconductrice. Les fulleride supraconductrices ont une température critique entre  $8^{\circ}K$  pour  $Na_2RbO.5Cs_0.5Co_{60}$  jusqu'à  $40^{\circ}K$  pour  $Cs_3Co_{60}$ . D'autres températures critiques encore supérieures ont été générées pour des  $C_{60}$  en utilisant des transistors à effet de champs pour perfectionner la densité des porteurs de charges. Une température critique de  $117^{\circ}K$  a été récemment trouvée par des chercheurs du Bell Labs quand chaque molécule étaient dynamiquement ajustée vers 3-3.5 trous par  $C_{60}$  après dopage au  $CHBr_3$ . (un trou est un espace manquant chargé positivement dans la surface.) De plus grandes structures de fullerènes non sphériques qui sont supraconductrices ont été récemment trouvées. En avril 2001 des chercheurs chinois de l'université de Hong-Kong ont trouvé de la supraconductivité unidimensionnelle dans des nanotubes de carbone aux alentours de  $15^{\circ}K$ . Des fullerènes basées sur du silicium comme le  $NaBa_2Si_{46}$  sont aussi supraconductrices bien que leur structure soit un réseau infini plutôt que des molécules discrètes. Les fullerènes comme les céramiques supraconductrices sont des découvertes plutôt récentes. En 1985 le professeur F. Curl et Richard E. Smalley de l'université Rice de Houston ainsi que le professeur Sir Harold W. Kroto de l'université de Brighton ont accidentellement trouvé ces composés. La découverte de fullerides aux métaux alcalins vient peu après en 1991 quand Robert Haddon et le Bell Labs ont annoncé que le  $K_3Co_{60}$  est supraconducteur à  $18^{\circ}K$ . Les fullerènes font techniquement parti d'une famille plus grande de conducteurs organiques qui sont décrits plus bas.

### I.6.3.2. les supraconducteurs organiques

Les supraconducteurs "organiques" font partie de la famille des conducteurs organiques qui incluent: les sels moléculaires, les polymères et les systèmes de carbone pure (qui incluent les nano tubes de carbone et les composés  $C_{60}$ ). Les sels moléculaires dans cette famille sont des molécules organiques de grande taille qui possèdent des propriétés de supraconductivité à des températures très basses. Pour cette raison ils sont souvent appelés supraconducteurs "moléculaires". Leur existence a été mise en évidence en théorie en 1964 par Bill Little de l'université de Stanford. Mais le premier supraconducteur organique ( $TMTSF$ ) $2PF_6$  n'a pas été synthétisé avant 1980 par le chercheur Danois Klaus Bechgaard de l'université de Copenhague et l'équipe de chercheurs français D.Jerome, A. Mazaud, et M. Ribault. A peu près 50 supraconducteurs organiques ont depuis été découverts avec des températures critiques s'étendant de  $0.4^{\circ}K$  à environ  $12^{\circ}K$ , et ce, à pression ambiante. Comme la température critique de ce type de composé dans l'intervalle des supraconducteurs de Type I, les ingénieurs doivent encore leur trouver une application pratique. Malgré cela, leurs propriétés inhabituelles les ont mis aux centres d'intenses recherches. Ces propriétés incluent une magnétorésistance énorme, une oscillation rapide, un effet de Hall et plus encore.

Au début de l'année 1997, une équipe a trouvé que le ( $TMTSF$ ) $2PF_6$  peut résister à un champ magnétique d'une intensité de 6 Teslas. Habituellement un champ d'une fraction de celui ci détruit complètement la supraconductivité dans un matériau.

Les supraconducteurs sont composés d'un donneur d'électron (la molécule organique plane) et d'un accepteur d'électron (un anion non organique). Ci-dessous quelques exemples de supraconducteurs organiques: (donneur suivi de l'accepteur) ( $TMTSF$ ) $2ClO_4$ , ( $BETS$ ) $2GaCl_4$ , ( $BEDO-TTF$ ) $2ReO_4H_2O$

Découvert en 1993 par Bob Cava et le Bell Labs, les “Borocarbides” sont parmi les moins compris des supraconducteurs. On a longtemps supposé que des supraconducteurs ne pouvaient pas être formés de métaux ferromagnétiques comme le fer, le cobalt ou le Nickel. C’est l’équivalent que de vouloir mélanger de l’eau et de l’huile. Mais le carbone et le bore dans les molécules semble agir comme des mitigeurs. La supraconductivité est aussi possible grâce aux sites cristallographiques pour les ions magnétiques qui sont isolés du chemin de conduction. En plus, lorsqu’ils sont combinés avec des éléments aux propriétés magnétiques inhabituelles (comme l’holmium) un phénomène “réentrant” peut être mis en évidence. Sous la température critique, il y a une température discordante, où le matériau reprend un état “non-supraconducteur”.

### **I.6.3.3. les Fermions lourds**

Les “Fermions lourds” sont des composés qui contiennent des éléments rares comme le *Cerium* (*Ce*) ou le *Ytterbium* (*Yb*) ou des *Actinides* comme l’*Uranium* (*U*). Leurs électrons de conduction ont souvent une grande masse, plusieurs fois plus grande que celle d’un électron “normal” ce qui en fait des candidats difficiles au rôle de supraconducteurs. Mais à température cryogénique beaucoup de ces matériaux s’ordonnent magnétiquement, d’autres offrent un aspect paramagnétique, et certains montrent de la supraconductivité par un mécanisme qui se heurte à la théorie BCS. La recherche suggère que les paires de cuivre s’organisent dans les fermions lourds grâce à l’interaction magnétique due à la rotation des électrons plutôt qu’à leur vibration.

La première observation de supraconductivité dans un système de fermions lourds a été faite par E. Bucher en 1973 dans le composé  $UBe_{13}$  mais à ce moment on avait attribué la propriété au filament d’Uranium. La supraconductivité n’a été reconnue dans un fermion lourd qu’en 1979 quand le Dr Frank Steglich de l’institut Max Planck a réalisé que cette propriété résidait aussi dans le  $CeCu_2Si_2$ . Leurs températures de transition étant dans l’intervalle de celui des supraconducteurs de Type I, leur intérêt est limité.

### **I.6.3.4. Les Ruthénates**

Au milieu des années 1990, il a été découvert que les plans de cuivre-oxygène ne sont pas les seuls supports à la supraconductivité dans les pérovskites. En 1994 des physiciens d’IBM Zurich et de l’université d’Hiroshima ont collaboré pour étudier les plans atomiques de ruthénium-oxygène à cause de leurs similitudes avec ceux de cuivre-oxygène. Yoshiteru Maeno et ses collègues ont trouvé que le composé  $Sr_2RuO_4$  montre de la supraconductivité à  $1.5^\circ K$ . Bien qu’étant à une température très basse pour un supraconducteur pérovskite, cela a montré un nouveau potentiel dans la recherche dans ce qui est connu sous le nom de “Ruthénates”. Peu après il a été découvert le  $SrRuO$  et le  $SrY - RuO_6$  comme matériaux supraconducteurs à de très basses températures. Les propriétés du Strontium-ruthénates sont aussi peu usuelles, elles ont été décrites comme analogue au superfluide He.

### **I.6.3.5. Les Cuprates**

Les cuprates constituent probablement à eux seuls un paradigme de la physique de la fin du vingtième siècle. Leur état fondamental non dopé est un isolant de Mott, indiquant la présence de fortes corrélations électroniques. Leur physique procède des électrons provenant des plans  $Cu - O$  dont ils tirent leur appellation. La première caractéristique frappante de ces composés est la valeur particulièrement élevée de leur température de transition supraconductrice, qui excède de quasiment un ordre de grandeur les valeurs usuelles des supraconducteurs conventionnels.

Cependant, en plus de cette valeur qui rend l'état supraconducteur accessible à l'azote liquide et qui bien entendu remet à l'ordre du jour le catalogue d'applications possibles disponible quasiment depuis la découverte des premiers supraconducteurs, c'est la richesse du diagramme de phase en dopage et en température qui constitue une émulation tant expérimentale que théorique. En particulier, la compréhension de la phase pseudo gap constitue un défi lancé à notre vision de la physique de la matière condensée [11].

### 1.7. Densité d'états et gap supraconducteur

L'idée d'un gap dans la densité d'états est montrée sur la figure I.5 suivante :

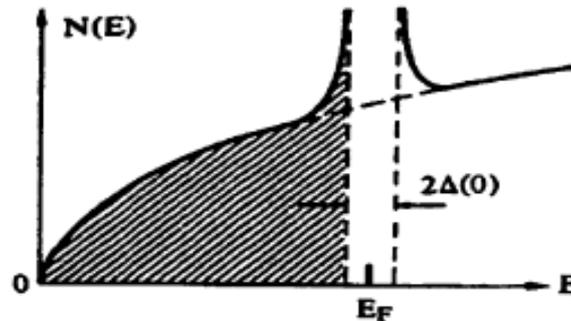


Figure I. 5: Le gap dans la densité d'états [9]

La zone hachurée correspond à la densité d'états de l'état normal qui, à zéro Kelvin, est complètement remplie jusqu'à  $E_F$ , l'énergie du niveau de Fermi. L'état supraconducteur est quant à lui caractérisé par l'ouverture d'un gap qui est représenté sur la figure centré sur  $E_F$  à zéro Kelvin. Ce gap s'ouvrant au niveau de Fermi a pour effet de pousser les états permis vers les régions juste au-dessous et au-dessus du gap, comme indiqué sur la figure I.5. La figure I.6 qui suit montre plus en détails la densité d'états au-dessus du niveau de Fermi, pris ici comme origine des énergies :

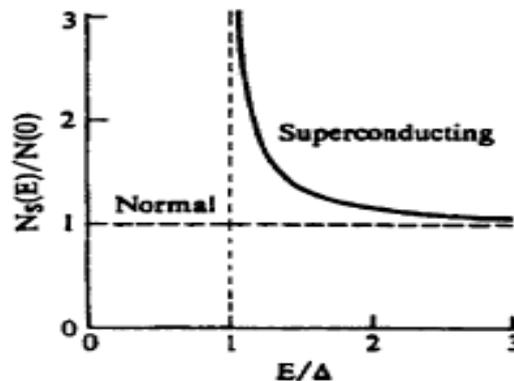


Figure I. 6: Détail de la densité d'états au-dessus du niveau de Fermi [9]

La densité d'états de l'état supraconducteur,  $N_s(E)$  est définie par l'expression suivante :

$$N_s(E) = \frac{N(0)E}{(E^2 - \Delta^2)^{\frac{1}{2}}} \text{ pour } E > \Delta \text{ et } E < -\Delta \quad (\text{I.20})$$

où  $N(0)$  peut être remplacé par  $N(E_F)$ , la densité d'états de l'état normal à l'énergie de Fermi, si l'on décide de prendre le niveau de Fermi comme l'origine de l'échelle des énergies, comme c'est le cas sur la figure I.7. On voit que pour des énergies comprises dans le gap, la densité d'états permis est nulle. L'expression (1.20) devient singulière aux abords du gap, pour  $E = \pm\Delta$  et la densité d'états de la figure I.6 correspond aux énergies positives. Il est important d'insister sur le fait que le nombre total d'états demeure inchangé : ceux présents dans le gap

en sont poussés dehors ce qui fait que le nombre d'états supraconducteurs est plus grand à  $T = 0^\circ K$  que juste au-dessous de  $T_c$ .

Le gap dépend de la température et obéit à la relation suivante, connue comme l'équation BCS auto-cohérente :

$$\frac{1}{VN(E_F)} = \frac{\int \omega_D d\xi (\xi^2 - \Delta^2)^{\frac{1}{2}} \tan(\xi^2 - \Delta^2)^{\frac{1}{2}}}{2k_B T} \quad (I.21)$$

où  $\omega_D$  est la fréquence de Debye, la fréquence typique des phonons. La figure 1.7 montre la dépendance en température du gap :

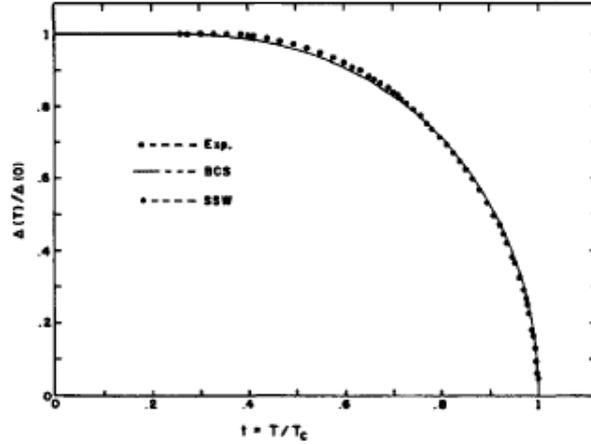


Figure I. 7: Dépendance de la fonction de « gap » du plomb en fonction de la température, observée à l'aide d'une jonction tunnel (Pb/Pb) et comparaison avec la théorie BCS [12]

On voit que le gap s'annule lorsque  $T = T_c$  :  $\Delta T_c = 0$  et l'énergie de l'état normal égale dors celle de l'état supraconducteur. Une importante relation BCS relie le gap à zéro Kelvin, i.e.  $\Delta(0)$ , à  $T_c$  :

$$\frac{2\Delta(0)}{k_B T_c} = 3.52 \quad (I.22)$$

Le gain net en énergie entre l'état normal  $E_n$  et l'état supraconducteur  $E_s$  est donné par :

$$E_n - E_s = \frac{N(E_F)\Delta^2}{2} \quad (I.23)$$

La différence d'énergie entre les deux états est définie comme fonction du champ critique  $H_c(T)$  et on a :

$$\frac{\mu_0 H_c(T)}{2} = \frac{N(E_F)\Delta^2}{2} \quad (I.24)$$

Une expression approchée fournit la dépendance en température du gap près de  $T_c$  :

$$\frac{\Delta(T)}{\Delta(0)} = 1.74 \left( \frac{1-T}{T_c} \right)^{\frac{1}{2}} \quad \text{pour } T < T_c \quad (I.25)$$

Soit, comme indiqué sur la figure 1.7 :

$$\Delta(T) = 3.2k_B \left( \frac{1-T}{T_c} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (I.26)$$

La variation du gap  $\Delta T$  en fonction de la température peut être aussi donnée par la relation empirique [13-15]:

$$\Delta(T) = \Delta_0 \left[ 1 - \left( \frac{T}{T_c} \right)^\gamma \right] \quad (I.27)$$

$\gamma$ : est un facteur qui dépend du matériau

### 1.8. Effet de cohérence

La réponse d'un supraconducteur à un champ électromagnétique externe peut être très différente de celle d'un métal normal. Dans un métal normal, une perturbation de ce type diffuse un électron de l'état  $k \uparrow$  vers l'état  $k' \downarrow$  ( $\uparrow$  désigne un spin up et  $\downarrow$  un spin down). Cette diffusion est complètement indépendante de la diffusion d'un électron de l'état  $-k \downarrow$  vers l'état  $-k' \downarrow$ . Dans un supraconducteur, ce n'est pas vrai parce que les états sont occupés par paires  $k \uparrow, -k' \downarrow$ . Les deux transitions sont cohérentes pour un supraconducteur et en mécanique quantique, on sait que l'on doit additionner la probabilité des deux événements et avoir ainsi l'effet d'interférence. On répartit les différentes situations en deux ensembles. Pour certaines perturbations, les contributions aux probabilités de transition sont de même signe et s'ajoutent donc de façon cohérente : cela définit le cas I (un exemple en est l'atténuation ultrasonore). Pour les autres perturbations, les termes des probabilités de transition se soustraient et cela définit le cas II (par exemple, les probabilités de transition du spin nucléaire). La différence se fait selon que la perturbation est paire (ou encore, symétrique) ou impaire (non symétrique) sous inversion du temps. La figure 1.8 donne de façon schématique une illustration des deux cas I et II. Elle représente la dépendance en température du rapport des processus d'absorption supraconducteurs et normaux à basse fréquence, comme prédite par les facteurs de cohérence de la théorie BCS pour les cas I et II.

L'atténuation ultrasonore (qui concerne les phonons acoustiques) est en bon accord expérimental avec le cas I montré sur les figures I.8 et I.9 : l'atténuation est due à la diffusion des ondes élastiques (phonons) par les électrons du matériau. Si le nombre d'électrons normaux diminue, la diffusion diminue avec l'atténuation du son [9].

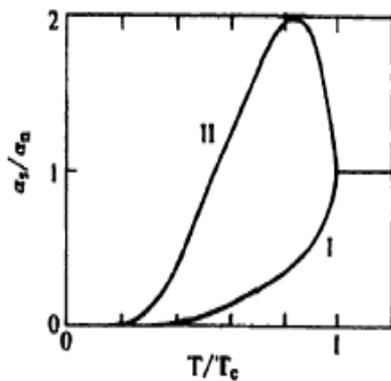


Figure I. 9: Atténuation des ultrasons dans le vanadium [9]

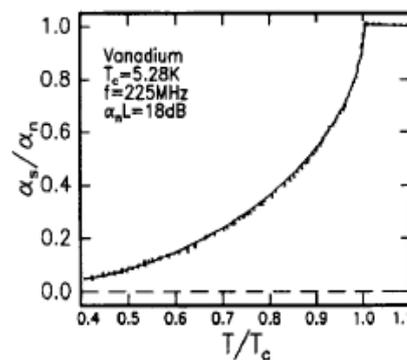


Figure I. 8: Dépendance en température du rapport des processus d'absorption supraconducteurs et normaux des cas I et II [9]

# ***Chapitre II***

# Ultrasons

## II.1. Microscopie acoustique

De nos jours le développement continu de la microscopie acoustique à balayage (SAM: Scanning Acoustic Microscopy) ont permis d'atteindre des résolutions de l'ordre du nanomètre [16]. La microscopie acoustique est la seule méthode de visualisation à fournir des images de la subsurface jusqu'au cœur de la matière. C'est donc une technique d'imagerie de l'infiniment petit (échelle atomique).

Le concept du microscope fut trouvé par Sokolov en 1949. Il a réalisé que la longueur d'onde dans l'eau à 3GHz n'était que de 0,5 $\mu$ m et a donc prédit qu'il serait un jour possible de construire un microscope ayant de telles performances [17].

Ce n'est qu'en 1970, lorsque les progrès techniques ont permis de construire des générateurs d'ultrasons que la proposition de Sokolov a pu être mise en œuvre. En effet les techniques de dépôts sous vide des matériaux piézoélectrique sur la contre-électrode sont très délicates car il faut respecter une température fixe et des conditions très strictes pour assurer une cristallisation préférentielle suivant l'axe  $C_{6v}$  et pouvoir générer un seul type d'onde longitudinale et/ou transversal [18].

L'exploitation des ondes acoustiques dans le domaine de la microscopie acoustique a été réalisée la première fois à STANFORD. Quate et Lemons y développèrent le premier instrument en 1974 [19, 20].

Depuis lors, de nombreux travaux ont été effectués pour pousser cette technique à ces limites et améliorer ainsi ses performances (Atalar 1978; Kushibiki 1982; Bertoni 1984) [21-24].

Les résultats étaient spectaculaires tant du point de vue théorique qu'expérimental. En effet, on a pu améliorer non seulement la précision des mesures des propriétés élastiques des matériaux : Module de Young ( $E$ ), module de cisaillement ( $G$ ), le module de compressibilité ( $K$ ) et le coefficient de poisson ( $\nu$ ), mais surtout améliorer la qualité des images de subsurface et en volume, de son état géométrique, les images des grains et de leurs tailles dans la zone de surface, des défauts de surface et de leurs tailles comme les micro fissures débouchantes et les pores, ... etc. Aussi, et dans les matériaux multicouches, a-t-on pu quantifier la qualité revêtements et la de leur adhérence [25-30].

- 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. D'autres techniques, utilisant un faisceau d'électrons ou un faisceau laser pour la génération de l'onde ultrasonore ont été mises au point [17].

Microscope	Emission	Réception	Image
SAM	piézo	piézo	surface, profondeur
SLAM	piézo	laser	par transparence
SEAM	faisceau électrons	piézo	jusqu'à 10 $\mu$ m
SPAM	laser	piézo	surface

Tableau II 1: Les microscopes acoustiques

## II.2 Configuration du SAM:

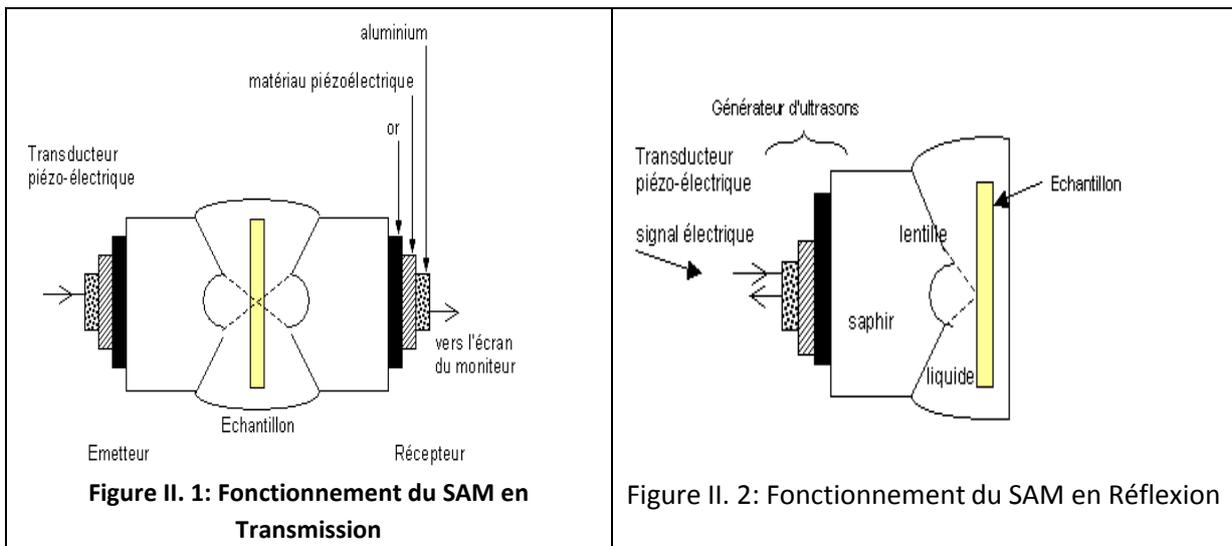
Le microscope acoustique à balayage, présente l'avantage de pouvoir travailler en transmission ou en réflexion [19].

### II.2.1 Modes de fonctionnement :

Le premier microscope acoustique à balayage, (Scanning Acoustique Microscopy: SAM en anglais) a été construit à l'université de Stanford par Quate et Lemons en 1974 [19] et fonctionnait en transmission (Fig. II.1). Ce type de microscope est constitué d'une lentille de réception confocale avec une lentille émettrice; le deuxième capteur est disposé symétriquement par rapport au premier.

Depuis, les recherches, tant du point de vue application que fondamental, ont permis le développement de microscopes fonctionnant en réflexion (Fig. II.2). 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 [19, 31, 32]. Ainsi, les problèmes d'alignement entre les lentilles émettrices et réceptrices du microscope en transmission sont résolus. Néanmoins, d'autres difficultés restent posées; par exemple, lors de l'acquisition d'une image, la surface insonifiée doit être parfaitement normale au faisceau ultrasonique incident.

Le principe de fonctionnement du microscope acoustique en réflexion est analogue à celui du radar. Le système, décrit sur la figure II.2, montre que le faisceau acoustique émis par le transducteur piézo-électrique est focalisé sur le matériau à explorer par une lentille acoustique plongée dans un liquide de couplage tel que l'eau.



La plupart des solides ont des absorptions acoustiques (de l'ordre du millimètre) très inférieures aux absorptions optiques, ils peuvent donc être considérés comme transparents aux ultrasons.

Une partie du faisceau acoustique est réfléchi vers la lentille; une deuxième partie, mesurant la variation des propriétés mécaniques du matériau et qui affecte l'amplitude et la phase des ondes ultrasonores du faisceau incident, est détectée par le transducteur qui travaille alors en récepteur.

### II.2.2. Analyse qualitative:

L'analyse qualitative par microscopie acoustique consiste à prendre une image de l'échantillon après acquisition d'une signature acoustique  $V(z)$ , soit en subsurface c'est-à-dire

à quelques  $\mu m$  de la surface et cela en se positionnant sur un arche  $V(z)$  déjà acquis, ce qui détermine à quel profondeur l'image a été prise, suivant un balayage dans le plan  $(x, y)$  de l'échantillon (Fig. II.3), qui permet de déterminer les propriétés élastiques de microstructures situées à une distance inférieure à la longueur d'onde, soit en volume (profondeur limitée) par un mouvement vertical de l'échantillon [32].

La qualité de l'image dépend essentiellement de la résolution du microscope acoustique. Cette dernière est fonction principalement de l'ouverture de la lentille, de la nature du liquide de couplage, de la fréquence de travail, ... etc, le changement de contraste est fonction seulement de la défocalisation (pénétration  $(z)$ ) dans le matériaux [32]. Il est nécessaire de faire un compromis entre les différents facteurs pour avoir une bonne résolution.

La résolution dépend de la longueur d'onde  $\lambda$ . Elle augmente lorsque  $\lambda$  diminue, c'est -à-dire lorsque la fréquence augmente. Il existe une limitation liée à l'atténuation dans le matériau, mais cette inconvénient peut être amélioré en augmentant la dynamique du signal.

La résolution sera meilleure en surface qu'en profondeur, car la longueur d'onde est généralement plus grande dans l'échantillon.

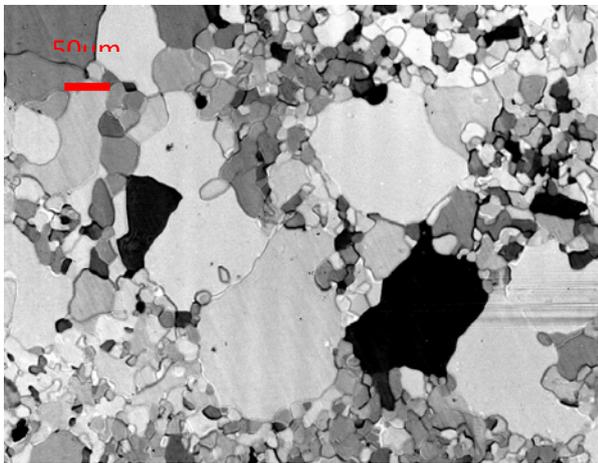


Figure II. 3a: Image de surface de l'Aluminium, Fréquence 600 MHz, liquide de couplage l'eau[32]

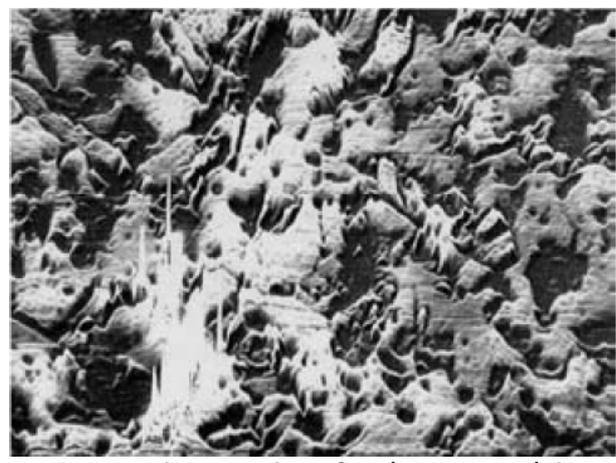
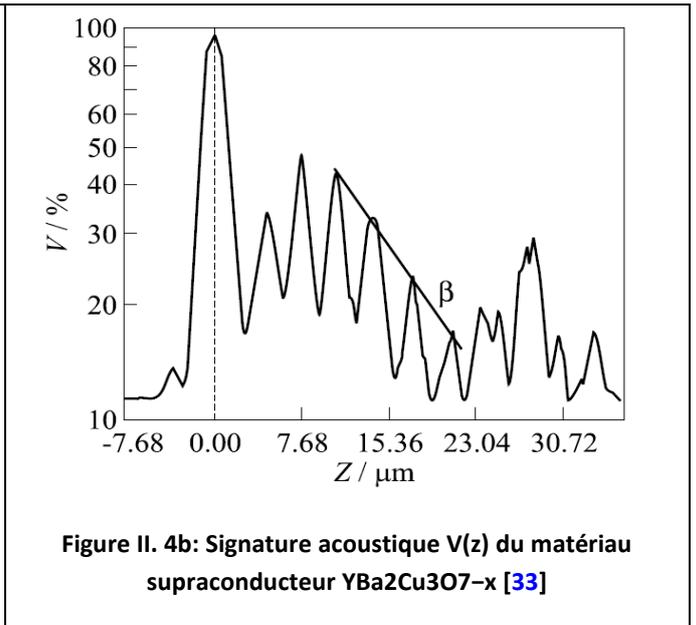
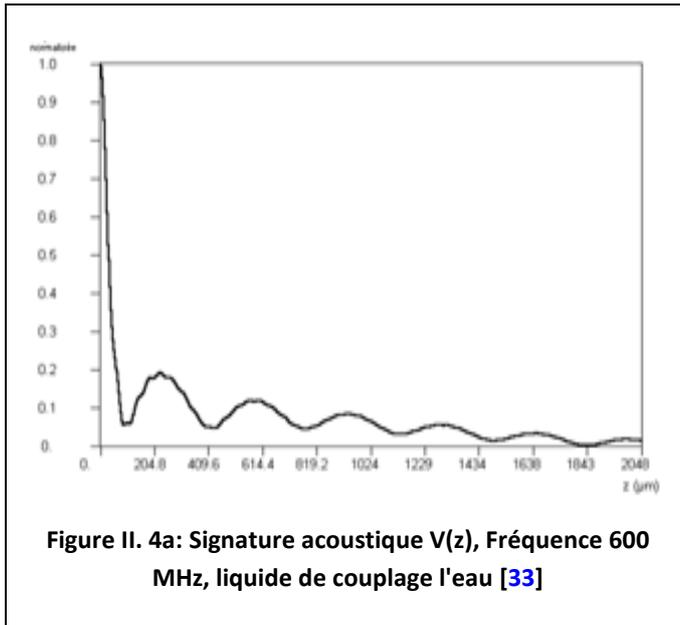


Figure II. 3b: Image de surface (200x130  $\mu m$ ) du matériau supraconducteur YBa2Cu3O7-x à une fréquence de 1,7 Ghz [33]

### II.2.3. Analyse quantitative :

Une autre méthode de caractérisation des matériaux consiste à analyser le signal analogique (tension électrique) transmis par le transducteur à la partie électronique du microscope suite à la conversion du signal acoustique émis par l'échantillon.

Le signal analogique est une caractéristique du matériau étudié. C'est pourquoi on l'appelle signature acoustique du matériau, notée  $V(z)$ , où  $z$  est la défocalisation (déplacement du point (ou ligne) focal) (Fig. II.4). L'analyse du signal  $V(z)$  permet la connaissance de plusieurs caractéristiques mécaniques et physiques du matériau exploré, en l'occurrence les modules d'élasticité du matériau qu'il soit isotrope ou anisotrope, l'homogénéité et le taux de porosité des couches de revêtements ainsi que leur état d'adhérence [34 ,35].



### II.3. Principe de fonctionnement du S.A.M :

Le principe du microscope acoustique est de générer une onde ultrasonore de très haute fréquence (des dizaines voire des centaines de MHz) [36, 37], puis de l'envoyer vers un échantillon (corps solide), recevoir ensuite l'onde réfléchie (ou transmise) et la traduire en un signal analogique (tension électrique) puis en une image.

L'onde ultrasonore est générée par un matériau piézoélectrique (du  $ZnO$  ou du  $LiNbO_3$ ), appelé transducteur, soumis à une excitation électrique variable. Le transducteur génère également un signal électrique quand il est soumis à une excitation acoustique (Fig. II.5). L'onde sonore émise par le transducteur est focalisée par une ligne à retard en quartz ou en saphir. L'échantillon est initialement posé dans le plan focal de la lentille, et sera ensuite déplacé verticalement suivant l'axe ( $z$ ) ou/et horizontalement dans le plan ( $x, y$ ) par un système de moteurs mécaniques. Pour éviter l'atténuation très grande des ultrasons dans l'air, on met entre la lentille et l'échantillon un liquide de couplage (eau, mercure ... etc.).

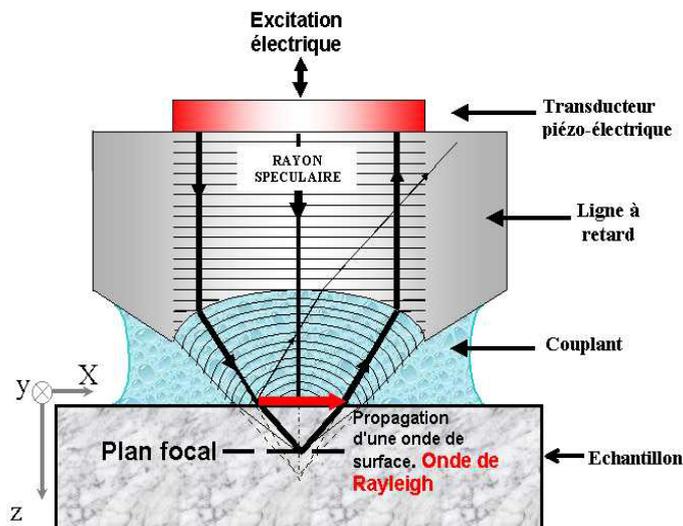


Figure II. 5 Schéma du principe de conversion des ondes acoustiques - signal analogique.

## II.4. Avantages du S.A.M :

La microscopie acoustique, comme moyen d'investigation, présente deux avantages essentiels :

- C'est une technique non destructive de mesure des propriétés élastiques des matériaux en mode dynamique à l'encontre des autres méthodes classiques (essai de traction, flexion, ... etc.).
- Les ondes acoustiques générées ont un pouvoir de pénétration nettement supérieure ( $\sim 100 \mu m$ ) à celui des ondes générées par d'autres types de microscopes (optique, électronique), ce qui lui confère un caractère de caractérisation de volume et de surface.

## II.5 Eléments du S.A.M :

Le microscope acoustique est constitué par [29, 37] (Fig. II.6, II.7):

- Une partie acoustique du microscope est constituée du transducteur piézoélectrique (générateur d'ultrasons), d'une ligne à retard (milieu de propagation des ondes), d'une lentille acoustique taillée sur la 2<sup>ème</sup> face de la ligne à retard (élément focalisant), dont le diamètre est fonction de la fréquence de travail, du liquide de couplage pour le transfert des ondes ultrasonores et de l'échantillon à étudié.
- Une partie mécanique permettant le balayage dans le plan  $(x, y)$  ou un déplacement en profondeur dans le plan  $z$ .
- Une partie électronique de commande permettant de générer un signal incident, HF découpé ou impulsional (temps de répétition du signal 10 ns et la détection du signal de réponse).
- Une partie imagerie permettant l'acquisition et la visualisation d'image.

### II.5.1. Partie acoustique :

Partie émission et réception de l'onde acoustique.

#### II.5.1.1. Le transducteur :

Le transducteur d'ultrason comprend une pastille piézoélectrique émettrice et réceptrice permettant une conversion de l'énergie électrique haute fréquence en énergie mécanique se propageant à la même fréquence et inversement. Ces matériaux piézo-électrique sont fixés sur l'une des faces plane et polie de la ligne à retard. Le champ électrique appliqué entre les deux électrodes permet la vibration du matériau piézoélectrique, dont l'épaisseur est fonction de la longueur d'onde. Le piézoélectrique est généralement du niobate de lithium ( $LiNbO_3$ ) pour des fréquences allant jusqu'à 400MHz ou de l'oxyde de zinc ( $ZnO$ ) pour des fréquences supérieures de l'ordre de quelques GHz .

Actuellement, quatre types de transducteur sont utilisés en microscopie acoustique. La gamme de fréquence de leur utilisation s'étale de 10 MHz à 2 GHz. On distingue [32]:

- **Les transducteurs plans:** utilisés en mode échographique; ils permettent de détecter la vitesse longitudinale (avec l'eau comme liquide de couplage) et le mode transverse (en utilisant le mercure comme couplant). On peut ainsi déterminer les propriétés mécaniques du matériau d'une façon dynamique.
- **Les transducteurs focalisés:** sont utilisés en mode de réflexion.
- **Les transducteurs à lentille conique:** travaillent en mode fréquentiel.
- **Les transducteurs à pointe vibrante:** ce type de transducteurs équipent actuellement les microscopes acoustiques à champ proche et utilisent la phase comme technique de super résolution.

### II.5.1.2 Ligne à retard:

Le milieu de propagation est disposé par rapport au transducteur de telle sorte que l'énergie se propage suivant l'axe axial de ligne à retard. La longueur de la ligne à retard doit permettre la séparation temporelle des échos provenant des interfaces ligne à retard/liquide ou liquide/objet. Le matériau le plus souvent utilisé est le saphir car il a une faible atténuation et présente une vitesse élevée nécessaire pour la réalisation de lentilles acoustiques.

### II.5.1.3 La lentille acoustique :

Une lentille convergente est utilisée pour la focalisation du faisceau acoustique incident. Elle est creusée à l'extrémité de la ligne à retard. Ces paramètres dépendent de la résolution du système (tache focale).

Fréquence (GHz)	Rayon de la lentille (mm)	Résolution moyenne		Pénétration (mm)
		surface ( $\mu\text{m}$ )	profondeur ( $\mu\text{m}$ )	
1,0	0,1	0,6	2	0,08
0,5	0,4	1,2	4	0,3
0,25	1,6	2,4	8	1,3
0,1	10	6,0	20	8

Tableau II 2:Caractéristiques des lentilles acoustiques [38, 39]

### II.5.1.4 Liquide de couplage [32, 40 41]:

A haute fréquence, les ondes acoustiques sont fortement amorties dans l'air. De ce fait, un liquide de couplage est nécessaire 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. Le liquide de couplage joue donc un rôle important, il influe notamment sur la résolution, la profondeur de pénétration et la nature des objets à observer. Tout naturellement, les premières investigations ont commencé avec l'eau comme couplant, qui présente de nombreux avantages: souplesse et facilité d'utilisation, compatibilité avec la plupart des matériaux étudiés, non toxique... L'atténuation dans l'eau est faible, elle est de l'ordre de 200 dB/mm à 1 GHz à la température ambiante. Pour une température égale à 60°C, cette atténuation tombe à 95 dB/mm pour la même fréquence de travail. Toutefois, la résolution maximale espérée avec l'eau comme liquide de couplage, ne peut excéder 0,1  $\mu\text{m}$ . L'utilisation du mercure pour l'imagerie de profondeur est plus intéressante car il est quatre fois moins atténuant que l'eau et présente une impédance similaire à celle de la plupart des solides. On peut aussi utiliser des gaz tels que l'argon, le fréon ou l'hélium superfluide pour des applications hautes résolution. Dans le [tableau II.3](#), nous donnons quelques caractéristiques de certains couplants utilisés et que nous pouvons rassembler en 4 catégories:

- **Liquides:** eau, méthanol, éthanol, glycol
- L'eau est le liquide le plus fréquemment utilisé pour ses bonnes propriétés physiques et sa souplesse d'utilisation.
- Le méthanol, l'éthanol, etc... s'avèrent être des milieux couplants appropriés pour l'étude de certains matériaux lents tels que les plastiques et les caoutchoucs. Ces liquides sont des corps relativement inertes du point de vue chimique et ne réagissent que sur certains produits généralement dans des conditions particulières et spécifiques. Ils sont en pratique compatibles avec la plupart des matériaux couramment utilisés: métalliques, plastiques ou autres. Néanmoins, un montage spécial est nécessaire pour protéger l'environnement des dégagements des vapeurs nocives lors du travail à température ambiante.

- **Liquides cryogéniques:** hélium, azote

- Les liquides cryogéniques sont utilisés principalement à hautes fréquences (jusqu'à 8 GHz) à une température jusqu'à 0,2 °K avec une très bonne résolution (200 Å). Leur emploi nécessite néanmoins des montages spécifiques et complexes de part leur nature même (en particulier pour l'hélium) [16].

- **Métaux liquides:** mercure, gallium.

- Pour obtenir des images en profondeur, on est amené à utiliser des métaux qui sont liquides à la température ambiante (Hg, Ga). Ces métaux ont une impédance acoustique comparable à celle de la plupart des solides, permettant ainsi une meilleure transmission des ondes dans les objets; de plus, leur absorption ultrasonique est faible (4 fois moins importante que celle de l'eau). Toutefois, des précautions doivent être prises afin d'éviter des réactions chimiques avec d'autres métaux.

- **Gaz:** air

- L'air a l'avantage de n'introduire aucune pollution mais par contre il présente un écart d'impédance très important dans le système: capteur - air - échantillon.

	Vitesse (m/s)	Densité ( $10^3 \text{ kg/m}^3$ )	Impédance ( $10^6 \text{ kg/m}^2.\text{s}$ )	Atténuation (dB/cm.GHz <sup>2</sup> )
Eau (25°C)	1497	1	1,494	200
eau (60°C)	1550	1	1,550	95
éthanol (25°C)	1207	0,790	0,950	485
méthanol (25°C)	1103	0,791	0,872	302
Glycol (25°C)	1658	1,113	1,845	1200
hélium (0,4 K)	238	0,147	0,035	17,3
azote (77 K)	860	0,85	0,68	1200
Gallium (30°C)	2870	6,09	17,5	15,8
Mercure (23°C)	1450	13,53	19,6	58
air (20°C)	344	0,00124	0,000427	16400

Tableau II 3: Caractéristiques de quelques liquides de couplages [32]

La configuration du faisceau acoustique issu du microscope acoustique à balayage nous amène à étudier les différents types d'ondes réfléchies par un dioptre liquide/solide en fonction de l'angle d'incidence. Il est donc nécessaire d'entreprendre l'étude du pouvoir réflecteur intervenant à l'interface liquide/solide.

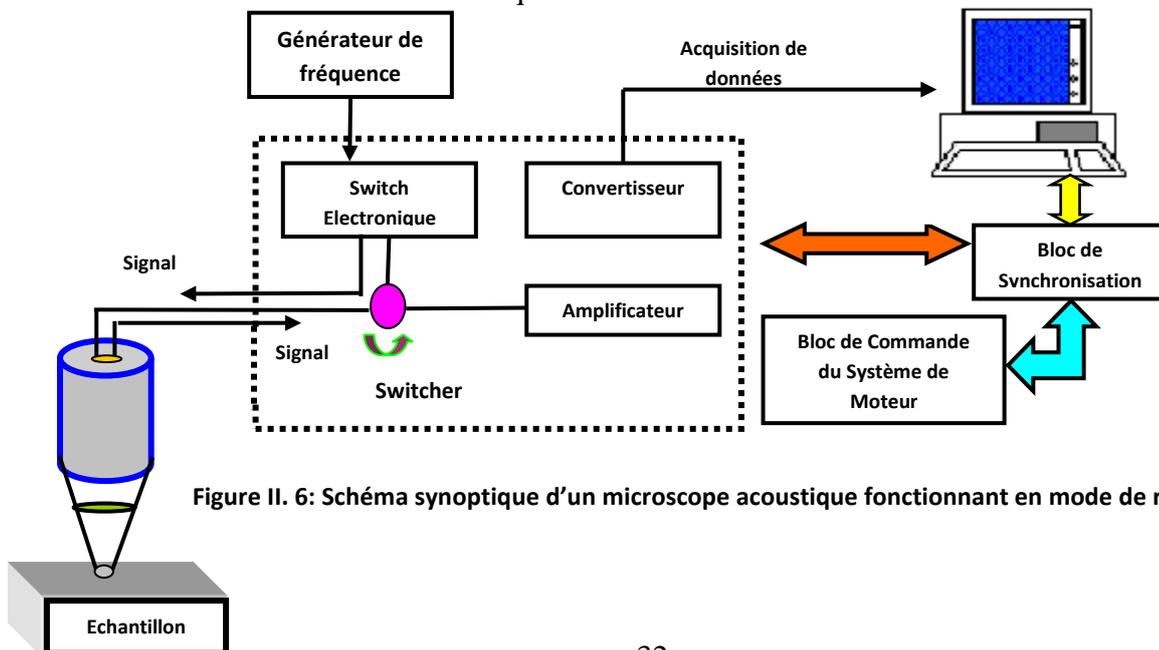


Figure II. 6: Schéma synoptique d'un microscope acoustique fonctionnant en mode de réflexion.



Figure II. 7: Vue d'un microscope acoustique fonctionnant en mode de réflexion

## II.6. Ondes acoustiques et coefficient de réflexion

### II.6.1. Ondes acoustiques et mode de propagation :

La signature acoustique traduit fidèlement le comportement mécanique du matériau solide étudié, soumis à une onde acoustique. Il est donc important avant toute analyse d'avoir des connaissances suffisantes relatives à l'interaction onde acoustique - matière. Pour plus de simplification, nous considérons que l'onde acoustique se propage dans un corps solide homogène isotrope.

#### II.6.1.1. Propagation d'ondes acoustiques :

##### II.6.1.1.1 Equation générale de propagation :

L'équation générale de propagation d'une onde pour un milieu isotrope [42, 43], est donnée par:

$$\rho \frac{\partial^2 \vec{u}}{\partial t^2} = (\lambda + \mu) \overrightarrow{\text{grad}}(\text{div} \vec{u}) + \Delta \vec{u} \quad (\text{II-1})$$

L'une des solutions qui satisfait l'équation (II-7) est la fonction d'onde plane, de forme générale  $f\left(t \pm \frac{\vec{r} \cdot \vec{e}}{v}\right)$ , où  $\vec{e}$  est le vecteur unitaire indiquant la direction de propagation de

l'onde. Le signe '-' signifie que l'onde se propage dans le sens de  $\vec{e}$  et le signe '+' indique que l'onde se propage dans le sens opposé ;  $v$  est la vitesse à laquelle l'onde se propage, connue aussi sous le nom de célérité ou vitesse de phase. Ainsi, la grandeur  $\left| \frac{\vec{r} \cdot \vec{e}}{v} \right|$  définit le

temps de retard que présente le point de position  $\vec{r}$  par rapport à l'origine  $O$ . Généralement, on considère des vibrations sinusoïdales. Si  $\omega$  est leur pulsation, alors la grandeur  $U$  qui décrit ces vibrations s'écrit:

$$U = f\left(t \pm \frac{\vec{r} \cdot \vec{e}}{v}\right) = A \exp\left(j\left(\omega t \pm \omega \frac{\vec{r} \cdot \vec{e}}{v}\right)\right) \quad (\text{II-2})$$

où  $A$  est l'amplitude de  $U$ .

La grandeur vectorielle  $\frac{\omega}{v} \vec{e}$  est dite vecteur d'onde  $\vec{k}$ , parallèle à  $\vec{e}$  et perpendiculaire aux plans d'onde. L'expression (II-9) s'écrit alors:

$$U(t, \vec{r}) = A \exp(j(\omega t \pm \vec{k} \cdot \vec{r})) \quad (\text{II-3})$$

avec  $\vec{k} = \frac{\omega}{v} \vec{e} = \frac{2\pi}{\lambda} \vec{e}$ ; est la longueur d'onde.

#### II.6.1.1.2. Equations d'ondes dans les fluides homogènes:

L'équation d'onde pour un fluide quelconque s'écrit [42, 43]:

$$\rho \frac{\partial^2 p}{\partial t^2} = B \Delta p \quad (\text{II-4})$$

où  $\Delta$  est l'opérateur Laplacien:  $p = P - P_0$  est la dépression dite 'pression acoustique';  $P_0$  est la pression du fluide à l'équilibre et  $P$  est sa pression à l'état excité;  $B$  est le module de compressibilité adiabatique du fluide. Si on substitue la solution  $p = p_0 \exp\left[j(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r})\right]$  dans l'équation précédente, on aboutit à l'expression de la vitesse de l'onde acoustique dans le fluide, soit:

$$v_0 = \sqrt{\frac{B}{\rho}} \quad (\text{II-5})$$

#### II.6.1.1.3. Equations d'ondes dans les solides homogènes :

Dans les solides deux modes sont générés, un longitudinal et l'autre transversal. D'après le théorème de Helmholtz [42], on considère le déplacement total  $\vec{u}$  de la particule comme étant la somme de deux déplacements l'un longitudinal  $\vec{u}_l$ , et l'autre transversal  $\vec{u}_s$  soit:

$$\vec{u} = \vec{u}_l + \vec{u}_s \quad (\text{II-6})$$

Le déplacement  $\vec{u}_l$ , est de direction parallèle à celle de l'excitation (traction ou compression). Il est donc un 'irrotationnel' vu l'unicité de la dimension, et par suite  $\nabla \times \vec{u}_l = 0$ , ce qui équivaut à  $\vec{u}_l = \text{grad} \Phi$ , où  $\Phi$  est un potentiel scalaire. Par contre, le déplacement  $\vec{u}_s$ , est dirigé selon une des deux directions transversales et représente donc un 'rotationnel' d'un potentiel vecteur  $\vec{\Psi}$ , soit  $\vec{u}_s = \text{rot} \vec{\Psi}$ , sa divergence est donc nulle:  $\text{div} \vec{u}_s = 0$

A cet effet, la solution générale de l'équation (II-1) s'écrit:

$$\vec{u} = \text{grad} \Phi + \text{rot} \vec{\Psi} \quad (\text{II-7})$$

Le scalaire  $\Phi$  décrit la propagation du mode longitudinal avec la vitesse  $v_l$ .

Le vecteur  $\vec{\Psi}$  décrit la propagation de l'onde transversale avec la vitesse  $v_s$ .

#### II.6.1.2. Définition des contraintes et déplacements:

La théorie de l'élasticité exprimée par les relations entre les contraintes  $\vec{\sigma}$  et les déplacements  $\vec{u}$ , constitue un élément de base pour établir le bilan mécanique dans le cas où l'on étudie les différentes conditions de continuité à l'interface entre deux milieux.

Il existe deux types de contraintes dans un solide:

- Contrainte normale ou de compression.
- Contrainte tangentielle ou de cisaillement.

Le déplacement des particules en un point quelconque d'un milieu solide, peut être exprimé en fonction des potentiels scalaire  $\Phi$  et vecteur  $\vec{\Psi}$  (ondes plane harmonique), par l'équation (II-8).

$$\Phi = (\phi_i \exp(j\eta_l z) + \phi_r \exp(-j\eta_l z)) \exp j(\beta x - \omega t) \quad (\text{II-8})$$

$$\Psi = (\psi_i \exp(j\eta_s z) + \psi_r \exp(-j\eta_s z)) \exp j(\beta x - \omega t) \quad (\text{II-9})$$

Dans le cas de l'onde à polarisation verticale, le potentiel vecteur  $\vec{\Psi}$  peut être choisi de sorte que seule sa composante différente de zéro soit  $\Psi_y = \Psi$ .

$$\begin{cases} u_x = \frac{\partial \Phi}{\partial x} - \frac{\partial \Psi}{\partial z} \\ u_y = 0 \\ u_z = \frac{\partial \Phi}{\partial z} - \frac{\partial \Psi}{\partial x} \end{cases} \quad (\text{II-10})$$

$$\begin{cases} \sigma_x = \lambda \left( \frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + 2\mu \left( \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) \\ \sigma_y = \mu \left( \frac{\partial u_y}{\partial z} \right) \\ \sigma_z = \mu \left( \frac{\partial u_x}{\partial z} + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right) \end{cases} \quad (\text{II-11})$$

$\lambda$  et  $\mu$  étant les coefficients de Lamé, tels que:

$$v_l = \sqrt{\frac{\lambda + 2\mu}{\rho}} \quad (\text{II-12})$$

et

$$v_s = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \quad (\text{II-13})$$

où  $v_l$  et  $v_s$  sont respectivement les vitesses longitudinale et transverse de l'onde dans le milieu.

### II.6.3. Modes de propagation:

Il existe une grande variété d'ondes acoustiques selon le milieu (solide, liquide ou gazeux) et les conditions de propagation dans ce milieu. Dans les solides, on distingue plusieurs types de mode de propagation d'ondes acoustique qu'on peut grouper en deux familles: les modes en volume et les modes en surface [43].

#### a) Les modes en volume:

Tout mode de propagation d'ondes acoustiques dans un milieu matériel n'est qu'une combinaison de deux modes propres fondamentaux:

#### Le mode longitudinal:

○ l'onde est dite longitudinale si sa direction de propagation (déplacement de l'énergie) est parallèle à la direction des vibrations du point matériel excité. La vitesse de propagation est dite vitesse longitudinale et est notée  $v_l$ .

### Le mode transversal:

- l'onde est dite transversale si sa direction de propagation est perpendiculaire à la direction des vibrations du point matériel. La vitesse de propagation est dite transversale et est notée  $v_s$ . Dans les matériaux solides, généralement la direction de propagation de l'onde n'est ni parfaitement parallèle ni parfaitement perpendiculaire à la direction de déplacement des particules. L'onde est dite ainsi quasi-longitudinale ou quasi-transversale [43]. Dans les fluides, les cisaillements ne peuvent avoir lieu. Le milieu est caractérisé par un seul coefficient appelé module de compressibilité adiabatique  $B$ , et par suite, seul le mode longitudinal peut s'y propager à une vitesse, notée  $v_0$ , généralement bien inférieure à celle dans les solides.

### b) Les modes de surface:

L'onde acoustique se propageant aussi à la surface du solide. Elle n'est ni transversale pure ni longitudinale pure. Elle résulte de la combinaison de ces deux modes fondamentaux. Sa vitesse, est proche de la vitesse transversale dans le volume.

On distingue plusieurs ondes de surfaces dont les plus courantes sont:

#### Ondes de Rayleigh:

Ce type d'ondes est généré à la surface libre d'un matériau semi infini ou à l'interface entre ce matériau et un liquide. L'onde de Rayleigh se propage parallèlement à la surface et s'atténue fortement (exponentiellement) en profondeur. Les particules de surface se déplacent en ellipse (figure II.8). La profondeur de pénétration de l'onde est de l'ordre de la longueur d'onde. La vitesse de propagation est notée  $V_R$ .

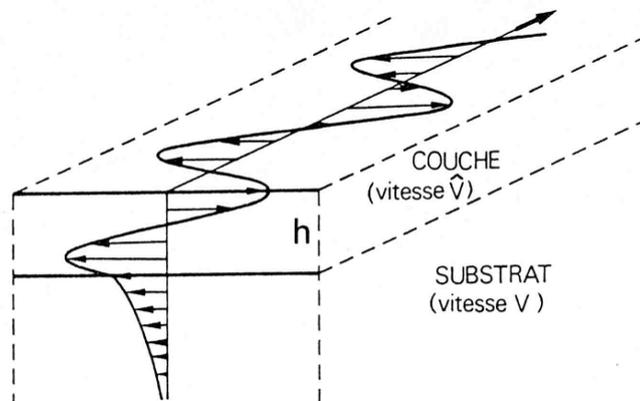


Figure II. 8: Propagation des ondes de Rayleigh

#### Onde de Love:

- C'est une onde dispersive de polarisation transversale qui se propage dans un milieu constitué d'une couche et d'un substrat, sous des conditions de symétrie et de vitesses des deux matériaux (couche et substrat) [43].

#### Ondes de Stoneley:

- C'est une onde qui se propage parallèlement à l'interface de deux matériaux semi-infinis en contact [43]. Les ondes de Love et de Stoneley n'existeront que si la vitesse transversale dans la couche (ou matériau semi infini) est inférieure à celle dans le

substrat. Dans le cas échéant, les deux modes ne peuvent avoir lieu et on ne peut observer que mode de surface (dit de Rayleigh).

### Ondes de Lamb:

- Ce type d'onde se rencontre dans les plaques minces, lorsque l'épaisseur de la plaque est de l'ordre de la longueur d'onde. La plaque joue alors un rôle de guide d'ondes [43]. Selon le sens de déformation des plans limitants, on distingue deux types d'ondes de Lamb symétrique et antisymétrique (Fig. II.9).

Si l'épaisseur devient grande devant la longueur d'onde, la plaque ne devient plus guide d'ondes et le mode de Lamb se convertit au mode de Rayleigh.

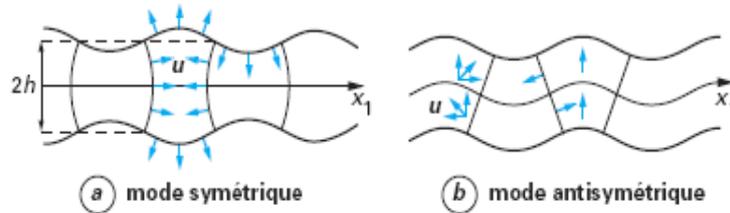


Figure II. 9: Propagation des ondes de Lamb dites ondes de plaques

### II.6.2. Réflexion et transmission d'une onde acoustique par une interface:

Pour analyser les différents modes réémis dans le liquide de couplage dans les différentes structures, deux cas de réflexion sont à envisager:

- réflexion à l'interface liquide - solide
- réflexion à l'interface solide - solide.

Par analogie avec l'étude des ondes lumineuses, on peut étudier la réflexion et la transmission d'une onde acoustique par l'interface ( $\Sigma$ ) entre deux milieux en contact suivant la loi de Snell-Descarte.

#### II.6.2.1. Réflexion et transmission par une interface liquide–solide :

Considérons une onde acoustique se propageant dans un liquide et arrivant à la surface d'un solide en contact avec un angle d'incidence  $\theta_0$ . Dans un liquide seul le mode longitudinal peut avoir lieu. A l'interface liquide-solide, le mode réfléchi dans le liquide reste longitudinal et dans le solide deux modes d'ondes réfractées sont générées; un longitudinal et l'autre transversal pour lesquels les angles de réfraction sont respectivement  $\theta_l$  et  $\theta_s$  (figure II.10).

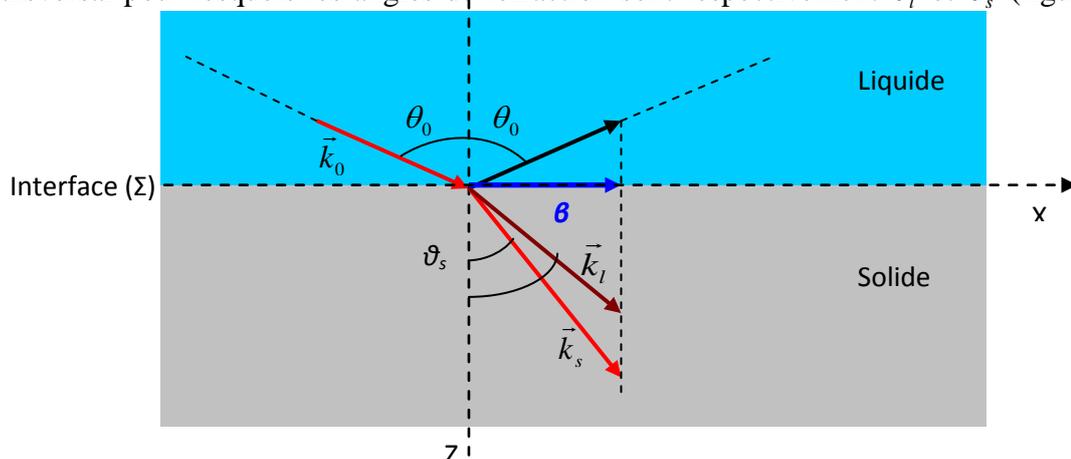


Figure II. 10: Réflexion et transmission des ondes acoustiques à l'interface liquide-solide

En appliquant la loi de Snell-Descarte, on obtient:

- ✓ L'égalité de toutes les composantes  $\beta$  sur le plan  $Oxy$  (l'interface  $(\Sigma)$ ) des vecteurs d'onde de tous les modes et dans chaque milieu (figure II.3), soit:
 
$$\beta = k_0 \sin \theta = k_l \sin \theta_l = k_s \sin \theta_s, \text{ ou encore: } \sin \theta / v_0 = \sin \theta_l / v_l = \sin \theta_s / v_s \quad (\text{II-14})$$

où  $k_0$  et  $v_0$  sont le vecteur d'onde et la vitesse de propagation de l'onde incidente dans le liquide;  $k_i$  et  $v_i$  ( $i = s$  mode transversal;  $i = l$  mode longitudinal) sont le vecteur d'onde et la vitesse de propagation dans le solide relative au mode  $i$ .

- ✓ Les composantes de  $\vec{k}_s$  et  $\vec{k}_l$ , sur l'axe  $Oz$  sont:

$$\eta_s = k_s \cos \theta_s \quad \text{et} \quad \eta_l = k_l \cos \theta_l \quad (\text{II-15})$$

### II.6.2. 2. Réflexion et transmission à l'interface solide-solide:

Si une onde acoustique arrive à l'interface entre deux solides et sous incidence  $\theta$ , deux modes de propagation sont à décomposer dans chaque solide (figure II-11):

- quatre ondes se propagent dans le solide 1: deux ondes, une transversale et l'autre longitudinale, se propagent dans le sens de l'axe  $Oz$  et les deux autres, une transversale et une longitudinales, dans le sens inverse (figure II.11)

- deux ondes seulement se propagent dans le solide 2 et dans le même sens que  $Oz$ , une longitudinale et l'autre transversale (figure II.10).

En appliquant la loi de Snell-Descartes aux interfaces  $(\Sigma)$  et  $(\Sigma')$ , on aboutit aux égalités des composantes tangentielles (aux interfaces) des vecteurs d'ondes, exprimées par:

$$\beta = k_0 \sin \theta = k_l \sin \theta_l = k_s \sin \theta_s \quad (\text{II-16})$$

Les composantes normales, notées  $\eta$ , sont par contre différentes les unes des autres et s'expriment comme suit:

$$\begin{cases} \eta = k_0 \cos \theta \\ \eta_{1s} = k_{1s} \cos \theta_{1s}, \quad k_{1l} \cos \theta_{1l} \\ \eta_s = k_s \cos \theta_s, \quad k_l \cos \theta_l \end{cases} \quad (\text{II-17})$$

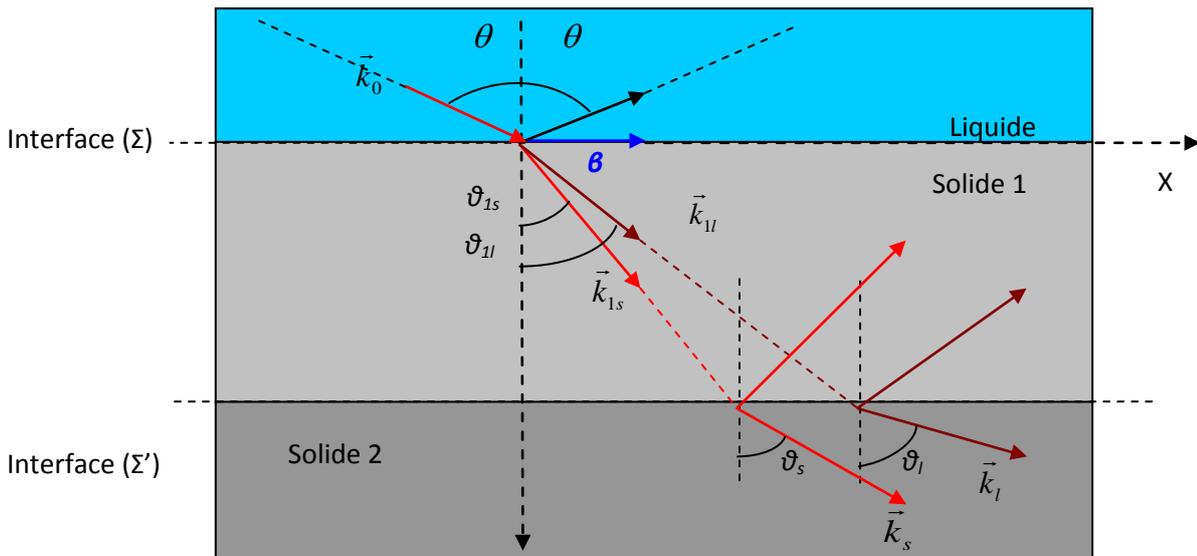


Figure II. 11: Réflexion et transmission d'une onde acoustique aux interfaces liquide-solide et solide-solide.

## **II.6.3. Etude du coefficient de réflexion :**

### **II.6.3.1. Introduction :**

L'étude par microscopie acoustique des propriétés des matériaux nécessite la compréhension du phénomène de propagation des ondes dans les solides et dans les liquides ainsi que la connaissance des lois qui régissent les transferts d'onde aux interfaces. L'information est récupérée par un dioptre sphérique d'ouverture  $\theta_{Max}$ , qui intègre l'énergie.

La connaissance des coefficients de réflexion et de transmission, en fonction de l'incidence, s'avère donc nécessaire pour déterminer et analyser les différents modes réfléchis ou transmis à l'interface liquide - solide et solide - solide.

Il faut connaître, pour cela, l'amplitude, la direction de propagation et la polarisation de l'onde incidente, ainsi que les propriétés élastiques des matériaux.

Une méthode de calcul de l'expression du pouvoir réflecteur a été donnée par Schoch [44] dans le cas d'un matériau massif.

Une autre forme de l'expression du pouvoir réflecteur, utilisant le bilan mécanique, continuité des contraintes et des déplacements à l'interface, a été développée par Brekhovskikh [42]. Elle permet de déterminer les différents coefficients dans le cas d'un matériau massif ou d'un système multicouche.

On a utilisé le modèle de Brekhovskikh, qui est plus puissant pour un système multicouche pour mettre au point un logiciel permettant de déterminer le coefficient de réflexion pour un matériau massif ou une structure stratifiée.

### **II.6.3.2. Modèle de Brekhovskikh:**

En microscopie acoustique, on utilise comme milieu de couplage un liquide (eau, mercure...). Les matériaux solides caractérisés sont des matériaux massifs ou des structures monocouches ou multicouches. Donc, deux cas d'étude de la réflexion sont à envisager:

- réflexion à l'interface liquide - solide
- réflexion à l'interface solide - solide.

#### **II.6.3.2.1. Détermination du coefficient de réflexion dans le cas d'un matériau massif :**

L'étude va porter sur des structures de type liquide - solide (Fig. II.11). Elle va nous permettre d'analyser les différents modes réémis dans le liquide.

##### **II.6.3.2.1.1. Réflexion à l'interface liquide – solide :**

L'onde incidente arrive à la surface du solide sous une incidence  $\theta$ . Une partie de l'onde incidente est transmise au solide tandis que l'autre est réfléchie vers le liquide. Les conditions aux limites à l'interface solide - liquide, nous permettent de déterminer le coefficient de réflexion et le coefficient de transmission.

Dans tout ce qui suit, les indices  $i$ ,  $r$  et  $t$  sont relatifs respectivement aux champs acoustiques incident, réfléchi et transmis. Egalement, nous n'allons pas écrire dans les expressions des champs acoustiques le facteur  $\exp(j\omega t)$  qui leur est commun.

Supposons que la propagation est dans le plan  $Oxz$ , où l'origine  $O$  est prise à l'interface liquide-solide. L'axe  $Ox$  est parallèle par rapport à la surface du solide, l'axe  $Oz$  est perpendiculaire et dirigé vers le liquide, le plan  $Oxz$  est dit sagittal.

L'onde incidente et l'onde transmise se propagent dans le sens négatif de  $Oz$ , par contre, l'onde réfléchie se propage dans le sens positif (figure II.10).

Les ondes qui se propagent dans le liquide (onde incidente et onde réfléchie) sont longitudinales. Le champ acoustique qui en résulte est un champ scalaire exprimé par:

$$\Phi_0 = \varphi_i e^{j(\beta x + \eta_0 z)} + \varphi_r e^{j(\beta x - \eta_0 z)} \quad (\text{II - 18})$$

où  $\beta$  et  $\eta$  sont respectivement les composantes selon  $Ox$  et  $Oz$  du vecteur d'onde  $\vec{k}_0$ ;  $\varphi$  une amplitude constante.

L'onde transmise (réfractée) dans le solide est la résultante d'une onde longitudinale et une onde transversale. Ces deux ondes sont caractérisées par un champ scalaire  $\Phi$  pour la polarisation longitudinale et par un champ vectoriel  $\Psi$  pour la polarisation transversale. Ces champs sont donnés par les relations suivantes:

$$\begin{cases} \Phi = \varphi_t e^{j(\beta x + \eta_1 z)} \\ \Psi = \psi_t e^{j(\beta x - \eta_1 z)} \end{cases} \quad (\text{II-19})$$

$\varphi_t$  et  $\psi_t$  sont des amplitudes constantes.

Le champ vectoriel  $\Psi$  n'a qu'une seule composante suivant  $Oy$  et ne dépend que de  $x$  et de  $z$  [41,45].

A l'interface liquide–solide ( $z = 0$ ), la continuité des contraintes et des déplacements s'impose:

$$\vec{u}_0(0) = \vec{u}(0) \quad (\text{II-21})$$

$$\begin{cases} \overline{\sigma}_{oxy}(0) = \overline{\sigma}_{xy}(0) = 0 \\ \overline{\sigma}_{ozz}(0) = \overline{\sigma}_{zz}(0) = 0 \end{cases} \quad (\text{II-22})$$

En utilisant les équations (II-1) et (II-7), nous obtenons:

$$\begin{cases} u_{0x} = \frac{\partial \Phi_0}{\partial x} \\ u_x = \frac{\partial \Phi}{\partial x} - \frac{\partial \Psi}{\partial z} \\ u_{0z} = \frac{\partial \Phi_0}{\partial z} \\ u_z = \frac{\partial \Phi}{\partial z} + \frac{\partial \Psi}{\partial z} \\ \sigma_{0xz}(0) = 0 \quad (\mu \text{ s'annule pour les liquides}) \\ \sigma_{xz} = \mu \left( \frac{\partial u_x}{\partial z} + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right) \\ u_{0z} = \lambda \left( \frac{\partial u_{0x}}{\partial x} + \frac{\partial u_{0z}}{\partial z} \right) \quad \text{avec } \lambda_0 = B = \rho_0 V_0^2 \\ \sigma_{zz} = \lambda \left( \frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + 2\mu \frac{\partial u_z}{\partial z} \end{cases} \quad (\text{II-23})$$

En appliquant les conditions de continuité des contraintes et des déplacements aux champs acoustiques exprimés par les relations (II-20) et (II-21), nous pouvons en déduire l'expression du coefficient de réflexion  $R = \varphi_r / \varphi_i$ , et des coefficients de transmission longitudinale et transversale  $T_l = \varphi_t / \varphi_i$  et  $T_s = \psi_t / \varphi_i$ , soient:

$$R(\theta) = \frac{Z_l \cos^2 2\theta_s + Z_s \sin^2 2\theta_s - Z_0}{Z_l \cos^2 2\theta_s + Z_s \sin^2 2\theta_s + Z_0} \quad (\text{II-25})$$

$$T_l(\theta) = \frac{2Z_l \cos 2\theta_s}{Z_l \cos^2 2\theta_s + Z_s \sin^2 2\theta_s + Z_0} \quad (\text{II-26})$$

$$T_s(\theta) = \frac{-2Z_s \sin 2\theta_s}{Z_l \cos^2 2\theta_s + Z_s \sin^2 2\theta_s + Z_0} \quad (\text{II-27})$$

où  $Z_0 = \rho_0 v_0 / \cos \theta$  est l'impédance acoustique du liquide;  $Z_l = \rho_l v_l / \cos \theta_l$  et  $Z_s = \rho_s v_s / \cos \theta_s$  sont respectivement les impédances acoustiques longitudinale et transversale du solide.

En posant l'impédance totale du solide  $Z_{TOT} = Z_l \cos^2 2\theta_s + Z_s \sin^2 2\theta_s$ , nous obtenons la relation du coefficient de réflexion très connue en acoustique, soit :

$$R(\theta) = \frac{Z_{TOT} - Z_0}{Z_{TOT} + Z_0}$$

Dans le cas le plus général et sous une incidence quelconque, les angles de réfraction  $\theta_l$  et  $\theta_s$  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:

$$R(\theta) = \Gamma e^{j\xi} \quad (\text{II-28})$$

où  $\Gamma$  est le module de  $\xi$  et sa phase.

La figure (II-11) présente une allure des variations de  $\Gamma$  et de  $\xi$  en fonction de l'angle d'incidence  $\theta$  pour un matériau massif homogène et isotrope (système: Eau - YIG) [24].

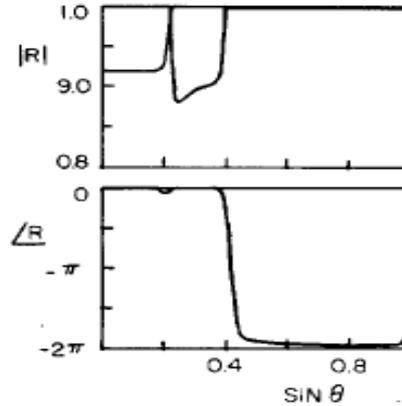


Figure II. 12: Variation du module et de la phase du coefficient de réflexion en fonction de l'angle d'incidence pour le système (Eau - YIG) [24].

Les théories concernant la propagation des ondes mécaniques dans les matériaux isotropes montrent que deux ondes de volume peuvent se propager [44,45]. Ces ondes dites longitudinales et transverses ont des vitesses que nous noterons  $v_l$  et  $v_s$ . Lorsque l'angle d'incidence d'une onde longitudinale (par rapport au plan de l'échantillon) devient très important et atteint une valeur critique, trois ondes de surface peuvent naître: l'onde longitudinale de surface, l'onde transverse de surface et l'onde de Rayleigh.

Afin d'obtenir les constantes élastiques, il est a priori indispensable de mesurer  $v_l$  et  $v_s$ .

Les variations plus ou moins importantes du module et de la phase de  $R(\theta)$  à certains angles critiques vont nous permettre de déterminer les différentes vitesses qui interagissent dans le matériau ( $V_L, V_R, V_T$ ) et d'en tracer la signature acoustique dite  $V(z)$ , que l'on détaillera par la suite.

### II.6.3.2.2. Détermination du coefficient de réflexion dans le cas monocouche:

Pour la détermination du coefficient de réflexion pour un système monocouche en plus de l'étude de la réflexion à l'interface liquide-solide; il est indispensable d'étudier la réflexion à l'interface solide-solide.

#### II.6.3.2.2.1. Réflexion à l'interface solide-solide:

Pour le liquide et le substrat nous conservons les mêmes notations des grandeurs physiques et les mêmes indices cités précédemment (Fig. II.11 et II.12).

Pour la couche nous utilisons les mêmes notations aussi mais indicées par le chiffre 1.

L'onde qui se propage dans le liquide n'est que la superposition d'une onde incidente et d'une onde réfléchie, tous deux longitudinales. L'onde résultante s'exprime en fonction du coefficient de réflexion (équation II-29).

$$\Phi_0 = e^{j(\beta x + \eta_0 z)} + R(\theta)e^{j(\beta x - \eta_0 z)} \quad (\text{II-29})$$

avec  $R(\theta)$  coefficient de réflexion à l'interface couche-liquide.

Dans le matériau qui constitue la couche se propagent quatre ondes: deux ondes réfractées, l'une longitudinale et l'autre transversale, et deux autres résultant de la réflexion de ces ondes réfractées à l'interface couche - substrat (Fig. II.13).

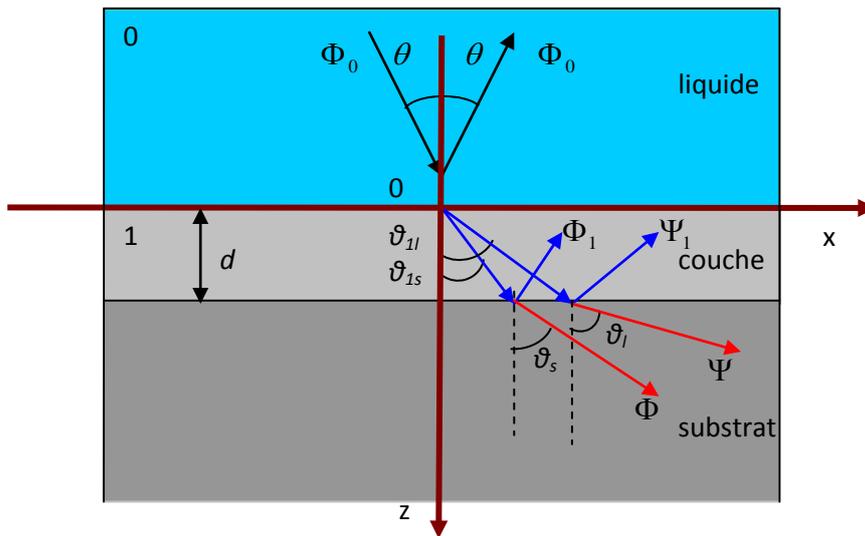


Figure II. 13: Propagation des ondes acoustiques dans le système liquide - couche - substrat

Ces deux paires d'ondes se propagent en sens inverse selon l'axe  $Oz$ .

Les champs acoustiques longitudinaux et transversaux dans la couche sont donnés par les fonctions suivantes:

$$\Phi_1 = \phi_{li} \exp j(\beta x + \eta_{1l} z) + \phi_{lr} \exp j(\beta x - \eta_{1l} z) \quad (\text{II-30})$$

$$\Psi_1 = \psi_{li} \exp j(\beta x + \eta_{1s} z) + \psi_{lr} \exp j(\beta x - \eta_{1s} z) \quad (\text{II-31})$$

Dans le substrat, seulement deux ondes réfractées se propagent. Les champs acoustiques sont: pour l'onde longitudinale:

$$\Phi = \phi_i \exp j(\beta x + \eta_l (z - d)) \quad (\text{II-32})$$

et pour l'onde transversale :

$$\Psi = \psi_i \exp j(\beta x + \eta_s (z - d)) \quad (\text{II-33})$$

où  $\phi_{li}$ ,  $\phi_{lr}$ ,  $\phi_i$ ,  $\psi_{li}$ ,  $\psi_{lr}$ ,  $\psi_i$  sont des constantes et  $d$  est l'épaisseur de la couche.

Les conditions de continuité des contraintes et des déplacements au niveau des différentes interfaces du système couche - substrat sont les suivantes :

- à l'interface liquide - couche:

$$\vec{u}_0(0) = \vec{u}_1(0), \sigma_{0xz}(0) = \sigma_{1xz}(0) = 0, \sigma_{0zz}(0) = \sigma_{1zz}(0) \quad (\text{II-34})$$

- à l'interface couche - substrat :

$$\vec{u}_1(d) = \vec{u}(d), \sigma_{1xz}(d) = \sigma_{xz}(d), \sigma_{1zz}(d) = \sigma_{zz}(d) \quad (\text{II-35})$$

En appliquant ces conditions aux équations (II-29) - (II-33), et en utilisant les notations matricielles, nous aboutissons au vecteur donnant les amplitudes des champs acoustiques dans le substrat, que nous notons  $B$ , et qui s'exprime comme suit:

$$B = M_{ij} A_0 \quad (\text{II-36})$$

avec

$$B = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ \phi_i \\ \psi_i \end{bmatrix}, \quad A_0 = \begin{bmatrix} u_{0x} \\ u_{0z} \\ \sigma_{0zz} \\ 0 \end{bmatrix}, \quad \text{et } M_{ij} = Q^{-1} \cdot [Q_1 \cdot E(d) \cdot Q_1^{-1}]$$

où  $A_0$  est une matrice propre au liquide de couplage,  $Q^{-1}$  est la matrice inverse de la matrice  $Q$  propre au substrat;  $Q_1^{-1}$  est la matrice inverse de la matrice  $Q_1$  propre à la couche et  $E(d)$  est la matrice diagonale relative à l'effet de l'épaisseur de la couche.

Ces matrices sont données comme Suit:

$$Q_1 = \begin{bmatrix} j\eta_{1s} & j\beta & j\beta & -j\eta_{1s} \\ j\beta & -j\eta_{1l} & j\eta_{1l} & j\beta \\ 2\mu_1\eta_{1s}\beta & \mu_1(2\beta^2 - k_{1s}^2) & \mu_1(2\beta^2 - k_{1s}^2) & -2\mu_1\eta_{1s}\beta \\ -\mu_1(2\beta^2 - k_{1s}^2) & 2\mu_1\eta_{1s}\beta & -2\mu_1\eta_{1s}\beta & -\mu_1(2\beta^2 - k_{1s}^2) \end{bmatrix} \quad (\text{II-37})$$

$$Q = \begin{bmatrix} j\eta_s & j\beta & j\beta & -j\eta_s \\ j\beta & -j\eta_l & j\eta_l & j\beta \\ 2\mu\eta_s\beta & \mu(2\beta^2 - k_s^2) & \mu(2\beta^2 - k_s^2) & -2\mu\eta_s\beta \\ -\mu(2\beta^2 - k_s^2) & 2\mu\eta_s\beta & -2\mu\eta_s\beta & -\mu(2\beta^2 - k_s^2) \end{bmatrix} \quad (\text{II-38})$$

$$E(d) = \begin{bmatrix} \exp(-j\eta_{1s}d) & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \exp(-j\eta_{1s}d) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \exp(+j\eta_{1s}d) & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \exp(+j\eta_{1s}d) \end{bmatrix} \quad (\text{II-39})$$

Le coefficient de réflexion à l'interface liquide de couplage-couche aura alors comme expression [26]:

$$R(\theta) = \frac{\eta_0(M_{11}M_{22} - M_{12}M_{21}) + j\rho_0\omega^2(M_{11}M_{23} - M_{21}M_{13})}{\eta_0(M_{11}M_{22} - M_{12}M_{21}) - j\rho_0\omega^2(M_{11}M_{23} - M_{21}M_{13})} \quad (\text{II-40})$$

Cette équation est celle que nous avons utilisée dans le modèle que nous avons développé au laboratoire pour les structures monocouches. La figure (II-14) présente un exemple d'un système monocouche [46].

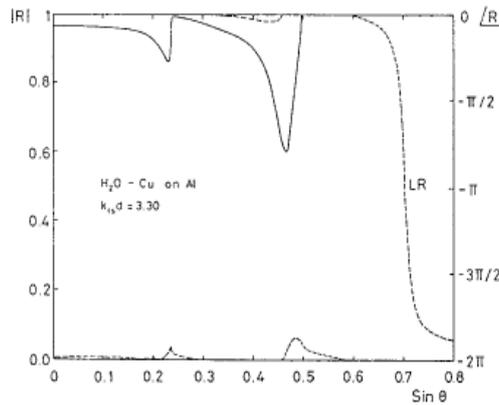


Figure II. 14: Variation du module et de la phase du coefficient de réflexion en fonction de l'angle d'incidence à une fréquence de 2 MHz du système (eau – couche de 0,5 mm de Cuivre – Aluminium) [46]

#### II.6.3.2.2. Détermination du coefficient de réflexion pour un système multicouche :

La détermination du coefficient de réflexion pour un système multicouche (des couches minces déposées sur un substrat massif) est très compliquée du point de vue développement mathématique [25, 26, 32, 42, 45].

Toutefois, le principe de l'étude du système multicouche est le même pour n'importe quel nombre de couches déposées.

On considère (n - 1) couches homogènes numérotées (2, 3, ..., n) entre deux milieux semi infini, l'un solide (substrat) et l'autre liquide (couche supérieure) (Fig. II.15).

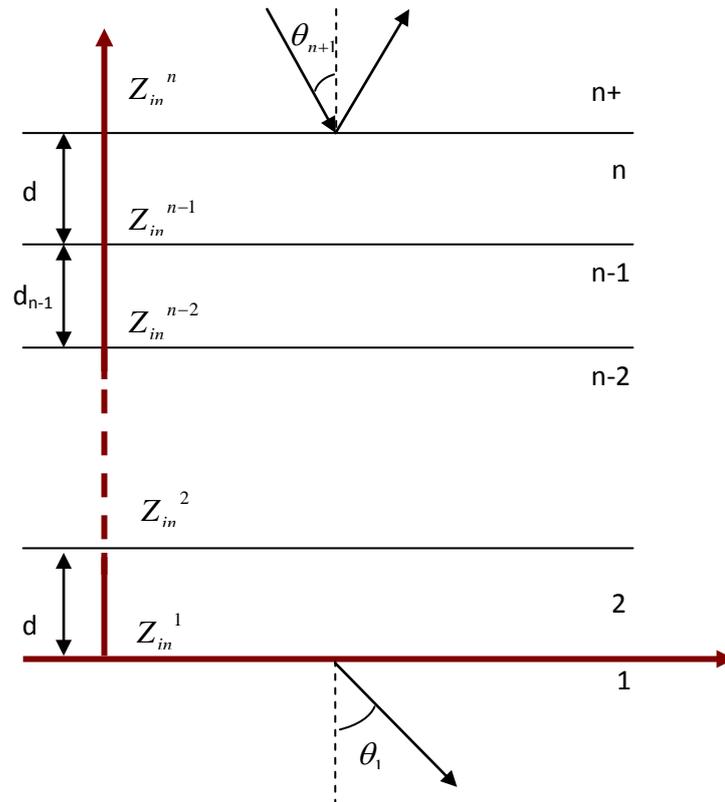


Figure II. 15: Vecteurs d'ondes des ondes : incidente, réfléchi et transmise dans un système de couches d'impédance d'entrée et d'épaisseur

Une onde acoustique pénètre dans le liquide et attaque l'interface (n+1) à l'angle  $\theta_{n+1}$ . Le problème est de déterminer l'amplitude de l'onde réfléchie et transmise dans les milieux (n+1) et (1), respectivement.

A chaque interface séparent deux couches solides, quatre conditions aux limites (continuité des contraintes et des déplacements) doivent être satisfaites. La méthode directe pour aboutir aux coefficients de réflexion et de transmission, consiste à la construction d'un système de  $(4n-1)$  équations algébriques linéaires, à l'aide de ces conditions aux limites. Comme exemple, on considère la couche (n). Dans le temps, on place l'origine des coordonnées à l'interface de cette couche et la couche (n-1).

Les expressions pour les potentiels des ondes longitudinales et transversales dans la couche, peuvent s'écrire comme suit (en omettant l'indice n) :

$$\Phi = (\phi_i \exp(j\eta_l z) + \phi_r \exp(-j\eta_l z)) \exp j(\beta x - \omega t) \quad (\text{II-41})$$

$$\Psi = (\psi_i \exp(j\eta_s z) + \psi_r \exp(-j\eta_s z)) \exp j(\beta x - \omega t) \quad (\text{II-42})$$

$$\text{Où: } \eta_l = k_l \cos \theta_l, \eta_s = k_s \cos \theta_s, \beta = k_l^{(n+1)} \sin \theta_l^{(n+1)} = k_l^{(i)} \sin \theta_l^{(i)} = k_t^{(i)} \sin \theta_s^{(i)} \quad (\text{II-43})$$

Les valeurs des quantités (déplacement et contraintes) à l'interface supérieur de la couche n, c'est-à-dire pour  $z = d$ , sont données par l'expression matricielle ci-dessous :

$$\begin{pmatrix} u_x^{(n)} \\ u_z^{(n)} \\ \sigma_z^{(n)} \\ \sigma_x^{(n)} \end{pmatrix} = \underbrace{\begin{pmatrix} i\beta \cos P & -\beta \sin P & -i\eta_s \cos Q & \eta_s \sin Q \\ -\eta_l \sin P & i\eta_l \cos P & -\beta \sin Q & i\beta \cos Q \\ -(\lambda k_l^2 + 2\mu\eta_l^2) \cos P & -i(\lambda k_l^2 + 2\mu\eta_l^2) \sin P & -2\mu\beta\eta_s \cos Q & -2i\mu\beta\eta_s \sin Q \\ -2i\mu\beta\eta_l \sin P & -2i\mu\beta\eta_l \cos P & -i\mu(\beta^2 - \eta_s^2) \sin Q & \mu(\eta_s^2 - \beta^2) \cos Q \end{pmatrix}}_{I_1} \begin{pmatrix} \phi_i + \phi_r \\ \phi_i - \phi_r \\ \psi_i - \psi_r \\ \psi_i + \psi_r \end{pmatrix} \quad (\text{II-44})$$

où  $P \equiv \eta_l d$  et  $Q \equiv \eta_s d$

A l'interface inférieur de la couche choisie en  $z = 0$ , on a un système matriciel similaire en posant seulement  $P \equiv Q \equiv 0$ , soit:

$$\begin{pmatrix} u_x^{(n-1)} \\ u_z^{(n-1)} \\ \sigma_z^{(n-1)} \\ \sigma_x^{(n-1)} \end{pmatrix} = \underbrace{\begin{pmatrix} i\beta & 0 & -i\eta_s & 0 \\ 0 & i\eta_l & 0 & i\beta \\ -(\lambda k_l^2 + 2\mu\eta_l^2) & 0 & -2\mu\beta\eta_s & 0 \\ 0 & -2i\mu\beta\eta_l & 0 & \mu(\eta_s^2 - \beta^2) \end{pmatrix}}_{I_2} \begin{pmatrix} \phi_i + \phi_r \\ \phi_i - \phi_r \\ \psi_i - \psi_r \\ \psi_i + \psi_r \end{pmatrix} \quad (\text{II-45})$$

Il en ressort en substituant (II-44) et (II-45) :

$$\begin{pmatrix} u_x^{(n)} \\ u_z^{(n)} \\ \sigma_z^{(n)} \\ \sigma_x^{(n)} \end{pmatrix} = I_1 * I_2^{-1} * \begin{pmatrix} u_x^{(n-1)} \\ u_z^{(n-1)} \\ \sigma_z^{(n-1)} \\ \sigma_x^{(n-1)} \end{pmatrix} = T_{(n)} * \begin{pmatrix} u_x^{(n-1)} \\ u_z^{(n-1)} \\ \sigma_z^{(n-1)} \\ \sigma_x^{(n-1)} \end{pmatrix}$$

$$\begin{pmatrix} u_x^{(n)} \\ u_z^{(n)} \\ \sigma_z^{(n)} \\ \sigma_x^{(n)} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} & a_{14} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} & a_{24} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} & a_{34} \\ a_{41} & a_{42} & a_{43} & a_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u_x^{(n-1)} \\ u_z^{(n-1)} \\ \sigma_z^{(n-1)} \\ \sigma_x^{(n-1)} \end{pmatrix} \quad (\text{II-46})$$

où les éléments de la matrice  $a_{ij}$  ( $i, j = 1, 2, 3, 4$ ) constituent les coefficients de la couche intermédiaire :

$$\begin{aligned}
a_{11} &= 2 \sin^2 \theta_s \cos P + \cos 2\theta_s \cos Q \\
a_{12} &= i(tg \theta_l \cos 2\theta_s \sin P - \sin 2\theta_s \sin Q) \\
a_{13} &= -\sin \theta_l (\cos P - \cos Q) / \rho v_l \\
a_{14} &= -i \sin \theta_l (tg \theta_l \sin P + ctg \theta_s \sin Q) / \rho v_l \\
a_{21} &= i(2ctg \theta_l \sin^2 \theta_s \sin P - tg \theta_s \cos 2\theta_s \sin Q) \\
a_{22} &= \cos 2\theta_s \cos P + 2 \sin^2 \theta_s \cos Q \\
a_{23} &= -i \sin \theta_l (ctg \theta_l \sin P + tg \theta_s \sin Q) / \rho v_l \\
a_{24} &= a_{13} \\
a_{31} &= -2\rho v_l \sin^2 \theta_s \cos 2\theta_s (\cos P - \cos Q) / \sin \theta_l \\
a_{32} &= -i\rho v_l (tg \theta_l \cos^2 2\theta_s \sin P + 4 \sin^4 \theta_s ctg \theta_s \sin Q) / \sin \theta_l \\
a_{33} &= a_{22} \\
a_{34} &= a_{12} \\
a_{41} &= -i\rho v_l (4 \sin^4 \theta_s ctg \theta_l \sin P + tg \theta_s \cos^2 2\theta_s \sin Q) / \sin \theta_l \\
a_{42} &= a_{31} \\
a_{43} &= a_{21} \\
a_{44} &= a_{11}
\end{aligned} \tag{II-47}$$

En propageant ces matrices jusqu'à la couche (2), nous arrivons ainsi aux relations liant la couche (n-1) à la couche (2).

$$\begin{pmatrix} u_x^{(n)} \\ u_z^{(n)} \\ \sigma_z^{(n)} \\ \sigma_x^{(n)} \end{pmatrix} = T_{(n)} * T_{(n-1)} * \dots * T_{(2)} * \begin{pmatrix} u_x^{(2)} \\ u_z^{(2)} \\ \sigma_z^{(2)} \\ \sigma_x^{(2)} \end{pmatrix} = (A_{ij}) * \begin{pmatrix} u_x^{(2)} \\ u_z^{(2)} \\ \sigma_z^{(2)} \\ \sigma_x^{(2)} \end{pmatrix} \tag{II-48}$$

L'origine des coordonnées est située à la limite des milieux (1) et (2). On note par  $H$  l'épaisseur totale des couches. Le champ total des ondes incidente et réfléchie dans le liquide, s'écrit :

$$\Phi_{n+1} = \exp(-j\eta_l^{(n+1)}(z-H)) + R(\theta) \exp(j\eta_l^{(n+1)}(z-H)) \tag{II-49}$$

où  $\eta_l^{(n+1)} = k_l^{(n+1)} \cos \theta_l^{(n+1)}$

Dans le substrat :

$$\Phi_1 = W_l \exp(-jk_l^{(1)} \cos \theta_l^{(1)}) \text{ et } \Psi_1 = W_s \exp(-jk_s^{(1)} \cos \theta_s^{(1)}) \tag{II-50}$$

Les coefficients  $R(\theta)$ ,  $W_l, W_s$  sont obtenus à partir des conditions aux limites des milieux (n) et (n+1) :

$$z = H : u_z^{(n+1)} = u_z^{(n)}, \sigma_z^{(n+1)} = \sigma_z^{(n)}, \sigma_x^{(n+1)} = \sigma_x^{(n)} = 0 \tag{II-51}$$

Les contraintes tangentielles dans le liquide, disparaissent.

Ainsi, en substituant  $u_z^{(n)}, \sigma_z^{(n)}, \sigma_x^{(n)}$  à partir de l'équation (II-48), on a :

$$\begin{cases} u_z^{n+1} = A_{21}u_x^{(1)} + A_{22}u_z^{(1)} + A_{23}\sigma_z^{(1)} + A_{24}\sigma_x^{(1)} \\ \sigma_z^{n+1} = A_{31}u_x^{(1)} + A_{32}u_z^{(1)} + A_{33}\sigma_z^{(1)} + A_{34}\sigma_x^{(1)} \\ 0 = A_{41}u_x^{(1)} + A_{42}u_z^{(1)} + A_{43}\sigma_z^{(1)} + A_{44}\sigma_x^{(1)} \end{cases} \tag{II-52}$$

où  $u_z^{(n+1)}$  et  $\sigma_z^{(n+1)}$  sont pris pour  $z = H$ , et  $u_x^{(1)}, \dots, \sigma_x^{(1)}$  à  $z = 0$ .

En calculant  $u_x^{(1)}$  du système d'équations (II-52) et en l'injectant dans les deux premières, on a:

$$\begin{aligned} u_z^{(n+1)} &= M_{22}u_z^{(1)} + M_{23}\sigma_z^{(1)} + M_{24}\sigma_x^{(1)} \\ \sigma_z^{(n+1)} &= M_{32}u_z^{(1)} + M_{33}\sigma_z^{(1)} + M_{34}\sigma_x^{(1)} \end{aligned} \quad (\text{II-53})$$

$$\text{où } M_{ik} = A_{ik} - A_{i1}A_{4k}/A_{41} \quad i, k = 2, 3, 4 \quad (\text{II-54})$$

Utilisant les équations (II-46), (II-47) et celles des contraintes et déplacements, on obtient:

$$z = H, \quad u_z^{(n+1)} = i\eta^{(n+1)}(R(\theta) - 1), \quad \sigma_z^{(n+1)} = -\omega^2 \rho_{n+1}(1 + R(\theta)) \quad (\text{II-55})$$

$$z = 0 \quad \begin{cases} u_z^{(1)} = i(-\eta_l^{(1)}W_l + \beta W_s), & u_x^{(1)} = i(\beta W_l + k_s^{(1)} \cos \theta_s^{(1)} W_s) \\ \sigma_z^{(1)} = -\omega^2 \rho_1 (\cos 2\theta_s^{(1)} W_l - \sin 2\theta_s^{(1)} W_s) \\ \sigma_x^{(1)} = \omega^2 \rho_1 [\cos 2\theta_s^{(1)} W_s + (v_s^{(1)}/v_l^{(1)})^2 \sin 2\theta_s^{(1)} W_l] \end{cases} \quad (\text{II-56})$$

On obtient de (II-55),

$$R(\theta) = \frac{Z_{in} - Z_{n+1}}{Z_{in} + Z_{n+1}} \quad (\text{II-57})$$

$$Z_{in} = \frac{i\sigma_z^{(n+1)}}{\omega u_z^{(n+1)}}, \quad Z_{n+1} = \frac{\rho_{n+1}v_l^{(n+1)}}{\cos \theta_{n+1}} \quad (\text{II-58})$$

On peut écrire l'impédance d'entrée sous la forme :

$$Z_{in} = \frac{i/\omega}{E_3/E_2} \quad (\text{II-59})$$

$$\text{où: } \begin{cases} E_3 = \eta_l^{(1)}M_{32} - i\omega^2 \rho_1 [\cos 2\theta_s^{(1)}M_{33} - (v_s^{(1)}/v_l^{(1)})^2 \sin 2\theta_s^{(1)}M_{34}] \\ \quad - [\beta M_{32} - i\omega^2 \rho_1 (\sin 2\theta_s^{(1)}M_{33} + \cos 2\theta_s^{(1)}M_{34})]W_s/W_l \\ E_2 = \eta_l^{(1)}M_{22} - i\omega^2 \rho_1 [\cos 2\theta_s^{(1)}M_{23} - (v_s^{(1)}/v_l^{(1)})^2 \sin 2\theta_s^{(1)}M_{24}] \\ \quad - [\beta M_{22} - i\omega^2 \rho_1 (\sin 2\theta_s^{(1)}M_{23} + \cos 2\theta_s^{(1)}M_{24})]W_s/W_l \end{cases} \quad (\text{II-60})$$

Le rapport peut être obtenu à partir de la dernière équation de (II-52) injectée dans (II-56).

$$\frac{W_s}{W_l} = \frac{\beta A_{41} - \eta_l^{(1)}A_{42} + i\omega^2 \rho_1 \cos 2\theta_s^{(1)}A_{43} - i\omega^2 \rho_1 (v_s^{(1)}/v_l^{(1)})^2 \sin 2\theta_s^{(1)}A_{44}}{k_s^{(1)} \cos \theta_s^{(1)}A_{41} + \beta A_{42} - i\omega^2 \rho_1 \sin 2\theta_s^{(1)}A_{43} - i\omega^2 \rho_1 (v_s^{(1)}/v_l^{(1)})^2 \sin 2\theta_s^{(1)}A_{44}} \quad (\text{II-61})$$

### II.6.2.2.3.3. Structure multicouche immergée dans un fluide :

Dans le cas spécial où les milieux semi infini (n+1) et (1) sont des fluides, c'est-à-dire le milieu multicouche est immergé dans un fluide,

On a:  $\frac{W_s}{W_l} = 0$ ,  $\theta_s^{(1)} = 0$ , et en utilisant la notation  $Z_1 = \rho_1 v_l^{(1)}/\cos \theta_l^{(1)}$ ,

on obtient de l'équation (II-59):

$$Z_{in} = \frac{i(M_{32} - i\omega Z_1 M_{33})}{\omega(M_{22} - i\omega Z_1 M_{23})} \quad (\text{II-62})$$

Dans ce cas l'expression du coefficient de réflexion  $R$  et de transmission  $T$  pour une structure multicouche immergée dans un fluide s'écrit [42, 45]:

$$R = \frac{(M_{32} - i\omega Z_1 M_{33}) + (M_{22} + i\omega Z_1 M_{23}) i\omega Z_{n+1}}{(M_{32} - i\omega Z_1 M_{33}) - (M_{22} + i\omega Z_1 M_{23}) i\omega Z_{n+1}} \quad (\text{II-63})$$

$$T = \frac{-2 i\omega Z_1 \rho \rho_1^{-1}}{(M_{32} - i\omega Z_1 M_{33}) - (M_{22} + i\omega Z_1 M_{23}) i\omega Z_{n+1}} \quad (\text{II-64})$$

La figure (II.16) présente un exemple d'un système multicouche immergé dans de l'eau. Il est composé de deux couches d'aluminium d'épaisseurs respectives 1,6 et 0,6 mm séparés par une couche de colle (epoxy) de 0,2 mm d'épaisseur à une fréquence de 4 MHz [47].

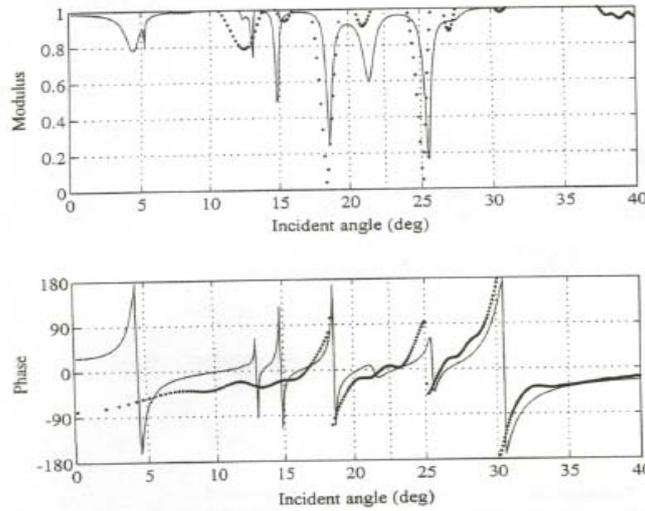


Figure II. 16: Variation du module et de la phase du pouvoir réflecteur  $R(\theta)$  du système (aluminium 1.6 mm / epoxy 0.2 mm / aluminium 0.6 mm) à une fréquence de 4 MHz (— théorique , ..... expérimentale) [47]

#### II.6.4. Modèle de Schoch:

Le pouvoir réflecteur  $R(\theta)$  est une fonction complexe qui contient des informations caractérisant le matériau à étudier.

Schoch propose une méthode de calcul de  $R(\theta)$  que nous allons donner un aperçu des relations importantes.

Expression de  $R(\theta)$  selon Schoch est [44]:

$$R(kx) = \frac{(k_T^2 - 2k_X^2)^2 - 4k_X^2 \sqrt{K_1(k)} - \rho k_T^4 \sqrt{K_2(k)}}{(k_T^2 - 2k_X^2)^2 - 4k_X^2 \sqrt{K_1(k)} + \rho k_T^4 \sqrt{K_2(k)}} \quad (\text{II-65})$$

où :  $k = \frac{\omega}{V_{liq}}$ ,  $k_L = \frac{\omega}{V_L}$ ,  $k_T = \frac{\omega}{V_T}$ ,  $k_X = k \sin \theta$ ,  $\rho = \frac{\rho_{liq}}{\rho_{sol}}$ ,  $\omega$  : pulsation

$$K_1(k) = \sqrt{(k_L^2 - k_X^2)(k_T^2 - k_X^2)}, \quad K_2(k) = \sqrt{(k_L^2 - k_X^2)/(k^2 - k_X^2)} \quad (\text{II-66})$$

Le pouvoir réflecteur  $R(kx)$  comporte certaines singularités, zéros (valeurs qui annulent le numérateur) et pôles (valeurs qui annulent le dénominateur) qui jouent un rôle important dans la détermination du faisceau réfléchi [44].

Schoch remarque, qu'au voisinage de l'angle critique de Rayleigh, le pouvoir réflecteur  $R(kx)$  présente un pôle correspondant de ce fait, à l'apparition d'une onde de Rayleigh de type évanescente.

L'analyse de l'expression de  $R(kx)$  nous permet d'avoir des informations très importantes. La première consiste en la détermination de l'équation séculaire des vitesses. Elle est obtenue en annulant le dénominateur de l'expression du pouvoir réflecteur (équation II-67). Ses racines sont les vitesses de phase des ondes se propageant à la surface.

$$4 \left( \frac{V_t}{V} \right)^{1/2} \left( 1 - \frac{V_t^2}{V^2} \right)^{1/2} \left( \frac{V_t^2}{V_t^2} - \frac{V_t^2}{V^2} \right)^{1/2} + \left( 1 - 2 \left( \frac{V_t^2}{V^2} \right) \right)^{1/2} = \left( \frac{\rho_{liq}}{\rho_{sol}} \right) \left( \frac{V_t^2}{V_t^2} - \frac{V_t^2}{V^2} \right) / \left( \frac{\rho_{liq}}{\rho_{sol}} \right) \left( \frac{V_t^2}{V_{liq}^2} - \frac{V_t^2}{V^2} \right)^{1/2} \quad (\text{II-67})$$

Cette relation montre bien que la vitesse de Rayleigh dépend étroitement de l'effet de charge, en d'autres termes de l'impédance du milieu liquide.

La deuxième information donnée par Bertoni consiste à faire un développement limité de l'expression du pouvoir réflecteur au voisinage du pôle en utilisant un développement en série de Laurent.

$$R(kx) = R_0 + R_p \quad (\text{II-68})$$

$R_0$  : Réflexion en incidence normale.

$R_p$  : Réflexion au voisinage du pôle p.

Cette décomposition montre que l'effet de réflexion résulte de l'interférence entre un champ classique, fonction de l'incidence, et celui dû à la singularité par la génération de l'onde de Rayleigh. Ce développement sera utilisé par Bertoni pour donner une approche géométrique de la signature acoustique  $V(z)$ .

### II.6.5. Importance du pouvoir réflecteur:

La représentation du pouvoir réflecteur en fonction de l'incidence s'avère nécessaire pour déterminer les différents types de mode se propageant aux interfaces liquide/solide ou solide/solide. Dans le cas d'un matériau massif on relève des variations de phase et d'amplitude au voisinage des angles critiques: longitudinal, transversal et Rayleigh, ce qui nous permet de calculer les vitesses des différents modes.

Dans le cas d'échantillons complexes comme les monocouches ou les multicouches, des modes supplémentaires vont se propager. Ces modes seront caractérisés par des brusques variations de phase.

On utilisera cette représentation pour déterminer la signature acoustique des matériaux.

#### II.6.5.1 Détermination des propriétés mécaniques des matériaux:

Le calcul des différentes vitesses (vitesse de Rayleigh  $V_R$ , vitesse longitudinale  $V_l$  et la vitesse transverse  $V_s$ ) à partir du coefficient de réflexion nous permet de déterminer les paramètres mécaniques des matériaux homogènes et isotropes.

Les coefficients mécaniques sont au nombre de quatre [32]:

- Le module de Young:  $E = \rho V_s^2 \left( \frac{3V_l^2 - 4V_s^2}{V_l^2 - V_s^2} \right)$  (II-69)

- Le module de cisaillement:  $G = \rho V_s^2$  (II-70)

- Le module de compressibilité:  $K = \rho \left( \frac{3V_l^2 - 4V_s^2}{3} \right)$  (II-71)

- Le coefficient de poisson: 
$$\nu = \frac{2V_s^2 - V_l^2}{2(V_s^2 - V_l^2)} \quad (\text{II-72})$$

où  $V_s$  : vitesse transverse et  $V_l$  : vitesse longitudinale

Une autre méthode de calcul, consiste à tirer la vitesse de Rayleigh  $V_R$  à partir du graphe de la phase du coefficient de réflexion  $R(\theta)$  et la vitesse du mode transversal  $V_l$  du graphe du module de  $R(\theta)$ . Nous utilisons ensuite la relation de Victorov pour déterminer la vitesse longitudinale pour ensuite calculer les constantes élastiques.

La relation de Victorov est donnée par la relation suivante [48]:

$$V_R = V_s \frac{0.718 - \left(\frac{V_s}{V_l}\right)^2}{0.750 - \left(\frac{V_s}{V_l}\right)^2} \quad (\text{II.73})$$

## II.7. Signature acoustique $V(z)$

### II.7.1. Introduction:

La micro caractérisation d'un matériau passe par la détermination de sa signature acoustique  $V(z)$ . Le microscope acoustique est utilisé en mode réflexion, le transducteur piézoélectrique transforme le signal acoustique venant de l'échantillon en une tension  $V$  sans perdre les informations relatives au matériau étudié. La grandeur mesurée  $V$  du signal est une fonction de la défocalisation (la distance  $z$  entre le plan focal de la lentille et l'interface échantillon - liquide de couplage).

Lorsqu'un échantillon massif est placé à la focale de la lentille ( $z = 0$ ), tous les rayons réfléchis vont atteindre le transducteur. L'amplitude sera donc maximale (Fig. II.17). En rapprochant l'objet de la lentille on observe une succession périodique de maxima et de minima dont l'amplitude diminue. La période  $\Delta z$  dépend de la vitesse de propagation des ondes de surface, ce qui fait du  $V(z)$  une méthode de caractérisation quantitative des matériaux.

Le  $V(z)$  est aussi utilisée pour interpréter les contrastes observés en imagerie acoustique par l'analyse des différents modes d'interface (caractérisation qualitative). Pour bien interpréter les divers phénomènes, deux approches théoriques ont été développées pour la compréhension du mécanisme du  $V(z)$ .

Le premier modèle, basé sur le principe géométrique des rayons optiques a été étudié par Bertoni [24]. Le deuxième fondé sur les principes de l'optique physique de Fourier a été développé par Atalar [21, 49, 42] et simplifié par la suite par Sheppard et Wilson [50]. Ce modèle est plus simple que celui de la théorie des raies proposé par Bertoni. A cet effet, nous avons opté pour son utilisation pour mettre au point un logiciel permettant de modéliser le  $V(z)$  pour les matériaux massif ou bien les structures stratifiées, en utilisant les résultats du pouvoir réflecteur  $R(\theta)$  développé d'après la théorie de Brekhovskikh.

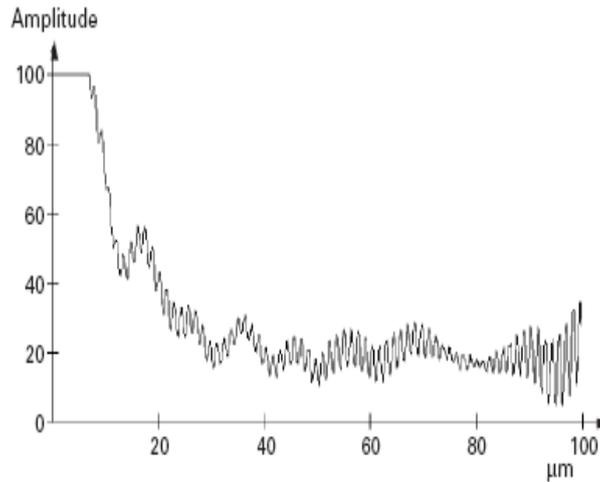


Figure II. 17: Signature acoustique du système eau-acier, Fréquence 600 MHz, liquide de couplage l'eau [31]

### II.7.2. Modèle de la théorie des raies:

Ce modèle permet de retrouver l'expression de la période  $\Delta z$  [24]. L'oscillation dans le  $V(z)$  résulte de l'interférence entre deux ondes: une onde de volume émise et réfléchi suivant la normale de la lentille et une onde de surface (Rayleigh) générée à un angle critique  $\theta_R$  et réémise dans le liquide. Ces deux contributions sont ajoutées vectoriellement au niveau du transducteur.

Lorsque  $z = 0$ , à la focale deux rayons A d'incidence normale, B d'incidence  $\theta_R = \arcsin\left(\frac{v_0}{v_R}\right)$ , ( $v_0$  vitesse des ondes dans le liquide,  $v_R$  vitesse en surface de l'échantillon) arrivent en phase sur le transducteur puisqu'ils ont parcouru le même trajet. Lorsque l'objet n'est plus à la focale, mais rapproché de la lentille (défocalisé), le rayon A va parcourir le trajet géométrique A S A dans l'eau soit une différence de trajet de  $2z$  dans le liquide. Le rayon B va parcourir le trajet B S<sub>1</sub> S<sub>2</sub> B<sub>1</sub> puisque l'onde d'incidence  $\theta_R$  crée une onde de surface qui se réémet  $\theta_R$  et que seul le rayon semblant provenir de la focale atteint le transducteur (Fig. II-18a, 18 b).

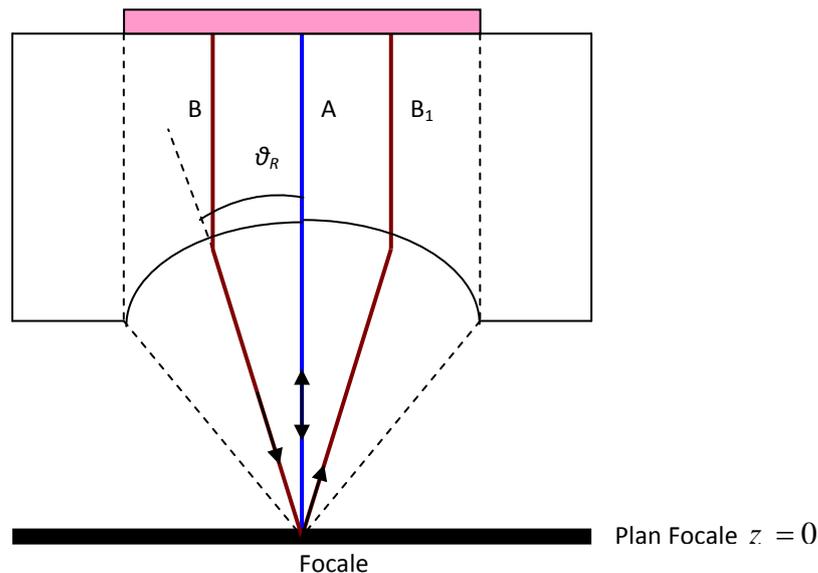


Figure II. 18a: Schéma des chemins parcourus par les raies acoustiques pour  $z = 0$

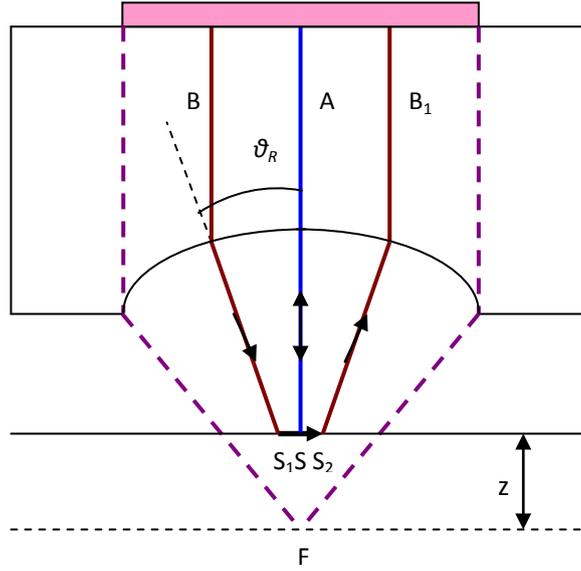


Figure II. 18b : Schéma des chemins parcourus par les raies acoustiques pour  $z \neq 0$

avec:  $S_1 S_2 = 2z \operatorname{tg} \theta_R$ ,  $S_1 F = S_2 F = \frac{z}{\cos \theta_R}$  et  $SF = z$  (II-74)

Le déphasage entre les rayons sera:

$$\Delta \varphi = \omega \left[ \frac{2z}{v_0} - \left( \frac{2z}{\cos \theta_R v_0} - \frac{2 \cdot z \cdot \operatorname{tg} \theta_R}{v_R} \right) \right] + \pi \quad (II-75)$$

$$\Delta \varphi = 2\omega z (1 - \cos \theta_R) + \pi \quad \text{avec} \quad \sin \theta_R = v_0 / v_R \quad (II-76)$$

On retrouve la valeur de  $\Delta z$  en cherchant un déphasage de  $2\pi$ .

$$2\pi = \frac{\omega \Delta z}{v_0} (1 - \cos \theta_R) \quad (II-77)$$

$$\Delta z = \frac{2\pi v_0}{2\omega (1 - \cos \theta_R)} \quad (II-78)$$

or:

$$k_0 = \frac{\omega}{v_0} \quad \text{et} \quad \Delta z = \frac{2\pi}{2k_0 (1 - \cos \theta_R)} = \frac{v_0}{2f (1 - \cos \theta_R)} \quad (II-79)$$

La valeur de la grandeur  $\Delta z$  nous permet de calculer la valeur de la vitesse de Rayleigh  $v_R$  ou plus généralement les vitesses des différents modes de surface  $v_s$ .

En effet, en appliquant la loi de Snell-Descartes et en utilisant la relation (II-6), on aboutit à:

$$V_s = \frac{v_0}{\sqrt{1 - \left( 1 - \frac{v_0}{2f\Delta z} \right)^2}} \quad (II-80)$$

### II.7.3. Modèle de la théorie des champs :

Dans ce cas, on établit théoriquement le champ acoustique réfléchi par l'échantillon et reçu par le transducteur. Ce modèle se base essentiellement sur l'application des concepts de l'optique de Fourier. La modélisation de  $V(z)$  a été proposé tout d'abord par Atalar [49] puis simplifié par Sheppard et Wilson [50].

Nous exposons succinctement dans ce qui suit les notions de base du modèle de la théorie des champs.

Désignons les plans transducteur, lentille et réflecteur du système acoustique par les notations respectives 0, 1 et 2 (figure II-19). Le plan 2 est initialement positionné au plan focal de la lentille.

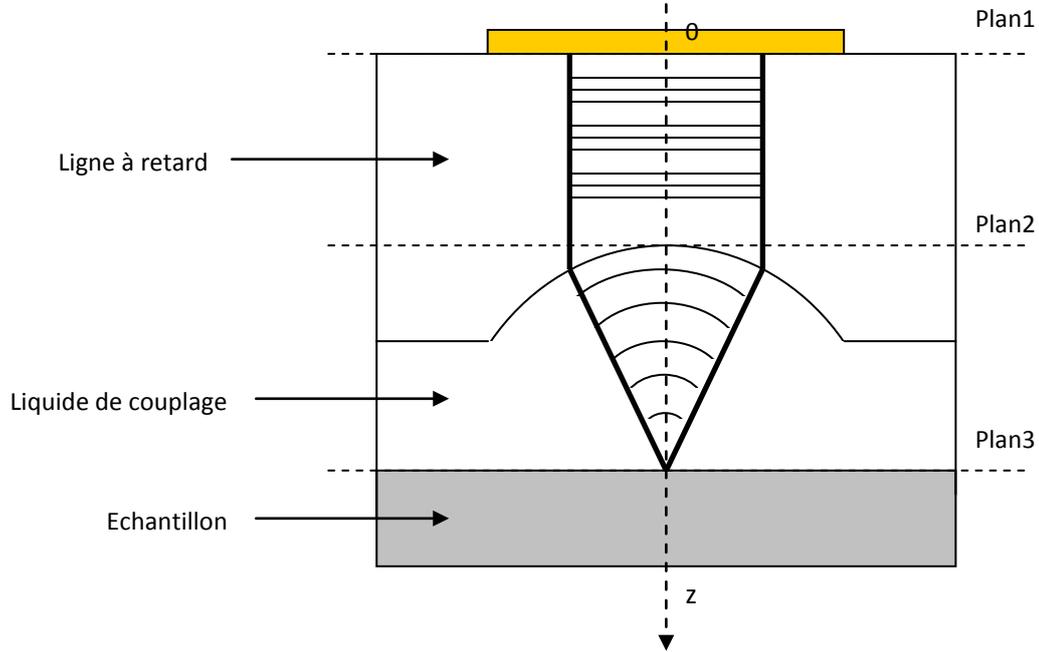


Figure II. 19: Propagation du champ acoustique à travers le système acoustique

Notons par  $U_0^+$  le champ acoustique initial émis par le transducteur (plan 0). Le signe "+" indique que la propagation se fait dans le sens positif de l'axe  $Oz$ .

Au plan 1, le champ devient  $U_1^+$  dépendant ainsi des caractéristiques géométriques du transducteur, des propriétés physiques de la ligne à retard et de sa longueur.

Après le passage à travers la lentille, le champ au plan 2 devient  $U_2^+$ , soit:

$$U_2^+ = U_1^+(\theta) P_1(\theta) (\cos \theta)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II-81})$$

Où  $\theta$  est l'angle d'incidence,  $P_1$  est la fonction pupille dépendant de  $\theta$  et des caractéristiques de la lentille. Ce dernier est donc un facteur d'instrumentation qui caractérise le passage du champ acoustique de la ligne à retard vers le liquide de couplage.

Le terme  $(\cos \theta)^{\frac{1}{2}}$  est introduit du fait que l'onde se transforme d'une onde plane dans la ligne à retard en une onde sphérique dans le liquide de couplage [40].

Après réflexion par l'échantillon (plan 2), le champ acoustique devient:

$$U_2^-(\theta) = U_2^+(\theta) R(\theta) \quad (\text{II-82})$$

ou encore:

$$U_2^-(\theta) = U_1^+(\theta) P_1(\theta) (\cos \theta)^{\frac{1}{2}} R(\theta) \quad (\text{II-83})$$

Où  $R(\theta)$  est le coefficient de réflexion du matériau. Le signe "-" indique que la propagation se fait dans le sens négatif de l'axe  $Oz$ .

Au chemin du retour, le champ acoustique traverse la lentille et arrive au plan 1 et devient:

$$U_1^-(\theta) = U_2^+(\theta) P_1(\theta) (\cos \theta)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II-84})$$

ou encore:

$$U_1^-(\theta) = U_1^+(\theta) P_1(\theta) R(\theta) P_2(\theta) \quad (\text{II-85})$$

où :  $P_2(\theta)$  est un facteur qui dépend de  $\theta$  et des caractéristiques de la lentille. Il caractérise le passage du champ acoustique du liquide de couplage vers la ligne à retard. Le champ qui arrive finalement au transducteur (plan 0) est alors:

$$U_0^-(\theta) = U_1^-(\theta) U_1^+(\theta) \quad (\text{II-86})$$

ou encore

$$U_0^-(\theta) = \{U_1^+(\theta)\}^2 P_1(\theta) P_2(\theta) R(\theta) \quad (\text{II-87})$$

Le produit  $P_1(\theta) P_2$  peut être noté  $P^2(\theta)$ , qu'on nomme fonction de pupille.

Le plan focal étant la surface du réflecteur ( $z = 0$ ), le signal acoustique  $V(z)$  est la résultante de tous les champs acoustiques reçus par toute la surface S du transducteur, soit:

$$V(0) = \int_S U_1^- U_1^+ dS \quad (\text{II-86})$$

Si l'on considère que la surface du transducteur est circulaire, il sera alors plus judicieux d'utiliser les coordonnées polaires. Ainsi, l'élément de surface  $dS = r dr d\varphi$  et  $r = f \sin \theta$ ;  $f$  est la distance focale de la lentille.

Dans ce cas, l'expression (II-88) s'écrit alors:

$$V(0) = 2\pi f \int_{-\frac{\pi}{2}}^{\frac{\pi}{2}} P^2(\theta) R(\theta) \sin \theta \cos \theta d\theta \quad (\text{II-89})$$

Si l'échantillon est déplacé vers la lentille d'une distance  $z$ , ce qui traduit une défocalisation négative, alors le champ acoustique réfléchi par la surface de l'échantillon ( $z = 0$ ) serait en avance de  $2 k_0 z \cos(\theta)$  par rapport à celui réfléchi par le plan focal (à la défocalisation  $z$ ) (figure II-20).

Dans ce cas, l'expression de  $V(z)$  s'écrit:

$$V(z) = 2\pi f \int_{-\frac{\pi}{2}}^{\frac{\pi}{2}} P^2(\theta) R(\theta) e^{(2jk_0 z \cos \theta)} \sin \theta \cos \theta d\theta \quad (\text{II-90})$$

où le facteur  $2\pi f$  dans l'expression (II-15) est contenu dans la fonction  $P^2(\theta)$ .

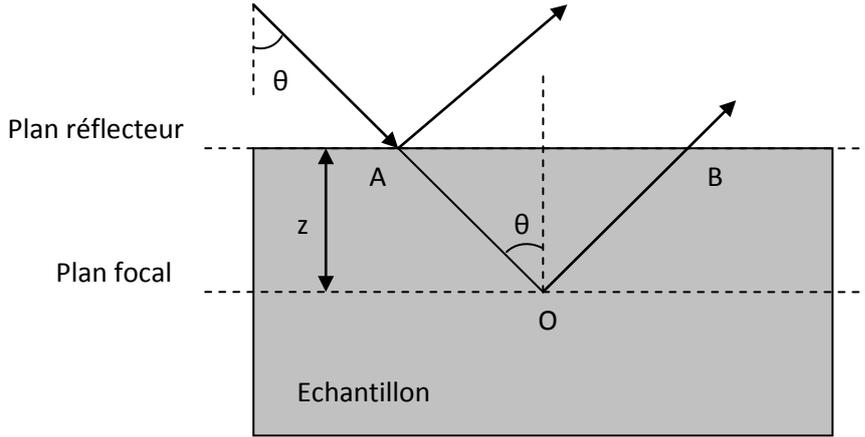


Figure II. 20: Différence de phase entre le rayon réfléchi au plan focal et le rayon réfléchi à la défocalisation  $z$

La différence de marche est:  $A O B = 2z \cos \theta$

Le déphasage est donné par:  $\Delta \varphi = \omega \Delta t = \frac{2\omega z \cos \theta}{v_0} = 2k_0 \cos \theta$

Sachant que la fonction  $P(\theta)$  s'annule pour des angles d'incidences supérieures au demi angle d'ouverture  $\theta_{\max}$  de la lentille, et que la lentille présente une symétrie par rapport à son axe, normale à l'échantillon, l'expression de  $V(z)$  se réduit à [49]:

$$V(z) = 2\pi f \int_0^{\theta_{\max}} P^2(\theta) R(\theta) \exp(2jk_0 z \cos \theta) \sin(\theta) \cos(\theta) d\theta \quad (\text{II-91})$$

Pour un  $V(z)$  donné,  $f$  et  $P(\theta)$  sont des constantes déterminées. Les variations dépendent donc de celle de  $R(\theta)$ , le coefficient de réflexion étudié précédemment.

Cette expression a l'avantage d'être plus facile à programmer, donc nous allons l'utiliser pour la simulation de la signature acoustique  $V(z)$ .

### II.7.3.1 Définition de la fonction pupille :

La fonction pupille est propre à chaque lentille. Elle prend en compte tous ses paramètres (angle d'ouverture, focale, ...). Une approche simpliste consiste à prendre:

$$P(\theta) = \begin{cases} 1 & \text{pour } \theta < \theta_{\max} \\ 0 & \text{pour } \theta > \theta_{\max} \end{cases} \quad (\text{II-92})$$

En fait, il faut considérer que l'énergie récupérée par le centre de la lentille est plus importante que celle récupérée sur les bords.

Une apodisation suivant l'ouverture de la lentille permet une bonne modélisation [25].

Dans notre cas, on a pris une gaussienne, dont les paramètres ont permis de retrouver le  $V(z)$  expérimental. Pour une lentille ouverte à  $50^\circ$  et fonctionnant à  $600 \text{ MHz}$ , nous avons utilisé la fonction  $\exp(-3,5(\theta)^2)$ ,  $\theta$  représentant l'incidence.

Pour une lentille d'ouverture  $\theta_{\max}$ , l'apodisation s'écrit [25]:

$$P^2(\theta) = \exp\left(-3,5(50)^2 \left(\frac{\theta}{\theta_{\max}}\right)^2\right) \quad (\text{II-93})$$

**Remarque:**

W. J. Xu a obtenu une expression générale de la signature acoustique  $V(z)$  dans le cas d'un capteur focalisé par une lentille, et qui s'applique pour deux types de focalisation sphérique et cylindrique[47]:

$$V(z) = \int_{-\infty}^{+\infty} G(k_r)C(k_r)R(k_r)\exp(-2jzk_z)dk_r \quad (\text{II-94})$$

avec:  $C(k_r) = U_E^+(k_r)U_0^-(k_r)$

où:  $U_E^+(k_r)$ : est le spectre angulaire du champ émis par le transducteur au niveau du foyer et s'exprime par l'intégrale de Rayleigh-Sommerfield.

$U_0^-(k_r)$ : est la fonction de réception du transducteur et elle est calculée d'une manière analogue.

D'autre part,  $G(k_r)$  prend une valeur distincte en fonction du type de lentille choisie :

$$\begin{cases} G(k_r) = 2\pi|k_r| & \text{pour le cas sphérique} \\ G(k_r) = 1 & \text{pour le cas cylindrique} \end{cases}$$

**II.7.4. Traitement de la signature acoustique  $V(z)$  :**

Il est très difficile de déterminer directement la vitesse des différents modes à partir de la périodicité de la signature acoustique: En effet, cette courbe est la superposition des différents modes de surface et de la réponse intrinsèque de la lentille.

Le signal  $V(z)$  peut être traité selon certaines manières dans le but de l'exploiter judicieusement et afin d'extraire avec précision la vitesse des différents modes pour en tirer des propriétés physiques du matériau étudié.

Il existe plusieurs techniques de traitement de la signature acoustique  $V(z)$  que nous allons donner un aperçu des plus importantes.

**II.7.4.1. La soustraction de la réponse de lentille :**

Kuchibiki [22] montre que la signature acoustique  $V(z)$  est la somme de deux fonctions (fig. II-20a, 20b) :

- la fonction de transfert, appelée commodément réponse de la lentille:  $V_L(z)$ .
- la fonction caractéristique de l'échantillon  $V_I(z)$ .

$$V(z) = V_L(z) + V_I(z) \quad (\text{II-95})$$

La courbe correspondante à la fonction de transfert est directement liée à la diffraction qui est fonction de l'ouverture de la lentille. Cette courbe peut-être obtenue sur un échantillon parfaitement réfléchissant (or ou téflon) ou le coefficient de réflexion  $R(\theta)$  est égale à l'unité [25]. La réponse  $V_I(z)$  dépend exclusivement de l'échantillon. Elle est obtenue en soustrayant à la courbe  $V(z)$  la fonction de transfert de la lentille  $V_L(z)$  (fig. II.21-a, b). Après filtrage de  $V_I(z)$  pour réduire les effets des modes indésirables, on obtient la réponse  $V_I'(z)$  à partir de la quelle seront faits les calculs de période ou d'atténuation [51, 52].

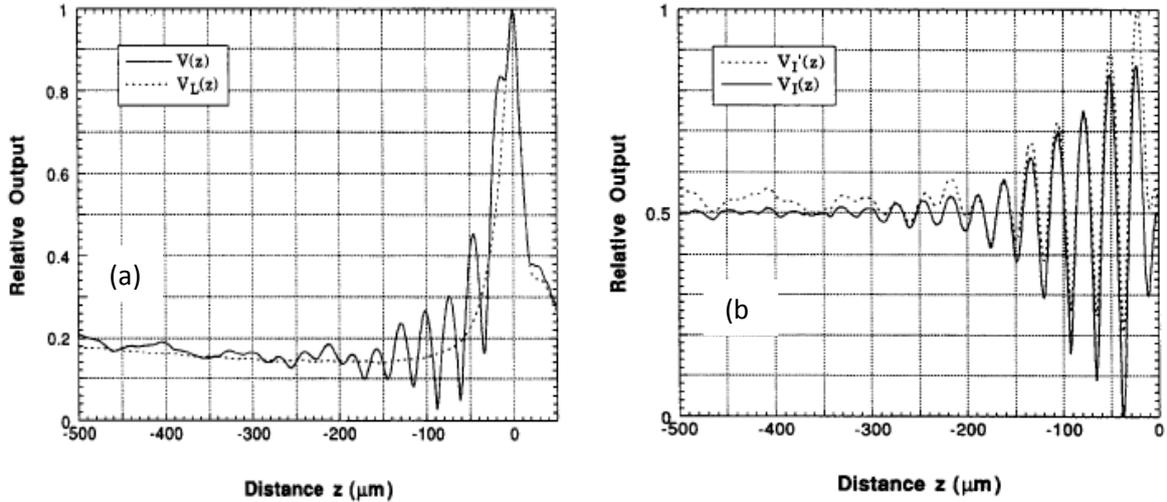


Figure II. 21: Principe de soustraction de la réponse de la lentille [52]

#### II.7.4.2. La Transformée de Fourier Rapide (FFT):

Une des méthodes les plus connues et largement utilisée pour le traitement numérique de  $V(z)$  est la Transformée de Fourier Rapide (FFT).

Ce traitement permet de décerner les différents pics singuliers du spectre discret de  $V(z)$  et qui correspondent aux différents modes de propagation de l'onde acoustique. C'est ainsi qu'on peut déterminer les vitesses de propagation de surface et de volume.

Le signal acoustique  $V(z)$  est en fait une transformée de Fourier d'une fonction qu'on notera  $Q(t)$ . Si on peut trouver l'expression de cette fonction  $Q$  ainsi que de sa variable  $t$ , alors  $Q(t)$  sera la transformée de Fourier inverse du signal acoustique  $V(z)$  et c'est elle qui nous donnera le spectre de  $V(z)$  (Fig.II.22) [32].

Procédons au changement de variables suivant [4]:

$$t = \frac{\cos \theta}{\pi} \text{ et } u = k_0 z$$

Ce changement nous conduit aux égalités :

$$2k_0 z \cos \theta = 2\pi u t \text{ et } \sin(\theta) \cos \theta d\theta = -\pi^2 t dt$$

qui nous permettent ainsi d'écrire l'expression (II-16) sous la forme :

$$V(u) = \int_{\cos \theta_{\max}}^{\frac{1}{\pi}} Q(t) \exp(-2j\pi u t) dt \quad (\text{II-96})$$

avec:  $Q(t) = P^2(t)R(t)$

Il est donc clair que  $V(u)$  est la transformé de Fourier de la fonction  $Q(t)$ . Le spectre de  $V(u)$  aura comme abscisse  $t$  et par conséquent il est aussi le spectre de  $V(z)$ , ayant comme abscisse  $z$ .

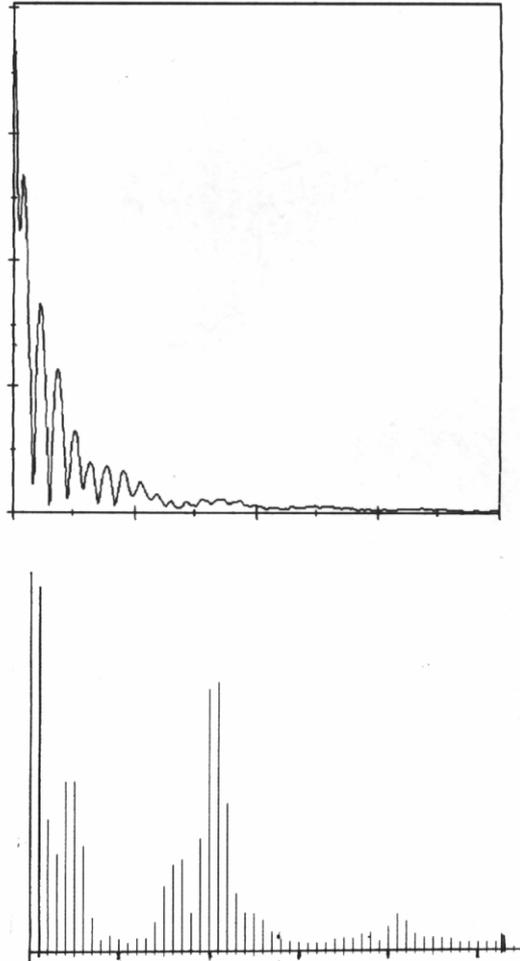


Figure II. 22: Signature acoustique  $V(z)$  théorique et sa FFT correspondante pour le système H2O/AI [100] capteur ouvert à  $50^\circ$ ,  $f = 565$  MHz [32]

Maintenant montrons que cette analyse nous permet de discerner les modes de surface. Pour ce là, prenons le cas le plus simple où un seul mode de surface est généré, celui de Rayleigh.

Dans ce cas, nous distinguons deux discontinuités importantes dans la fonction  $Q(t)$ , la première à  $t_0 = \frac{1}{\pi}$ , car au-dessus de cette valeur,  $Q(t)$  s'annule d'une façon discontinue, et la deuxième est à  $t_R = \frac{\cos \theta_R}{\pi}$ , car à cette valeur la phase de  $R(t)$  change d'une manière discontinue de  $2\pi$ . Cette dernière correspond à l'angle critique de Rayleigh, donnant ainsi la vitesse  $v_R$ .

### II.7.4.3. Traitement de $V(z)$ par la méthode inverse:

Une autre approche de l'étude de La signature acoustique expérimentale  $V(z)$  autre que la FFT, est celle basée sur l'étude de la fonction de réflexion  $R(\theta)$ . Cette fonction est tiré de la signature  $V(z)$ . L'approche consiste à calculer la fonction de réflexion en appliquant à  $V(z)$  la transformée de Fourier inverse (FFT<sup>-1</sup>). Cette méthode est appelée la méthode inverse ou inversion de  $V(z)$ . En effet, en reprenant l'expression (II-19) du  $V(z)$ , nous remarquons que

$Q(t)$  n'est autre que la transformée inverse de  $V(z)$ . Donc, en calculant  $Q(t)$ , nous pouvons déduire la fonction de réflexion  $R(\theta)$  selon l'expression [51]:

$$R(\theta) = \frac{Q(t)}{P^2(\theta)} = \frac{F^{-1}V(z)}{P^2(\theta)} \quad (\text{II-97})$$

où  $F^{-1}$  dénote la transformée de Fourier inverse.

Pour déterminer la fonction de Pupille de la lentille  $P^2(\theta)$  nous calculons  $Q_0(t)$  (transformée de Fourier inverse de  $V_0(z)$ ) d'un matériau complètement réfléchissant tel que l'or ou le Téflon, pour lesquels la fonction de réflexion est égale à l'unité, et par conséquent:

$$P^2(\theta) = Q_0(t) = F^{-1}V_0(z) \quad (\text{II-98})$$

En combinant l'expression (II-20) et (II-21) nous aboutissons en fin à la fonction de réflexion  $R(\theta)$ , soit :

$$R(\theta) = \frac{F^{-1}V(z)}{F^{-1}V_0(z)} \quad (\text{II-99})$$

L'analyse de la phase et du module de  $R(\theta)$  permet de déterminer les différents modes de propagation et leurs vitesses dans le système étudié.

#### II.7.4.4. Le fenêtrage:

Les principales fonctions de la fenêtre de pondération sont d'éviter les discontinuités et de réduire au minimum les ondulations produites par la fenêtre rectangulaire.

Lorsqu'on effectue la Transformée de Fourier Discrète d'un signal, on applique une fenêtre de pondération sur le signal à transformer en multipliant le signal par une fonction afin d'éviter d'avoir un élargissement des raies donc des interférences entre elles.

Il existe un très grand nombre de fenêtre (Annexe), il faut choisir la fenêtre répondant au mieux au but recherché en s'aidant de leurs caractéristiques (atténuation des lobes secondaires, largeur à mi-hauteur, ...etc.).

Les fenêtres de pondération donnent des résultats similaires à la méthode de soustraction de la réponse de la lentille, donc on peut s'affranchir de la mesure de la réponse de la lentille qui doit être effectuée pour tous les échantillons à analyser [51].

### II.8. Atténuation des ultrasons:

L'atténuation acoustique nous permet d'avoir des informations importantes sur les propriétés des matériaux, en particulier les matériaux supraconducteurs. Jusqu'à présent, nous avons négligé l'effet de l'atténuation, mais en réalité il existe toujours des processus irréversibles qui causent l'atténuation de l'onde acoustique. La prise en compte de ce paramètre présente un grand intérêt pour la compréhension des phénomènes physiques qui peuvent interagir et permet également une micro caractérisation plus précise des matériaux.

Comme la vitesse de Rayleigh n'apparaît pas de manière explicite dans la formulation mathématique de la signature acoustique  $V(z)$ , il est clair qu'on ne peut pas introduire directement l'effet de l'atténuation dans ce type d'onde. La génération du mode de Rayleigh se traduit en fait par une brusque variation de la phase dans le coefficient de réflexion  $R(\theta)$ , et ce dernier dépend des vitesses des ondes de compression  $v_l$  et de cisaillement  $v_s$ .

Nous montrons que l'atténuation intervient dans le coefficient de réflexion en considérant des vitesses complexes des ondes de volume [32].

On rappelle que la solution de l'équation de propagation (dans le cas d'un milieu non dispersif), est sous la forme d'une onde progressive de vecteur d'onde  $\vec{k}$  :

$$U = U_0 \exp(j(2\pi ft - kx)) \quad (\text{II-100})$$

Et dans le cas d'un matériau atténuant, la solution est sous la forme d'une onde amortie:

$$U = U_0 \exp(j(2\pi ft + k^* x)) \quad (\text{II-101})$$

avec  $k = k^* + j\alpha$  nombre d'onde complexe (II-102)

en posant  $k = \frac{2\pi f}{v}$  et  $k^* = \frac{2\pi f}{v^*}$

On fait intervenir la vitesse de l'onde  $v$  et une vitesse complexe  $v^*$  qui s'exprime alors par:

$$v^* = \frac{v}{1 + \frac{j\alpha v}{2\pi f}} \quad (\text{II-103})$$

Donc, les vitesses de propagation des ondes de volume  $v_l$ ,  $v_s$  sont respectivement remplacées par  $v_l^*$  et  $v_s^*$  dans la fonction de réflexion.

$$v_l^* = \frac{v_l}{1 + \frac{j\alpha_l v_l}{2\pi f}} \quad \text{et} \quad v_s^* = \frac{v_s}{1 + \frac{j\alpha_s v_s}{2\pi f}} \quad (\text{II-104})$$

Dans les fluides, seul le mode longitudinal peut s'y propager à une vitesse  $v_0$ , pour étudier l'effet de l'atténuation dans le liquide de couplage sur  $R(\theta)$  on utilise le vecteur d'onde et la vitesse complexe:

$$k_0^* = k_0 + j\alpha_0 \quad \text{et} \quad v_0^* = \frac{v_0}{1 + \frac{j\alpha_0 v_0}{2\pi f}} \quad (\text{II-105})$$

Ces fonctions montrent qu'en présence des coefficients d'atténuation du liquide de couplage  $\alpha_0$ , longitudinal  $\alpha_l$  et transversal  $\alpha_s$ , le coefficient de réflexion  $R(\theta)$  est fonction de la fréquence de travail du microscope acoustique.

### II.8.1. L'atténuation dans les fluides:

Dans un fluide réel, plusieurs mécanismes sont à l'origine de la dissipation progressive et irréversible d'une partie de l'énergie acoustique en chaleur:

- **La viscosité:** liée au mouvement relatif des particules adjacentes (frottement interne) ou au frottement du fluide sur les parois.
- **La conductivité thermique:** entre les parties du fluide comprimées, dont la température augmente, et les parties dilatées, dont la température diminue.
- **La relaxation moléculaire:** qui traduit, dans un fluide poly atomique, un couplage et donc un échange d'énergie entre les vibrations de l'onde et les mouvements internes (translation, vibration, rotation) des molécules.

Le coefficient d'atténuation ( $\alpha$ ) peut être donné par la relation [53]:

$$\alpha = \alpha_c + \alpha_m \quad \text{pour} \quad \frac{\alpha}{k} \ll 1 \quad (\text{II-106})$$

Où  $\alpha_c$ : Coefficient d'atténuation classique due à la somme des effets de la viscosité et la conductivité thermique.

$\alpha_m$ : Coefficient d'atténuation due à la relaxation moléculaire.

Le coefficient d'atténuation classique  $\alpha_c$  pour les fluides peut être écrit sous la forme [53]:

$$\frac{\alpha_c}{f^2} = \frac{2\pi^2}{\rho_0 v_0^3} \left[ \frac{4}{3} \eta_s + \eta_v \frac{v_0^2 \beta^2 K T}{j c_p^2} \right] \quad (\text{II-107})$$

Où :  $\rho_0$ : densité du fluide

$v_0$ : vitesse acoustique dans le fluide

$\eta_s$ : viscosité transversale due au cisaillement

$\eta_v$ : viscosité longitudinale due à la compression

$\beta$ : coefficient de dilatation thermique

$K$ : conductivité thermique du fluide

$T$ : température absolue

$c_p$ : chaleur spécifique du fluide

Le coefficient d'atténuation due à la relaxation moléculaire  $\alpha_m$  pour 1 degré de liberté moléculaire dans les fluides peut être écrit sous la forme [53]:

$$\alpha_m = 2 \frac{\mu_{\max}}{v_0} \left( \frac{f_m f^2}{f_m^2 + f^2} \right) \quad (\text{II-108})$$

Où  $f_m$ : fréquence de relaxation

$\mu_{\max}$ : amplitude de la valeur maximale de l'atténuation par longueur d'onde ( $\alpha_m \lambda$ )

$$\mu_{\max} = (\alpha_m \lambda)_{f=f_m} = \frac{\pi}{2} \frac{R C_i}{C_e (C_e + R)} \quad (\text{II-109})$$

$R, C_i, C_e$  des constantes.

L'atténuation ultrasonore suit assez bien la loi exponentielle de la forme :

$$P = P_0 e^{-\alpha x} \quad (\text{II-110})$$

avec  $\alpha$ : coefficient d'atténuation,  $x$ : épaisseur traversée,  $P_0$ : pression initiale,  $P$ : pression après un parcours  $x$  (m).

Le coefficient d'atténuation est défini par :

$$\alpha = \frac{1}{x} \ln \left( \frac{P_0}{P} \right) \quad (\text{exprimé en Nepers/m}) \quad (\text{II-111})$$

Généralement on exprime le coefficient d'atténuation en dB/m défini par la relation :

$$\alpha = \frac{20}{x} \ln \left( \frac{P_0}{P} \right) \quad (\text{exprimé en dB/m, } 1\text{dB} = 0,11513 \text{ Np}) \quad (\text{II-112})$$

Ainsi:  $\alpha(\text{dBm}^{-1}) = 20 \log(e) * \alpha(\text{Npm}^{-1}) \approx 8,7 * \alpha(\text{Npm}^{-1})$

Pour le dioxyde de carbone  $\text{CO}_2$  à une température de  $20^\circ\text{C}$ , une pression de 1 atmosphère et fréquence de  $10\text{kHz}$ .

$$\alpha_c 1,1410^{-3} \text{Npm}^{-1} \quad \text{et} \quad \alpha_m = 2,92 \text{Npm}^{-1}$$

L'absorption due à la relaxation moléculaire pour le  $\text{CO}_2$  est plus de 2000 fois plus grande que l'absorption classique:  $\alpha_m / \alpha_c = 2086$ .

Le coefficient d'atténuation  $\alpha$ , à température ambiante, est :

- dans l'air « ordinaire », de l'ordre de  $1\text{dBm}^{-1}$  à la fréquence de  $0,1\text{MHz}$
- dans l'eau, de l'ordre de  $0,25\text{dBm}^{-1}$  à la fréquence de  $1\text{MHz}$

### II.8.1.1. Effet de la température :

L'absorption dans le liquide de couplage (eau par exemple) varie de façon importante avec la température. De plus, la vitesse de propagation des ondes varie dans l'eau en fonction de la température, il est donc important de connaître exactement cette dernière précisément. Le tableau (II.4) contient les valeurs de la vitesse des ultrasons dans l'eau en fonction de la température [54].

Température (°C)	Vitesse (m/s)
18	1476
18,5	1477,6
19	1479,2
19,5	1480,8
20	1482,4
20,5	1483,9
21	1485,4
21,5	1486,9
22	1488,3
22,5	1489,8
23	1491,2
23,5	1492,6
24	1494
24,5	1495,4
25	1496,7
25,5	1498
26	1499,3
26,5	1500
27	1501,9

**Tab. II.4.** Vitesse des ultrasons dans l'eau en fonction de la température

Les liquides cryogéniques se sont révélés très prometteurs comme liquides de couplage pour l'utilisation de la microscopie acoustique à haute résolution. Ces liquides cryogéniques offrent deux avantages: vitesse de propagation ultrasonore et atténuation très basse ce qui permet d'avoir de meilleures performances en résolution et d'obtenir des images du même type que ceux obtenues par micrographies optiques [16].

La figure (II.23) donne un aperçu sur la variation de l'atténuation des ultrasons dans l'Hélium liquide en fonction de la température à une fréquence de 1GHz

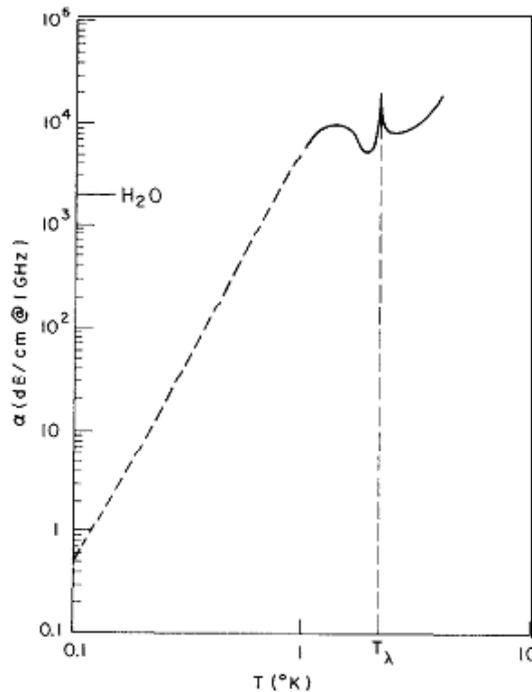


Figure II. 23: Atténuation des ultrasons dans l'Hélium liquide en fonction de la température à une fréquence de 1GHz [16]

### II.8.2. L'atténuation dans les solides:

On peut considérer cette atténuation, en particulier dans les métaux, comme faible en égard aux puissances et aux sensibilités de détection utilisables ; cela explique les grandes possibilités pratiques du contrôle par ultrasons.  $\alpha$  varie de 1dB/m pour l'eau, de 5 à 200 pour les métaux et 500 pour le plexiglas à 2 MHz [55]. Les causes de l'atténuation dans les solides sont de deux types: l'absorption  $\alpha_a$  et la diffusion  $\alpha_d$ , leurs contributions s'additionnent:

$$\alpha = \alpha_a + \alpha_d \quad (\text{II-113})$$

- l'absorption ultrasonore par le milieu, proportionnelle à la fréquence et qui correspond à la dissipation thermique par frottement (figure II.24).

Dans ce cas, le coefficient d'absorption  $\alpha_a$  croît linéairement avec la fréquence:

$$\alpha_a = A f \quad (\text{II-114})$$

A étant une constante dépendant du type d'onde et du matériau.

L'absorption est prédominante dans les matières plastiques et synthétiques.

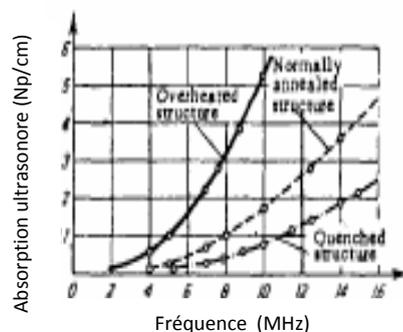


Figure II. 24: Variation de l'absorption des ultrasons en fonction de la fréquence [56]

- la diffusion ultrasonore par le milieu, liée à sa structure, à son anisotropie, à son caractère parfois diphasique; la longueur d'onde, donc la fréquence, est à prendre en compte pour définir les domaines et les lois d'atténuation par diffusion; on montre ainsi que l'atténuation dans un solide poly cristallin simple, de diamètre de grain homogène  $D$ , obéit à des lois connues qui sont différentes selon la valeur du rapport  $\lambda/D$  [57, 58]:

$$\alpha_d \propto D^3 f^4 \quad \text{si } \lambda \gg D \text{ (diffusion de Rayleigh)} \quad (\text{II-115})$$

$$\alpha_d \propto D f^2 \quad \text{si } \lambda \approx D \text{ (diffusion stochastique)} \quad (\text{II-116})$$

$$\alpha_d \propto 1/D \quad \text{si } \lambda \ll D \text{ (diffusion géométrique)} \quad (\text{II-117})$$

On voit ici l'importance que jouent, à la fois, la fréquence des ultrasons et la nature du matériau sur l'atténuation et donc sur la possibilité de mettre en œuvre le contrôle ultrasonore d'un matériau.

### II.8.3. Atténuation de l'onde de Rayleigh:

L'atténuation de l'onde de Rayleigh dans une structure massive est généralement considérée due à la diffusion par les grains de la structure  $\alpha_{GS}$ , l'atténuation de l'onde de surface dans le liquide de couplage  $\alpha_R$ , l'absorption intrinsèque du matériau  $\alpha_{in}$ , la diffusion due à la rugosité de la surface du matériau  $\alpha_{SS}$ , et l'absorption du liquide de couplage  $\alpha_0$  [59, 60]:

$$\alpha = \alpha_{GS} + \alpha_R + \alpha_{in} + \alpha_{SS} + \alpha_0 \quad (\text{II-118})$$

En négligeant  $\alpha_{in}$ ,  $\alpha_0$  et  $\alpha_{SS}$ :

L'atténuation de l'onde de surface dans le liquide de couplage  $\alpha_R$  est fonction du rapport de la densité du liquide et du substrat :

$$\alpha_R = \frac{2\pi\rho_0 s^2 \sqrt{1-sq} (4\rho_s v_R (1+\varepsilon^2))^{-1}}{\left(2s\left(1-\frac{s}{2}\right) - sq\sqrt{1-s} - s\sqrt{\frac{1-sq}{1-s}}\right) \sqrt{\left(\frac{v_R}{v_0}\right)^2 - 1}} \cdot f \quad (\text{II-119})$$

$$q = (v_s/v_l)^2, \quad r = (v_s/v_0)^2, \quad s = (v_R/v_s)^2,$$

$\varepsilon$  : changement de vitesse  $v_{Re_{xp}} = v_{Rth}(1+\varepsilon^2)$  [30].  $\alpha_R$  peut être aussi donné par l'expression approximative [59, 60]:

$$\alpha_R = \frac{\rho_0 v_0^2}{\rho_s v_R^2} \quad (\text{II-120})$$

La diffusion par les grains est donnée par le modèle de Papadakis [58]:

- Dans le domaine des hautes fréquences (où  $\lambda \ll D$ ), l'atténuation est indépendante de la fréquence.
- Dans le domaine stochastique ( $\lambda \approx 2\pi D$ ):

$$\alpha_{GS}^l = \frac{16\pi^2 A^2 D}{525\rho_0^2 v_l^6} \cdot f^2 \quad (m)^{-1} \quad (\text{II-121})$$

$$\alpha_{GS}^s = \frac{4\pi^2 A^2 D}{210\rho_0^2 v_s^6} \cdot f^2 \quad (m)^{-1} \quad (\text{II-122})$$

avec :  $A = C_{11} - C_{12} - 2C_{44}$  et  $D$  est le diamètre du grain.

- Dans le domaine de Rayleigh ( $\lambda \gg 2\pi D$ ):

$$\alpha_{GS}^l = \frac{8\pi^3 VA^2}{375 \rho_0^2 v_l^8} [2 + 3(v_l/v_s)^5] \cdot f^4 \quad (m)^{-1} \quad (II-123)$$

$$\alpha_{GS}^s = \frac{6\pi^3 VA^2}{375 \rho_0^2 v_s^8} [2 + 3(v_l/v_s)^5] \cdot f^4 \quad (m)^{-1} \quad (II-124)$$

où  $V$  est le volume du grain.

L'expression de la diffusion de l'onde de Rayleigh est une fonction de la diffusion de l'onde longitudinale et transversale:

$$\alpha_R = \alpha_l C \left( \frac{v_l}{v_R} \right) + \alpha_s (1-C) \left( \frac{v_s}{v_R} \right) \quad (II-125)$$

Où :  $C$  dépend du coefficient de poisson,  $\frac{\alpha_s}{\alpha_l} = \left( \frac{3}{4} \right) \left( \frac{v_s}{v_R} \right)^3$

Dans le cas de l'acier inoxydable le calcul théorique de l'atténuation donne :

$$\alpha_{th} = \alpha_{GS} + \alpha_R = 37 + 64 = 101 \text{ dB/cm}$$

avec:  $v_l = 5257$  m/s,  $v_s = 3250$  m/s,  $v_R = 2950$  m/s,  $A = 0,42 \cdot 10^{10}$  N.m<sup>-2</sup>

#### **II.8.4. Mesure de l'atténuation de l'onde de surface à partir du $V(z)$ :**

L'atténuation de l'onde de surface est liée à  $\delta$ , la décroissance exponentiel de la courbe de la signature acoustique  $V(z)$  et à  $\alpha_0$ , l'atténuation due à la propagation dans le fluide:

$$\alpha = \delta / (2 \tan \theta_R) + \alpha_0 / \sin \theta_R \quad (II-126)$$

où:  $\theta_R$  est l'angle de génération du mode de surface

Pour la présentation des résultats, le coefficient d'atténuation normalisé  $\gamma$  est souvent utilisé :

$$\gamma = \frac{\alpha v_R}{2\pi f} \quad (II-127)$$

où:  $v_R$  est la vitesse de propagation de l'onde.

#### **II.8.5. Effet de l'atténuation sur le coefficient de réflexion $R(\theta)$ :**

Mott montre que le fait de considérer des matériaux atténuants entraîne la diminution du pouvoir réflecteur au voisinage de l'angle de Rayleigh [61].

Les valeurs de  $\alpha_l$  et  $\alpha_s$  sont constantes à une fréquence donnée. Une comparaison de l'amplitude de  $R(\theta)$  avec et sans atténuation a permis à MOTT de mettre en évidence une nette différence au niveau de l'angle de Rayleigh,  $\theta_R$  qui se traduit par un minimum du module de  $R(\theta)$  ( $\Gamma_{\min}$ ) pour une fréquence critique.

Mott a développé une expression (II.51) du pouvoir réflecteur au voisinage de l'angle de Rayleigh en considérant  $\alpha_l \approx \alpha_s / 2$  et  $\alpha_0 \ll \alpha_l$  [3,14].

$$R_{\min} = \Gamma_{\min} \approx \left| \frac{1 - 43p}{1 + 43p} \right| \quad (II-128)$$

avec:  $p = \frac{\alpha}{87f}$  où  $\alpha$  est l'atténuation en dB/cm et  $f$  la fréquence en MHz .

Atalar prend le cas du liquide atténuant et montre que pour quelques valeurs critiques de l'atténuation du liquide  $\alpha_0$ , l'amplitude du coefficient de réflexion au voisinage de l'angle de Rayleigh a un pic et sa valeur est supérieure à l'unité (figure II.25). La présence de ce pic est

expliquée par le déplacement de Schoch, et l'amplitude de ce pic dépend de l'atténuation du liquide  $\alpha_0$  et tend vers l'infini pour quelques valeurs critiques de l'atténuation [61].

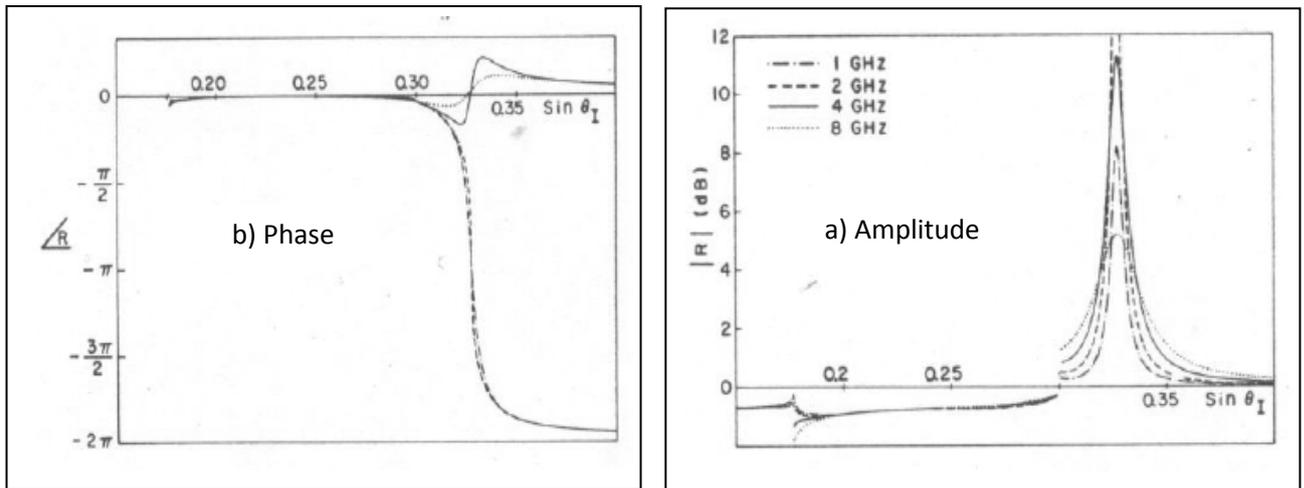


Figure II. 25: Variation du coefficient de réflexion en fonction de  $\sin \theta_1$  pour le système (Eau/YAG (grenat d'yttrium aluminium)) à 1, 2, 4, 8 GHz [61].

### II.8.6. Effet de l'atténuation sur la signature acoustique $V(z)$ :

L'atténuation mesurée à partir de la signature acoustique reflète à la fois l'efficacité de réémission des ondes dans le liquide de couplage et l'atténuation de l'onde à la surface du matériau [62, 63]. Cette dernière dépendra de l'absorption du matériau, de l'état de surface (polissage) et des diffusions dues aux grains, joints de grains, ou bien les structures en surface.

L'effet de l'atténuation sur le  $V(z)$  a été étudié théoriquement pour une même vitesse constante [64]. Pour  $\gamma$  compris entre  $1 \cdot 10^{-2}$  et  $2 \cdot 10^{-2}$ , la forme du  $V(z)$  n'est pas affectée et les maxima et les minima sont bien marqués. Si  $\gamma$  diminue beaucoup par rapport à ces valeurs, il y a un écrasement des minima et des maxima. Au contraire, lorsque  $\gamma$  augmente, l'amplitude des premières oscillations augmente par contre, le nombre d'arches diminue car les pics s'atténuent très rapidement. Dans aucun des cas, la période n'est affectée.

L'atténuation de la courbe dépend de plusieurs paramètres:

- \* l'absorption dans le liquide.
- \* l'absorption dans le solide.
- \* le rapport des impédances liquide/solide.

Ce dernier paramètre est le plus important; c'est de lui que dépend l'efficacité pour exciter les ondes et les réémettre dans le liquide.

### II.8.7. Rapport entre atténuation et porosité :

Les milieux poreux sont des matériaux composites présentant deux phases l'une solide, correspondant à la matrice ou squelette constituée de grains à structure cristalline variée et l'autre fluide, correspondant au gaz ou liquide interpénétrant les espaces entre grains.

Dans le cas le plus courant, les vides inters granulaires sont remplis d'air ou d'eau. Cette hétérogénéité de structure implique au niveau microscopique un comportement physique propre aux fluides qui la traversent et les propriétés acoustiques qui en dérivent, induisent une dispersion des vitesses et de l'absorption, dues aux mouvements relatifs du solide et du fluide [65].

Le domaine des matériaux poreux est très vaste puisqu'il concerne autant les matériaux poreux naturels (pierre, sol, sable, sédiments, ... etc.) que synthétiques (semi-conducteurs poreux, verre et métaux frittés, aérogels, ciments, mortiers, béton, brique, ... etc.) (Fig. II.26) [66].

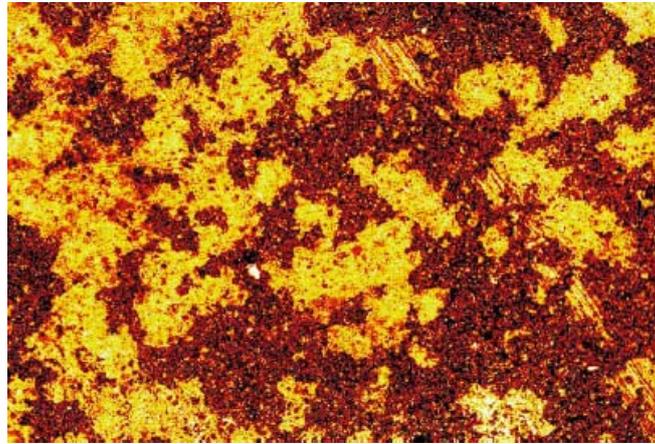


Figure II. 26: Image acoustique d'un échantillon de ciment à 600 MHz (1000 x 700 µm<sup>2</sup>)

Des modèles théoriques ont été mis au point pour interpréter ces résultats et sont en accord avec l'expérience. L'étalonnage vitesse-porosité peut être utilisé pour repérer l'état de porosité d'une pierre ou déterminer les effets d'un traitement ou d'un revêtement de protection, ces techniques étant applicables aux ciments, mortiers, béton, brique, etc. [66].

En considérant que le milieu poreux est saturé, que les phases fluide et solide sont continues, et que la porosité est isotrope et uniforme, on définit la porosité par le rapport [65]:

$$P = \frac{V_v}{V_t} \quad (\text{II-129})$$

où  $V_v$  représente le volume des pores et  $V_t$  le volume total du milieu.

Plusieurs modèles permettent de décrire les matériaux poreux:

- modèle empirique de Delany et Bazley [67].
- modèle physique de fluide équivalent ( Johnson-Champoux-Allard [67] ) à 5 paramètres : porosité, résistivité, tortuosité, longueurs caractéristiques visqueuse et thermique.
- modèle physique poroélastique ( Biot-Allard [67] ) : même description des couplages visco-thermiques que pour le modèle de " fluide équivalent " avec prise en compte de la déformation du squelette et du couplage élastique entre les deux phases.
- modèle physique simplifié : réduction à 2 paramètres (porosité, résistivité) pour les couplages visco-thermiques dans les modèles de fluide équivalent et poroélastique.

On étudie l'effet de la porosité en utilisant le taux de porosité  $p$  dans la fonction de réflexion en remplaçant les vitesses de propagation des ondes de volume et la densité du matériau non poreux  $v_{l0}$ ,  $v_{s0}$  et  $\rho_0$  respectivement par  $v_l$ ,  $v_s$  et  $\rho$ :

$$v_l = v_{l0}(1-p)^m \quad (\text{II-130})$$

$$v_s = v_{s0}(1-p)^m \quad (\text{II-131})$$

$$\rho = \rho_0(1-p) \quad (\text{II-132})$$

où  $m$  : est une constante empirique [68].

Sans vouloir entrer dans trop de détails, signalons que l'observation et la caractérisation micro acoustique des matériaux poreux ont pour pivot la taille des pores par rapport à la longueur d'onde acoustique. Lorsque ce rapport est bien plus petit que 1, le matériau peut être considéré comme globalement homogène et les techniques de signature acoustique  $V(z)$  peuvent être utilisées pour la caractérisation. Dans le cas contraire, les pores sont des discontinuités macroscopiques et l'analyse concerne la matrice non poreuse. Dans le premier cas, nous observons une forte décroissance de la vitesse de l'onde de surface (période des arches) avec la porosité (Fig. II.27). La figure (II.28) montre une forte décroissance des vitesses de tous les modes de surface et de volume avec la porosité [68, 69].

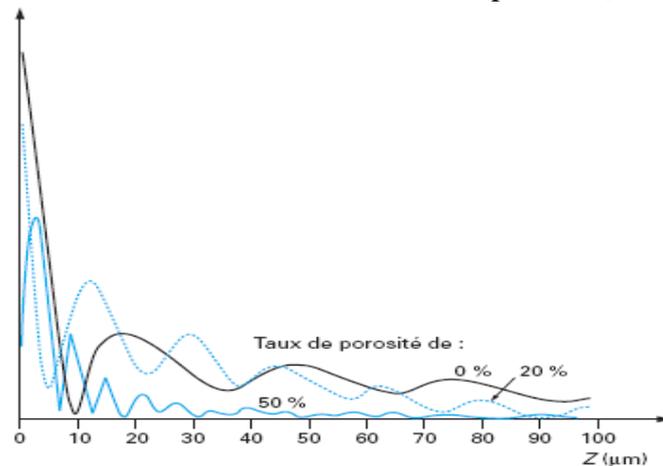


Figure II. 27: Signature acoustique du silicium poreux [68, 69]

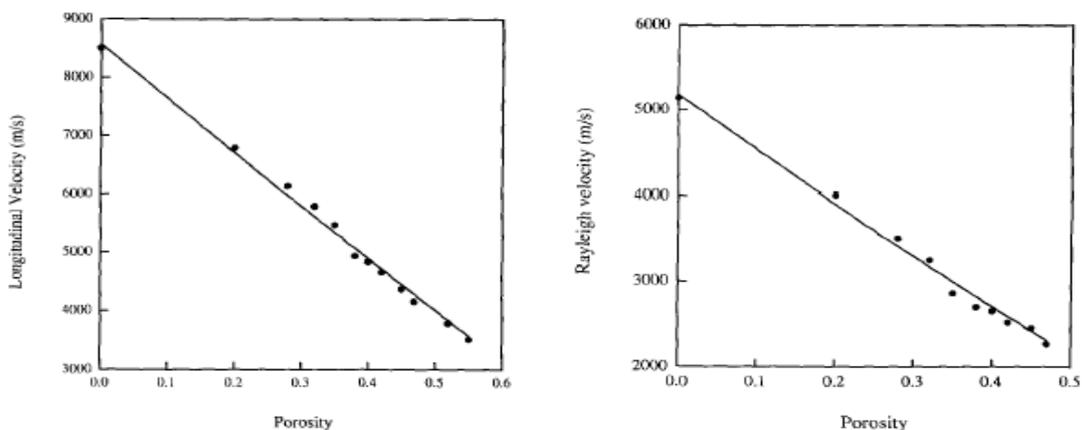


Figure II. 28: Vitesses des modes du système eau/silicium pour différentes valeur du taux de porosité ( $f = 600 \text{ MHz}$ ) [69]

L'atténuation a été étudiée expérimentalement pour différentes valeurs du taux de porosité  $p$ . La variation de l'atténuation en fonction de la fréquence est donnée par:  $\alpha = f^n$  où  $n$ : est une constante empirique compris entre 1,3 et 1,8 et qui dépend de la porosité [69, 70].

La figure (II.29) montre la variation de l'atténuation en fonction de la fréquence pour un matériau céramique piézoélectrique dense et pour un céramique poreux avec un taux de porosité ( $p = 0,5$ ).

On remarque que l'atténuation dans le matériau poreux est beaucoup plus forte que dans le matériau dense et cela s'explique par le fait que le matériau dense peut être considéré comme homogène.

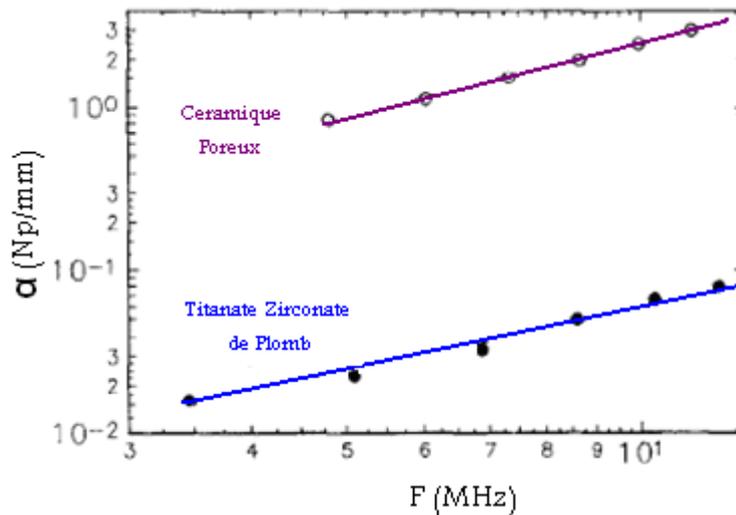


Figure II. 29: Variation de l'atténuation en fonction de la fréquence pour un matériau céramique piézoélectrique dense et pour un céramique poreux avec ( $\rho = 0,5$ ) [70]

### II.8.8. Techniques de mesure ultrasonore

Les mesures de vitesse et d'atténuation ultrasonores peuvent être effectuées à l'aide de deux techniques différentes. La première technique, dite méthode de recouvrement d'échos est la technique traditionnelle et s'effectue à l'aide d'un spectre multi-échos, des impulsions acoustiques se propageant et se réfléchissant de multiples fois entre deux faces parallèles de l'échantillon. En tenant compte de la longueur de l'échantillon ainsi que du délai entre les échos successifs, on peut calculer la vitesse ultrasonore tandis que la décroissance exponentielle de l'amplitude fournit une estimation de l'atténuation. Cette méthode est assez exigeante : l'atténuation du matériau ne doit pas être trop grande si on désire avoir plusieurs échos pour une bonne mesure de vitesse et certaines difficultés, telles que la diffraction de l'onde ultrasonore ou des effets d'interférence liés au parallélisme des faces, surviennent rapidement. La seconde technique, dite d'interférométrie. Cette technique présente beaucoup d'avantages : elle permet de s'affranchir de ces difficultés et elle donne aussi la possibilité de mesurer simultanément la vitesse et l'atténuation ultrasonores tout en offrant une meilleure sensibilité [9].

#### II.8.8.1. Principe de la mesure ultrasonore :

La technique d'interférométrie acoustique présente beaucoup d'avantages sur celle dite du recouvrement d'échos, dont celui d'être plus précise. Son principe de fonctionnement consiste de manière générale à mesurer le déphasage entre le signal provenant de l'échantillon et un signal de référence. Ce déphasage est proportionnel au temps mis par l'onde pour voyager dans le matériau et il existe donc une relation simple entre le déphasage et la vitesse de l'onde. Un détecteur de phase mesure le déphasage entre le signal de référence et le signal provenant de l'échantillon qui engendre un retard acoustique. Le déphasage produit par l'échantillon est inversement proportionnel à la vitesse de l'onde et s'exprime sous la forme suivante :

$$\Phi = \frac{2\pi f(2nL)}{v} \quad (\text{II-133})$$

$n$  étant le nombre d'aller-retours effectués par le  $n^{\text{ième}}$  écho,  $L$  la longueur de l'échantillon (traversée par le signal),  $f$  la fréquence de l'onde et  $v$  sa vitesse.

Une boucle de rétroaction, contrôlée par ordinateur, s'effectue ensuite afin de conserver entre les deux signaux une différence de phase constante lors de la variation des paramètres externes, tels que la température et le champ magnétique.

On a alors la relation suivante :

$$\frac{\Delta f}{f} = \frac{\Delta L}{L} = \frac{\Delta v}{v} \quad (\text{II-134})$$

Cette expression obtenue en maintenant un  $\Delta\Phi$  nul permet de relier les changements de vitesse aux changements de fréquence et de longueur de l'échantillon. Les variations de fréquence sont contrôlées par la boucle de rétroaction et sont donc connues. Les variations de longueur de l'échantillon, dues à la dilatation thermique, restent quant à elles faibles comparativement aux variations de fréquence et elles ont été négligées par la suite. Il s'ensuit que les variations de vitesse sont proportionnelles aux variations de fréquence mesurées. Il faut ajouter aussi qu'étant donné que nous nous intéressons à la mesure relative, cette technique ne nécessite nullement un détecteur de phase calibré. Pour obtenir les variations de vitesse, il nous suffit de connaître avec précision les variations de fréquence [9]. La figure (Fig. II.30) montre les variations du coefficient d'atténuation transversale en fonction de la température près de la température critique  $T_c$  pour le matériau supraconducteur  $\text{UPt}_3$  [71].

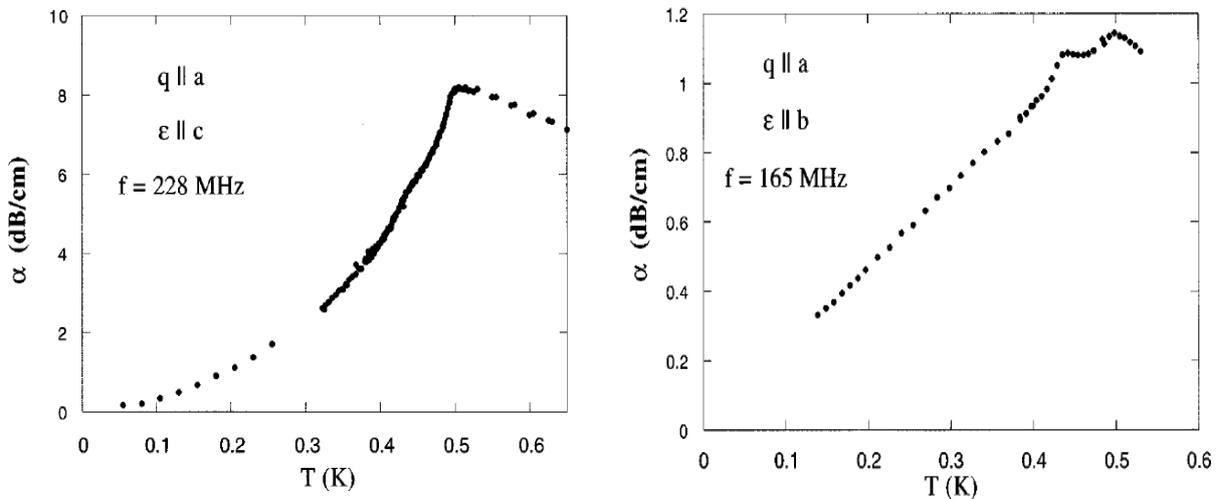


Figure II. 30: Variation de l'atténuation transversale en fonction de la température [71]

### II.8.9. Atténuation ultrasonore dans les matériaux supraconducteurs

L'atténuation ultrasonore dans les supraconducteurs a été l'un des premiers phénomènes à être étudié à la fois expérimentalement et théoriquement. Ceci est dû au grand nombre d'informations que cette méthode permet de recueillir sur le supraconducteur. A très basses températures, le mécanisme d'atténuation majeur pour les ondes ultrasonores est leur interaction avec les électrons. Dans l'état supraconducteur, à des températures pas trop proches de  $T_c$ , seules les quasi-particules au-dessus du gap  $\Delta(T)$  peuvent absorber l'énergie des ondes ultrasonores (on rappelle que l'état supraconducteur est caractérisé par l'ouverture d'un gap au niveau de Fermi). Les états au-dessous du gap sont occupés par les paires de Cooper tandis que les états au-dessus sont occupés par ce que l'on appelle les quasi-particules (des électrons normaux, encore dénommés excitations) pouvant provenir de la brisure d'une paire,  $2\Delta$  (la valeur du gap) étant l'énergie minimale nécessaire à la rupture d'une paire de Cooper). Le processus d'absorption des ondes ultrasonores peut donc être vu comme une absorption directe des quanta de sons par les excitations, au moyen du phénomène de diffusion avec conservation de l'énergie et du vecteur d'onde lors de la diffusion.

Si l'on fait l'hypothèse que l'interaction entre les quasi-particules et les phonons est identique à l'état normal et à l'état supraconducteur, alors le rapport des coefficients d'atténuation  $\alpha_s/\alpha_n$ , ( $\alpha_s$  coefficient d'atténuation pour l'état supraconducteur et  $\alpha_n$  coefficient d'atténuation pour l'état normal) ne doit dépendre que du nombre relatif de quasi-particules au-dessus du niveau de Fermi.

On trouve [9, 12, 72]: 
$$\frac{\alpha_s}{\alpha_n} = \frac{2}{\exp(\Delta/K_B T) + 1} \quad (\text{II-135})$$

Cette relation peut être obtenue à partir du formalisme BCS. Si on suppose le gap  $\Delta(T)$  isotrope, l'expression (II-129) est valide pour les ondes longitudinales avec des valeurs arbitraires pour  $ql$ ,  $l$  étant le libre parcours moyen des quasi-particules et  $q$  le vecteur d'onde ultrasonore. Il importe de signaler que l'on retrouve dans le phénomène d'atténuation des ondes ultrasonores longitudinales l'influence des facteurs de cohérence. L'atténuation ultrasonore correspond aux facteurs de cohérence de type I, ce qui fait qu'elle décroît de manière rapide au-dessous de  $T_c$  sans présenter de pic de cohérence (caractéristique propre, quant à lui, des facteurs de cohérence de type II).

L'atténuation dans le métal normal est due principalement aux électrons de conduction et on s'attend donc à ce qu'une diminution de la température jusqu'au-dessous de  $T_c$ , s'accompagne d'une diminution rapide de l'atténuation ultrasonore longitudinale. L'équation (II-129) montre que le supraconducteur absorbe l'onde plus faiblement que le métal normal. Au zéro absolu,  $\alpha_s = 0$ , ce qui signifie qu'il n'y a aucune absorption. Physiquement, ceci s'explique par la présence du gap : un quanta de son possédant une faible énergie ne peut pas exciter le système électronique. L'atténuation chute de manière exponentielle selon

$\exp\left(\frac{\Delta}{K_B T}\right)$  à zéro aux basses températures parce que le gap rend l'occupation exponentiellement petite pour toutes les excitations aux basses températures, La diminution de l'atténuation lorsque la température est descendue juste au-dessous de  $T_c$  est due à deux effets. Le premier est la diminution du nombre des excitations disponibles pour absorber les phonons. Le second est le facteur de cohérence (de type I) qui décroît aussi avec la température. Ces deux effets s'associent et l'emportent sur l'effet de l'augmentation de la densité d'états. La chute est plus rapide que celle attendue avec le modèle à deux fluides et ceci n'a pu être expliqué qu'avec la théorie BCS et l'intervention des facteurs de cohérence.

Il importe de préciser que cette explication simple ne prend pas en compte les effets des collisions des électrons et suppose que le libre parcours moyen des électrons est infini (plus précisément,  $ql \gg l$ ). Si le libre parcours devient comparable à la longueur d'onde, la théorie est plus compliquée. L'explication fournie suppose aussi que le gap est isotrope. Comme il y a conservation de l'énergie et du vecteur d'onde et que  $q$  est beaucoup plus petit que  $K_F$ , le vecteur d'onde de Fermi, les électrons qui peuvent absorber les phonons se situent près de la surface de Fermi et se déplacent dans une direction perpendiculaire à la vitesse de l'onde [9].

### **II.8.10. Propriétés élastiques des matériaux supraconducteurs**

Les variations des modules d'élasticités en fonction de la température d'un solide à basse température, ont été prédites théoriquement par plusieurs auteurs et selon eux, la dépendance de la température des constantes élastiques devrait résulter de la variation de l'énergie potentielle due à l'anharmonicité [73].

Watchman et al. [74, 75] ont été les premiers à expliquer, la variation du module Young avec la température de certains matériaux dans une gamme de température variant de 100-1300 K. Selon eux, la variation des modules d'élasticités d'un matériau en fonction la

température est donnée par l'équation suivante: 
$$E(T) = E_0 - BT e^{\left(\frac{-T_0}{T}\right)} \quad (\text{II-136})$$

où:  $E_0$  est le module d'élasticité d'un échantillon à 0 K et  $B$  et  $T_0$  sont des constantes.

La variation du comportement élastique de différents types de matériaux, en particulier les métaux en fonction de la température, ont été proposé par Varshni [76]:

$$C_{ij}(T) = C_{ij}(0) - \frac{S}{e^{\frac{t}{T}} - 1} \quad (\text{II-137})$$

$$C_{ij}(T) = C_{ij}(0) - \frac{ST^2}{T + C} \quad (\text{II-138})$$

où:  $C_{ij}(T)$  et  $C_{ij}(0)$  sont le module d'élasticité d'un échantillon à 0 °K et à une température donnée T et S et t sont des constantes.

Varshni a examiné l'applicabilité de non seulement de ses deux équations, mais aussi celle proposé par Watchman et a observé que tous étaient en mesure de prédire la variation des modules d'élasticité en fonction de la température d'un certain nombre de matériaux avec précision uniquement pour des températures supérieures à  $T > \frac{\theta_D}{50}$ , où  $\theta_D$  est la température de

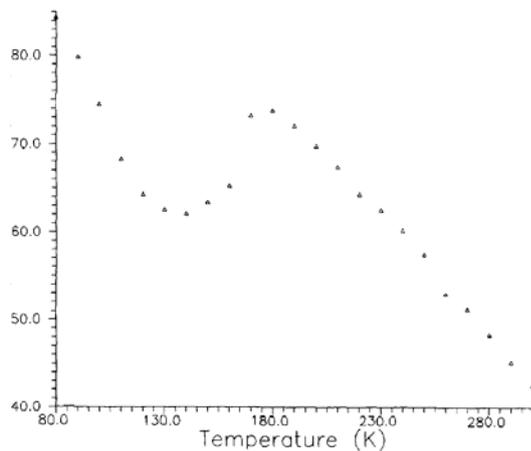
Debye du matériau. Tandis que pour les variations des modules d'élasticités aux basses et hautes températures autre approche simplifiée a été donnée par Lakkad [77]:

$$E(T) = E_0 \left\{ 1 - kF\left(\frac{T}{\theta_D}\right) \right\} \quad (\text{II-139})$$

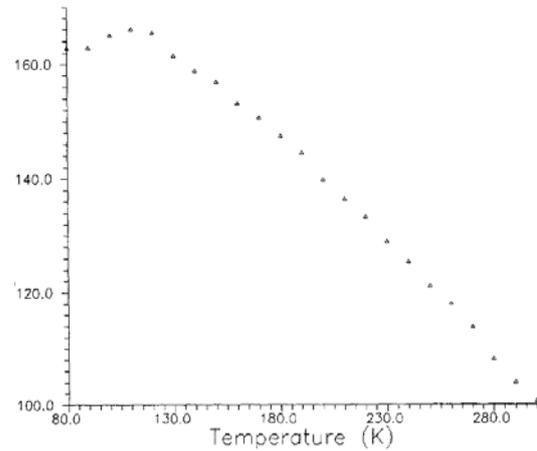
où :  $E_0$  est la constante élastique à 0 K et  $k$  est une constante,

$$F\left(\frac{T}{\theta_D}\right) = 3 \left(\frac{T}{\theta_D}\right)^4 \left\{ x^3 (\exp(x) - 1)^{-1} \right\} dx \text{ avec } x = \frac{h\nu}{kT}$$

Cette méthode présente un avantage puisque si on connaît deux valeurs des constantes élastiques à deux températures différentes ainsi que la température de Debye  $\theta_D$  d'un matériau, on peut prédire les constantes élastiques sur la gamme toute entière de température. Ces modèles cités précédemment sont confirmés par les résultats expérimentaux [73], dont on représente ci-dessous sur les figures (II.31 et II.32) de deux échantillons.



**Figure II. 32a: Variation du module de Young en fonction de la température pour le matériau supraconducteur Bi-Pb-223/Ag [73]**



**Figure II. 31b: Variation du module de Young en fonction de la température pour le matériau supraconducteur Y-123 [73]**

# Chapitre III

## Résultats et discussions

### III.1. Introduction:

Dans les chapitres précédents nous avons exposé les modèles de calcul de la signature acoustique  $V(z)$ , du coefficient de réflexion  $R(\theta)$  et des vitesses de propagation des différents modes de surface en prenant en considération les coefficients d'atténuation transversale et longitudinale pour les différents types de matériaux.

Le but de ce travail est de pouvoir déterminer les modes de surface générés ainsi que d'étudier l'effet de l'atténuation longitudinale et transversale sur ces modes de propagation dans notre système considéré. D'où nous avons choisi des systèmes fréquents pour pouvoir valider nos résultats. Si dans les matériaux massifs un seul mode de surface est généré, dans les matériaux revêtus on peut dénombrer une multitude de modes [43].

Le nombre et la nature des ondes de surfaces générées à la surface du système monocouche dépendent essentiellement du rapport des vitesses transversales de l'onde acoustique dans la couche et dans le substrat. En effet, si la propagation du mode transversal est plus rapide dans la couche ( $V_{Sl} > V_S$ ) (exemple: le système Acier/Cr), seul le mode de Rayleigh apparaît [48].

Dans ce cas, la vitesse de l'onde de surface (Rayleigh) est facilement déterminée à partir soit de la phase du coefficient de réflexion  $R(\theta)$ , soit de la signature acoustique  $V(z)$ , dans le cas où l'onde est moins rapide dans la couche que dans le substrat ( $V_{Sl} < V_S$ ) (exemple: le système Al/Si), plusieurs modes de surface apparaissent. Il est pratiquement difficile de différencier la nature de ces modes à partir du  $V(z)$  ou du coefficient  $R(\theta)$  ce qui nous impose à utiliser la transformée rapide de Fourier pour le traitement numérique de la signature acoustique.

On distinguera deux cas si on compare les valeurs des vitesses des modes transversal et longitudinal pour différents matériaux avec la vitesse de l'onde acoustique dans le liquide de couplage (par exemple l'eau):

- cas où tous les modes de l'onde acoustique peuvent se propager dans le solide, *i.e.* la vitesse de l'onde dans le liquide est inférieure à celle du mode transversal dans le solide ( $V_0 > V_S$ ) (exemple: Acier, Chrome...)
- cas où seul le mode longitudinal se propage dans le substrat, ce qui revient à dire que la vitesse de propagation dans le liquide est intermédiaire entre les vitesses des deux modes transversal et longitudinal ( $V_S < V_0 < V_l$ ) (exemple: PMMA, polystyrène).

On remarque si ( $V_S < V_l < V_0$ ) aucun mode ne pourrait se propager dans le solide ce qui est très rare, du fait que la vitesse de l'onde acoustique dans le liquide est pratiquement inférieure à celle du mode longitudinal dans le solide, sauf pour le cas du téflon ( $V_l = 1390 \text{ m s}^{-1}$ ,  $V_0 = 1500 \text{ m s}^{-1}$ ), où la réflexion est totale, ce qui explique son utilisation comme étalon pour la détermination expérimentale de la fonction de pupille du système acoustique [51].

### III.2. Etude des structures monocouches

Dans les matériaux monocouches plusieurs modes de surfaces sont générés, le nombre et la nature de ces modes dépendent essentiellement du rapport des vitesses transversales de l'onde acoustique dans la couche et dans le substrat. En effet, si la propagation du mode transversal est plus rapide dans la couche ( $V_{Sl} > V_S$ ) (exemple: le système Acier/Cr), alors seul le mode de Rayleigh apparaît. Dans ce cas, la vitesse de l'onde de surface (Rayleigh) est facilement déterminée à partir de la phase du coefficient de réflexion, dans le cas où l'onde est moins rapide dans la couche que dans le substrat ( $V_{Sl} < V_S$ ) (cas du système Al/Si), plusieurs modes apparaissent. Ce qui nous a emmené à faire l'étude de ces deux cas.

#### III.2. 1. Etude du cas 'couche plus rapide que le substrat'

La fonction de réflexion  $R(\theta)$  dépend non seulement de la fréquence  $f$  de travail mais aussi de l'épaisseur ( $d$ ) de la couche. Donc pour une épaisseur ( $d$ ) les tracés du module et de la phase de  $R(\theta)$  à des fréquences variables montrent l'effet de dispersion de deux modes (mode transversal et Rayleigh) que l'on représente sur la figure III.1.

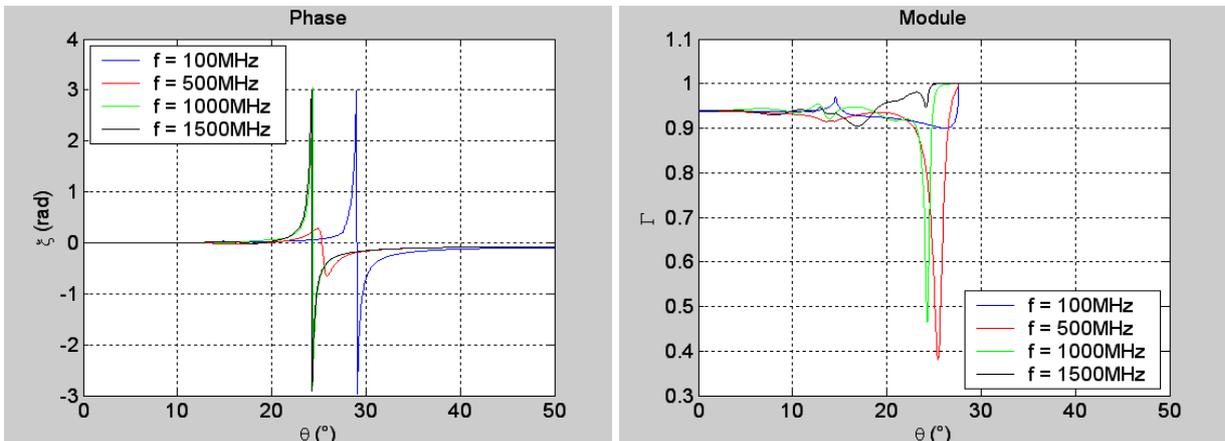


Figure III 1: Fonction de réflexion du système acier/chrome pour différentes fréquences ( $d = 4\mu m$ )

A partir des graphes de  $R(\theta)$ , nous avons tracé les courbes de dispersions de la vitesse du mode transversal et celle du mode de Rayleigh (figure III.2).

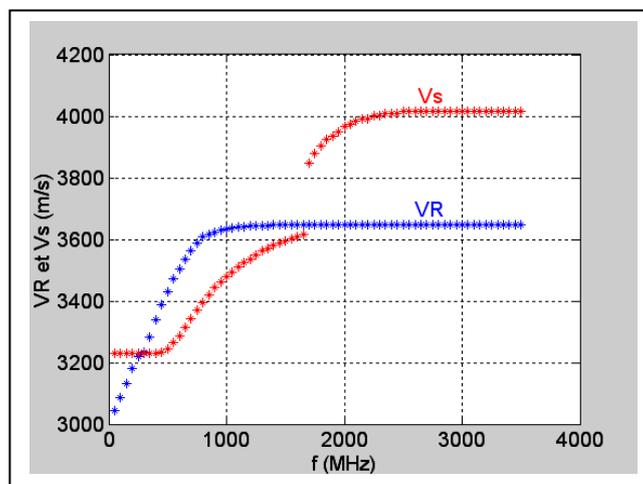


Figure III 2: Dispersion des vitesses transversale et Rayleigh pour une épaisseur de ( $d = 4\mu m$ ) de chrome

Les courbes de cette figure illustrent bien l'effet de dispersion pour le système hétérogène Cr/Fr étudié. Cet effet disparaît au-delà d'une fréquence de travail de 1250 MHz pour le mode de Rayleigh et de 2500 MHz pour le mode transversal.

Ce qui nous emmène a montré les effets de l'atténuation transversale et longitudinale sur l'amplitude et la phase de  $R(\theta)$  du système Cr/Fe dont nous étudions les cas suivants :

- 1) On utilise l'atténuation uniquement du substrat (figures III.3 et III.4).
- 2) On utilise l'atténuation uniquement de la couche mince (figures III.5 et III.6).

Dans le premier cas, on utilise uniquement l'atténuation transversale du substrat  $\alpha_s \neq 0$  d'où l'on remarque que l'amplitude de  $R(\theta)$  au voisinage de l'angle de Rayleigh diminue jusqu'à une valeur critique de l'atténuation transversale du substrat (notée  $\alpha_s$ ), puis elle augmente en fonction de  $\alpha_s$ , ce que l'on montre sur la figure (III.3).

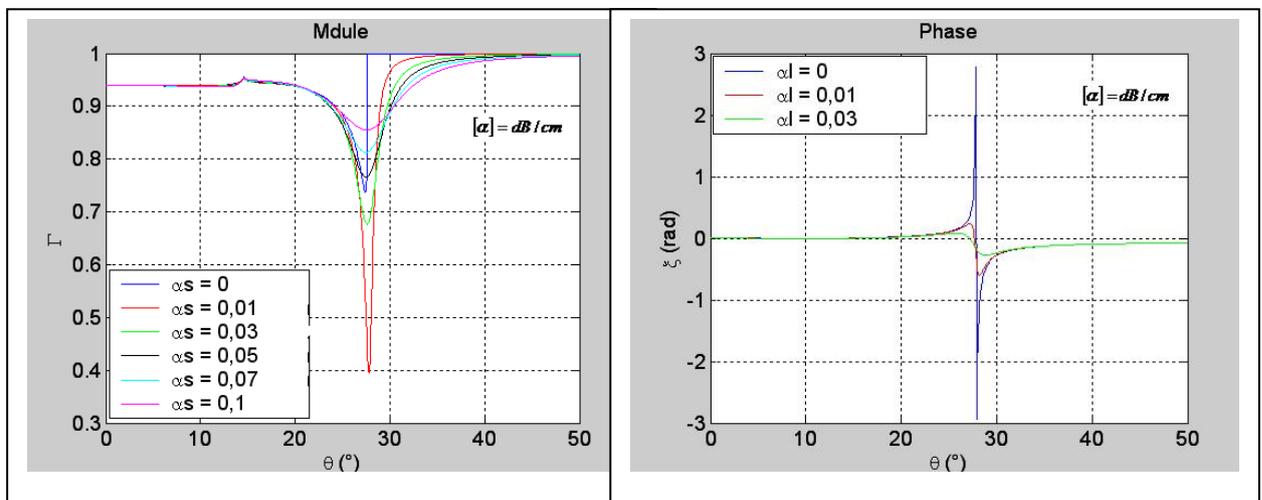


Figure III 3: Pouvoir réflecteur  $R(\theta)$  du système Cr / Fe pour  $\alpha_s \neq 0$  ( $d = 4 \mu\text{m}$  ;  $f = 225 \text{ MHz}$ )

Si l'on considère l'atténuation longitudinale du substrat ( $\alpha_l \neq 0$ ) tous les modes sont stables sauf le mode longitudinale qui est perturbé et difficilement détectable  $\alpha_l$  (figure III.4).

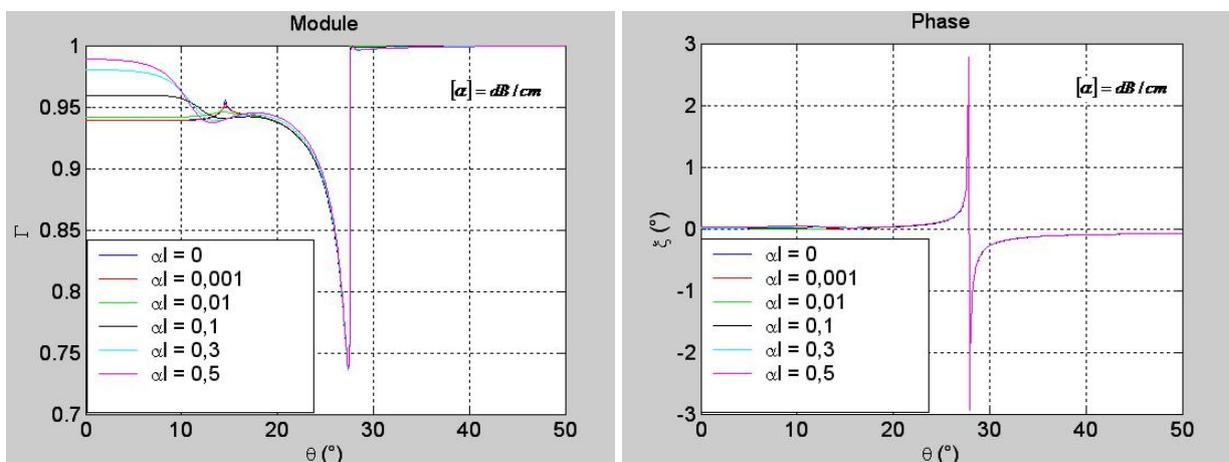


Figure III 4: Pouvoir réflecteur  $R(\theta)$  du système Cr / Fe pour  $\alpha_l \neq 0$  ( $d = 4 \mu\text{m}$  ;  $f = 225 \text{ MHz}$ )

On remarque pour ce qui est cité ci-dessus ( $\alpha_s \neq 0$ ) et ( $\alpha_l \neq 0$ ) que les angles correspondants aux différents modes sont stables (les vitesses de tous les modes sont constantes). Donc l'atténuation du substrat dans le cas où la couche est plus rapide n'influe pas sur les vitesses des modes de propagation.

Dans le deuxième cas, on utilise uniquement l'atténuation transversale de la couche mince ( $\alpha_{st} \neq 0$ ), on remarque pour la valeur critique de l'atténuation transversale de la couche ( $\alpha_{st}$ ), l'amplitude du coefficient de réflexion au voisinage de l'angle de Rayleigh a un pic dont l'amplitude diminue en fonction de  $\alpha_{st}$  jusqu'à une valeur critique (notée:  $\alpha_{st}^{crit}$ ), puis elle augmente et on note aussi que la phase du coefficient de réflexion diminue au fur et à mesure que  $\alpha_{st}$  augmente, d'autre part on remarque qu'il n'y a pas de déplacement des modes de propagation c'est-à-dire que les vitesses de tous les modes ne varient pas quand  $\alpha_{st}$  augmente comme représenté dans la figure III.5.

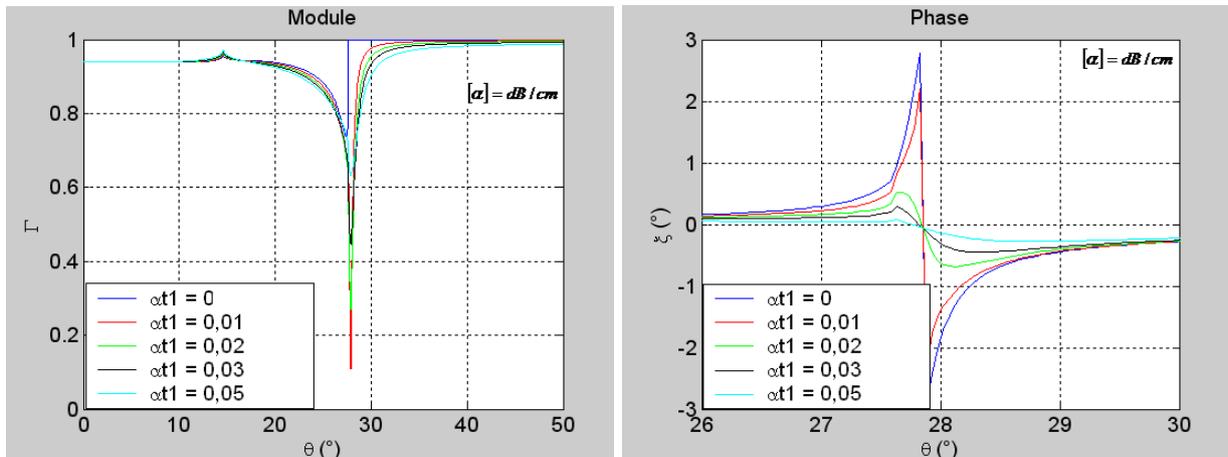


Figure III 5: Pouvoir réflecteur  $R(\theta)$  du système Cr/Fe pour  $\alpha_{s1} \neq 0$  ( $d = 4 \mu\text{m}$  ;  $f = 225 \text{ MHz}$ )

Si on considère uniquement l'atténuation longitudinale dans la couche mince ( $\alpha_{ll} \neq 0$ ), on constate, d'une part, que les vitesses varient peu en fonction de  $\alpha_{ll}$ , d'autre part l'amplitude du coefficient de réflexion au niveau de l'angle de Rayleigh diminue jusqu'à une valeur critique de l'atténuation longitudinale (notée  $\alpha_{ll}^{crit}$ ), puis elle augmente tandis que les vitesses de tous les modes restent constantes figure III.6.

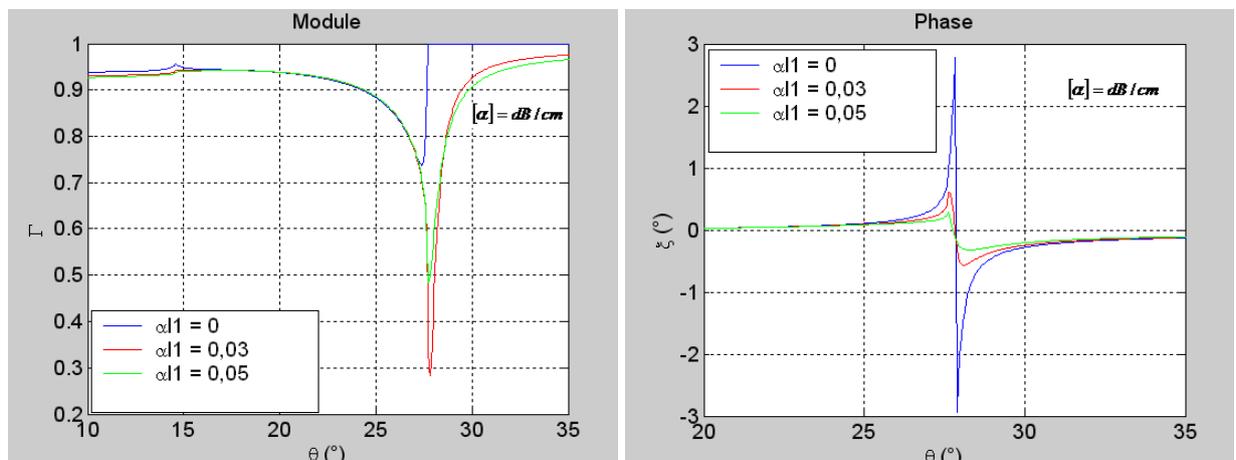


Figure III 6: Pouvoir réflecteur  $R(\theta)$  du système Cr/Fe pour  $\alpha_{l1} \neq 0$  ( $d = 4 \mu\text{m}$  ;  $f = 225 \text{ MHz}$ )

### III.2. 2. Etude du cas ‘couche moins rapide que le substrat’

Dans ce cas, la fonction de réflexion  $R(\theta)$  possède plusieurs pics et plusieurs modes apparaissent. Ces modes sont appelés ‘mode de Lamb’. Le nombre de ces modes est fonction de la fréquence et de l’épaisseur de la couche. Ces modes sont dispersifs. Afin de montrer cela nous avons étudiés le système  $Al/Si$ .

#### III.2. 2.1. Etude des modes du système $Al/Si$

Les variations du module et de la phase du coefficient  $R(\theta)$  pour différentes épaisseurs figure.III.7, montrent que les positions des pics et le nombre des modes de Lamb varient bien en fonction de la fréquence ou de l’épaisseur de la couche. Ce qui explique que ces modes sont bien dispersifs. A partir des angles critiques des modes de Lamb, nous déduisons leurs vitesses.

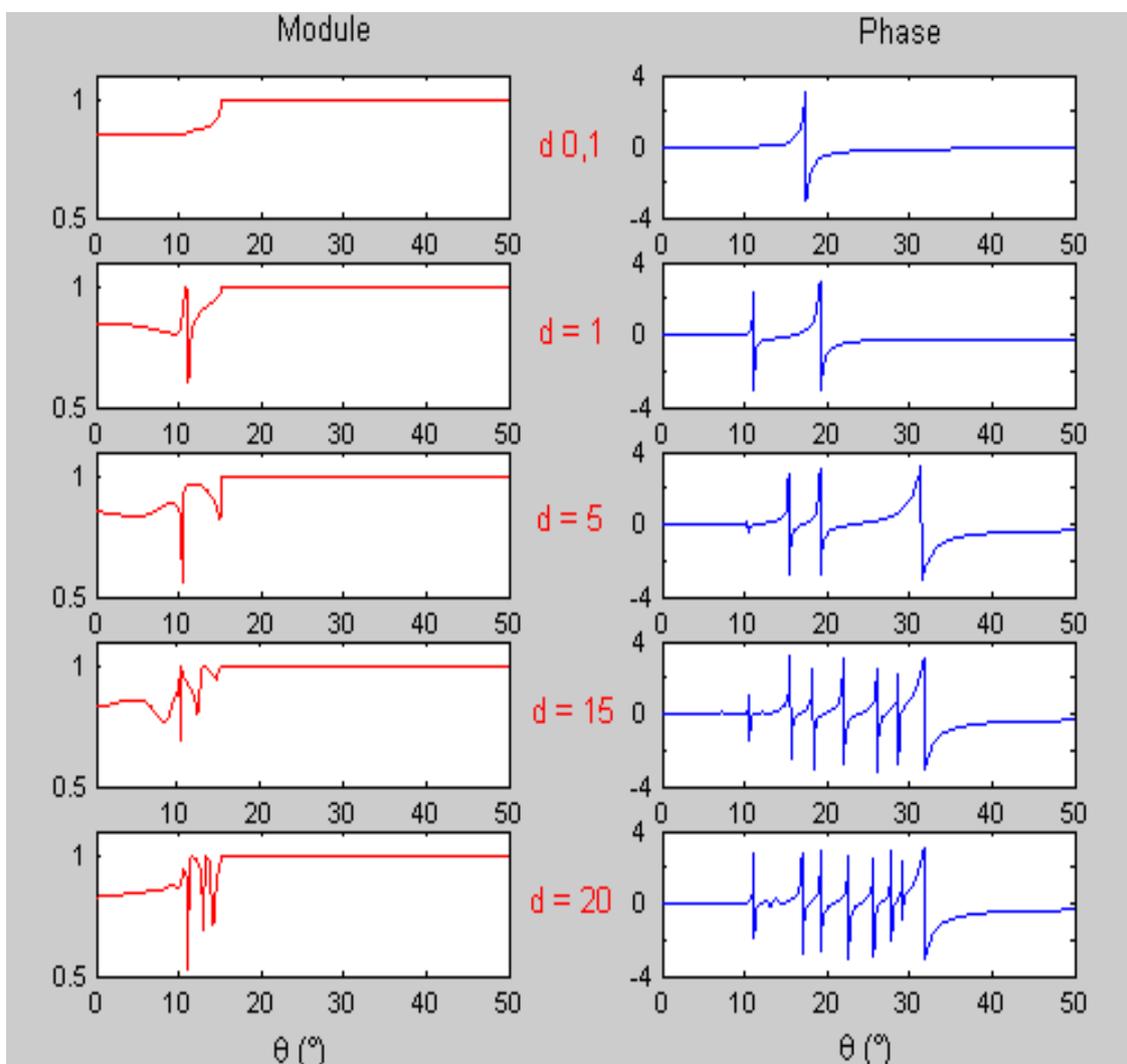


Figure III 7:  $R(\theta)$  du système  $Al/Si$  pour plusieurs épaisseurs de la couche ( $f = 550\text{MHz}$ )

La figure III.8 montre les courbes de dispersions des vitesses en fonction de l'épaisseur à une fréquence de 550 MHz.

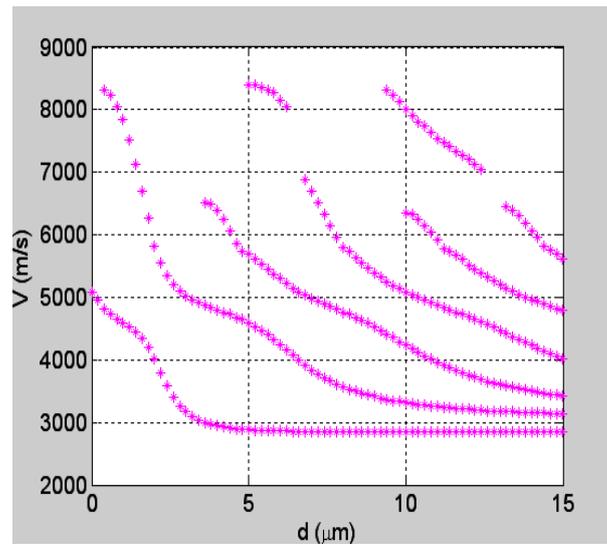


Figure III 8: Courbes de dispersion du système Al/Si

### III.2. 2.2. Etude de l'effet de l'atténuation sur les modes du système Al/Si

Nous remarquons sur les courbes du module et de la phase du coefficient de réflexion pour différentes valeurs de l'atténuation longitudinale du substrat (fig.III.9) et transversale (fig.III.10), que les modes de propagations sont stables, il en est de même pour l'atténuation transversale de la couche mince ( $\alpha_{sl}$ ) (fig. III.11).

Cependant, le deuxième mode est très influencé par l'atténuation longitudinale du substrat ( $\alpha_l$ ) (fig.III.9) où l'angle critique correspondant à ce mode glisse vers les angles supérieurs, c'est-à-dire que la vitesse diminue en fonction de  $\alpha_l$  et les vitesses obtenus sont celles de la couche mince qui à cette fréquence se comporte comme un matériaux massif d'où l'on obtient l'influence de la couche par rapport au substrat.

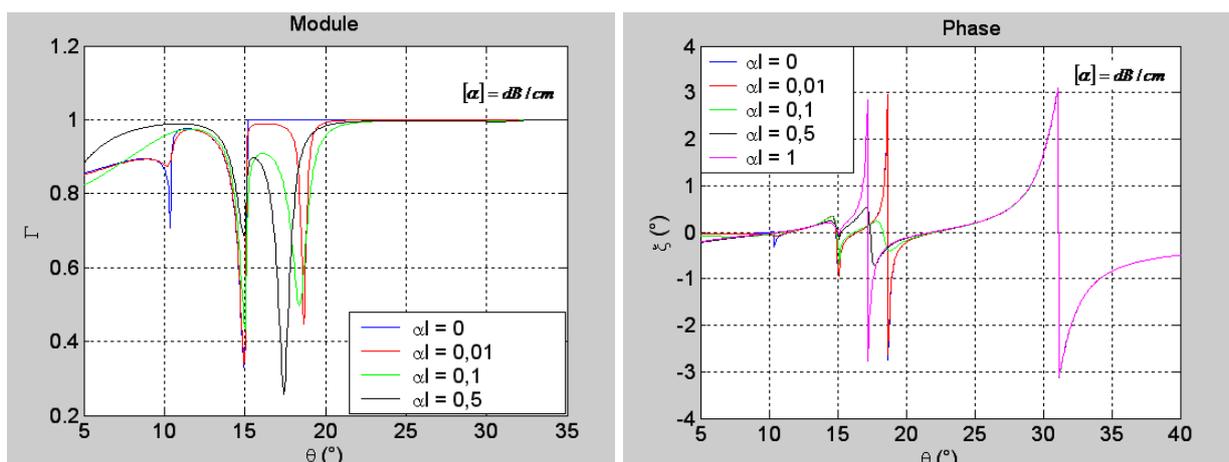


Figure III 9: Pouvoir réflecteur  $R(\theta)$  du système Al/Si pour  $\alpha_l \neq 0$  ( $f = 550\text{MHz}$  ;  $d = 4.5 \mu\text{m}$ )

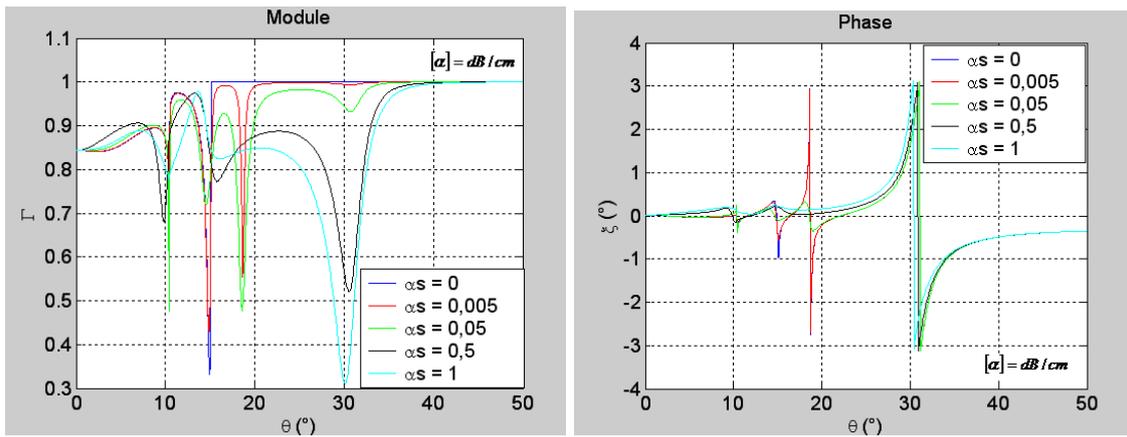


Figure III 10: Pouvoir réflecteur  $R(\theta)$  du système Al/Si pour  $\alpha_s \neq 0$  ( $f = 550\text{MHz}$  ;  $d = 4.5 \mu\text{m}$ )

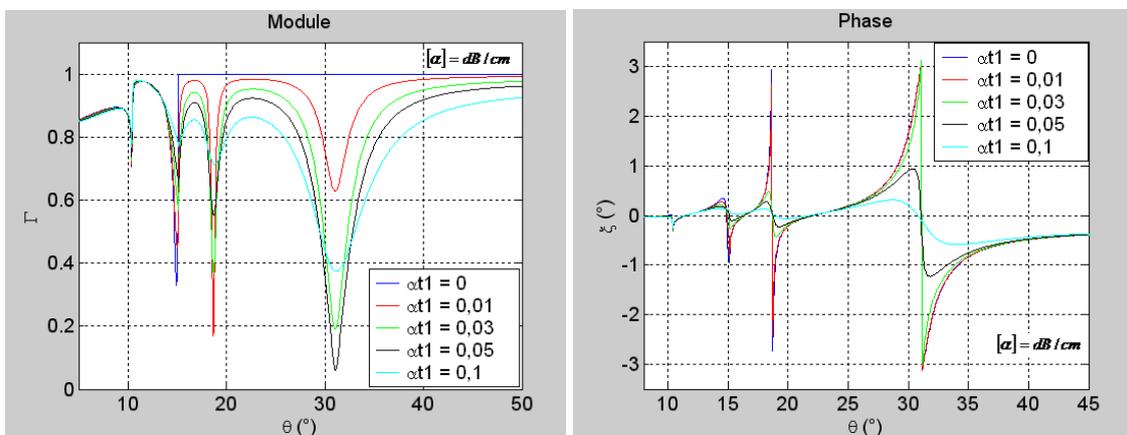


Figure III 11: Pouvoir Réflecteur  $R(\theta)$  du système Al/Si pour  $\alpha_{s1} \neq 0$  ( $f = 550\text{MHz}$  ;  $d = 4.5 \mu\text{m}$ )

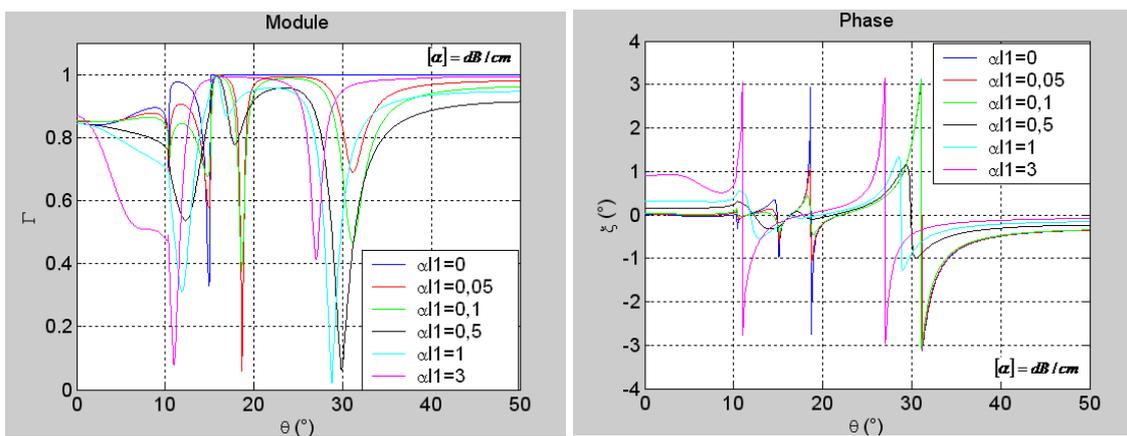


Figure III12: Pouvoir réflecteur  $R(\theta)$  du système Al/Si pour  $\alpha_{l1} \neq 0$  ( $f = 550\text{MHz}$  ;  $d = 4.5 \mu\text{m}$ )

On remarque dans le cas de la figure III.12 qu'il y a perturbation de l'amplitude du mode principale ainsi que des autres modes, ceci est dû à l'influence du substrat par rapport à la couche.

### III.3. Etude des structures multicouches

La microscopie acoustique peut être utilisée pour la caractérisation des propriétés élastiques d'une structure multicouches, d'où la nécessité de déterminer les angles critiques des modes de Lamb ou bien les vitesses des ondes de Lamb. Le système multicouche est la superposition de différents milieux (solide, fluide, poreux ... etc.), en référence au chapitre précédant. Nôtre travail consiste à l'étude d'un milieu multicouche immergé dans un fluide, dont les caractéristiques, ont été définies à partir d'un problème industriel de l'aérospatiale. Il est composé de deux couches d'aluminium séparées par une couche de colle (époxy) [34, 47,78].

La figure III.13 montre le coefficient de réflexion  $R(\theta)$  (module et phase), pour une fréquence de  $5\text{MHz}$ , d'une onde plane sur un milieu multicouche (Al  $1.6\text{mm}$ /époxy  $0.2\text{mm}$ ). Pour les structures multicouches, les ondes de Lamb sont dispersives, et le coefficient de réflexion  $R(\theta)$  dépend de la fréquence, les minima de  $R(\theta)$  correspondent aux ondes de Lamb se propageant dans le système multicouche. Nous observons sur la figure III.13 sept minima de  $R(\theta)$  mettant en évidence sept modes de Lamb. Sur la figure III.14, sont reportés les points correspondant à ces minima pour différentes fréquences, ils permettent la visualisation des courbes de dispersion des ondes de Lamb.

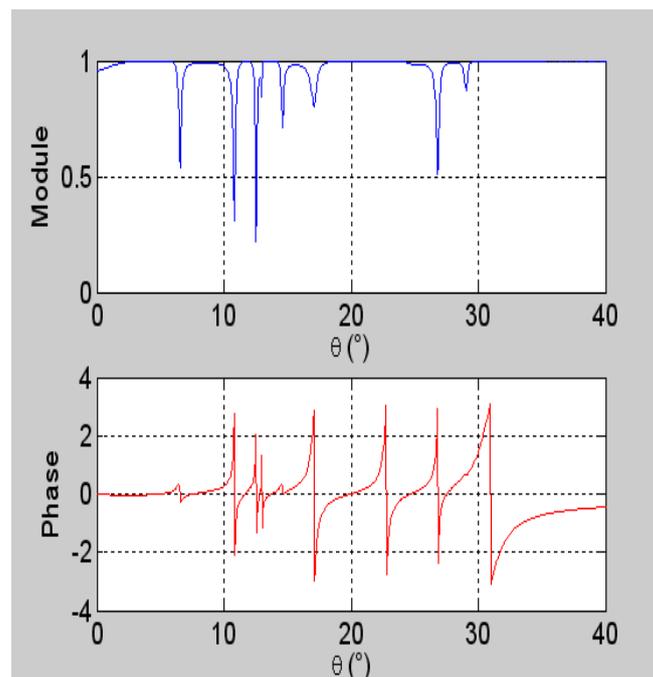


Figure III 13: Pouvoir Réflecteur  $R(\theta)$  du système multicouche,  $f=5\text{ MHz}$  (Al  $1.6\text{mm}$ /époxy  $0.2\text{mm}$ /Al  $0.6\text{mm}$ )

De manière générale les courbes de dispersion du milieu multicouche (fig. III.14.a), ressemblent fortement aux courbes de dispersion de chacune des deux plaques d'aluminium assemblées par collage (fig. III.14.b); c'est-à-dire par superposition des deux courbes de dispersion de chacune des couches d'aluminium (fig III.14). Nous observons un mode supplémentaire (M), qui semble caractéristique de l'assemblage multicouche. Ce mode dépend des paramètres caractérisant les différentes couches (vitesses, épaisseurs, densités, atténuations, ...) [34,78].

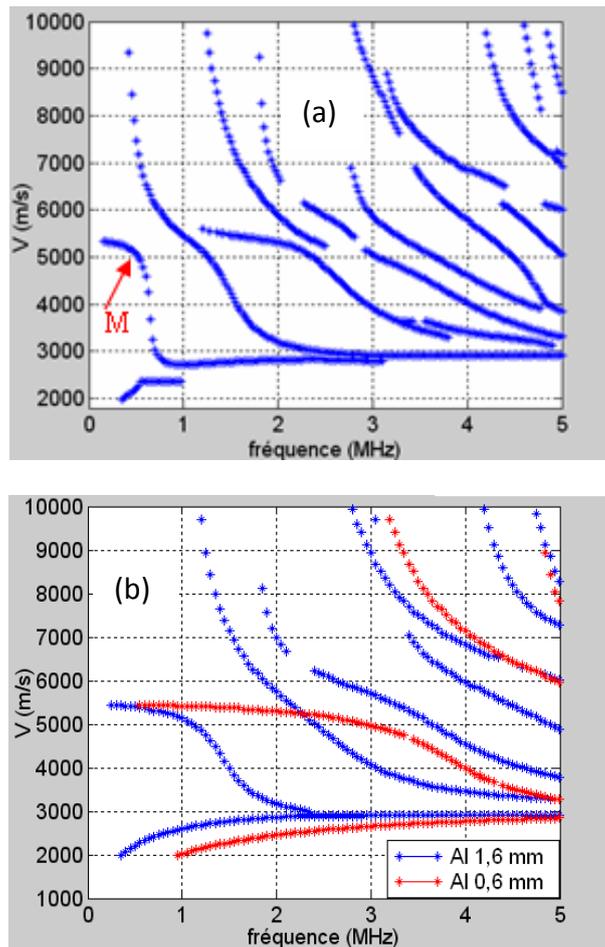


Figure III 14: Courbes de dispersion des modes de Lamb, (a) multicouche immergé dans de l'eau, (b) couches d'aluminium assemblées par collage, (Al 1.6 mm/époxy 0.2 mm/Al 0.6 mm)

Pour bien comprendre ce phénomène et voir l'effet de la densité du fluide on a tracé les courbes de dispersion des modes de Lamb du système multicouche (Al 1.6 mm / époxy 0.15 mm / Al 0.6 mm) immergé dans de l'eau (fig.III.15 et 16) et dans un fluide de densité  $0,5 \text{ Kg/m}^3$  (fig.III.17 et 18). En comparant les courbes de dispersion du système multicouche des plaques d'aluminium assemblées par superposition de deux courbes de dispersion de chaque plaque isolée, on distingue le mode supplémentaire ( $M_2$ ) caractéristique de la structure multicouche. Ce mode rejoint vers l'angle de  $32^\circ$ , le mode  $M_1$  pour tendre vers l'asymptote correspondant aux ondes de Rayleigh. Notons de plus que le mode  $M_1$ , au voisinage de cet angle, n'est visible qu'en analyse spectrale [34,78]. La comparaison des modes du système multicouche et des modes des plaques isolées (fig.III.18) présentée par superposition sur la figure III.17 pour une densité du fluide plus faible (fig.III.19), fait apparaître une différence sur le mode  $M_1$  qui est voisin de  $A_0$  (plaque épaisse) en basse fréquence alors qu'il rejoint  $A_0'$  (plaque mince) en haute fréquence. Notons que ce mode n'était pas détecté au dessus de 1 MHz quand le multicouche était immergé dans de l'eau.

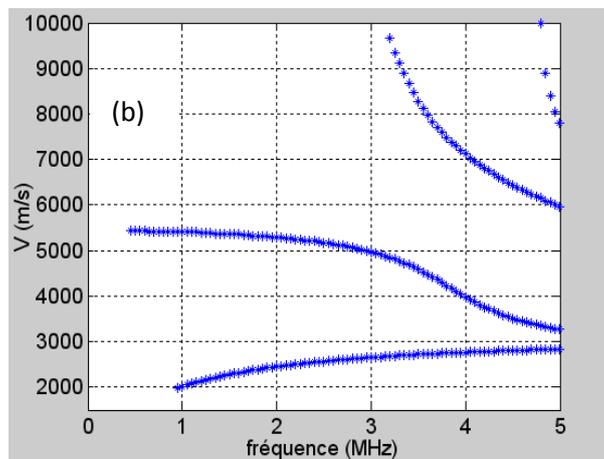
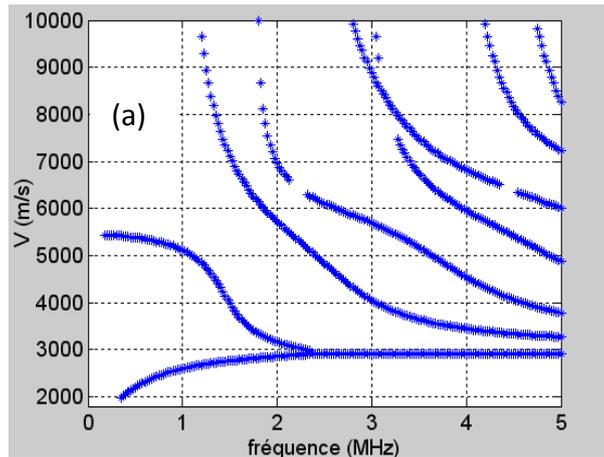


Figure III 15 : Courbes de dispersion des couches d'aluminium isolées, a) la couche de Al d'épaisseurs 1.6 mm, b) la couche d'Al d'épaisseur 0.6 mm

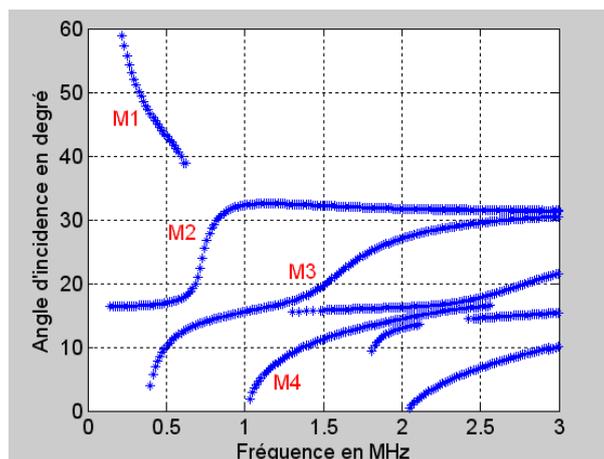


Figure III 16: Courbes de dispersion angulaire du multicouche) immergé dans de l'eau (Al 1.6 mm/époxy 0.15 mm/Al 0.6 mm

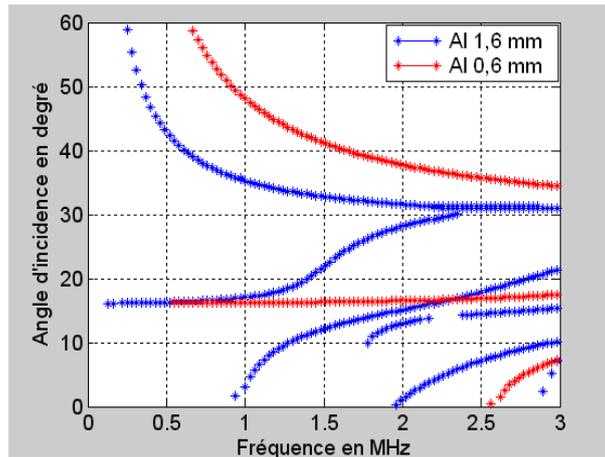


Figure III 17: Courbes de dispersion des couches d'aluminium assemblées par collage

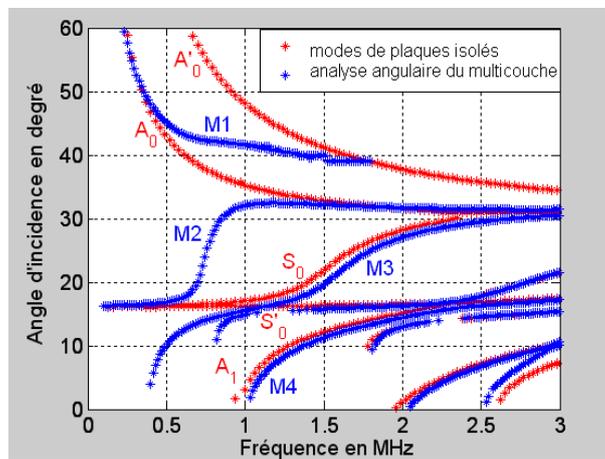


Figure III 18: Courbes de dispersion angulaire des modes de Lamb du multicouche immergé dans un fluide de densité 0.5; (Al 1.6 mm/époxy 0.15 mm/Al 0.6 mm)

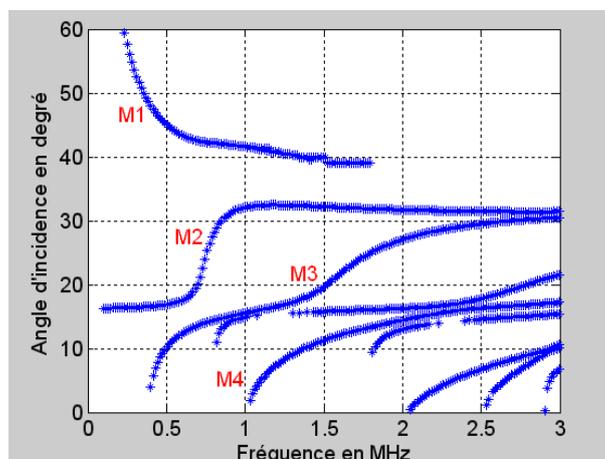


Figure III 19: Courbes de dispersion angulaire des modes de Lamb du multicouche immergé dans un fluide de densité 0.5; (Al 1.6 mm/époxy 0.15 mm/Al 0.6 mm)

### III.3.1. Effet de l'atténuation dans les structures multicouches :

Les courbes de dispersion montrent des changements considérables sur les vitesses des modes de Lamb lorsque l'on introduit le coefficient d'atténuation longitudinal  $\alpha_l$  des couches d'aluminium dans le programme utilisé pour le calcul (fig.III.20.a). Tandis que lors de l'utilisation de l'atténuation transversale  $\alpha_s$ , les courbes de dispersion ne montrent aucun changement (fig.III.20.b) [78].

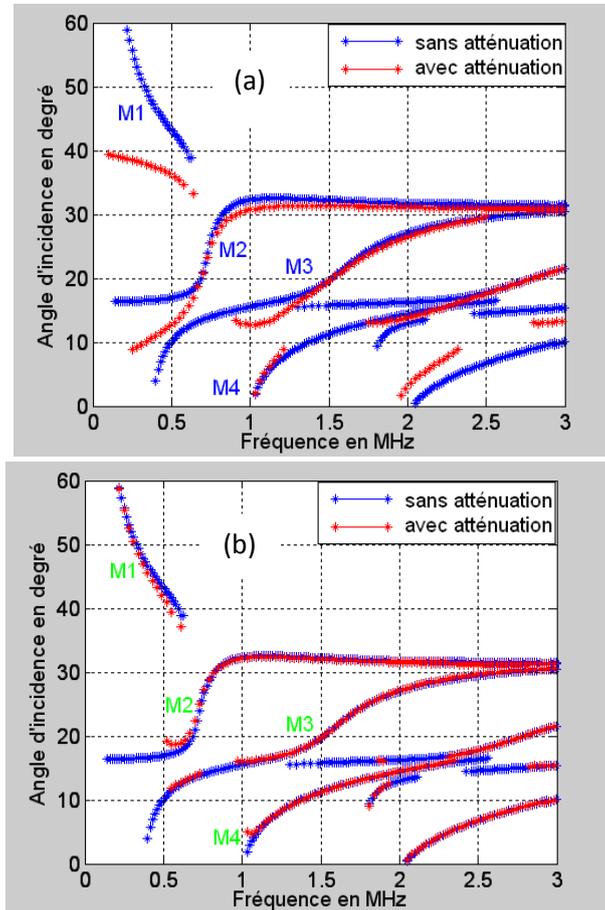


Figure III.20: Courbes de dispersion du multicouche immergé dans de l'eau avec et sans atténuation (Al 1.6 mm/époxy 0.2 mm/Al 0.6 mm), a) Atténuation longitudinale:  $\alpha_l$ , b) Atténuation transversale:  $\alpha_s$

### III.4. Etude des matériaux supraconducteurs

La découverte de la supraconductivité à haute température critique a mené les efforts de recherche vers l'utilisation de la méthode acoustique pour comprendre le mécanisme de la supraconductivité. Plusieurs études ont été faites pour éclaircir les facteurs influents tels que la porosité, les atténuations ainsi que la température sur les propriétés élastiques des matériaux supraconducteurs [79, 80] et des matériaux poreux [68, 69]. Dans le souci de suivre les orientations de recherche actuelles, nous nous sommes penchés sur l'étude de l'effet de l'atténuation, la température et la porosité sur les modes de propagation et par la suite sur les propriétés élastiques dans les matériaux supraconducteurs en comparant nos résultats à ceux de la référence [79] obtenus expérimentalement par micro échographe.

### III.4.1. Effet de la porosité:

Avant de montrer ses effets sur le matériau supraconducteur nous donnons un exemple des variations des vitesses d'un matériau poreux (Silicium). On remarque une forte décroissance des vitesses des différents modes (longitudinale, surfaces et Lamb) qu'on représente sur la figure III.21, 22.

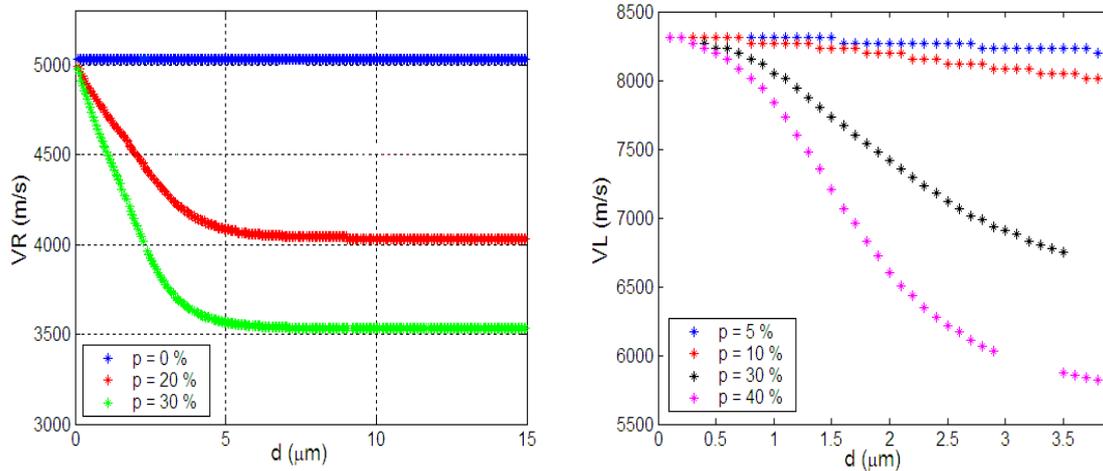


Figure III21: Variation des vitesses longitudinale et RAYLEIGH en fonction de la porosité ( $F = 600$  MHz (couche de  $4 \mu\text{m}$  de Si poreux / Si)).

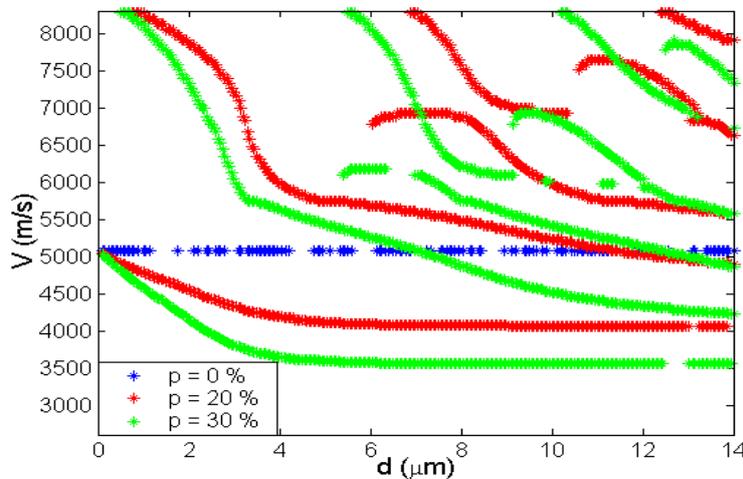


Figure III22: Variation des vitesses des modes de Lamb en fonction de la porosité,  $F = 600$  Mhz (couche de  $4 \mu\text{m}$  de Si poreux / Si).

Ceci est un des facteurs d'influence sur les paramètres élastiques et le signal de la signature acoustique  $V(z)$ . Ce qui nous a amené à l'étude du coefficient de réflexion  $R(\theta)$  du matériau supraconducteur le  $(\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta})$ ; ( $x \approx 0.3$ ,  $\delta \approx 0.1$  pour différentes valeurs du taux de porosité en utilisant une fréquence de 600 MHz. La figure (III.23) montre la variation de la phase et de l'amplitude pour deux porosités. On remarque un déplacement important des angles critiques pour tous les modes par rapport aux angles critiques relatifs au matériau non poreux ( $p = 0\%$ ), ce déplacement se fait vers les angles supérieurs lorsque le taux de porosité augmente, ce qui signifie une réduction des vitesses de ces modes ce qui est en bon accord avec la relation vitesses et porosités [68, 69].

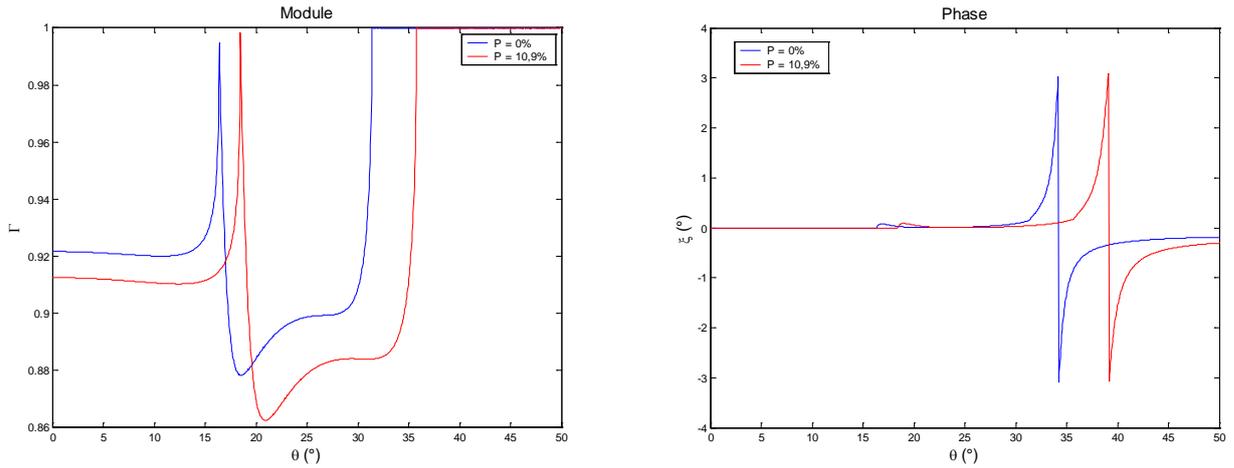


Figure III23: Variation du module et de la phase de  $R(\theta)$  ( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ )

Cette décroissance des vitesses est due à l'influence de la porosité qui engendre une atténuation au niveau du signal réceptionné (fig. III.24).

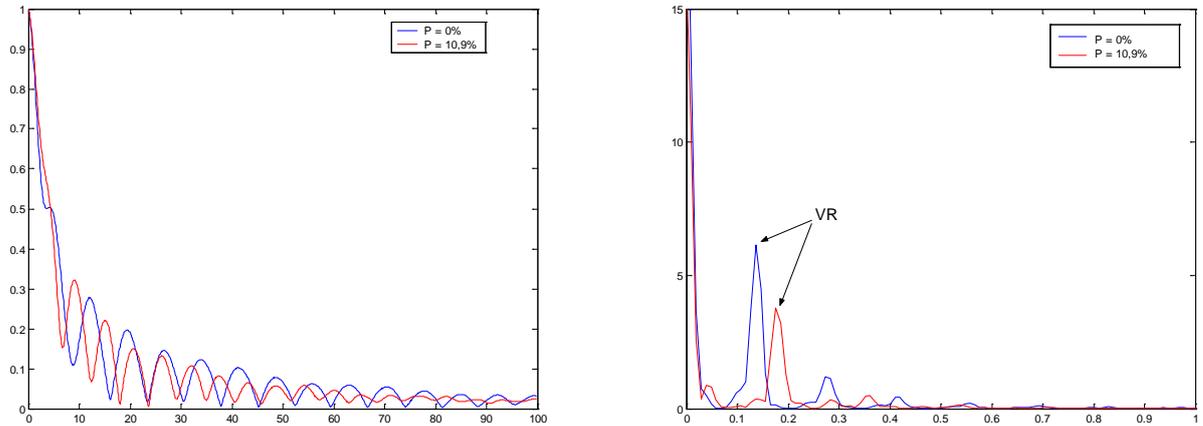


Figure III24: Signature acoustique  $V(z)$  et FFT du( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ )

A partir de la détermination des différentes vitesses nous pouvons déterminer les constantes élastiques pour le matériau supraconducteur :  $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ; poreux avec un taux de porosité de 10,9% et non poreux (tableau III.1). Ces résultats montrent une forte décroissance de toutes les constantes élastiques avec la porosité. Les résultats obtenus sont en bon accord [79].

	Non poreux	Poreux (10,9 %)	Non poreux*	Poreux (10,9 %)*
$\rho$ ( $\text{kg/m}^3$ )	6920	6165,7	6920	6160
$V_s$ (m/s)	2874	2683	2880	2720
$V_l$ (m/s)	5274	4860	5320	4860
$V_R$ (m/s)	2669	2378	/	/
E (GPa)	147,3	117,6	148	118
G (GPa)	116,3	93,9	119,7	94.9
K (GPa)	57,2	45,5	57,4	45.5
$\nu$	0.2889	0.2912	/	/

Tableau III 1: Valeurs des vitesses et des constantes élastiques du ( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ) \*[79].

### III.4.2. Effet de l'atténuation:

Le fait de prendre des matériaux atténuants rend le coefficient de réflexion dépendant de la fréquence et le module de  $R(\theta)$  a un minimum, noté  $\Gamma_{\min}$ , au voisinage de l'angle de génération de l'onde de Rayleigh, ce mode est dit pseudo mode de Rayleigh. Le minimum  $\Gamma_{\min}$  est nul pour certaines valeurs du coefficient d'atténuation transversale ( $\alpha_s$ ) qui est souvent fonction de la fréquence. La fréquence, notée  $f_c$ , pour la quelle  $\Gamma_{\min}$  est nul est entièrement dépendante du coefficient d'atténuation transversale du solide quand le coefficient d'atténuation du liquide est négligeable ( Fig. III.25.a).

La figure (III.25.b) montre la variation de  $\Gamma_{\min}$  en fonction de la fréquence.

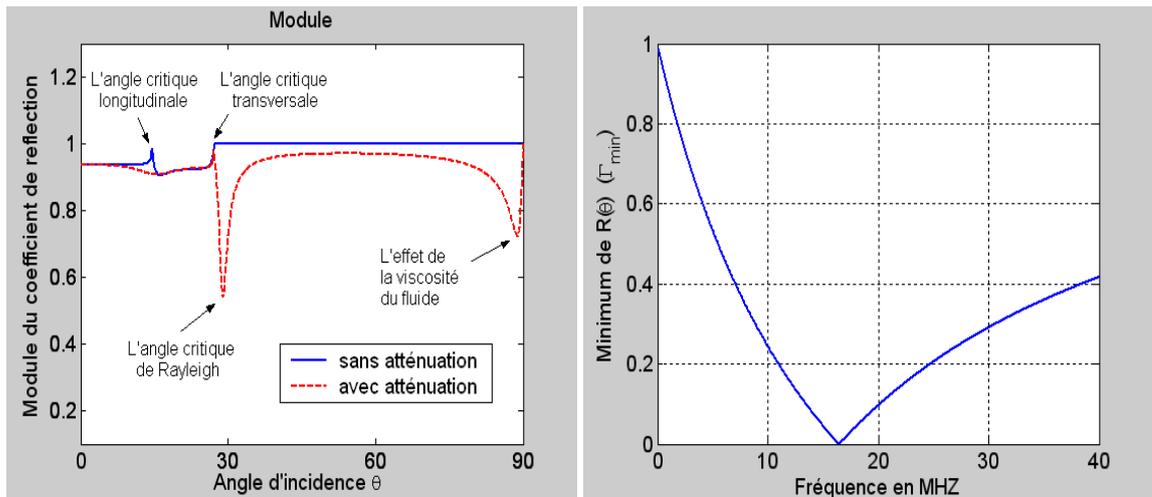


Figure III.25: Module de  $R(\theta)$  du matériau atténuant et non atténuant

L'atténuation de l'onde de surface (mode de Rayleigh) est liée à  $\delta$ , la décroissance exponentiel de la courbe de la fonction caractéristique de l'échantillon  $V_I(z)$ , obtenue en soustrayant à la courbe de la signature acoustique  $V(z)$  la fonction de transfert de la lentille  $V_L(z)$  (fig. III.26). Après filtrage de  $V_I(z)$  pour réduire les effets des modes indésirables, on obtient la réponse  $V_I'(z)$  à partir de la quelle seront faits les calculs de l'atténuation du mode de Rayleigh  $\alpha_R$  (équation II-126).

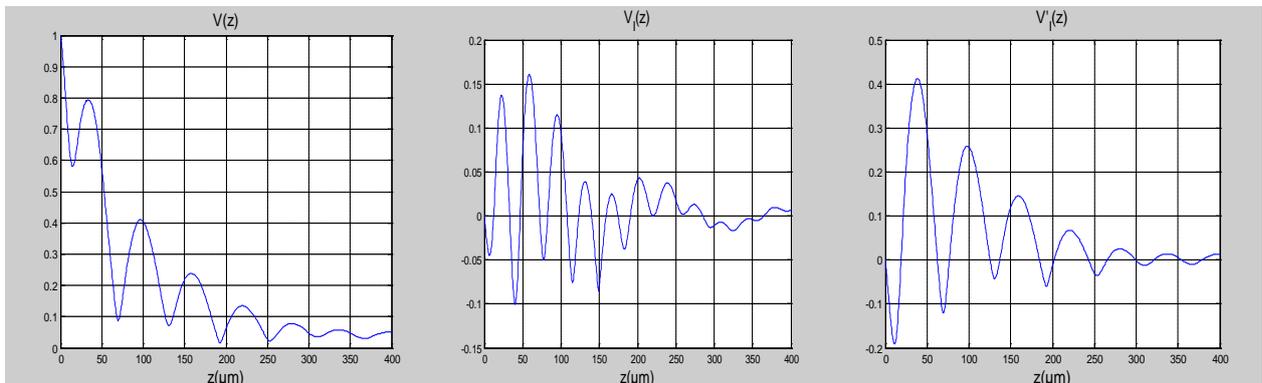


Figure III.26: Traitement du  $V(z)$  par soustraction de la réponse de la lentille

Le résultat obtenu de l'atténuation du mode de Rayleigh  $\alpha_R$  et le coefficient d'atténuation normalisé  $\gamma$  (équation II-127), pour le système  $H_2O/Al$  et pour une fréquence de 142 MHz, est présenté dans le tableau (III.2).

	Nos résultats	*[80]	**[81]
$\alpha_R$ ( $\mu m^{-1}$ )	0,010840	0,010396*	/
$\gamma$	0,0339	0,0337*	0,0340**

**Tableau III 2: Valeurs des atténuations du mode de Rayleigh du système Eau/Al ( $f = 142$  MHz), \*[81], \*\*[82]**

Le modèle que nous avons développé au laboratoire nous permet de mettre en évidence les effets d'atténuations sur le coefficient de réflexion  $R(\theta)$  et la signature acoustique  $V(z)$  du système eau / (DyBa<sub>2-x</sub>Sr<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\delta$</sub> ) supraconducteur. Dans ce travail en tient compte des coefficients d'atténuations transversale ( $\alpha_s$ ) et longitudinale ( $\alpha_l$ ), en utilisant des vitesses complexes selon les relations (II-103) et (II-104).

D'où l'on obtient trois cas qui sont représentés sur les figures (III.27-30):

1. L'atténuation transversale: où  $\alpha_l \neq 0$  et  $\alpha_s = 0$  (III.27.a, b)
2. L'atténuation longitudinale: où  $\alpha_s \neq 0$  et  $\alpha_l = 0$  (III.28.a, b)
3. Les deux: où  $\alpha_l \neq 0$  et  $\alpha_s \neq 0$  (III.30.a, b, c)

Nous constatons dans le premier cas que le changement de phase du coefficient de réflexion est très faible autour de l'angle critique longitudinal  $\theta_l$ , tandis que l'amplitude du pic donnant le mode longitudinal s'élargit en fonction de  $\alpha_l$  d'où la difficulté de déterminer la position de  $\theta_l$ . D'autre part on note un déplacement de l'angle critique du mode de Rayleigh  $\theta_R$  par rapport à l'angle critique correspondant à une valeur d'atténuation longitudinale du substrat ( $\alpha_l$ ) nulle, jusqu'à l'angle critique du mode transversale  $\theta_s$  correspondant à une valeur d'atténuation longitudinale du substrat ( $\alpha_l$ ) nulle, ce déplacement se fait vers les angles inférieurs et se traduit par une augmentation de la vitesse ceci montre que celle-ci tend vers le mode de propagation transversale

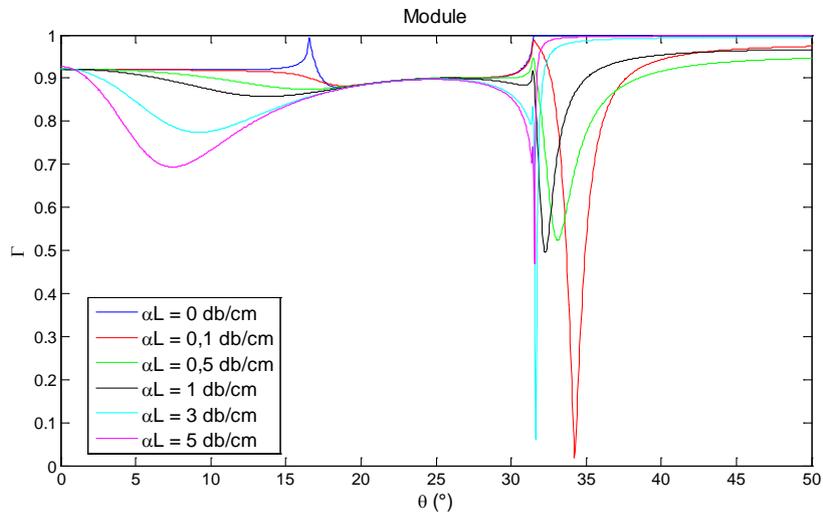
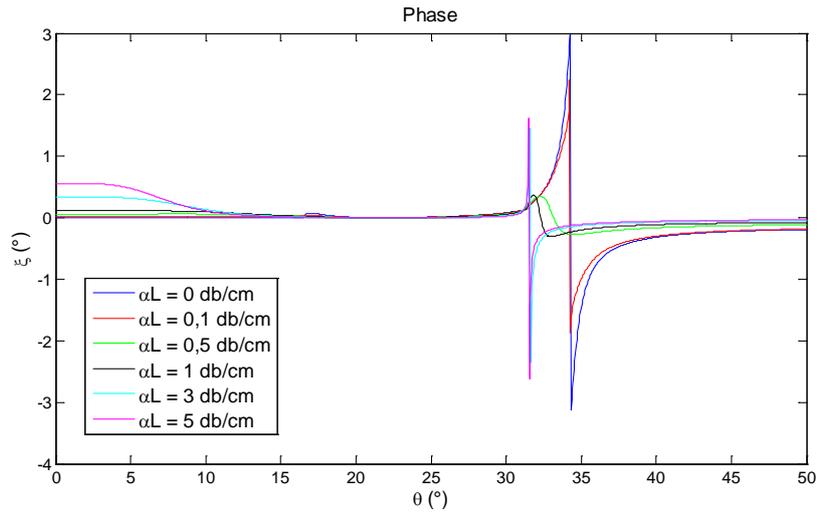


Figure III 27a:  $R(\theta)$  du matériau supraconducteur ( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ) pour  $\alpha l \neq 0$

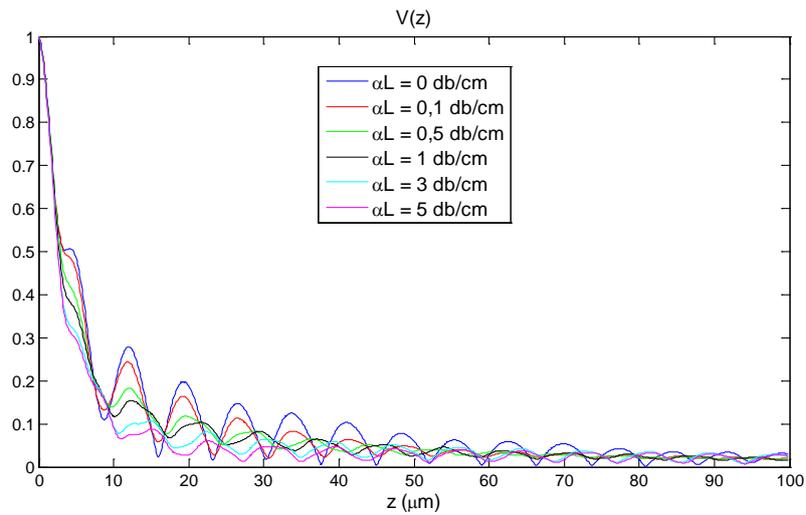
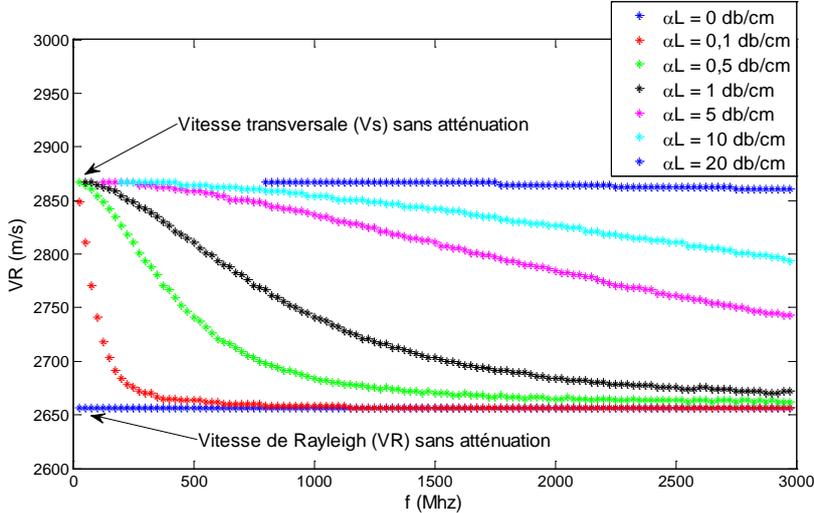


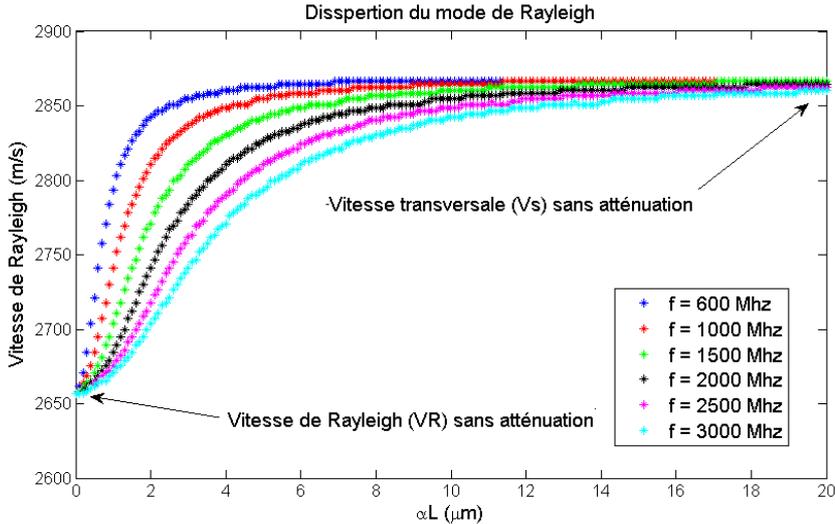
Figure III 27b:  $V(z)$  du matériau supraconducteur ( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ) pour  $\alpha l \neq 0$

La figure (III.28.a) montre la variation de la vitesse de Rayleigh du matériau supraconducteur ( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ) en fonction de la fréquence pour différentes valeurs du coefficient d'atténuation longitudinale  $\alpha_l$ . Tandis que la figure(III.28.b) représente la variation de la vitesse de Rayleigh en fonction de l'atténuation longitudinale  $\alpha_l$  pour différentes fréquences.



**Figure III 28a: Variation de la vitesse de Rayleigh du matériau supraconducteur ( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ) en fonction de la fréquence pour différents  $\alpha_l$**

On remarque ci-dessus lorsque le coefficient d'atténuation augmente la vitesse de Rayleigh tend vers une vitesse transversale. Ce qui nous permet de dire que les pseudo-modes de surface tendent à disparaître et c'est le mode transversale qui est le plus prédominant. Tandis que pour la figure (III.28.b) où l'on étudie la vitesse de Rayleigh en fonction de l'atténuation à différentes fréquences on remarque que si la fréquence augmente on obtient pour des atténuations fortes presque une superposition des modes de surfaces. Par contre si l'atténuation est faible le mode transversale est le plus dominant.



**Figure III 28b: Variation de la vitesse de Rayleigh du matériau supraconducteur ( $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ) en fonction de  $\alpha_l$  pour différentes fréquences**

Dans le second cas ( $\alpha_s \neq 0$ ), les angles critiques de tous les modes et par suite les vitesses sont pratiquement constantes. La figure (III. 29.a) montrent que il y a une diminution du pic en fonction de l'atténuation mais la position des modes de propagations des ondes restent constants ce qui implique que les vitesses du pseudo mode de Rayleigh et la vitesse transversale restent constantes.

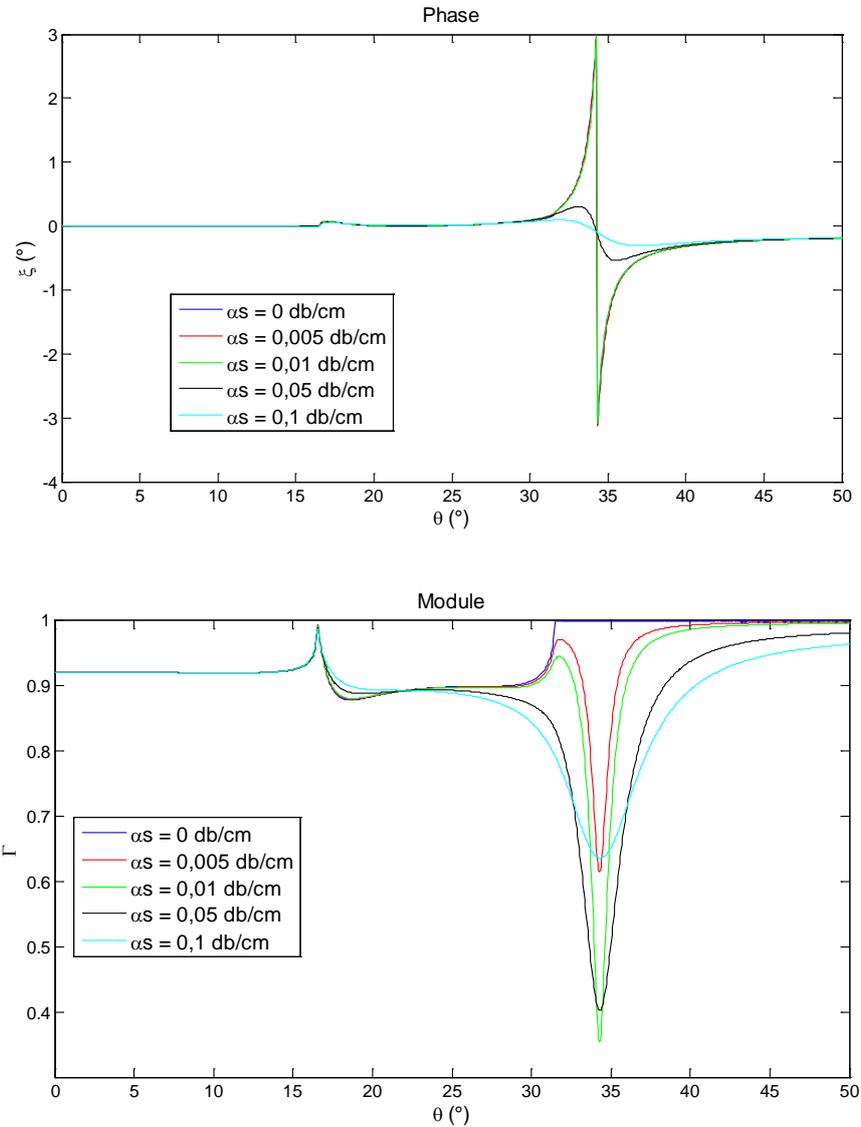


Figure III 29a:  $R(\theta)$  du matériau supraconducteur ( $\text{DyBa}_2\text{-xSr}_x\text{Cu}_3\text{O}_7\text{-}\delta$ ) pour  $\alpha_s \neq 0$

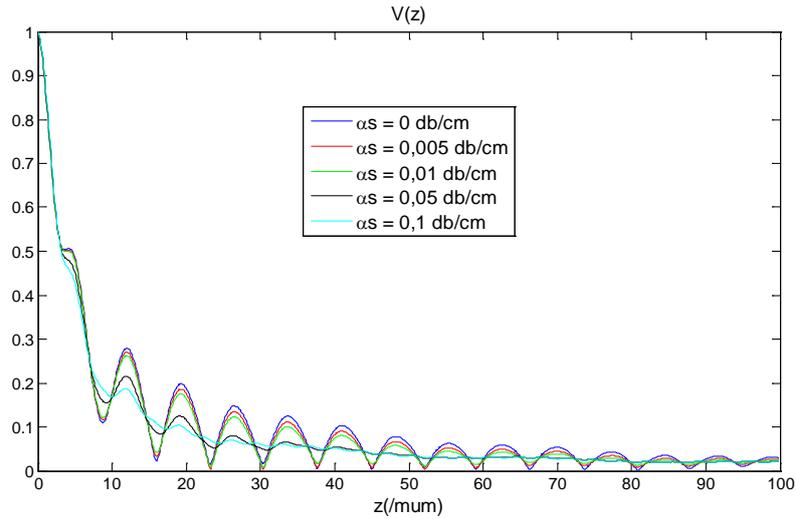


Figure III 29 b:  $V(z)$  du matériau supraconducteur ( $\text{DyBa}_2\text{-xSrxCu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ) pour  $\alpha_s \neq 0$

L'effet de l'atténuation transversale et longitudinale sur la signature acoustique  $V(z)$  se manifeste par un écrasement des minima et des maxima (Fig. III. 27.b et III. 29.b), et un changement au niveau de la période des pseudos oscillations ( $\Delta z$ ) en fonction de l'atténuation longitudinale, qui se traduit par une forte décroissance des vitesses.

Dans les deux cas de l'atténuation on observe, dans un premier temps, l'apparition d'un minimum ou un pic du module de  $R(\theta)$  ( $\Gamma_{\min}$ ) autour de l'angle critique du mode de Rayleigh  $\theta_R$ , ce minimum diminue en fonction du coefficient d'atténuation longitudinal  $\alpha_l$  ou transversal  $\alpha_s$  jusqu'à une valeur critique de l'atténuation (notée  $\alpha_{cl}$  et  $\alpha_{cs}$  respectivement), puis dans un deuxième temps une augmentation de l'amplitude du pic à partir de cette valeur critique ( $\alpha_{cl}, \alpha_{cs}$ ). La figure (III.30.a) montre la variation du minimum du module de  $R(\theta)$  ( $\Gamma_{\min}$ ) en fonction de l'atténuation longitudinale  $\alpha_l$  et transversale  $\alpha_s$ . Le même phénomène est observé lorsque l'atténuation est maintenue constante et en fait varier la fréquence. La figure (III.30.b) montre la variation de  $\Gamma_{\min}$  en fonction de la fréquence.

On note aussi, un écrasement des minima et des maxima de la signature acoustique  $V(z)$ , et un élargissement de la période des pseudos oscillations ( $\Delta z$ ) en fonction de l'atténuation longitudinale  $\alpha_l$ , qui se traduit par une augmentation de la vitesse, dans le premier cas.

On remarque pour les faibles valeurs de l'atténuation transversale  $\alpha_s$  le coefficient de réflexion  $R(\theta)$  et la signature acoustique  $V(z)$  varient contrairement à l'effet de l'atténuation longitudinale  $\alpha_l$  où les changements ne deviennent sensibles que pour des grandes valeurs de  $\alpha_l$ , donc  $V(z)$  et  $R(\theta)$  sont beaucoup plus sensibles à l'effet de l'atténuation transversale que l'atténuation longitudinale, ce qui est conforme à la théorie [61]. Ceci confirme ce qui est expliqué ci-dessous pour les deux cas.

Dans le dernier cas c.-à-d. les deux atténuations transversale et longitudinale change simultanément, on observe un écrasement des arches au niveau du  $V(z)$  et l'apparition d'un pic du module de  $R(\theta)$  ( $\Gamma_{\min}$ ) autour de l'angle critique du mode de Rayleigh et une diminution de la phase en fonction de l'atténuation mais pas de déplacement des modes ce qui signifie que les vitesses des modes de propagation reste constantes.

On remarque d'après les figures ci-dessus que selon les différentes atténuations les résultats obtenus pour les 3 cas montrent que l'angle critique de variation de la vitesse de Rayleigh reste constant si les atténuations varient ensemble. Pour la variation de ses atténuations séparément  $\alpha_L$  varie et  $\alpha_T = C^{st}$  on remarque une variation au niveau de l'angle critique et de l'amplitude ce qui entraîne des variations des valeurs des vitesses des différents modes.

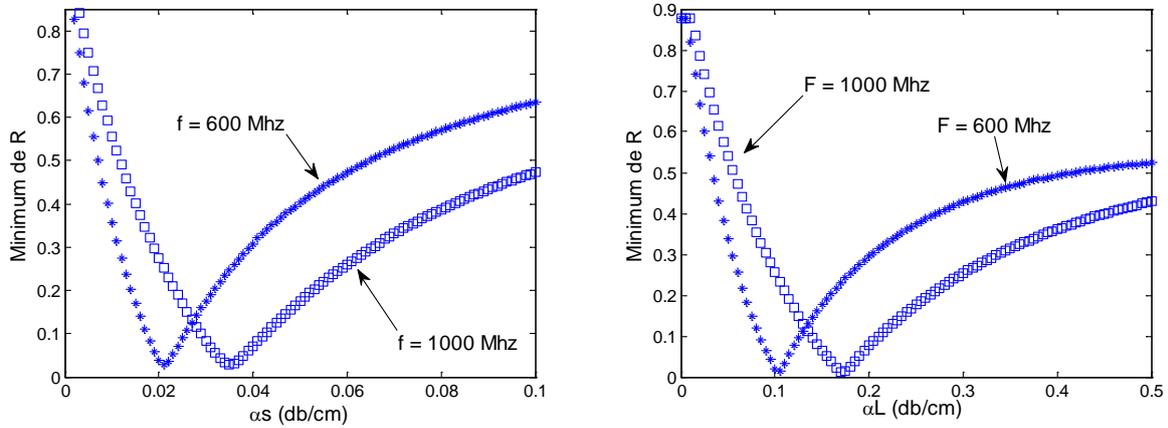


Figure III 30a: Variation de  $\Gamma_{\min}$  en fonction de  $\alpha_s$  et  $\alpha_l$  pour ( $f = 600$  Mhz et  $f = 1000$  Mhz)

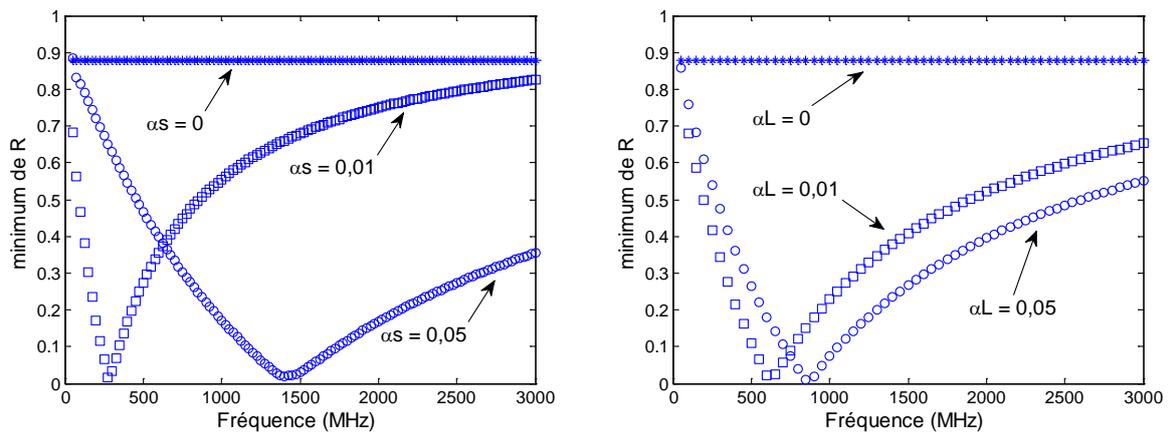


Figure III 30b: Variation de  $\Gamma_{\min}$  en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de l'atténuation

On remarque d'après la figure (III.31) que pour les variations des atténuations croissantes simultanément les arches de la signature acoustique  $V(z)$  sont fortement atténuées, le changement de phase qui reste toujours au même angle avec une légère inclinaison et l'amplitude qui diminue ce qui vient d'être expliqué précédemment d'où la vitesse du mode reste constante.

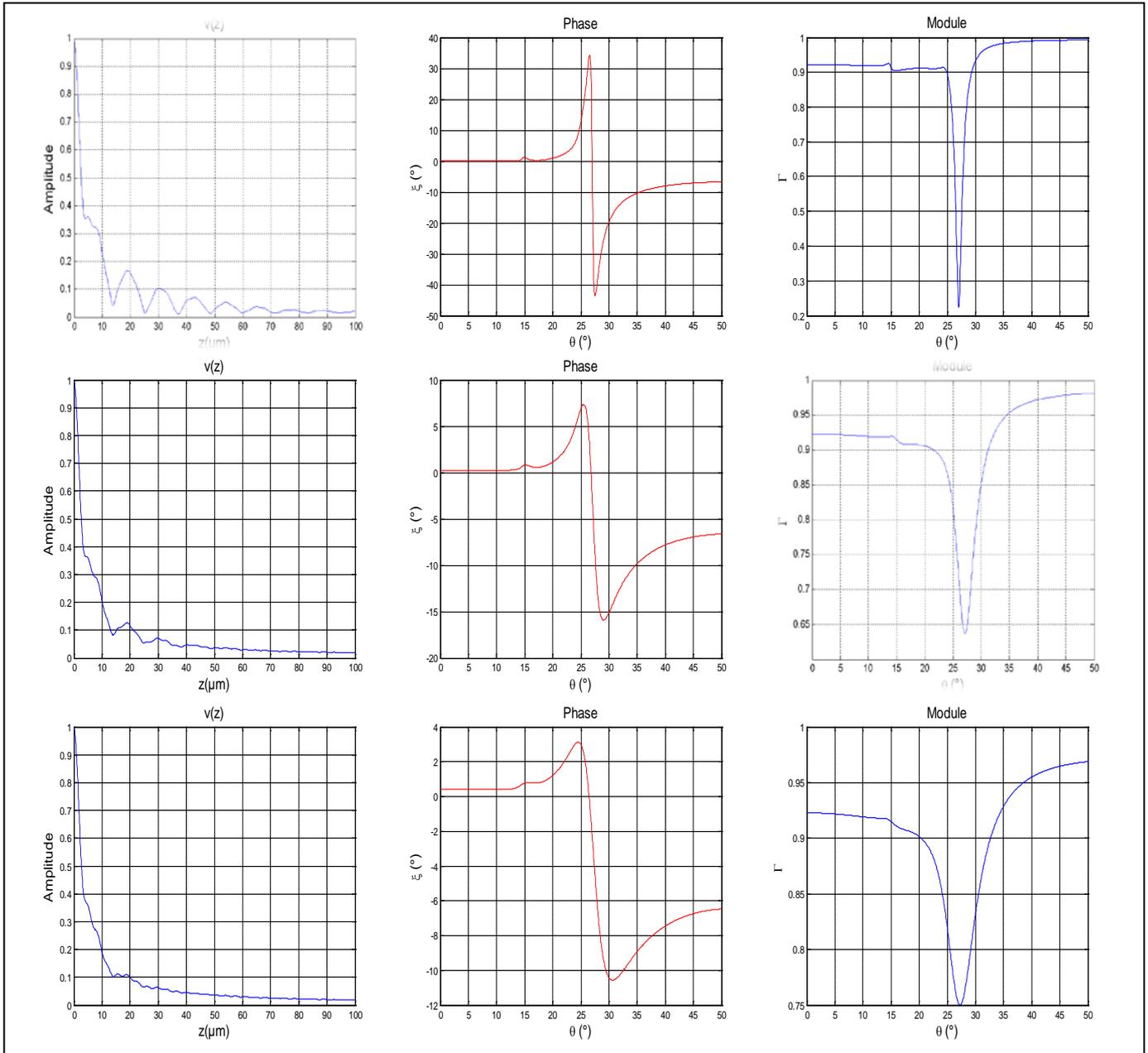


Figure III 1: Variation de  $R(\theta)$  et  $V(z)$  en fonction de l'atténuation du matériau supraconducteur YBaCuO,

(a) :  $\alpha L = 0,1$  -  $\alpha T = 0,2$  db/cm , (b) :  $\alpha L = 0,3$  -  $\alpha T = 0,6$  db/cm, (c) :  $\alpha L = 0,5$  -  $\alpha T = 1$  db/cm

### III.4.3. Effet de la température:

#### III.4.3.1. Etude du Gap et de l'atténuation près de la température critique $T_c$

Le rapport des coefficients d'atténuation  $\alpha_s/\alpha_n$ , ( $\alpha_s$  coefficient d'atténuation pour l'état supraconducteur et  $\alpha_n$  coefficient d'atténuation pour l'état normal) peut être obtenu en utilisant l'expression (II-129) selon la théorie BCS en supposant le gap  $\Delta(T)$  isotrope (Fig. III.32). En tenant compte de ce rapport d'atténuation on peut simuler le coefficient de réflexion  $R(\theta)$  et la signature acoustique  $V(z)$  d'un matériau supraconducteur à une température près de la température critique  $T_c$ . Notons que la variation du gap  $\Delta(T)$  en fonction de la température près de la température critique  $T_c$  peut être calculée en utilisant la relation empirique (I.27). La figure (III.32) donne un aperçu de la variation du gap en fonction de la température pour le matériau supraconducteur de type I le plomb (Pb).

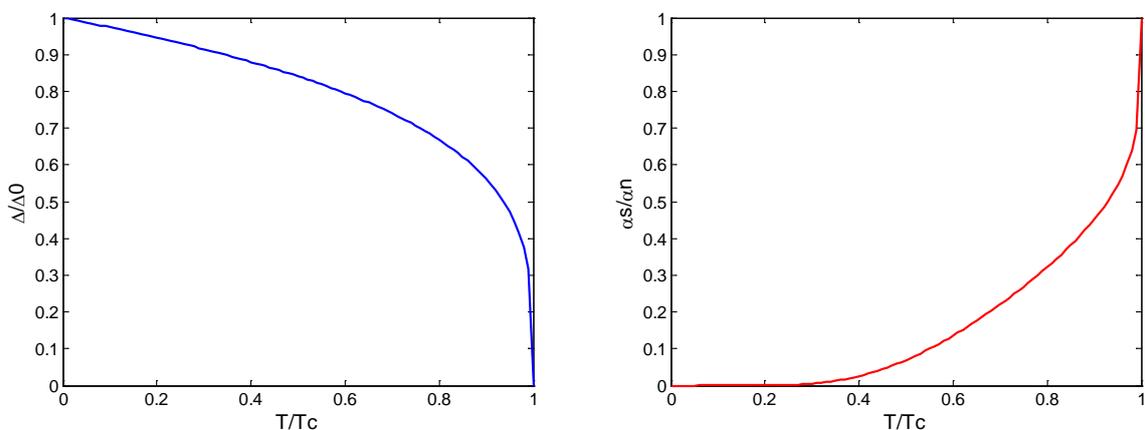
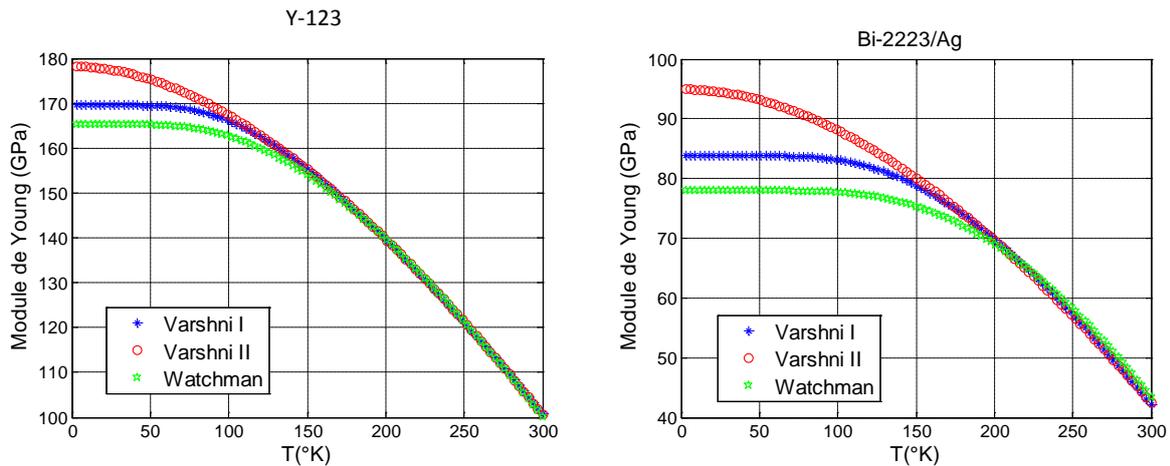


Figure III 2: Variation du gap normalisé ( $\Delta/\Delta_0$ ) et de l'atténuation normalisée ( $\alpha_s/\alpha_n$ ) en fonction de la température normalisée ( $T/T_c$ ) pour le matériau supraconducteur de type I (Pb)

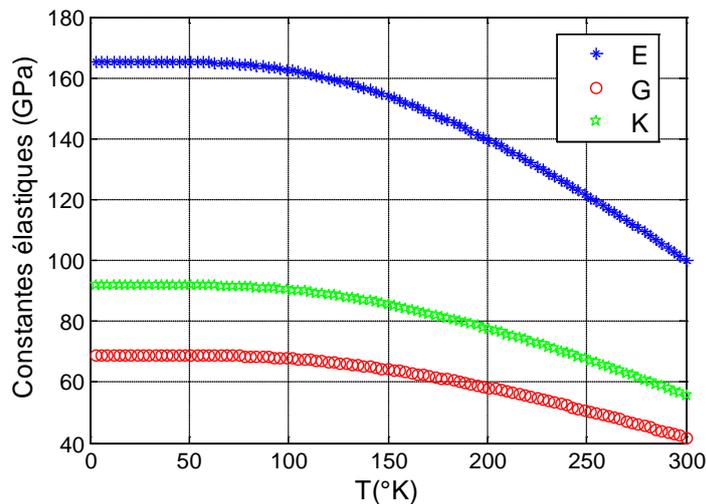
#### III.4.3.2. Etude des constantes élastiques et des vitesses en fonction de la température.

En utilisant les modèles théoriques de Watchman [73,74], Varshni [73,76] et Lakkad [73,75,77] on peut prédire les variations des constantes élastiques des matériaux supraconducteurs en fonction de la température. Pour cela nous avons choisis de faire l'étude de deux matériaux supraconducteurs en l'occurrence  $Y-123$  et  $Bi-2223/Ag$  en utilisant uniquement deux modèles en l'occurrence ceux de Varshni, Watchman.

La variation des constantes élastiques en fonction de la température dans le cas de deux échantillons  $Y-123$  et  $Bi-2223/Ag$ , est montré dans les figures III.33 et III.34, respectivement. Les constantes élastiques augmentent continuellement quand la température diminue dans les deux cas jusqu'à une valeur de la température (110 °K dans le cas de l' $Y-123$  et 150 °K pour  $Bi-2223/Ag$ ) ou ils deviennent pratiquement constantes.

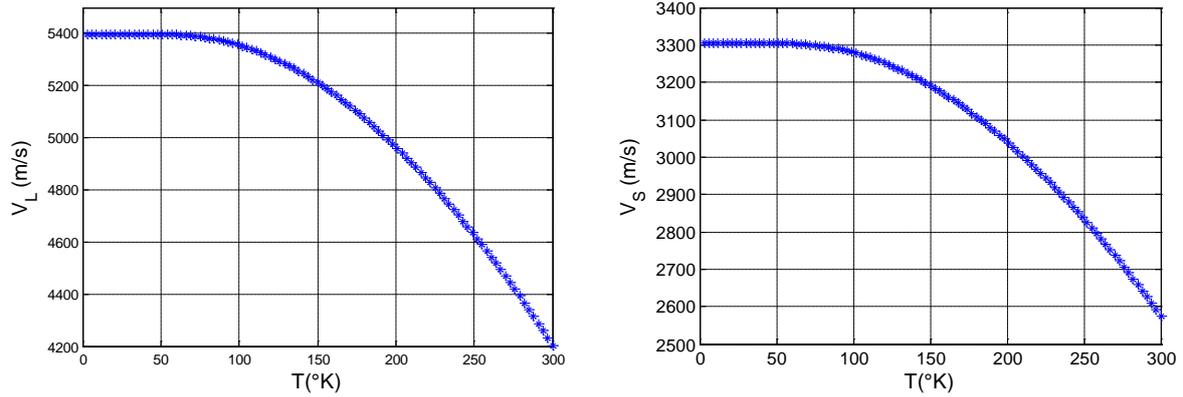


**Figure III 3: Variation du module de Young en fonction de la température pour les matériaux supraconducteurs Y-123 et Bi-2223/Ag selon les modèles de Varshni et Watchman**

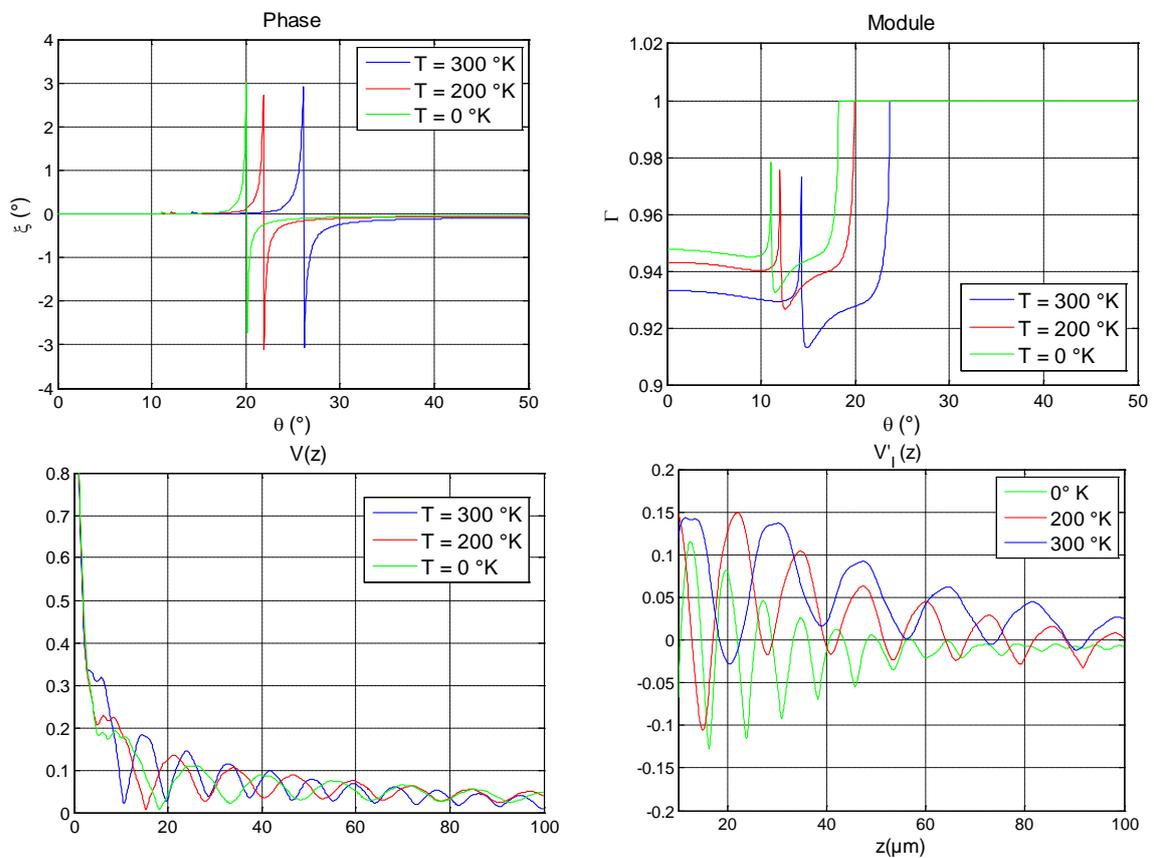


**Figure III 34: Variation des constantes élastiques en fonction de la température pour le matériau supraconducteur Y-123 selon le modèle de Watchman**

A partir des constantes élastiques de ces deux matériaux on peut calculer ces vitesses transversales et longitudinales en utilisant les équations (II-69-72), ces vitesses peuvent être ensuite utilisées pour obtenir le coefficient de réflexion et la signature acoustique des matériaux étudiés. Les variations des vitesses et coefficient de réflexion et la signature acoustique en fonction de la température, ainsi que le traitement de la signature acoustique par soustraction de la réponse de la lentille des matériaux supraconducteurs choisis sont respectivement présentés dans les figures (III.35, III.36).



**Figure III 35: Variation des vitesses transversale et longitudinale en fonction de la température pour le matériau supraconducteur Y-123**



**Figure III36: Variation de  $R(\theta)$  et  $V(z)$  en fonction de la température Y-123**

Les résultats obtenus des différentes signature acoustique  $V(z)$  nous permettent de déterminer les vitesses de Rayleigh ( $V_R$ ) que l'on étudiera en fonction de la température ( $T$ ) ainsi que l'atténuation d'où l'on remarque sur les figure ( III.37 et III.38) la décroissance de  $V_R$  lorsque  $T$  augmente ceci confirme bien les résultats obtenus puisque l'atténuation augmente et cela pour les deux matériaux.

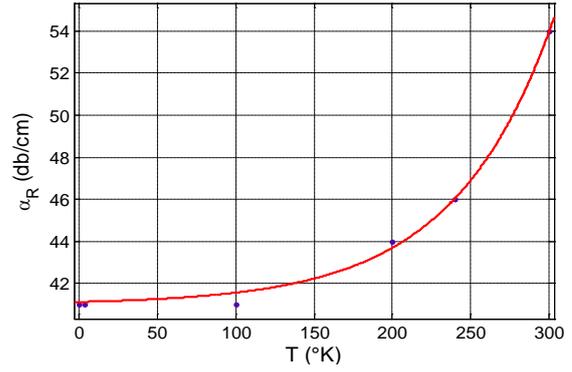
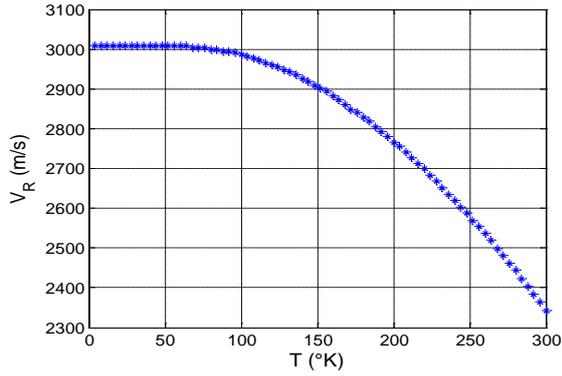


Figure III37: Variation de  $\alpha_R$  et  $V_R$  en fonction de la température Y-123

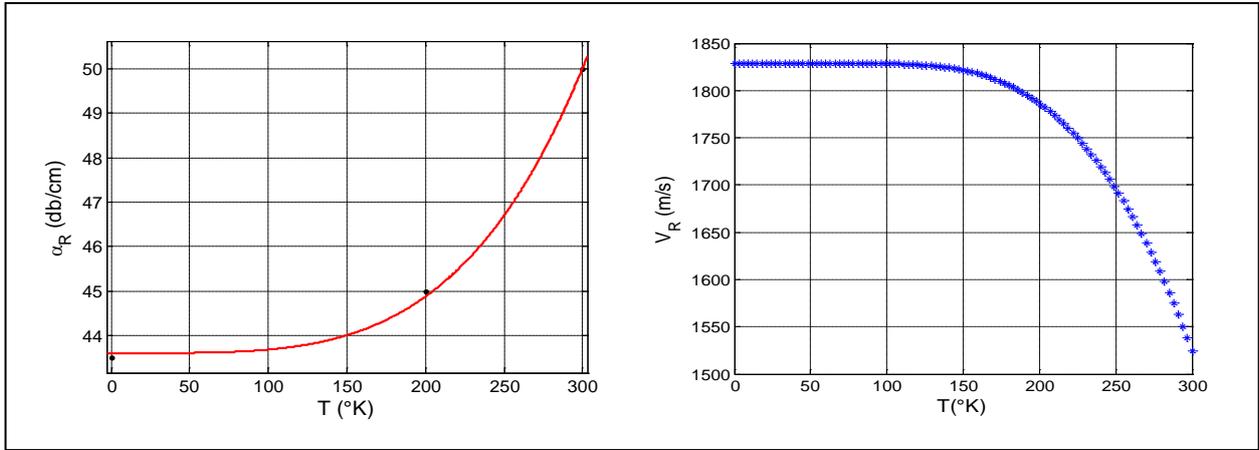


Figure III38: Variation de  $\alpha_R$  et  $V_R$  en fonction de la température Bi-2212/Pb

Les figures (III.37 et 38) montrent une augmentation de l'atténuation du mode de Rayleigh  $\alpha_R$ , des matériaux supraconducteurs Y-123 et Bi-2212-Pb, en fonction de la température jusqu'à une valeur d'atténuation notée  $\alpha_0$  à la température absolue ( $T = 0^\circ K$ ). Donc on peut déterminer la valeur intrinsèque de l'atténuation du mode de Rayleigh notée  $\alpha_{RI}$ . En faisant un fitting des courbes on obtient la variation de l'atténuation du mode de Rayleigh  $\alpha_R$  en fonction de la température sous la forme d'une équation du type:

$$\alpha_R(T) = \alpha_{RI}(T) + \alpha_0 = \alpha_I T^4 + \alpha_0$$

Les calculs pour les deux matériaux choisis sont présentés dans le tableau (III.39).

	Y-123	Bi-2212-Pb
$\alpha_I$	$1,398 \cdot 10^{-8}$	$3,116 \cdot 10^{-8}$
$\alpha_0 (\mu m^{-1})$	0,03579	0,03336

Tableau III 3: Atténuation de Rayleigh des matériaux supraconducteurs Y-123 et Bi-2212/Pb

Les résultats obtenus nous permettent de conclure que le paramètre atténuation est très influent sur les différents modes de propagations et que l'on obtient une fonction de la température de puissance 4. Cette atténuation nous permettra probablement d'établir une relation avec les propriétés d'un matériau supraconducteur tels que le gap et la température critique.

## Conclusion générale

Les résultats de modélisation obtenus dans le présent travail nous permettent de conclure ce qui suit:

L'existence des modes de surface est donnée par l'apparition de pics dominants dans le tracé de la phase du coefficient de réflexion  $R(\theta)$ .

Le nombre de modes de surface correspond au nombre de ces pics. Toutefois, et pour les structures stratifiés et pour certains matériaux monocouches, où la couche est moins rapide que le substrat, on remarque l'apparition d'autres modes du substrat sur la couche et inversement quand l'épaisseur atteint la valeur de  $\lambda$  (longueur d'onde), le système devient dispersif. Les vitesses des différents modes dépendent de la fréquence de travail. Egalement, ces vitesses varient en fonction de l'épaisseur de la couche, lorsque la fréquence est maintenue constante.

Pour les matériaux monocouches et multicouches étudiés, où la couche est plus rapide que le substrat, la signature acoustique  $V(z)$  ne possède qu'une seule période.

Par contre, pour ceux, où la couche est moins rapide que le substrat, la signature acoustique  $V(z)$  présente une périodicité multiple, due à la multiplicité des modes de surfaces (modes de Lamb).

Pour les matériaux poreux homogènes (où le rapport de la taille des pores et de la longueur d'onde acoustique est inférieur à 1), les vitesses des différents modes (de surface ou de volume) subissent une forte décroissance avec le taux de porosité.

Pour les matériaux supraconducteurs étudiés, la variation de la fréquence n'influe pas sur le positionnement des pics des différents modes, et par suite n'affecte pas les valeurs des vitesses des différents modes, sauf si on prend en considération les atténuations (longitudinale et transversale), le système devient dispersif.

Pour tous les matériaux étudiés, le coefficient de réflexion  $R(\theta)$  est beaucoup plus sensible à l'effet de l'atténuation transversale que l'atténuation longitudinale, l'amplitude et la phase de  $R(\theta)$  diminue en fonction de l'atténuation transversale et longitudinale, mais le déplacement des angles critiques des modes résulte seulement de l'atténuation longitudinale.

L'effet de l'atténuation transversale et longitudinale sur la signature acoustique  $V(z)$  se manifeste par un écrasement des minima et des maxima, et un changement au niveau de la période des pseudos oscillations ( $\Delta z$ ) en fonction de l'atténuation transversale et longitudinale, qui se traduit par une décroissance des vitesses.

L'atténuation du mode de Rayleigh ( $\alpha_R$ ), dans les matériaux supraconducteurs étudiés, augmente en fonction de la température jusqu'à une valeur d'atténuation notée  $\alpha_0$  à température absolue ( $T = 0^\circ K$ ), ce qui nous permet de déterminer la valeur intrinsèque de l'atténuation du mode de Rayleigh ( $\alpha_{Rl}$ ) qui est une fonction de puissance 4 de la température. Ce travail de modélisation sera validé par des études expérimentales.

Les résultats obtenus pour la validation de la modélisation de la signature acoustique  $V(z)$  et du coefficient de réflexion  $R(\theta)$  sont en bon accord avec les travaux de référence. Les résultats que l'on a obtenus sont innovateurs, quant à la caractérisation des matériaux supraconducteurs dont nous avons pu mettre en évidence une relation entre l'atténuation et les propriétés des matériaux supraconducteurs ainsi que l'évolution des vitesses de propagation des ondes de surface.

## - - BIBLIOGRAPHIE - -

- [1] J. Bardeen, L.N. Cooper, & J. R. Schrieffer, Phys. Rev. 108, 1175 (1957).
- [2] H. Kamerlingh Onnes, Commun. Phys. Lab. Univ. Leiden, 120b, 122b, 124c (1911).
- [3] J- R. Waldram, Superconductivity of Metals and Cuprates, Ins. of Physics Publishing, Bristol and Philadelphia (1996).
- [4] F. London, H, London, Proc. R. Soc. A 149,7 1 (1935)
- [5] W. Meissner and R. Ochsenfeld, Naturwissenschaften 21, 787 (1933).
- [6] V. L. Ginzburg, L. D. Landau, Zh ; Eksp. Teor. Fiz., 20, 1064 (1950)
- [7] A.A. Abrikosov, Sov. Phys.-JETP 5, 1174, (1957).
- [8] J. G. Bednorz, K. A, Muller, 2. Phys. Pp. 164, 189 (1986).
- [9] Imhoff M. Etudes hyperfréquence et ultrasonore du niobium, supraconducteur conventionnel de type II, Thèse, université de Sherbrooke, Québec, Canada, avril (1999).
- [10] B. J. Baelus, Vortex matter in mesoscopic superconductors, PhD thesis, UIA, Antwerpen, (2002).
- [11] DAO Vu Hung, Etude théorique de l'état de vortex dans de nouveaux supraconducteurs: MgB2 et PrOs4Sb12, Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier - Grenoble I (2006)
- [12] Laurent-Patrick Levy, Magnétisme et supraconductivité, InterEditions et CNRS (1997).
- [13] A. H. Majedi, S. K. Chaudhuri, and S. Safavi-Naeini, Analysis of Photo-Excited Thin Superconducting Films for Optoelectronic Device Applications, IEEE TRANSACTIONS ON APPLIED SUPERCONDUCTIVITY, Vol. 11, n°. 3, pp. 4095-4101, Septembre (2001)
- [14] V.E Kataev et al., Coherence effects in the spin relaxation of lanthanum-stronium ceramics, JETP Lett., Vol. 48, N° 8, pp.476-480, 25 October (1988).
- [15] O. G. Vendik, I. B. Vendik, and D. I. Kaparkov, "Empirical model of microwave properties of high temperature superconductors," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, Vol. 46, n° 5, pp. 469-478, (1998).
- [16] J.E. Heiserman, "Cryogenic acoustic microscopy: The search for ultrahigh resolution using cryogenic liquids, " *Physica B+C*, Volumes 109-110, pp. 1978-1989, July (1982).
- [17] H. Coelho-Mandes, "Microscopie Acoustique: Influence des ondes latérales sur la signature acoustique V(z)" Thèse de Doctorat, U.S.T.L, Montpellier, France, (1990).
- [18] J. Attal, G. Despau, R. Caplin, J. M. Saurel, "New developments in scanning acoustic microscopy"

- [19] R. A. Lemons, C. F. Quate, "Acoustic Microscopy: Scanning version" Appl. Phys. Letters 24, pp. 163-165, (1974).
- [20] R. A. Lemons, C. F. Quate, "Acoustic Microscopy" Physical Acoustics 14, pp. 1-92, Academic Press, London, (1979).
- [21] A. Atalar, C. F. Quate, H. K. Wickramasinghe, "Phase imaging in reflection with the acoustic microscope" J. Appl. Phys., Vol. 49, n° 10, pp. 5130-5139, (1978).
- [22] J. Kushibiki, A. Ohkubo, N. Chubachi, "Theoretical analysis for V(z) curves obtained by acoustic microscope with line focus beam". Electronics letters, 18 N° 15, 663 (1982).
- [23] J. Kushibiki, T. Ueda, N. Chubachi, "Determination of elastic constants by LFB acoustic microscope" IEEE Ultrasonics Symposium, pp. 817 - 821, (1987).
- [24] H. L. Bertoni, "Ray optical evaluation of V(z) in the reflection acoustic microscope" IEEE Trans. on Sonics and Ultras., Vol. 31, n°5, pp. 105-116, (1984).
- [25] K. Alami, "Modélisation et analyse spectrale de la signature acoustique appliquée à la microcaractérisation des matériaux homogènes et stratifiés" Thèse de Doctorat, U.S.T.L, Montpellier, France, (1991).
- [26] M. Benbelghit Ahmed, Détermination des propriétés élastiques de quelques matériaux massifs et revêtus par simulation du signal du microscope acoustique à réflexion, Mémoire de magister. Université Amar Telidji - Laghouat. (2002).
- [27] J.L. Rose, J.J. Ditri, D.Gallela and T.Grant, "Adhesive bond inspection utilizing ultra sonic Lamb waves," Proc. of 15th Annual meeting of the adhesion society, Feb. 22-19 Hilton Head, SC, pp. 181-183, (1992).
- [28] F. A. Lahouari, "Etude et modélisation de la signature fréquentielle V(f) en microscopie Acoustique: application à la caractérisation de l'adhérence" Thèse de Doctorat, U.S.T.L, Montpellier, France, (1993).
- [29] J.L. Rose, J. J. Ditri , "Pulse-Echo and Through Transmission Lamb waves Techniques for Adhesive bond inspection," Br. Jr. NDT, Vol. 34, No. 12, , pp 591-594, Dec. (1992).
- [30] A. BOUDOUR, Y. BOUMAIZA, M.GUERIOUNE, S. BELKAHLA "Mechanical characterization of thin layer of chromium on steel substrate by acoustic methods", Physica status solidi. A. Applied research, Vol. 201, n°1, pp. 80-89, (2004).
- [31] R. J. M. da Fonseca, L. Ferdj-Allah, G. Despau, A. Boudour, L. Robert, J. Attal, "New look on scanning acoustic microscopy and recent applications to materials science", Advanced Materials, Vol. 5, n° 7/8, pp. 508-519, (1993).

- [32] A Boudour, "Etude par microscopie acoustique des différents modes de propagation dans les structures monocouches et multicouches", Thèse de Doctorat. Université Badji Mokhtar - Annaba.(2000).
- [33] Roman Gr. Maev, Acoustic Microscopy: Fundamentals and Applications, WILEY-VCH Verlag (2008)
- [34] Y. Benelmostafa, J. F. De Belleval, N. Mercier, et I. Molinero, "Modélisation numérique de la propagation des ultrasons dans un milieu multicouche. Application aux collages" J. Phys. Colloques 51 C3 (1990).
- [35] A. Pilarski, "Ultrasonic Evaluation of the Adhesion Degree in Layered Joints," Material Evaluation, Vol. 43, No. pp. 765-770, 5 May (1985)
- [36] J. Attal  
"Acoustic Microscopy Imaging Microelectronics Circuit with Liquid Metals", Scanned Image Microscopy, Academic Press, New York, pp. 97-118, (1980).
- [37] R. S. Gilmore, K. C. Tam, J. D. Young and D. R. Howard  
"Acoustic microscopy from 10 to 100 MHz for industrial applications"  
Phil. Trans. R. Soc. Lond., A 320, pp 215-235, (1986).
- [38] A. Saied, "Conception et réalisation d'un nouveau type de lentille pour améliorer la résolution en profondeur d'un microscope acoustique", Thèse de Doctorat, U.S.T.L, Montpellier, France, (1985).
- [39] J. Attal, "Lentilles asphériques", Brevet N° 84, (1988).
- [40] J. Attal, C. Amaudric Du Chaffaut, K. Alami, H. Coelho-Mandes, A. Saied, "Role of coupling fluid in the acoustic signature  $V(z)$ ", Electronics Letters, Vol. 25 n° 24, pp. 1625-1626, (1989).
- [41] A. B. Auld, "Acoustic fields and waves in solids", Vol. 1 and 2, John Wiley, New York, (1973).
- [42] L. M. Brekhovskikh, O. A. Godin, "Acoustic of layered media I: plane and quasi-plane waves", Springer-Verlag, Berlin, (1990).
- [43] E. Dieulesaint, D. Royer, "Ondes élastiques dans les solides, applications au traitement du signal" Masson, Paris, pp. 181-201, (1974).
- [44] A. SCHOCH, The transmission of sound planes waves through plates. Acoustic, 2, pp1-17, (1952).
- [45] L. M. Brekhovskikh, "Waves in layered media", Academic Press, New York, (1980).
- [46] A. Atalar, H. Köymen, L. Degertekin, "Characterisation of layered materials by the lamb wave lens", IEEE Ultrasonic Symposium, pp. 359-362, (1990).

- [47] W. J. Xu, M. Ourak, Angular measurement of acoustic reflection coefficient for substrate materials and layered structures by  $V(z)$  technique, *NDT&E International*, Vol. 30, N° 2, pp. 75-83, (1997).
- [48] A. Briggs, "In Acoustic Microscopy", Clarendon Press, Oxford, (1992).
- [49] A. Atalar, "An angular spectrum approach to contrast in reflection acoustic microscopy", *J. Appl. Phys.*, Vol. 49, pp. 5130-5139, (1978).
- [50] C. J. R Shepard, T. Wilson  
"Effect of high angles of convergence on  $V(z)$  on the scanning acoustic microscopy"  
*Appl. Phys. Letters*, n° 38, pp. 858-859, (1981).
- [51] A. Tria, "Traitement spécifique de la signature acoustique et approche du problème inverse"  
Thèse de Doctorat, U.S.T.L, Montpellier, France, (1994).
- [52] P. Duvaut, "Traitement du signal concepts et applications" Hermes, Paris, (1990).
- [53] J.A. Kleppe, Engineering applications of acoustics, Scientific Engineering Instruments, Inc. Sparks, Nevada, (1989).
- [54] C. Amaudric Du Chaffaut, Microcaractérisation de matériaux de la Microélectronique utilisant la méthode de la signature acoustique  $V(z)$ , Thèse de Doctorat. Montpellier, (1990).
- [55] J. Dumont-Fillon, Contrôle non destructif (CND), Techniques de l'ingénieur (R 1 400).
- [56] Lawrence C. Lynnworth, Industrial Applications of Ultrasound - A Review : Measurements, Tests, and Process Control  
Using Low-Intensity Ultrasound  
*IEEE TRANSACTIONS ON SONICS AND ULTRASONICS*, VOL. SU-22, N° 2, MARCH 1975
- [57] E. P. Papadakis, "Physical acoustics and microstructure of iron alloys", *International Metals Reviews*, Vol. 29, n°1, pp. 1-24, (1984).
- [58] E. Papadakis, "Revised grain-scattering formulas and tables", *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol 37 n°4, pp. 703-710, (1965).
- [59] L. Robert, G. Despaux, A. Le Brun, J.M. Saurel, Acoustic signature: Study of damping induced by irradiation damage, *Proc IEEE Ultrasonic symposium*, pp. 1405-1408, (1994).
- [60] P. Zinin, O. Lefeuvre, A. D. Briggs, B. D. Zeller, P. Cawley, A. J. Kinloch and G. E. Thompson, Anomalous behavior of leaky surface waves for stiffening layer near cutoff, *J. Appl., Physics*. 82(3), pp 1031-1035, August (1997).

- [61] G. Mott, "Reflection and refraction coefficients at a fluid-solid-interface", The Journal of the Acoustical Society of America, vol 50 n°3, pp. 819-829, (1970).
- [62] R. D. Weglein, Rayleigh, "wave absorption via acoustic microscopy", Electronics Letters (18), , pp. 20-21, (1982).
- [63] Smith, H. K Wickramasinghe, "Saw attenuation measurement in the acoustic microscope". Electronics Letters (18), pp. 955-956, (1982).
- [64] J. Kushibiki, A. Ohkubo, N. Chubachi, Theoretical analysis for  $V(z)$  curves obtained by acoustic microscope with line focus beam. Electronics letters, 18 N° 15, 663 (1982).
- [65] C. Gazanhes , J. P. Héroult, Dispersion acoustique dans des roches poreuses J. Phys. III France 3 (1993) 2071-2086.
- [66] J. Attal, Microscopie acoustique, Techniques de l'ingénieur (R 1 402).
- [67] Allard J.-F., Propagation of sound in porous media : modeling sound absorbing materials, Chapman & Hall, Londres, (1993).
- [68] R. J. M. Da Fonseca , J. M Saurel , A. Faucaran, E. Massone , T. Talierno, J. Camassel, Acoustic microscopy investigation of porous silicon, Elsevier science, thin solid films 255, pp 155-158 (1995).
- [69] Boumaiza Youcef, Caractérisation par microscopie acoustique de silicium (100), (111) et des couches minces de SiC/Si (100), et d'un échantillon d'acier, Thèse de magistère Annaba (1992).
- [70] F. Craciun, G. Guidarelli, C. Galassi, E. Roncari, Elastic wave propagation in porous piezoelectric ceramics, Elsevier Science, Ultrasonics 36, pp. 417-430, (1998)
- [71] B. Eilman, L. Taillefer and M. Poirier, Transverse ultrasound revisited: A directional probe of the A phase of  $U\text{Pt}_3$ , PHYSICAL REVIEW B VOLUME 54, NUMBER 13 (1996).
- [72] R. D. Parks, "Superconductivity", Vol, 2, Dekker, New-York (1969).
- [73] R. Ravinder Reddy, P. Venugopal Reddy, "An analytical study of Young's moduli of HTSC at low temperatures", Physica C 265, pp.06, (1996)
- [74] J. B. Watchman Jr., W.E. Tefft, D.G. Lam et C. S. Apstein, Phys. Rev 122, p. 1754, (1961).
- [75] S.Q. Wu, Z.F. Hou, Z.Z. Zhu, "Elastic properties and electronic structures of  $\text{CdCNi}_3$  comparative study with  $\text{MgCNi}_3$ , Solid State Sciences 11, pp. 251-258, (2009)
- [76] Y. P. Varshni, Phy. Rev B 2), 3952, (1970).
- [77] S. C. Lakkad, J. Appl. Phys. 42, 4277, (1971).

[78] T. Tahraoui, A. Boudour, Y. Boumaïza, Etude par microscopie acoustique de l'effet d'atténuation transversale et longitudinale sur les modes de propagation dans les structures monocouches et multicouches, C. R. Phys (2009).

[79] N.A. Rasih, A.K. Yahya, Effect of Ba-site substitution by Sr on ultrasonic velocity and electron-phonon coupling constant of  $\text{DyBa}_{2-x}\text{Sr}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  superconductors, J. Alloys Compd. (2009), doi:10.1016/j.jallcom..02.055, (2009).

[80] M.F. Bakar, A.K. Yahya, Distinct effects of  $\text{Al}^{+3}$  substitution at Cu-site and  $\text{Al}_2\text{O}_3$  addition on step-like elastic anomalies and electron-phonon coupling constant in  $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  superconductors, Journal of Alloys and Compounds, Volume 490, Issues 1-2, 4 February 2010, Pages 358-365.

[81] S. Bouhedja, I. Hadjoub, A. Doghmane, and Z. Hadjoub, Investigation of Rayleigh wave attenuation via annular lenses, in acoustic microscopy, phys. stat. sol. (a) 202, No. 6, 1025–1032 (2005).

[82] Y.-C. Lee, J. O. Kim, and J. D. Achenbach, Ultrasonics Sympo., pp. 607–612. . (IEEE Inc., New York, (1993).

# Annexe 1

## Les fenêtres de pondération et ces fonctions

Fenêtre	Fonction	
Triangulaire	n impair	n pair
	$w[k] = \begin{cases} \frac{2k}{n+1}, & 1 \leq k \leq \frac{n+1}{2} \\ \frac{2(n-k+1)}{n+1}, & \frac{n+1}{2} \leq k \leq n \end{cases}$	$w[k] = \begin{cases} \frac{2k-1}{n}, & 1 \leq k \leq \frac{n}{2} \\ \frac{2(n-k+1)}{n}, & \frac{n}{2} + 1 \leq k \leq n \end{cases}$
Bartlett-Hann	$w[k+1] = 0.62 - 0.48 \left  \left( \frac{k}{n-1} - 0.5 \right) \right  + 0.38 \cos \left( 2\pi \left( \frac{k}{n-1} - 0.5 \right) \right)$ $0 \leq k \leq (n-1).$	
Bartlett	n impair	n pair
	$w[k+1] = \begin{cases} \frac{2(k)}{n-1}, & 0 \leq k \leq \frac{n}{2} - 1 \\ \frac{2(n-k-1)}{n-1}, & \frac{n}{2} \leq k \leq n-1 \end{cases}$	$w[k+1] = \begin{cases} \frac{2k}{n-1}, & 0 \leq k \leq \frac{n-1}{2} \\ 2 - \frac{2(k)}{n-1}, & \frac{n-1}{2} \leq k \leq n-1 \end{cases}$
Blackman	$w[k+1] = 0.42 - 0.5 \cos \left( 2\pi \frac{k}{n-1} \right) + 0.08 \cos \left( 4\pi \frac{k}{n-1} \right), \quad k = 0, \dots, n-1$	
harris	$w[k+1] = a_0 - a_1 \cos \left( 2\pi \frac{k}{n-1} \right) + a_2 \cos \left( 4\pi \frac{k}{n-1} \right) - a_3 \cos \left( 6\pi \frac{k}{n-1} \right)$ $0 \leq k \leq (n-1).$	
Bohman	$w[k+1] = \left[ 1.0 - \frac{\left( \frac{k-N}{2} \right)}{\frac{N}{2}} \right] \cos \left[ \pi \frac{\left( \frac{k-N}{2} \right)}{\frac{N}{2}} \right] + \frac{1}{\pi} \sin \left[ \pi \frac{\left( \frac{k-N}{2} \right)}{\frac{N}{2}} \right] \quad 0 \leq  k  \leq N.$	
Gauss	$w[k+1] = e^{-\frac{1}{2} \left( \frac{k-N}{N/2} \right)^2}, \quad 0 \leq k \leq N, \quad \alpha \geq 2.$	
Hann	$w[k+1] = 0.5 \left( 1 - \cos \left( 2\pi \frac{k}{n-1} \right) \right), \quad k = 0, \dots, n-1$	
Hamming	$w[k+1] = 0.54 - 0.46 \cos \left( 2\pi \frac{k}{n-1} \right), \quad k = 0, \dots, n-1$	
Nuttall	$w[k+1] = a_0 - a_1 \cos \left( 2\pi \frac{k}{n-1} \right) + a_2 \cos \left( 4\pi \frac{k}{n-1} \right) - a_3 \cos \left( 6\pi \frac{k}{n-1} \right)$ $0 \leq k \leq (n-1).$	