

50 376

1967 N° d'ordre

21

50376

1967

21

UNIVERSITÉ DE LILLE

FACULTÉ DES SCIENCES

THÈSE DE 3^e CYCLE

MENTION PHYSIQUE DU SOLIDE

Détermination des constantes élastiques
des cristaux à partir de l'étude de la propagation
d'une onde ultrasonore de haute fréquence



Membres du Jury :

M. PÉREZ

Président

M. MORIAUX

Examineur

M. CONSTANT

Examineur

Présentée à Lille, le Juin 1967

par

Jean-Marc DESRUMAUX



030 023075 9

MM. DEDECKER	Mathématiques.
DEFRETIN	Biologie marine.
DEHORS	Physique industrielle.
DELATTE	Géologie Générale.
DELEAU	Géologie et Minéralogie.
DELHAYE	Chimie minérale.
DESCOMBES	Calcul Différentiel et Intégral.
FOURET	Physique.
GABILLARD	Radioélectricité et Electronique.
GERMAIN	Chimie Générale.
GLACET	Chimie organique.
GONTIER	Mécanique des Fluides.
HEIM DE BALSAC	Zoologie.
HOCQUETTE	Botanique générale et appliquée.
LEBEGUE	Botanique.
Mme LEBEGUE	Physique.
M. LEBRUN	Radioélectricité et Electronique.
Mel. LENOBLE	Physique.
MM. LIEBAERT	Radioélectricité.
LINDER	Botanique.
LUCQUIN	Chimie.
MARION	Chimie.
Mel. MARQUET	Mathématiques.
MM. MARTINOT-LAGARDE	Mécanique des Fluides.
MENNESSIER	Géologie.
MORIAMEZ	Physique.
MONTARIOL	Chimie minérale appliquée.
LONTREUIL	Chimie Biologie.
PARREAU	Doyen Honoraire.
PEREZ	Physique.
PHAM MAU QUAN	Mécanique Générale.
POUZET	Mathématiques.
PROUVOST	Géologie et Minéralogie.
SAVARD	Chimie Générale.
SCHALLER	Zoologie.
SCHILTZ	Physique.
Mme SCHWARTZ	Mathématiques.

MM. TRIDOT	Chimie Minérale Appliquée.
VIVIER	Zoologie.
WATERLOT	Géologie et Minéralogie.
WERTHEIMER	Physique.

Maîtres de Conférences

MM. BEAUFILS	Chimie Générale.
BLANCHARD	Chimie organique.
BOILLET	Physique.
BUI TRONG LIEU	Mathématiques.
CHASTRETTE	Chimie Générale.
COMBET	Mathématiques.
DERCOURT	Géologie et Minéralogie.
CONSTANT	Physique.
DEVRAINNE	Chimie Minérale.
GAVORET	Physique Théorique.
HERZ	Calcul numérique.
HUARD DE LA MARRE	Calcul numérique
LACOMBE	Mathématiques.
MAES	Physique.
METTETAL	Zoologie.
MOUVIER	Chimie.
NGUYEN PHONG CHAU	Mathématiques.
PANET	Electromécanique.
RAUZY	Mathématiques.
SAADA	Physique.
SEGARD	Chimie Biologique.
TUDO	Chimie minérale appliquée.
VAILLANT	Mathématiques.
VAZART	Botanique.
VIDAL	Physique Industrielle.

Secrétaire Général, Attaché Principal

M. LEGROS

Attachés d'Administration

MM. COLLIGNON.

FACON.

JANS.

LEROY.

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Physique des Ultrasons de la Faculté des Sciences de LILLE. Je remercie Monsieur le Professeur MORIAMEZ de m'y avoir accueilli et d'avoir favorisé mon initiation à la Recherche.

Je remercie, Messieurs les Professeurs PEREZ et CONSTANT d'avoir accepté de faire partie du Jury.

Je remercie particulièrement Madame MORIAMEZ, Chargée de Recherche au C.N.R.S. pour sa collaboration spontanée. à la discussion des résultats de ce travail.

Mes remerciements les plus cordiaux vont à mes camarades de laboratoire et particulièrement à B. DELANNOY qui, à la suite de son mémoire d'Ingénieur du C.N.A.M. m'a apporté une aide précieuse et efficace dans la partie électronique de ce travail.

SUR LA DETERMINATION DES CONSTANTES ELASTIQUES A PARTIR DE
L'ETUDE DE LA PROPAGATION D'ONDES ULTRASONORES DANS LES CRISTAUX.

---:---:---:---:---:---:---:---

INTRODUCTION

Le travail qui nous a été proposé est la détermination des constantes élastiques des monocristaux au moyen de différentes méthodes, utilisant la propagation d'ondes ultrasonores. De la connaissance de ces constantes élastiques on peut déduire quelques renseignements sur la structure des matériaux et leur température de Debye, mais on ne peut calculer leur valeur à partir des données expérimentales que si l'on connaît parfaitement la propagation des ondes acoustiques dans ces milieux.

Dans ce but nous avons consacré la première partie de ce travail: à rappeler les éléments de la théorie classique (Voigt) de l'élasticité du milieu cristallin. Nous montrons la pentaréfringence d'un milieu piézoélectrique.

Dans la deuxième partie, nous décrivons les différentes méthodes qui permettent de mesurer la vitesse d'une onde ultrasonore de fréquence comprise entre 1 et 1000 MHz, se propageant dans un solide.

La troisième partie rend compte des principales difficultés rencontrées dans la mise en oeuvre d'une technique de mesure appropriée.

La quatrième partie décrit le dispositif choisi. Nous avons particulièrement discuté de l'importance de la bande passante de l'assemblage acoustique.

La cinquième partie décrit une méthode de comparaison de phase. Nous avons montré l'influence des couches minces de liaison.

Enfin, dans la dernière partie, nous appliquons la méthode à la détermination des constantes élastiques d'un cristal cubique.

1 - DETERMINATION DES CONSTANTES ELASTIQUES A PARTIR DES VITESSES DE PROPAGATION DES ONDES MECANIQUES.

1 - Rappel de la théorie de l'élasticité.

Dans la théorie initiale émise par Voigt en 1910, le milieu cristallin est supposé homogène à toute échelle. Voigt définit des coefficients d'élasticité C_{ijkl} (au nombre de 21 pour un cristal tridimensionnel) mesurables par des méthodes statiques. Love (1927) relie directement la dynamique des ondes mécaniques aux coefficients d'élasticité statique C_{ijkl} tels que Voigt les a définis, en assimilant la déformation mécanique à une transformation adiabatique. Cependant en 1913, la réflexion sélective des rayons X révélait que le milieu cristallin est hétérogène à toute échelle inférieure à l'angström et qu'il n'a donc pas l'homogénéité que lui attribue Voigt, ce fut l'origine de théories nouvelles fondées sur la structure atomique (Born 1915, Laval 1950). (1).

Nous conservons la théorie classique des constantes élastiques qui suppose l'absence de densité de couple en volume. Cela revient à admettre que les forces de liaison interatomique sont centrales.

Pour une transformation thermodynamique réversible, la variation d'énergie interne du cristal peut s'exprimer en fonction des variations des paramètres définissant l'état du système par l'équation:

$$dU = T_{ij} de_{ij} + E_m dD_m + \theta dS$$

ou:

e_{ij} est le tenseur des déformations (m/m)

T_{ij} est le tenseur des tensions (Newton/m²)

E_m est le vecteur champ électrique (volt/mètre)

D_m est le vecteur déplacement électrique (Cb/m²)

θ est le scalaire température absolue (deg. Kelvin)

S est l'entropie $\frac{\text{Joules}}{\text{m}^3 \times \text{o}^\circ\text{K}}$

La mise en équation de la propagation des ondes acoustiques est plus commode en utilisant l'enthalpie électrique

$$H_2 = H_2(e_{ij}, E_n, S)$$

$$dH_2 = T_{ij} de_{ij} - D_n dE_n + \theta dS$$

Cela permet de définir de façon précise des coefficients qui caractérisent les propriétés des cristaux:

$$I \left\{ \begin{aligned} dT_{ij} &= \left(\frac{\partial T_{ij}}{\partial e_{kl}} \right)_{E,S} de_{kl} + \left(\frac{\partial T_{ij}}{\partial E_n} \right)_{e,S} dE_n + \left(\frac{\partial T_{ij}}{\partial S} \right)_{e,E} dS \\ dD_n &= \left(\frac{\partial D_n}{\partial e_{kl}} \right)_{E,S} de_{kl} + \left(\frac{\partial D_n}{\partial E_n} \right)_{e,S} dE_n + \left(\frac{\partial D_n}{\partial S} \right)_{e,E} dS \\ d\theta &= \left(\frac{\partial \theta}{\partial e_{kl}} \right)_{E,S} de_{kl} + \left(\frac{\partial \theta}{\partial E_n} \right)_{e,S} dE_n + \left(\frac{\partial \theta}{\partial S} \right)_{e,E} dS \\ dH_2 &= \left(\frac{\partial H_2}{\partial e_{kl}} \right)_{E,S} de_{kl} + \left(\frac{\partial H_2}{\partial E_n} \right)_{e,S} dE_n + \left(\frac{\partial H_2}{\partial S} \right)_{e,E} dS \end{aligned} \right.$$

On a alors:

$$\left(\frac{\partial^2 H_2}{\partial e_{kl} \partial E_n} \right)_S = \left(\frac{\partial T_{ij}}{\partial E_n} \right)_S = - \left(\frac{\partial D_n}{\partial e_{kl}} \right)_S = - e_{ij,n}^S = - e_{n,kl}^S =$$

coefficient piézoélectrique (C/m^2 ou $Nm^{-1}V^{-1}$)

$$\left(\frac{\partial^2 H_2}{\partial e_{kl} \partial S} \right)_E = \left(- \frac{\partial T_{ij}}{\partial S} \right)_E = \left(\frac{\partial \theta}{\partial e_{ij}} \right)_E = - \gamma_{ij}^E = \text{coeff. piézocalorifique}$$

$$\left(\frac{\partial^2 H_2}{\partial E_n \partial S} \right)_e = - \left(\frac{\partial D_n}{\partial S} \right)_e = \left(\frac{\partial \theta}{\partial E_n} \right)_e = r_n^e = \text{coefficient de polarisation calorifique.}$$

$$\left(\frac{\partial^2 H_2}{\partial e_{ij} \partial e_{kl}} \right)_{E,S} = \left(\frac{\partial T_{ij}}{\partial e_{kl}} \right)_{E,S} = C_{ijkl}^{E,S} = C_{kl,ij}^{E,S} = \text{coefficient de rigidité élastique (Newton/m}^2\text{)}$$

$$\left(\frac{\partial^2 H_2}{\partial E_m \partial E_n} \right)_{e,S} = - \left(\frac{\partial D_m}{\partial E_n} \right)_{e,S} = - \epsilon_{mn}^{e,S} = - \epsilon_{nm}^{e,S} = \text{coefficient de permittivité (Farad/m)}$$

$$\left(\frac{\partial^2 H_2}{\partial S^2} \right)_{e,E} = \left(\frac{\partial \theta}{\partial S} \right)_{e,E} = \frac{\theta}{C^{e,E}} \text{ où } C^{e,E} \text{ est la capacité calorifique de l'unité de volume.}$$

Les équations (1) restent valables même si, les propriétés du cristal ne sont pas linéaires. Dire que les coefficients définis sont constants revient à adopter une loi de Hooke généralisée. Pour une variation suffisamment faible des paramètres, les propriétés du cristal restent linéaires, les équations (1) prennent alors la forme suivante:

$$II \begin{cases} T_{ij} = C_{ijkl}^{E,S} e_{kl} - e_{ij,m}^S E_m - \gamma_{ij}^E \Delta S \\ D_n = e_{n,kl}^S e_{kl} + \epsilon_{nm}^{S,e} E_m - r_n^e \Delta S \\ \Delta \theta = -\gamma_{kl}^E e_{kl} + r_m^e E_m + \frac{\theta}{C^{e,E}} \Delta S \end{cases}$$

où l'on applique la convention de sommation d'Einstein.

Il est commode d'utiliser une notation matricielle à deux indices ce qui nous amène à définir de nouveaux coefficients élastiques et piézoélectriques suivant la correspondance habituelle:

ij/kl	11	22	33	23 ou 32	13 ou 31	12 ou 21
U/v	1	2	3	4	5	6

ce qui donne:

$$\text{III} \begin{cases} T_u = C_{uv}^{E,S} & e_v - e_u^S & E_m - \gamma_u^E & \Delta S \\ D_n = e_{nv}^S & e_v + \sum_{nm} e_{nm}^{e,S} & E_m - r_n^e & \Delta S \\ \Delta\theta = -\gamma_v^E & e_v + r_m^e & E_m + \frac{\theta}{C^{e,E}} & \Delta S \end{cases}$$

en tenant compte de $T_{ij} = T_{ji}$ (théorie de Voigt)

$$\text{et } e_{kl} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial s_k}{\partial x_l} + \frac{\partial s_l}{\partial x_k} \right) = e_{lk}$$

où s_k est le déplacement élastique exprimé en mètre.

Les propriétés du cristal sont bien représentées par une matrice symétrique 10×10 qui a en général 55 composantes indépendantes et qui peut être réduite par des considérations de symétrie suivant le principe de Neumann. On peut trouver ces matrices des propriétés statiques pour les 32 groupes ponctuels dans l'ouvrage de Nye (2).

Nous pouvons maintenant écrire les équations de la dynamique:

$$F_i = \int_V \rho \, dv \frac{\partial^2 s_i}{\partial t^2}$$

d'où:

$$\rho \frac{\partial^2 s_i}{\partial t^2} = \frac{\partial T_{ij}}{\partial x_j}$$

ce qui donne les équations du mouvement de l'onde élastique.

$$\text{IV } \rho \frac{\partial^2 s_i}{\partial t^2} = C_{ijkl} \frac{\partial^2 s_k}{\partial x_j \partial x_l} - e_{ijm} \frac{\partial E_m}{\partial x_j}$$

Il faut donc disposer de 6 relations pour obtenir les 6 fonctions inconnues s_k et E_m .

Cela est possible en utilisant les équations de Maxwell

$$\vec{\nabla} \wedge \vec{H} = \frac{\partial \vec{D}}{\partial t}$$

$$\vec{\nabla} \wedge \vec{E} = - \frac{\partial \vec{B}}{\partial t}$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{D} = 0$$

compte tenu des propriétés constitutives du milieu exprimées par les équations:

$$J_m = \sigma_{mn} E_n = 0 \text{ (conductibilité négligeable)}$$

$$Q = 0 \text{ (pas de charge mobile dans le cristal)}$$

$$B_m = \mu_{mn} H_n \text{ (aucun effet piézo ou pyromagnétique)}$$

Introduisons avec Pailloux (3) les opérateurs différentiels X_j et T qui correspondent aux dérivations en fonction de x_j et t . Les trois équations acoustiques s'écrivent:

$$VI \quad \left(\rho T^2 \delta_{ik} - C_{ijkl} X_j X_l \right) s_k + e_{ijm} X_j E_m = 0$$

$$\delta_{ik} \text{ étant le symbole de Kronecker } \delta_{ik} = \begin{cases} 1 & \text{si } i = j \\ 0 & \text{si } i \neq j \end{cases}$$

Les trois équations électriques s'écrivent de même

$$VII \quad T^2 e_{nkl} X_l s_k + T^2 \epsilon_{nm} E_m - \pi'_{nm} E_m = 0$$

$$\epsilon_{nm} = \text{étant la permittivité}$$

$$\epsilon_{nm} = \epsilon_a \left(\delta_{nm} + \chi_{nm} \right)$$

$$\chi_{nm} \text{ étant la susceptibilité diélectrique}$$

$$\pi'_{11} = \nu_{33} x_2^2 + \nu_{22} x_3^2 - (\nu_{23} + \nu_{32}) x_2 x_3$$

$$\pi'_{12} = -\nu_{21} x_3^2 + \nu_{31} x_2 x_3 + \nu_{23} x_3 x_1 - \nu_{33} x_1 x_2 = \pi'_{21}$$

$$\pi'_{13} = \pi'_{31} = -\nu_{31} x_2^2 + \nu_{21} x_2 x_3 - \nu_{22} x_3 x_1 + \nu_{32} x_1 x_2$$

$$\pi'_{23} = \pi'_{32} = -\nu_{32} x_1^2 - \nu_{11} x_2 x_3 + \nu_{12} x_3 x_1 + \nu_{31} x_1 x_2$$

$$\pi'_{22} = \nu_{11} x_3^2 + \nu_{33} x_1^2 - (\nu_{31} + \nu_{13}) x_3 x_1$$

$$\pi'_{33} = \nu_{22} x_1^2 + \nu_{11} x_2^2 - (\nu_{21} + \nu_{12}) x_1 x_2$$

ν_{mn} étant les éléments de la matrice ν inverse de μ qui caractérise la perméabilité en admettant qu'elle existe. ($H_n = \nu_{mn} B_m$)

Les deux systèmes d'équations aux dérivées partielles V et VI étant homogènes et à coefficients constants, nous sommes dans le cas où il existe une propagation par ondes planes, supposons donc :

$$\vec{s} = \text{partie Réelle de } \vec{A} \exp i (\omega t - \vec{k} \cdot \vec{x})$$

$$\vec{E} = \text{partie Réelle de } \vec{K} \exp i (\omega t - \vec{k} \cdot \vec{x})$$

où \vec{A} et \vec{K} sont des constantes caractérisant l'amplitude de l'onde et :

\vec{k} est le vecteur de propagation

$$\vec{k} = 2\pi \vec{S} \text{ où } |\vec{S}| = \frac{1}{\lambda}$$

Appelons \vec{q} le vecteur unitaire porté par la normale au plan d'onde, les systèmes V et VI deviennent dans ces conditions en introduisant la vitesse de propagation v :

$$\text{VII} \left\{ \begin{aligned} (c_{ijkl} q_j q_l - \rho v^2 \delta_{ik}) A_k + \frac{1}{2i\pi S} e_{ijm} q_j K_m &= 0 \\ 2i\pi S v^2 e_{nkl} q_l A_k + (\pi_{nm} - \epsilon_{nm} v^2) K_m &= 0 \end{aligned} \right.$$

où $\Pi_{nm} = \Pi_{mn}$ est obtenu en remplaçant dans Π'_{nm} X par q

Posons maintenant:

$$\Gamma_{ik} = C_{ijkl} q_j q_l = \Gamma_{ki}$$

$$L_{nk} = e_{nkl} q_l = e_{n1k} q_1$$

Soit en utilisant la notation matricielle:

$$\Gamma_{11} = C_{11} q_1^2 + C_{66} q_2^2 + C_{55} q_3^2 + 2 C_{56} q_2 q_3 + 2 C_{51} q_3 q_1 + 2 C_{16} q_1 q_2$$

$$\Gamma_{12} = C_{16} q_1^2 + C_{62} q_2^2 + C_{54} q_3^2 + (C_{64} + C_{25}) q_2 q_3 + (C_{56} + C_{14}) q_3 q_1 + (C_{12} + C_{66}) q_1 q_2$$

$$\Gamma_{13} = C_{51} q_1^2 + C_{46} q_2^2 + C_{35} q_3^2 + (C_{45} + C_{36}) q_2 q_3 + (C_{31} + C_{35}) q_3 q_1 + (C_{56} + C_{41}) q_1 q_2$$

$$\Gamma_{22} = C_{66} q_1^2 + C_{22} q_2^2 + C_{44} q_3^2 + 2 C_{24} q_2 q_3 + 2 C_{46} q_3 q_1 + 2 C_{62} q_1 q_2$$

$$\Gamma_{23} = C_{65} q_1^2 + C_{24} q_2^2 + C_{43} q_3^2 + (C_{23} + C_{44}) q_2 q_3 + (C_{45} + C_{63}) q_3 q_1 + (C_{64} + C_{25}) q_1 q_2$$

$$\Gamma_{33} = C_{55} q_1^2 + C_{44} q_2^2 + C_{33} q_3^2 + 2 C_{43} q_2 q_3 + 2 C_{35} q_3 q_1 + 2 C_{54} q_1 q_2$$

$$L_{11} = e_{11} q_1 + e_{16} q_2 + e_{15} q_3$$

$$L_{12} = e_{16} q_1 + e_{12} q_2 + e_{14} q_3$$

$$L_{13} = e_{15} q_1 + e_{14} q_2 + e_{13} q_3$$

$$L_{21} = e_{21} q_1 + e_{26} q_2 + e_{25} q_3$$

$$L_{22} = e_{26} q_1 + e_{22} q_2 + e_{24} q_3$$

$$L_{23} = e_{25} q_1 + e_{24} q_2 + e_{23} q_3$$

$$L_{31} = e_{31} q_1 + e_{36} q_2 + e_{35} q_3$$

$$L_{32} = e_{36} q_1 + e_{32} q_2 + e_{34} q_3$$

$$L_{33} = e_{35} q_1 + e_{34} q_2 + e_{33} q_3$$

Avec ces notations, le système VII peut s'écrire sous forme d'un produit matriciel

$$\begin{pmatrix} \pi_{ik} - \rho v^2 \delta_{ik} & : & \frac{\tilde{L}_{mi}}{2i\pi S} \\ \hline 2i\pi S & v^2 L_{nk} & : (\pi_{nm} - \epsilon_{nm} v^2) \\ & & : \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_k \\ \hline K_m \end{pmatrix} = 0$$

où \tilde{L}_{mi} est la matrice transposée de L_{mi}

La condition de compatibilité pour que le système admette d'autres solutions que la solution triviale s'écrit:

$$\left| \begin{array}{ccc} \pi_{ik} - \rho v^2 \delta_{ik} & : & \frac{\tilde{L}_{mi}}{2i\pi S} \\ \hline 2i\pi S & v^2 L_{nk} & : \pi_{nm} - \epsilon_{nm} v^2 \\ & & : \end{array} \right| = 0$$

ou en symétrisant:

$$\text{VIII} \quad \begin{vmatrix} \Gamma_{ik} - \rho v^2 \delta_{ik} & \tilde{L}_{mi} \\ L_{nk} & \frac{\pi_{nm}}{v^2} - \epsilon_{nm} \end{vmatrix} = 0$$

Nous obtenons donc en général 6 vitesses de propagation indépendantes de la fréquence et réelles car nous avons négligé toute source d'atténuation. On peut montrer qu'une des composantes du champ électrique est toujours nulle (champ transversal), donc le milieu piézoélectrique est pentaréfringent à la fois électriquement et élastiquement. L'effet piézoélectrique sert à coupler les deux modes (Kyame [4]).

Dans le cas des cristaux non piézoélectriques ou faiblement piézoélectriques, les oscillations électriques et mécaniques sont découplées et on retrouve la biréfringence électrique et la tri-réfringence acoustique. On peut alors étudier séparément la propagation des ondes acoustiques qui satisfait aux équations suivantes:

$$\text{IX} \quad \left(\Gamma_{ik} - \rho v^2 \delta_{ik} \right) A_k = 0 \quad (\text{équations de Christoffel})$$

Si on forme la matrice colonne $a = (A_k)$ et la matrice symétrique $\Gamma = (\Gamma_{ik})$, l'équation IX s'écrit:

$$\Gamma a = \rho v^2 a$$

Il faut donc chercher les valeurs propres et les vecteurs propres de la matrice Γ pour obtenir la vitesse de propagation des ondes et la direction de vibration des particules.

Applications 2-1.

Dans un corps solide isotrope, toutes les directions sont équivalentes et on trouve:

$$v_e^2 = \frac{2\mu + \lambda}{\rho} \quad \text{onde longitudinale}$$

$$v_{t_1}^2 = v_{t_2}^2 = \frac{\mu}{\rho} \quad \text{onde transversale}$$

où λ et μ sont les constantes de Lamé reliées aux constantes élastiques:

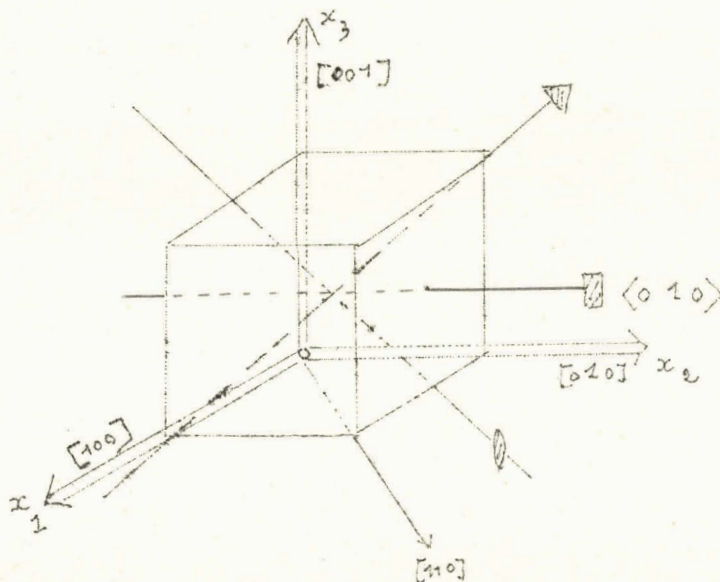
$$C_{11} = 2\mu + \lambda = C_{22} = C_{33}$$

$$C_{12} = \lambda = C_{13} = C_{23}$$

$$C_{44} = \mu = C_{55} = C_{66}$$

Applications 2-2.

Dans un cristal cubique non piézoélectrique (classes $\frac{2}{m} \bar{3}$ 432 et $\frac{4}{m} \bar{3} \frac{4}{m}$), on peut déterminer les trois constantes élastiques à partir de trois mesures suivant des axes convenablement choisis.



a) propagation suivant la direction $\langle 100 \rangle$ (parallèle à un axe d'ordre 4).

$$v_P^2 \langle 100 \rangle = \frac{C_{11}}{\rho} \quad \text{correspondant à une vibration longitudinale}$$

$$v_{t_1}^2 = v_{t_2}^2 = \frac{C_{44}}{\rho} \quad \text{correspondant à deux vibrations transversales dégénérées.}$$

b) propagation suivant la direction $\langle 110 \rangle$ (parallèle à un axe d'ordre 2).

$$v_P^2 \langle 110 \rangle = \frac{C_{11} + C_{12} + 2C_{44}}{2\rho} \quad \text{correspondant à une vibration longitudinale}$$

$$v_{t_1}^2 \langle 001 \rangle = \frac{C_{44}}{\rho}$$

$$v_{t_2}^2 \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle = \frac{C_{11} - C_{12}}{2\rho}$$

correspondant à des vibrations transversales suivant 2 directions perpendiculaires v_{t_1} suivant l'axe x_3
 v_{t_2} dans le plan $x_1 x_2$ perpendiculairement à la vibration longitudinale

c) propagation suivant la direction $\langle 111 \rangle$ (parallèle à un axe d'ordre 3).

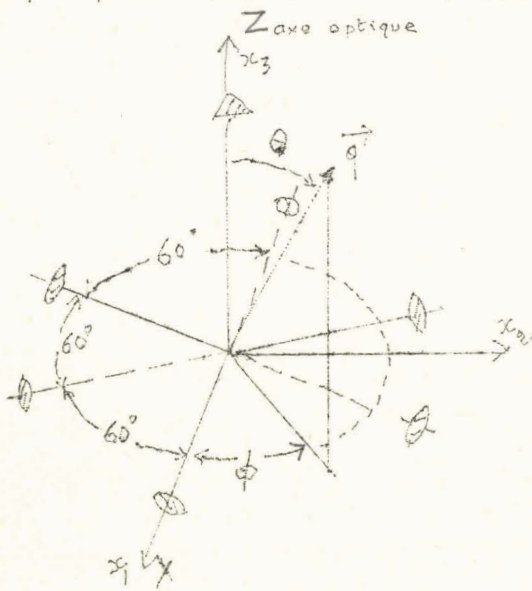
$$v_P^2 \langle 111 \rangle = \frac{C_{11} + 2C_{12} + 4C_{44}}{3\rho} \quad \text{correspondant à une vibration longitudinale}$$

$$v_{t_1}^2 = v_{t_2}^2 = \frac{C_{11} - C_{12} + C_{44}}{3\rho} \quad \text{correspondant à deux vibrations transversales dégénérées.}$$

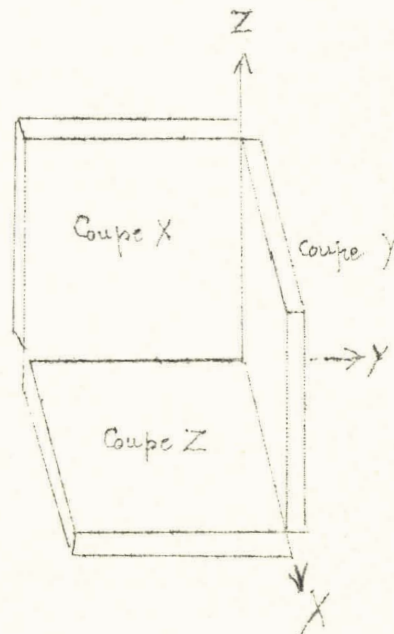
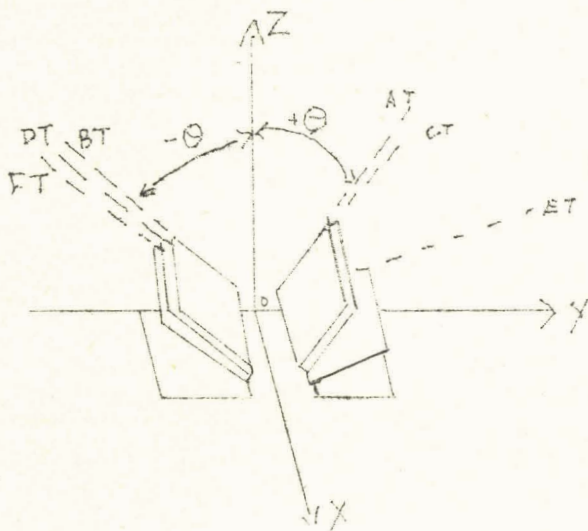
Applications 2-3.

Dans la gamme de fréquence 1-100 MHz qui nous intéresse, les matériaux piézoélectriques ou assimilés (ferroélectriques) semblent les seuls transducteurs électroacoustiques utilisables et parmi eux, c'est le quartz piézoélectrique (classe 32) qui est

généralement adopté par les utilisateurs pour sa stabilité et sa dureté. Les modes de mouvement dépendent de l'orientation des faces de la coupe utilisée, par rapport aux axes cristallographiques. (W.P. MASON (10)).



Systeme d'axes de coordonnées cartésiennes pour les cristaux trigonaux.



Principales coupes du quartz

AT	+ 35° 15' / Y	
BT	- 40° / Y	
CT	+ 38° / Y	
DT	- 52° / Y	
ET	+ 66° / Y	
FT	- 54° / Y	
GT	+ 51° 45' / Y	+ 45° / X
MT	- 81,5 / Y	+ 40° / X
NT	- 81,5 / Y	+ 60° / X

coupes ayant un coefficient de température nul

AC 31° / Y

BC -50° / Y

- X vibrations longitudinales
- Y vibrations transversales
- Z axe optique

Le quartz p ezoélectrique ou quartz α appartenant à la classe 32 possède la matrice piézo-élasto-diélectrique suivante:

C_{11}	C_{12}	C_{13}	C_{14}	0	0	e_{11}	0	0
C_{12}	C_{11}	C_{13}	$-C_{14}$	0	0	$-e_{11}$	0	0
C_{13}	C_{13}	C_{33}	0	0	0	0	0	0
C_{14}	$-C_{14}$	0	C_{44}	0	0	e_{14}	0	0
0	0	0	0	C_{44}	C_{14}	0	$-e_{14}$	0
0	0	0	0	C_{14}	$\frac{1}{2}(C_{11}-C_{12})$	0	e_{11}	0
e_{11}	$-e_{11}$	0	e_{14}	0	0	ϵ_{11}	0	0
0	0	0	0	$-e_{14}$	$-e_{11}$	0	ϵ_{11}	0
0	0	0	0	0	0	0	0	ϵ_{33}

où les coefficients ont les valeurs suivantes, selon MASON (5):

$$C_{11}^E = 86,05 \times 10^9 \text{ N/m}^2 \quad e_{11} = 0,173 \text{ N/Vm ou } C^b/\text{m}^2$$

$$C_{12} = 4,85 \times \quad // \quad e_{14} = 0,04 \quad //$$

$$C_{13} = 10,45 \times \quad // \quad \epsilon_{11} = 4,49 \times 8,85 \times 10^{-12} \text{ F/m}$$

$$C_{14} = 18,25 \times \quad // \quad \epsilon_{33} = 4,55 \times \quad " \quad \text{F/m}$$

$$C_{33} = 107,1 \times \quad //$$

$$C_{44} = 58,65 \times \quad // \quad \rho = 2,65 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$$

$$\frac{1}{2} (C_{11} - C_{12}) = 40,6 \times \text{N/m}^2$$

La résolution des équations de Christoffel permet de montrer par exemple que pour la propagation dans un barreau de coupe X, la vitesse longitudinale est 5750 m/s et les deux vitesses transversales sont 5180 m/s et 3360 m/s.

II - METHODES DE MESURE DES VITESSES DE PROPAGATION DES ONDES ULTRASONORES.

La connaissance des vitesses de propagation d'une onde mécanique dans un matériau permet d'en déterminer les constantes élastiques. Il suffit pour obtenir facilement ces constantes de mesurer les vitesses d'ondes ultrasonores suivant différentes directions convenablement choisies.

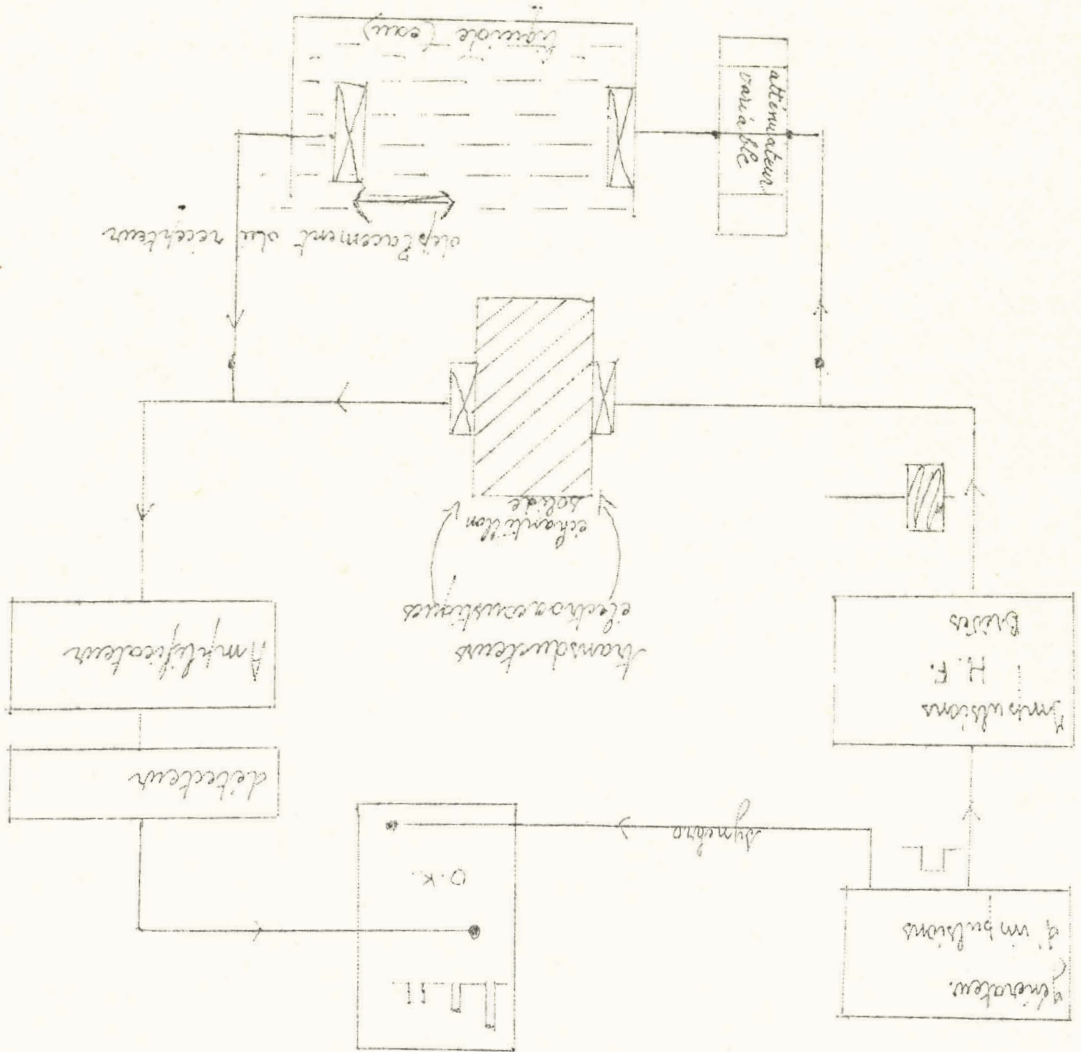
Les méthodes de mesure doivent être précises et adaptées à des échantillons solides petits, car il est généralement difficile d'obtenir des monocristaux propres de grande dimension. Passons donc en revue les différentes méthodes de base possibles (sans pour autant citer les nombreuses méthodes dérivées que l'on rencontre dans la bibliographie).

1°) Les méthodes d'impulsions brèves ou méthodes d'échos, consistent à transmettre une courte impulsion d'énergie acoustique de haute fréquence à travers l'échantillon et à mesurer le temps de transit de l'impulsion qui va et vient à l'intérieur de l'échantillon. Le temps de retard entre les échos successifs est mesuré directement si la base de temps de l'oscilloscope est calibrée ou par une méthode différentielle utilisant par exemple une ligne à retard liquide. On peut utiliser un montage tel que celui de la figure 1.

Théoriquement il suffirait d'amplifier et d'utiliser des vis de plus en plus fines pour améliorer la coïncidence des temps

Les impulsions se propagent le long de la ligne à retard liquide variable sont mis en coïncidence avec les impulsions reçues à travers le matériau. La distance entre les ondes étant contrôlée par un micromètre, la superposition précise des impulsions est obtenue en observant l'interférence électrique entre les deux ondes.

Fig. 1 - Schéma de principe de la méthode d'échos.



de retard (méthode analogique). En fait, la précision est limitée par:

- le temps de montée fini des impulsions.
- l'allongement de ce temps de montée quand on amplifie, il devient alors difficile de voir le départ de l'impulsion.
- la déformation des impulsions dans le solide.
- le bruit de fond de l'appareillage.
- les retards électroniques.

Comme il est difficile de repérer les fronts d'onde, on repère un maximum d'amplitude (plus arrondi). Cette méthode de comparaison avec un retard dans l'eau a été utilisée au laboratoire pour des études sur les liquides (précision $\approx 10^{-3}$). En utilisant des échantillons cristallins la précision est de l'ordre de 10^{-2} .

2°) Les méthodes d'ondes entretenues ou méthodes d'interférences acoustiques.

Ces méthodes sont préférables aux méthodes d'échos car les mesures de vitesse sont possibles dans des échantillons minces et absorbants avec une plus grande précision. On utilise essentiellement les fréquences de résonance des ondes stationnaires établies dans le matériau, considéré alors comme un "tuyau sonore". Il y a résonance quand:

$$l = n \frac{\lambda}{2} = n \frac{v}{2f}$$

$$\text{et quand: } l = (n + k) \frac{v}{2(f + \Delta f)}$$

l étant la longueur de l'échantillon.

v la vitesse de propagation de l'onde ultrasonore.

Δf la gamme de fréquence pour laquelle il y a k intervalles entre des résonances.

$$\text{On tire: } v = \frac{2 l \Delta f}{k}$$

Comme la méthode précédente, cette dernière, facile à mettre en oeuvre, est utilisée industriellement pour le contrôle non destructif des matériaux (Fig.2). La principale erreur provient de ce que l'on ne tient pas compte du déphasage dans le milieu de couplage indispensable entre le transducteur électroacoustique et le solide.

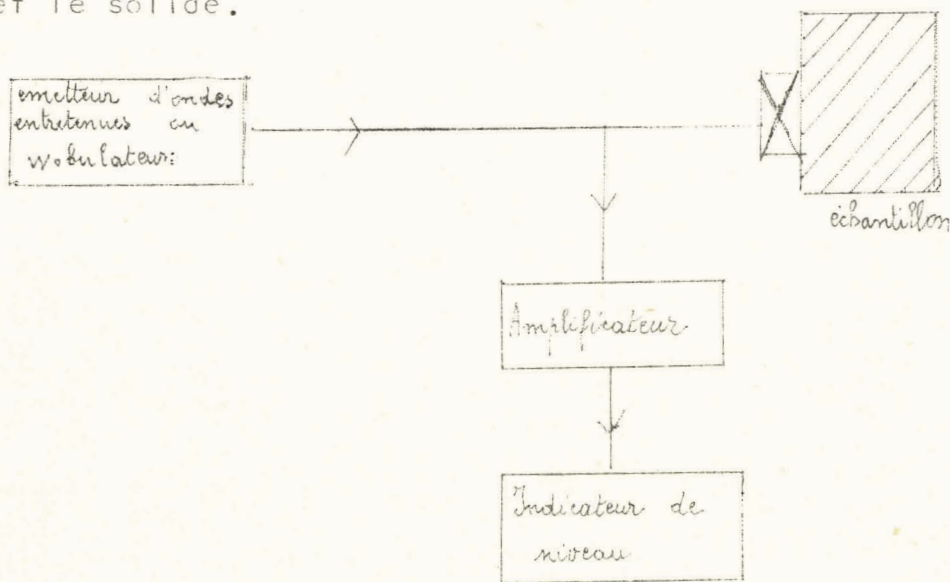


Fig. 2 - Schéma de principe de la méthode d'onde entretenue.

Ces techniques d'ondes entretenues ont été développées entre 1 et 1000 MHz dans les laboratoires de D.I. Bolef et J. De Klerck (6). Pour étudier la résonance magnétique en collaboration avec M. Menès.

Rémarque: Dans certains cas, il est possible de détecter le diagramme d'ondes stationnaires par des méthodes optiques (7).

3°) Les méthodes mixtes, utilisant des impulsions en même temps que les résonances mécaniques de l'échantillon solide permettent de combiner les avantages des deux méthodes précédentes. Elles ont été utilisées entre autre par H.J. Mac Skimin (8). Nous avons accordé notre préférence à ces méthodes qui ajoutaient à la précision des méthodes de comparaison de phase la possibilité de visualiser les échos individuels séparés dans le temps.

3-1. Méthode de comparaison de phase de H.J. Mac Skimin (9).

Soit un échantillon dans lequel les ondes sont réfléchies pour produire une série d'échos. En dehors de toute hypothèse sur le type de transducteur utilisé et son impédance effective, on peut comparer les tensions de sortie produites par deux échos quelconques comme suit:

$$E'_t = E_t A_r \exp(j\varphi) \exp\left(-\frac{2\ell\omega}{v}\right)$$

où E_t est le premier signal reçu et E'_t le second. v est la vitesse de propagation, $\omega = 2\pi f$ est la pulsation, ℓ est l'épaisseur de l'échantillon et $A_r (\exp j\varphi)$ est la résultante des coefficients de réflexion complexes des ondes sur les extrémités de l'échantillon.

Si les échos sont en concordance de phase après ajustage de la fréquence, ceci se traduit par la condition:

$$\varphi - \frac{2\ell\omega_n}{v} = -2n\pi$$

où n est un nombre entier.

On tire:

$$v = \frac{2\ell f_n}{n + \frac{\varphi}{2\pi}}$$

n étant un nombre entier peut être connu sans ambiguïté même par des mesures approchées. L'angle φ parfois négligeable doit être pris en considération pour des mesures précises. Le schéma d'ensemble de la Fig. 3 permet de mesurer n et φ .

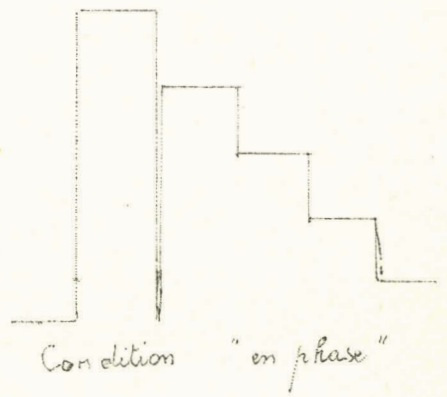
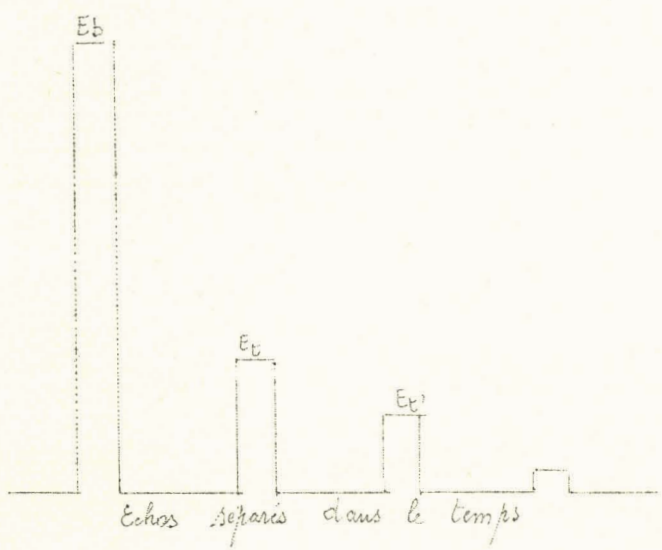
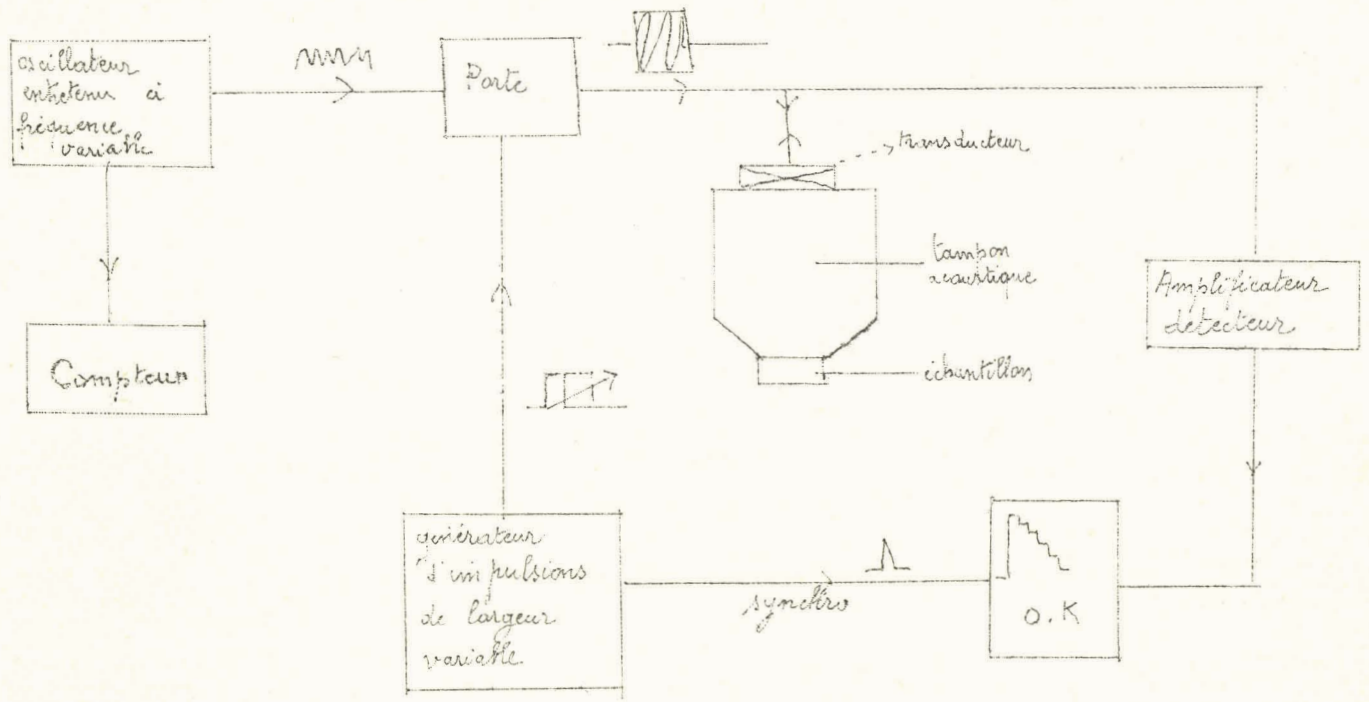


Fig. 3 - Schéma de principe de la méthode de comparaison de phase.

En élargissant l'impulsion, des interférences entre les échos interviennent et une figure caractéristique "en escalier" indique que les ondes sont en phase pour la fréquence f_n . Le nombre entier n est déterminé en mesurant les valeurs de f_n (résonance) sur une bande de fréquence aussi large que possible et en utilisant la relation:

$$n \simeq \frac{f_n}{\Delta f}$$

où Δf est l'intervalle de fréquence entre deux résonances.

Dans cette méthode:

- 1) On peut tenir compte du milieu de couplage ce qui donne une précision de 10^{-4} dans les meilleures conditions.
- 2) On peut étudier des échantillons de 2 mm d'épaisseur grâce à l'emploi d'un milieu tampon (formé souvent de silice fondue). Celui-ci permet aussi une meilleure détermination de φ qui dépend moins de la fréquence.
- 3) L'utilisation possible de hautes fréquences élimine les erreurs dues à la diffraction et au couplage du transducteur.
- 4) L'échantillon ne doit pas nécessairement être recouvert d'électrodes conductrices comme pour le couplage direct. (transducteur appliqué directement sur l'échantillon).
- 5) L'utilisation d'un tampon solide élargit de façon commode la bande passante du transducteur ce qui donne des impulsions de meilleure qualité.

Remarque 1. Il est possible d'améliorer la précision de cette méthode de comparaison de phase par la modification suivante, représentée Fig. 4.

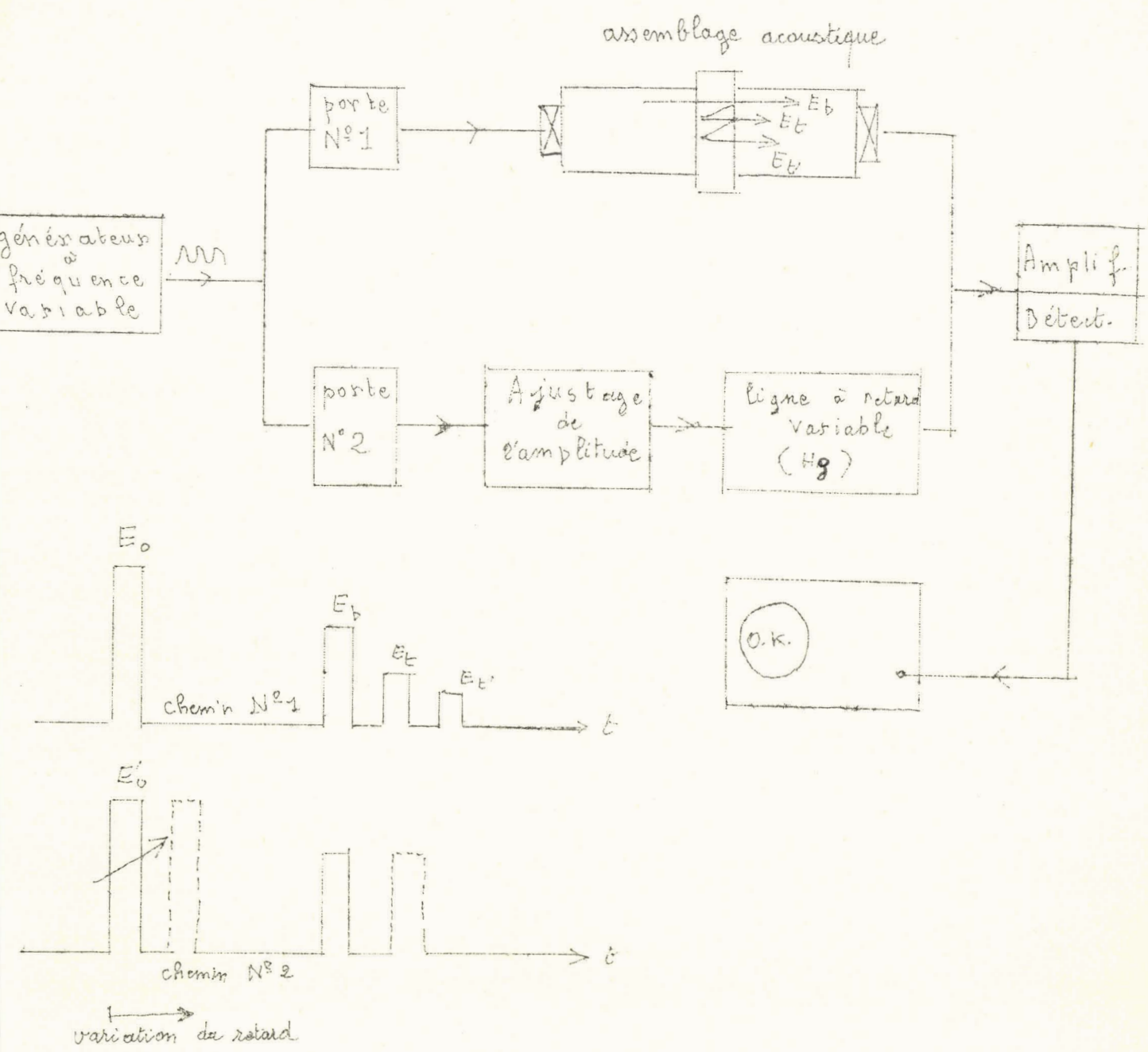


Fig. 4 Autre méthode de comparaison de phase.

Le retard et l'amplitude de l'impulsion du chemin 2 sont ajustés pour obtenir la disparition complète d'un des échos du chemin 1 quand la fréquence est égale à une des fréquences de résonance.

La précision de cette méthode est d'environ 10^{-4} dans de bonnes conditions.

Remarque 2. La longueur L des barreaux tampons doit être suffisamment grande pour que les réflexions dans le barreau soient retardées d'un temps au moins égal au temps de retard du N ème écho, dans l'échantillon d'épaisseur l (N étant le nombre voulu d'échos).

$$\frac{2L}{v_{\text{barreau}}} > N \frac{2l}{v_{\text{échantillon}}}$$

De plus, le temps T entre deux impulsions émises doit être suffisamment long pour que les échos de la première impulsion soient absorbés.

Enfin, le diamètre des barreaux tampons doit être d'environ 30λ ou plus pour minimiser les échos parasites provenant des réflexions sur les parois latérales des barreaux.

3-2. Méthode de l'impulsion double.

Cette méthode due à J. Williams et J. Lamb (10) fournit également la vitesse en fonction de la fréquence et de l'épaisseur de l'échantillon, grandeurs qui peuvent être mesurées avec beaucoup de précision. Les échos successifs provenant de deux impulsions appliquées à l'échantillon sont placés en opposition de phase en ajustant le temps de retard de la seconde impulsion, la fréquence porteuse et les amplitudes relatives de la paire d'impulsions transmises. Il faut également qu'il y ait cohérence de phase entre les deux impulsions.

Le signal provenant de la seconde impulsion transmise peut être assimilé à une onde plane et représenté par :

$$A \sin \omega t \quad (1)$$

La première impulsion est retardée de 2τ par rapport à la seconde, τ étant le temps de retard introduit par une traversée de l'échantillon. Le déphasage à chaque réflexion étant supposé constant et égal à ϕ le signal reçu dû à la première impulsion est :

$$A \sin[\omega(t - 2\tau) + 2\phi] \quad (2)$$

Le signal de sortie apparaissant aux bornes du récepteur électromécanique est la somme (1) + (2) soit :

$$2 A \sin[\omega(t - \tau) + \phi] \cos(\omega\tau - \phi) \quad (3)$$

Ce signal peut donc être annulé indépendamment du temps t en faisant varier ω . Ceci a lieu lorsque :

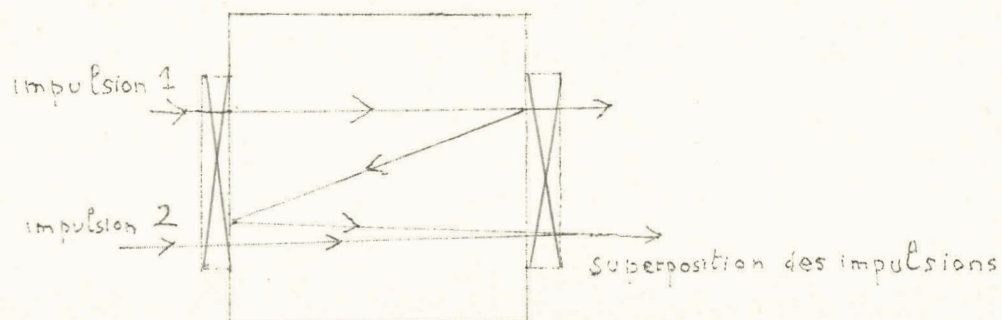
$$\omega\tau - \phi = (2n + 1)\frac{\pi}{2} \quad (4)$$

Pour des valeurs entières de n , on obtient une série de valeurs de ω réalisant la condition "hors phase" et permettant de calculer τ et donc la vitesse V

$$v \simeq 2 l \frac{\Delta f}{k}$$

où Δf est l'intervalle de fréquence séparant f_n et $f_n + k$

Le montage et le mécanisme du fonctionnement sont schématisés fig. 5



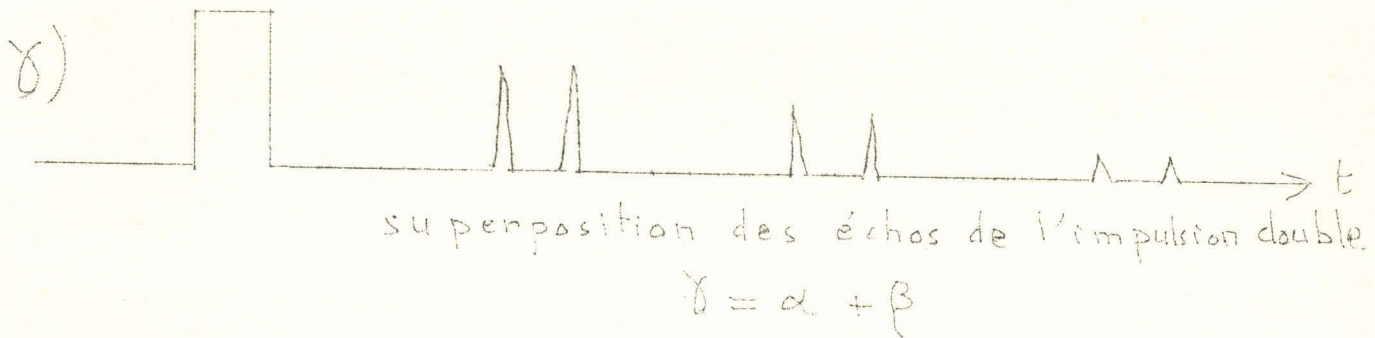
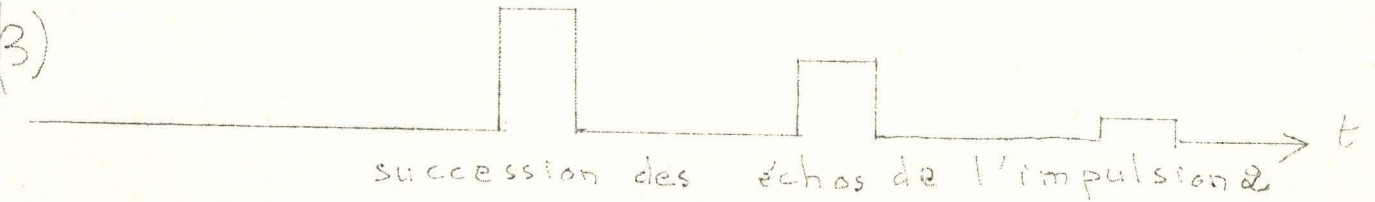
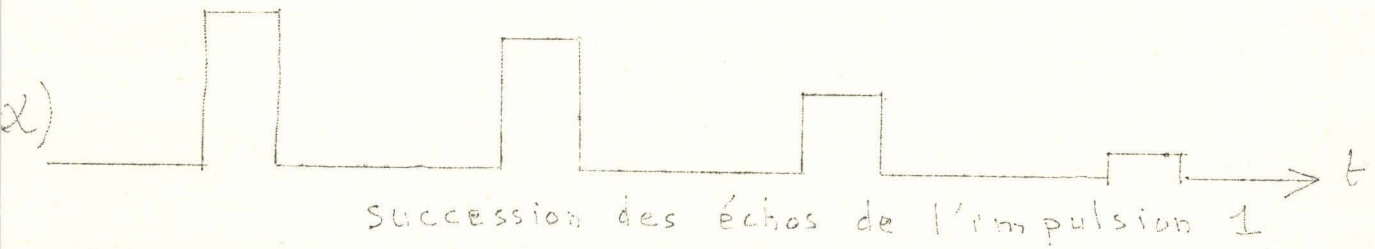
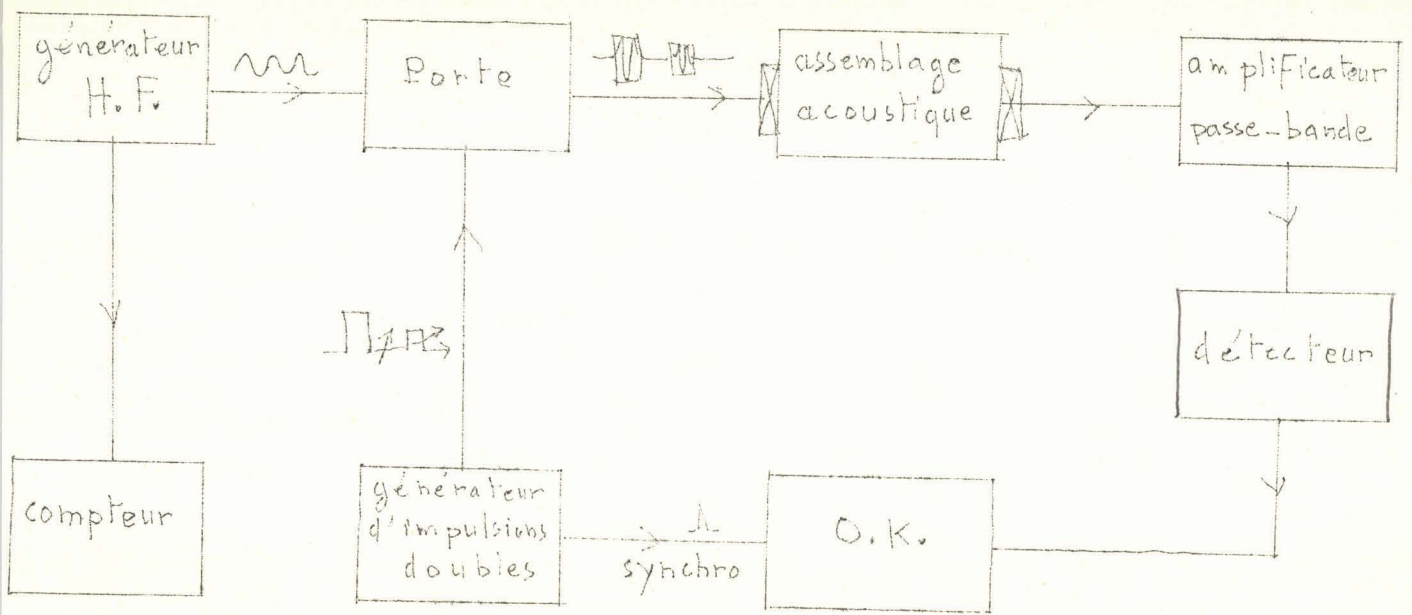


Fig. 5 Schéma de principe de la méthode de la double impulsion.

3-3. Méthode de superposition des impulsions.

Cette méthode proposée par H.J. Mac Skimin (11) consiste à faire coïncider le temps de répétition d'une impulsion courte T avec le temps de retard dans l'échantillon τ et à mesurer ensuite la fréquence de répétition des impulsions. Ceci peut être exprimé par :

$$T = p\tau - \frac{p\gamma}{360 F} + \frac{n}{F}$$

où p est le nombre d'aller et retour dans l'échantillon,

γ le déphasage en degrés à la réflexion sur le transducteur et le film de couplage que l'on peut calculer,

n est un nombre entier.

En faisant plusieurs mesures de T pour différentes valeurs de F , il est possible de se placer dans le cas $n = 0$

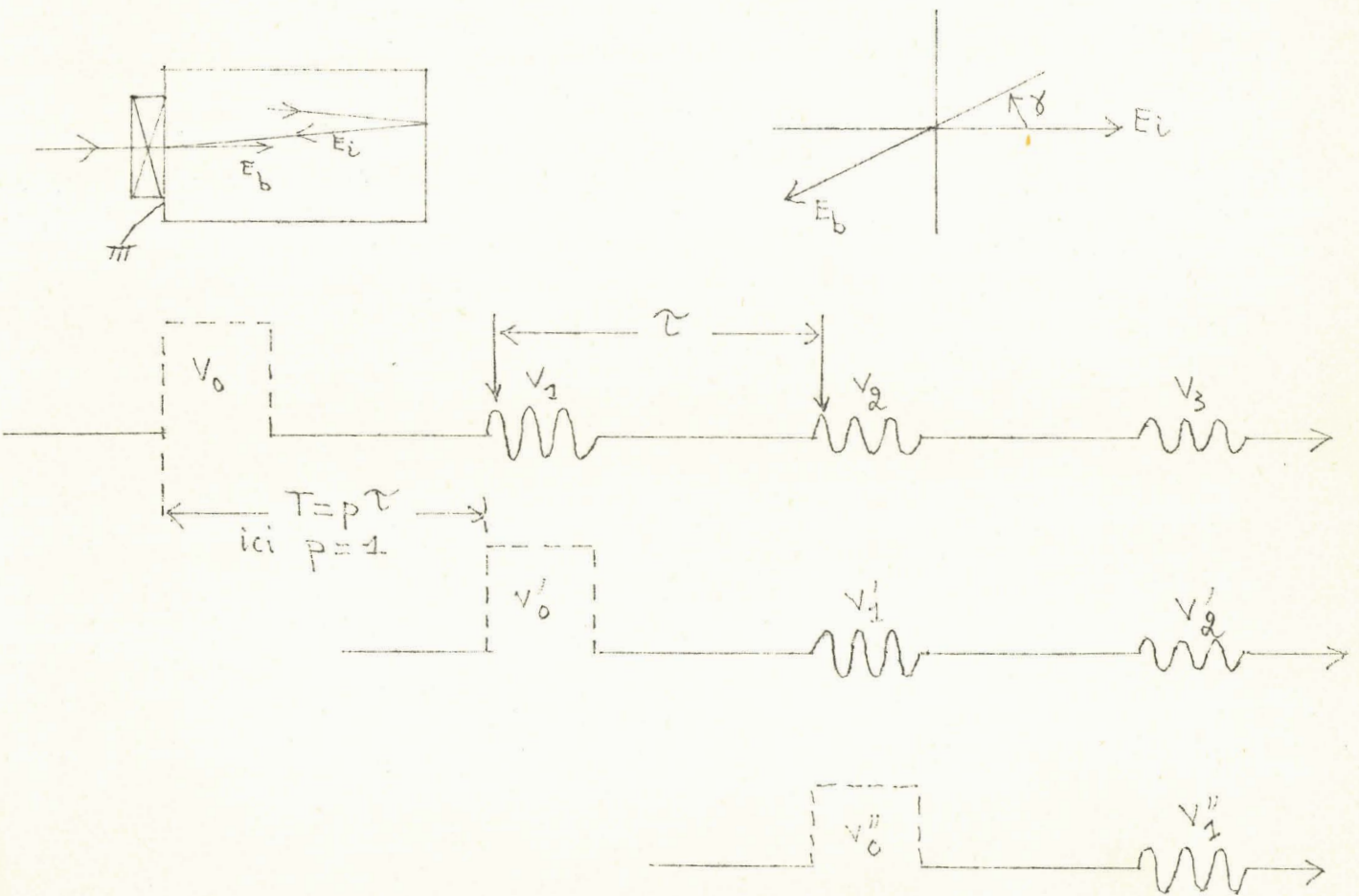


Fig. 6 Superposition des échos dans l'échantillon.

Après un certain nombre de superposition d'échos, Fig.6, la série est interrompue et les échos superposés seuls apparaissent sur l'écran de l'oscilloscope après la dernière impulsion appliquée. On ajuste alors la fréquence de répétition $\frac{1}{T}$. Le retard τ pour un aller et retour est donné par:

$$\tau = \frac{T}{P} + \frac{\gamma T}{360 F}$$

Cette méthode permet de mesurer des temps de retard à quelques 10^{-4} près en tenant compte du milieu de couplage, elle est très utile quand on fait varier le milieu environnant.

Le montage est représenté sur le schéma de la Fig. 7

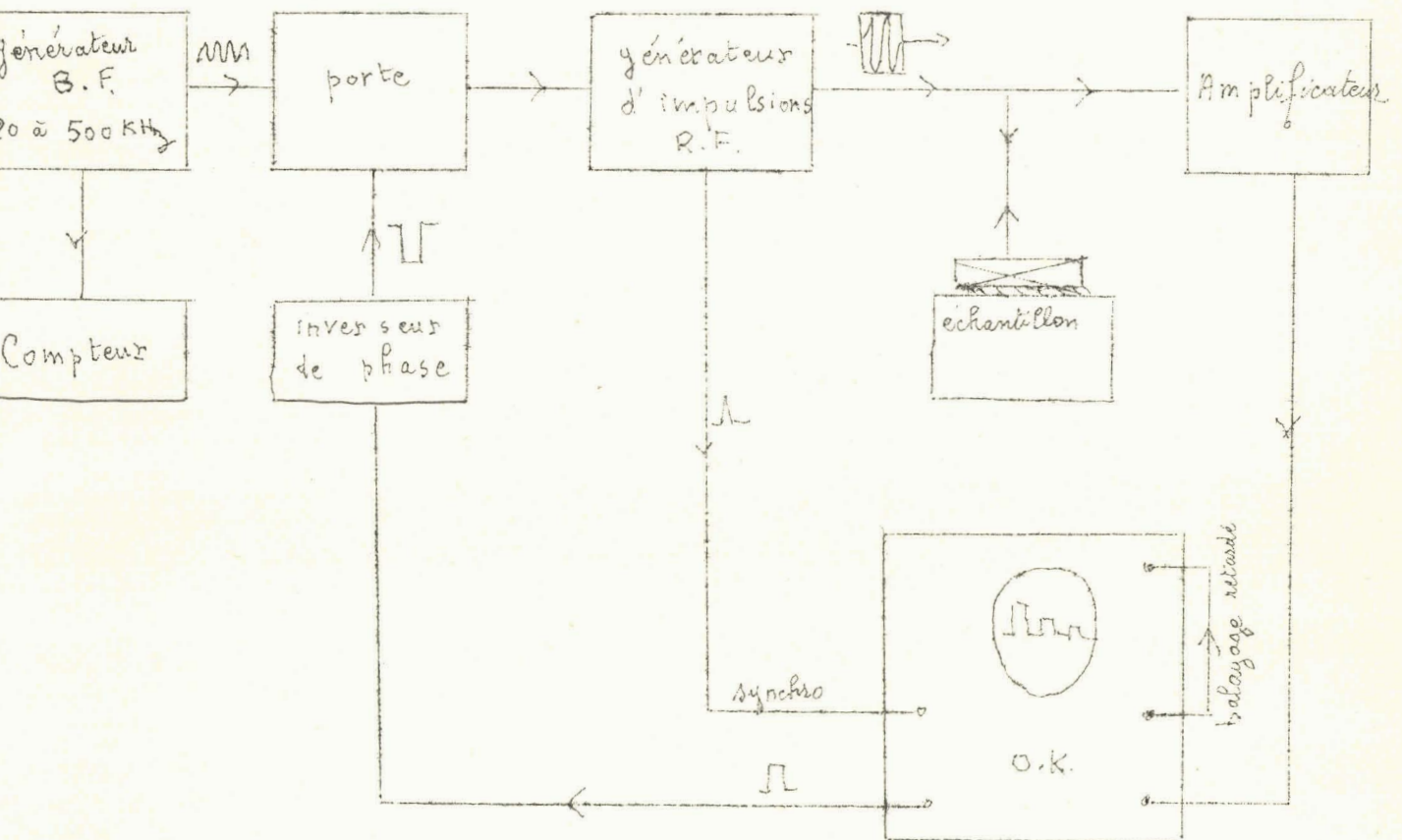


Fig. 7 - Schéma de principe de la méthode de superposition des impulsions.

III - DIFFICULTES RENCONTREES DANS L'APPLICATION DES TECHNIQUES D'IMPULSIONS ULTRASONORES A L'ETUDE DE LA PHYSIQUE DU SOLIDE

L'utilisation des impulsions ultrasonores peut fournir un moyen commode et précis pour la détermination de la vitesse de propagation d'une onde acoustique et donc permettre le calcul des constantes élastiques des matériaux solides à partir d'échantillon de faible dimension. Il est possible de détecter des variations de vitesse d'environ 0,01% ou des variations d'absorption d'environ 1%, il est cependant beaucoup plus difficile de déterminer les valeurs absolues de ces constantes avec la même précision. Dans de bonnes conditions, on peut s'attendre à des erreurs de 0,1% sur la vitesse. Ce chapitre a pour but de mettre l'accent sur les principales difficultés rencontrées dans le présent travail et par d'autres expérimentateurs (M. Redwood (12)). Ces difficultés proviennent essentiellement de perte d'énergie et interviennent donc d'avantage sur les mesures d'absorption.

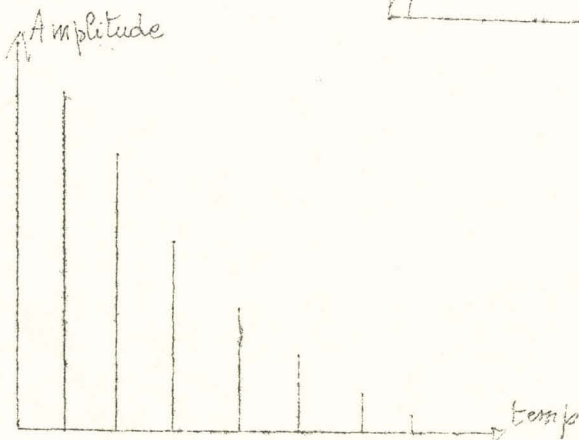
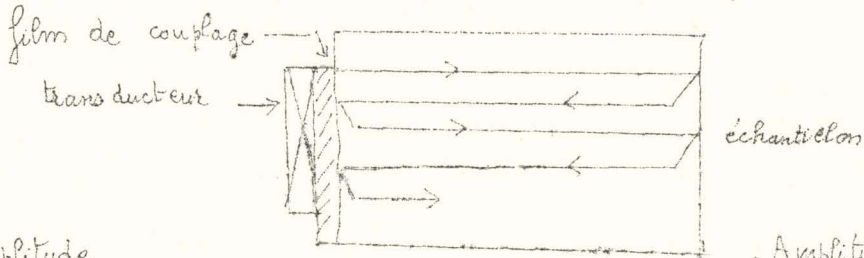
Les impulsions ultrasonores engendrées par l'application d'un signal électrique à un transducteur piézoélectrique se propagent à travers l'échantillon puis reviennent après réflexion supposée parfaite, à l'extrémité de l'échantillon vers l'émetteur qui est maintenant utilisé comme détecteur. Cependant, une partie de l'énergie se réfléchit à nouveau sur l'émetteur ultrasonore et nous observons une succession d'échos provenant des réflexions multiples. La décroissance de l'amplitude des échos successifs due à l'absorption du milieu doit suivre une loi exponentielle. Cette technique de réflexion à couplage direct subit parfois quelques modifications. Le transducteur peut être couplé à l'échantillon par un tampon acoustique constitué par un matériau peu absorbant, ou encore, on peut employer des transducteurs émetteur et récepteur séparés.

Les principales anomalies rencontrées sont:

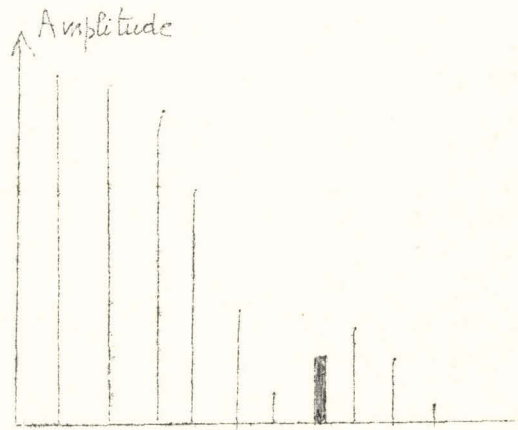
- 1°) Une distorsion de la décroissance de l'enveloppe des échos successifs.

On observe rarement dans la pratique une décroissance

régulière des échos successifs, même dans de bonnes conditions, il peut en effet y avoir un effet de diffraction dans le champ ; proche de l'émetteur ou des interférences entre plusieurs modes de propagation dans l'échantillon considéré comme guide d'onde



décroissance exponentielle



distorsion de la courbe de décroissance

Il est évident qu'on ne peut effectuer des mesures d'absorption si la loi exponentielle de décroissance n'est pas vérifiée. La mesure de la vitesse serait également douteuse dans ces conditions, car l'aspect du diagramme peut être dû à un défaut de planéité et de parallélisme des faces terminales de l'échantillon, un film de couplage transducteur-échantillon non uniforme, une mauvaise orientation des échantillons par rapport aux axes cristallins, des contraintes non uniformes sur l'échantillon, des interférences entre plusieurs modes de propagation excités simultanément.

2°) Une distorsion de l'impulsion.

On peut classer les impulsions en deux types: les "impulsions longues" dans lesquelles il y a suffisamment d'oscillations pour que le régime permanent puisse être considéré comme

établi et les "impulsions brèves" dans lesquelles il n'y a que quelques oscillations. Les premières sont toujours préférables pour des mesures précises; il est donc avantageux d'élever la fréquence, mais cela présente l'inconvénient d'augmenter l'atténuation et par suite de diminuer le nombre d'échos.

Une impulsion occupe un spectre de fréquences fini, l'atténuation (et même la vitesse dans certain cas où l'atténuation est élevée) dépend de la fréquence ce qui se traduit par une distorsion du signal, d'autant plus importante que l'impulsion est brève. D'autre part la réflexion sur le transducteur peut provoquer également la distorsion de l'impulsion, en effet une partie du signal est transmise et revient avec un certain retard en déformant et en allongeant l'écho réfléchi.

3°) L'existence d'échocs parasites qui peuvent provenir de l'étendue du faisceau ultrasonore (possibilité de prendre un chemin plus long) ou de modes de vibration non désirés qui naissent en même temps que l'onde excitée et se propagent à une vitesse différente.

Pour détailler les origines des différentes distorsions des impulsions et de l'enveloppe, il faut analyser les effets des différentes parties de l'assemblage ultrasonore: transducteur, film de couplage, échantillon.

1 Réflexions sur le transducteur.

L'impulsion est réfléchiée partiellement sur la face avant du transducteur et partiellement sur la face arrière, ce qui se traduit par un élargissement de l'impulsion et une atténuation du front de l'impulsion à chaque réflexion.

Ce phénomène, d'autant plus important que l'impulsion est brève, peut être évité de plusieurs manières:

On peut appliquer sur la face arrière du transducteur un matériau absorbant d'impédance égale à celle du transducteur. Les réflexions n'ont plus lieu que sur la face avant.

Cette solution est difficile à réaliser, il est préférable d'isoler le transducteur de l'échantillon par un tampon acoustique d'épaisseur convenable. Dans ce cas les réflexions successives tampon-échantillon se font sans changement de la forme des impulsions.

2) Terminaison électrique du transducteur détecteur.

Quand on observe une crête ou un zéro particulier dans les oscillations électriques reçues, cela ne correspond pas à sa position dans l'impulsion ultrasonore. En effet, les tensions détectées sont créées quand une onde frappe la face avant du transducteur récepteur et de nouveau quand l'onde frappe la face arrière. Cela signifie que le signal électrique diffère en forme du signal ultrasonore. Dans la plupart des applications, cet effet est moins important que le précédent, car si l'impulsion ultrasonore ne se déforme pas, les signaux électriques ne se déforment pas non plus, même s'ils ne sont pas en fait la reproduction fidèle de l'impulsion ultrasonore.

D'autre part, une variation de l'impédance de la terminaison électrique provoquera une variation de phase des oscillations. L'adaptation acousto-électrique est donc très importante dans les mesures précises de vitesse où la fréquence varie.

3) Film de couplage

Il est indispensable de coupler convenablement le transducteur à l'échantillon pour que les ondes ultrasonores puissent être transmises dans le solide à étudier. Ce couplage, film solide ou liquide, même s'il n'a qu'une fraction de longueur d'onde d'épaisseur peut avoir des effets importants sur le déphasage à la réflexion transducteur-échantillon à cause de la non uniformité de son épaisseur. Son effet néfaste se traduit par une décroissance non exponentielle. Le diagramme est alors extrêmement sensible aux variations de fréquence, ce qui permet d'identifier cette source d'erreur.

4) L'atténuation du milieu dépend de la fréquence.

Cet effet se traduit par une modification de la forme des fronts avant et arrière d'une impulsion. Elle peut intervenir quand il faut pointer un maximum ou un minimum variant avec la fréquence dans les mesures précises de vitesse.

Il faut également signaler le phénomène de dispersion des vitesses, quand le déphasage de la porteuse n'est pas égal au déphasage de l'enveloppe. La vitesse du groupe d'ondes v_g est alors différente de la vitesse d'une seule onde v , car les différentes composantes de Fourier de l'onde pulsée se propagent à des vitesses différentes:

$$v_g = v \left[1 - \frac{\omega}{v} \frac{dv}{d\omega} \right]^{-1/2}$$

cela se traduit par une déformation du signal au cours de la propagation.

5) Faces de l'échantillon non parallèles.

Une cause majeure de non décroissance exponentielle en amplitude des réflexions successives peut être le défaut de parallélisme des faces terminales de l'échantillon. Cela donne lieu à une légère différence de trajectoire du faisceau ultrasonore et à une perte d'amplitude due aux interférences des phases résultantes. L'effet est cumulatif et après plusieurs réflexions l'amplitude s'annule, bien que des échos renaissent ensuite. Cet effet est important surtout aux fréquences élevées. Il faut lui ajouter l'effet dû aux faces non planes.

L'enveloppe de la décroissance en négligeant l'absorption est de la forme:

$$\frac{2 J_1(x)}{x} \quad \text{où } J_1 \text{ est une fonction de Bessel et}$$

$$x = \frac{\theta D n \omega}{v} \quad (11), \quad \theta \text{ est l'angle de divergence des faces opposées.}$$

D est le diamètre du transducteur, n le nombre de réflexions
 ω la fréquence angulaire et v la vitesse.

$\frac{2 J_1(x)}{x} = 0$ pour $x \simeq 3,8$, ce qui exige pour l'observation
de n échos un parallélisme à mieux que $\theta = \frac{\lambda}{2 nD}$
soit: 3 minutes d'arc à 30 MHz pour $n = 10$ et $D = 1\text{cm}$.

6) Contraintes internes et défauts dans les cristaux.

De légères différences de vitesse peuvent exister sur l'étendue du faisceau ce qui donne lieu au diagramme de décroissance non exponentielle à cause de phénomènes d'interférence.

7) Mauvaise orientation des échantillons cristallins.

Si la direction de propagation n'est pas exactement celle d'un axe cristallographique, il apparaît plusieurs types d'ondes qui peuvent interférer entre elles.

8) Diffraction.

L'exponentielle ne peut jamais être parfaite à cause des effets de diffraction que l'on ne peut supprimer. Le quartz piézoélectrique vibrant est assimilé à une onde plane frappant une ouverture circulaire, on retrouve donc un problème classique en Optique. Pour atténuer les effets de la diffraction, il faut autant que possible que le solide couvre la surface entière du transducteur pour éviter que la pression sur le quartz ne soit pas uniforme; de plus, on peut aussi profiter de l'effet d'intégration sur la surface du quartz qui donne l'amplitude moyenne, d'autre part il faut éviter les réflexions sur les parois latérales en choisissant un rapport longueur sur diamètre convenable, cette condition est plus facilement vérifiée aux fréquences élevées. La zone de champ proche (zone de Fresnel) où l'on peut négliger la divergence du faisceau ultrasonore, s'étend jusqu'à

une distance de l'ordre de $\frac{D^2}{8\lambda}$ soit 6cm à 30 MHz pour un quartz de 1cm de diamètre.

9) Propagation d'ondes guidées.

Dans l'étude de la diffraction on suppose que les limites latérales n'ont aucun effet sur la propagation, cependant comme le faisceau diverge au cours de la propagation, l'énergie peut atteindre les parois de l'échantillon cylindrique, celui-ci peut être considéré alors comme un guide d'ondes acoustiques ayant plusieurs modes de propagation de vitesses différentes. Il y a donc possibilité d'interférences entre ces modes. Ce phénomène est d'autant plus important que l'impulsion est brève, car le spectre de fréquence est plus large.

10 Création d'impulsions secondaires.

Quand il y a propagation d'ondes guidées, on peut observer des échos secondaires qui apparaissent entre les échos principaux ou qui les chevauchent. Il est évident que de telles impulsions apparaissent davantage aux basses fréquences. Elles proviennent des réflexions sur les faces latérales où une onde longitudinale peut donner naissance à une onde transversale qui se propage plus lentement.

En conclusion, il faut choisir une fréquence aussi élevée que possible. Nous nous trouvons alors plus facilement dans les conditions d'impulsions longues (c'est à dire qu'il y a un nombre important d'oscillations établies pendant la durée de l'impulsion). De plus, pour les fréquences élevées, les phénomènes de diffraction, interférence entre modes différents, sont moins importants. Cependant nous sommes limités en fréquence par l'absorption du matériau qui croit suivant une loi de la forme:

$$A = B_1 f + B_2 f^4$$

et restreint le nombre d'échos visibles. La gamme de fréquence 10-100 MHz semble la plus commode pour les mesures envisagées.

IV - DISPOSITIF EXPERIMENTAL

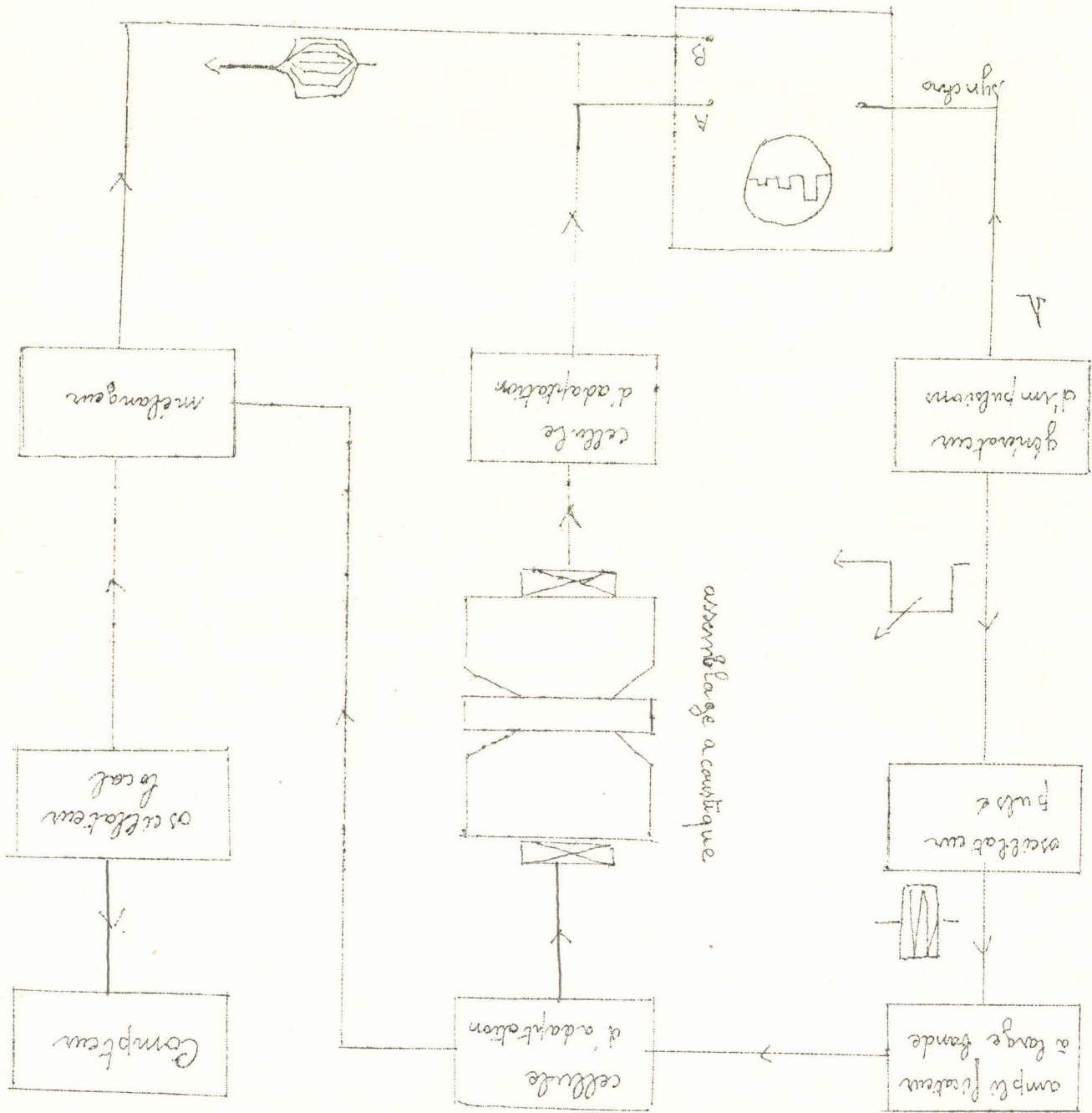
Le but que nous nous sommes fixé consistait à réaliser un appareil permettant d'expérimenter les trois méthodes d'analyse possible. Les méthodes mixtes mettant en évidence les résonances mécaniques de l'oscillateur composé du transducteur, du film de couplage et de l'échantillon ont cependant retenu particulièrement notre attention. Elles joignent les avantages des mesures interférentielles à ceux présentés par les techniques d'ondes pulsées: la fréquence peut être mesurée avec précision, les impulsions permettent de mettre en oeuvre des puissances crêtes élevées pour une puissance moyenne faible, donc sans risque d'échauffement pour le solide.

Considérons les différentes parties du montage (Fig.8). Nous avons apporté un soin particulier à l'étude du transducteur et de son support. Cette partie essentielle sera appelée "assemblage acoustique" elle doit être associée avec un circuit électrique adapté. Nous avons voulu réaliser un ensemble de bande passante suffisamment large pour satisfaire aux trois conditions suivantes:

- transmettre sans déformation une impulsion de durée égale à 1 μ s environ.
- permettre une variation de fréquence de 5 MHz autour de la fréquence fondamentale 30 MHz d'un quartz coupe X.
- adopter éventuellement une autre fréquence centrale.

Fig. 8 - Schéma de principe du montage réalisé.

BUS
LITTE



10) L'assemblage acoustique

Dans la gamme de fréquence où l'on effectue habituellement la détermination des constantes élastiques de petits échantillons solides (10 à 100 MHz), le quartz piézoélectrique ou quartz α est le seul transducteur utilisé. Nous avons choisi deux cristaux de quartz coupe X résonnant à 30 MHz sur le mode fondamental; l'un pour convertir les oscillations électriques ou oscillations mécaniques, l'autre pour reconvertir l'énergie ultrasonore sous forme électrique.

Nous rappelons les équations caractérisant l'action du transducteur et l'effet de la charge acoustique appliquée. L'assemblage acoustique est assimilé à une ligne électrique et nous utilisons un schéma équivalent électrique. Nous négligeons les effets tels que l'effet des limites, l'influence du support, etc...

11) Propagation des ultrasons dans un solide.

L'équation différentielle régissant la transmission des ondes mécaniques dans un solide de dimensions supérieures à la longueur d'onde acoustique est analogue à celle que l'on établit pour la propagation des ondes électromagnétiques, le long d'une ligne de transmission.

$$\frac{\partial^2 \Psi}{\partial x^2} = P^2 \Psi$$

P est la constante de propagation complexe si l'on tient compte de l'atténuation:

$$P = \alpha + j\beta = j \frac{\omega}{v^*}$$

α est le coefficient d'atténuation exprimé en Nepers par mètre ou en Décibels par mètre et $\beta = \frac{2\pi}{\lambda} = \frac{\omega}{v}$ est la constante de longueur d'onde ou constante de phase exprimée en radians par mètre.

La vitesse complexe peut s'écrire:

$$\frac{1}{v^*} = \frac{1}{v} - j \frac{\alpha}{\omega}$$

Il est possible d'exprimer la vitesse des particules u et la force par unité de surface T pour une valeur quelconque de x à partir des valeurs u_0 et T_0 pour $x = 0$

$$\begin{cases} u = u_0 \operatorname{ch} PX - \frac{T_0}{Z_c} \operatorname{sh} PX \\ T = T_0 \operatorname{ch} PX - u_0 Z_c \operatorname{sh} PX \end{cases}$$

Nous reconnaissons les équations des lignes en assimilant u à I intensité du courant et T à V tension électrique. Par analogie, on appelle $Z_c = \rho v^*$ l'impédance caractéristique du milieu, c'est l'impédance en tout point d'un barreau de longueur infinie. Nous pouvons calculer l'impédance d'entrée Z_0 d'une ligne acoustique terminée sur une impédance quelconque Z_r à $x = \ell$:

$$Z_0 = \frac{V_0}{I_0} = \frac{T_0}{u_0} = \frac{Z_r \operatorname{ch} P\ell + Z_c \operatorname{sh} P\ell}{\operatorname{ch} P\ell + \frac{Z_r}{Z_c} \operatorname{sh} P\ell}$$

ou

$$Z_0 = \frac{Z_r + Z_c \operatorname{th} P\ell}{1 + \frac{Z_r}{Z_c} \operatorname{th} P\ell}$$

Si la ligne est fermée sur son impédance caractéristique $Z_r = Z_c$ nous obtenons $Z_0 = Z_c$, on a donc des ondes progressives comme pour une ligne infinie.

Nous pouvons exprimer cette impédance d'entrée Z_0 en fonction de la valeur du coefficient de réflexion pour l'abscisse du récepteur.

$$p_r = \frac{V_r^-}{V_r^+} = - \frac{I_r^-}{I_r^+} = \frac{Z_r - Z_c}{Z_r + Z_c}$$

En général c'est une quantité complexe que nous écrivons

$$p_r = |R| \exp(j\phi)$$

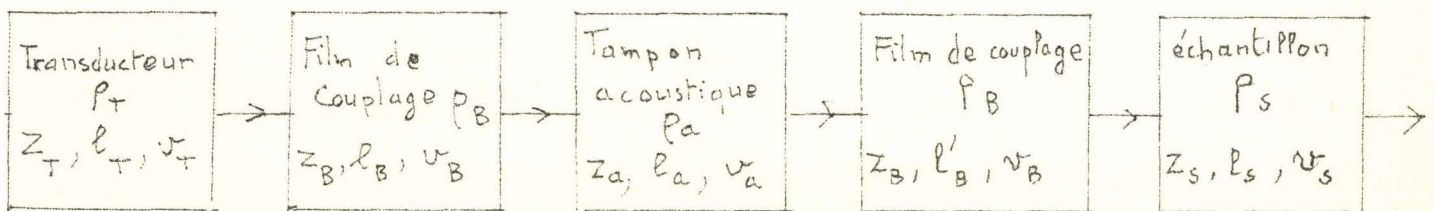
Dans ces conditions:

$$Z_0 = \frac{V_0}{I_0} = Z_c \left[\frac{\exp(Px) + \rho \exp(-Px)}{\exp(Px) - \rho \exp(-Px)} \right]$$

Si le récepteur est une résistance pure, une partie de la puissance est absorbée; l'onde réfléchiée a une amplitude inférieure à celle de l'onde incidente, et à l'extrémité de la ligne, elle est en phase ou en opposition de phase avec l'onde incidente suivant que $R_r >$ ou $< R_c$. Si la ligne est terminée par une impédance complexe, l'onde réfléchiée peut avoir une amplitude et une phase quelconque dépendant de la valeur de ρ_r .

Il est donc clair que l'adaptation acoustique est aussi importante que l'adaptation électrique. Si la ligne acoustique est terminée par une impédance complexe, la longueur apparente de la ligne va varier avec la fréquence comme pour une ligne électrique.

Sans tenir compte maintenant du transformateur électromécanique qu'est un quartz piézoélectrique, nous pouvons schématiser notre ligne acoustique comme suit:



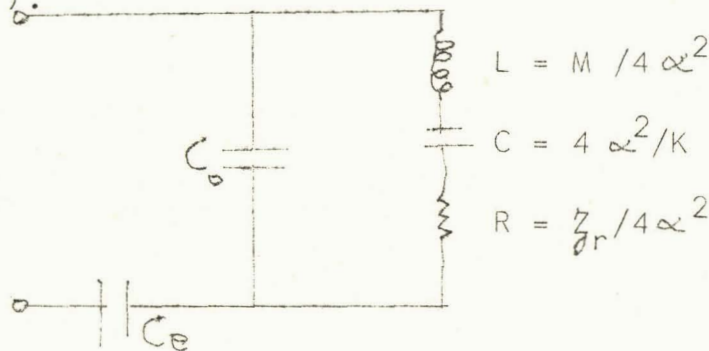
où nous ne représentons que la moitié de la ligne complète. La masse volumique est ρ , la vitesse du son v , la longueur l et l'impédance caractéristique $Z = \rho v$

Le film de couplage indispensable entre le transducteur et l'échantillon pourrait être considéré comme un adaptateur d'impédances. Il faudrait réaliser des couches minces d'épaisseur $\frac{\lambda}{4}$ d'un matériau d'impédance $Z_c = \sqrt{Z_T Z_s}$ ou d'épaisseur $\frac{\lambda}{2}$

d'un matériau quelconque, si $Z_T = Z_S$. Cela est très difficile à obtenir et valable seulement pour une fréquence. Au lieu de rechercher l'adaptation parfaite comme pour une ligne à retard nous préférons utiliser un film de couplage d'épaisseur "négligeable" et charger la ligne par un tampon acoustique de grande dimension. Cela diminue le coefficient de qualité de la ligne et par le fait même le déphasage ϕ à la réflexion échantillon-tampon dépend moins de la fréquence.

12) Schéma électrique équivalent du transducteur chargé

Le quartz piézoélectrique excité au voisinage d'une fréquence de résonance peut être représenté par le circuit électrique suivant: (7).



Le Condensateur C_e représente les capacités entre les électrodes et les surfaces du quartz. Cette capacité est infinie si la tension électrique est appliquée directement au cristal dont les faces ont été métallisées.

C_0 peut être assimilé à la capacité électrostatique du cristal

$$C_0 = \frac{\epsilon S}{l_T}$$

En identifiant le quartz réel à son schéma équivalent, on obtient R, L, C , en fonction des grandeurs mécaniques.

$$R = \frac{\rho_r v_r S \rho_T^2}{4 e_{um}^2 S^2} = \frac{z_r}{4 \alpha^2}$$

$$C = \frac{8 e_{um}^2 S}{l_T n^2 \pi^2 C_{UV}} = \frac{4 e_{um}^2 S^2 \times 2 l_T}{l_T^2 n^2 \pi^2 C_{UV} S} = \frac{4 \alpha^2}{K}$$

$$L = \frac{\rho_T l_T^3}{8 e_{um}^2 S} = \frac{1}{2} \rho_T l_T S \frac{l_T^2}{4 e_{um}^2 S^2} = \frac{M}{4 \alpha^2}$$

où α est un facteur de transformation reliant les grandeurs électriques et mécaniques:

$$\alpha = \frac{e_{um} S}{l_T}$$

- M représente l'inertie du cristal

$$M = \frac{\rho_T l_T S}{2}$$

- K représente la raideur du cristal

$$K = \frac{n^2 \pi^2 S C_{UV}}{2 l_T}$$

Les résonances mécaniques ont donc lieu quand:

$$\frac{M}{K} \omega_n^2 = 1$$

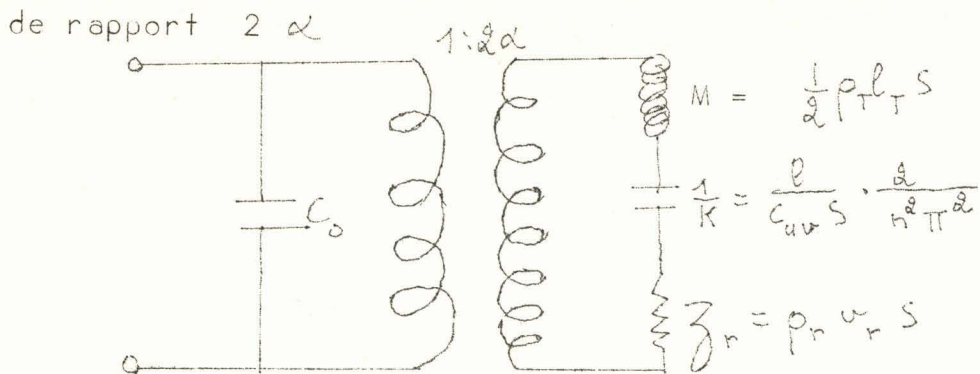
$$\text{soit pour } \omega_n = 2\pi f_n = \sqrt{\frac{K}{M}} = \frac{n\pi}{\rho_T} \sqrt{\frac{C_{UV}}{\rho_T}} = 2\pi \frac{nv}{2 l_T}$$

c'est à dire $f_n = n \frac{v}{2 l_T}$ où $l_T = n \frac{\lambda}{2}$ avec n impair

- Z_r représente la charge acoustique appliquée au quartz, elle est égale à l'impédance mécanique du milieu:

$$Z_r = S \rho_r v_r$$

On peut donc assimiler le quartz résonnant à un transformateur



Nous pouvons calculer numériquement les composantes du schéma équivalent des quartz utilisés.

— Caractéristiques des quartz coupe X (30 MHz)

$$C_{uv} = C_{11} = 8,55 \times 10^{10} \text{ N/m}^2$$

$$\rho_T = 2,65 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$$

$$\rho_T v_T = 15,1 \times 10^6 \text{ kg/m}^2/\text{s}$$

$$f_1 = 30 \text{ MHz}$$

$$\rho_r v_r = 17 \times 10^6 \text{ kg/m}^2/\text{s} \text{ pour le duraluminium}$$

$$e_{um} = e_{11} = 0,17 \text{ Cb/m}^2$$

$$l_T = \frac{\lambda}{2} = \frac{v}{2f} = \frac{2.850}{f_0} = 95 \cdot 10^{-6} \text{ m} \text{ soit } 0,095 \text{ mm}$$

$$S = \frac{\pi D^2}{4} = \frac{3,14 \times (10^{-2})^2}{4} = 0,785 \times 10^{-4} \text{ m}^2$$

$$\epsilon = 4,45$$

$$\epsilon_0 = \frac{1}{4\pi \times 9 \times 10^9} \text{ Farad/m}$$

— Composantes du réseau

$$\text{Facteur de transformation} \quad 2\alpha = 2 \frac{e_{11} S}{l_T} = 0,182 \text{ Cb/m}$$

$$\text{Masse motionnelle} \quad M = \frac{1}{2} \rho_T S l_T = 99 \times 10^{-7} \text{ kg}$$

$$\text{Inductance équivalente} \quad L = \frac{M}{4\alpha^2} = 3 \times 10^{-4} \text{ H.}$$

$$\text{Raideur motionnelle} \quad K = \frac{\pi^2 C_{11} S}{2 l} = 35,3 \times 10^{10} \text{ N/m}$$

$$\text{Capacité équivalente} \quad C = \frac{4\alpha^2}{K} = 0,094 \times 10^{-12} \text{ Farad}$$

$$\text{Résistance mécanique} \quad Z_r = \rho_r v_r S = 1,33 \times 10^3 \text{ kg/s}$$

$$\text{Capacité électrostatique} \quad C_o = \epsilon \epsilon_o \frac{S}{l_T} = 32 \times 10^{-12} \text{ Farad}$$

Aux résonances mécaniques, L et C s'annulent et le transducteur se réduit à une résistance en parallèle sur C_o .

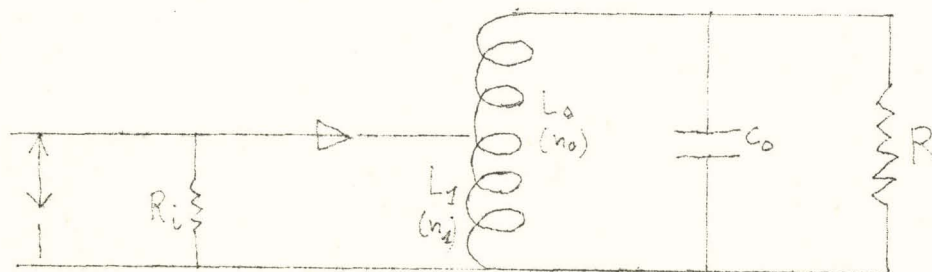
$$\text{Ici:} \quad R = \frac{Z_r}{4\alpha^2} \neq 40 \times 10^3 \Omega$$

C'est cette résistance motionnelle qui détermine la puissance ultrasonore dissipée dans la charge:

$$W = \frac{V^2}{R} = \frac{4\alpha^2 V^2}{Z_r}$$

13) Adaptation du transducteur piézoélectrique.

La condition optimum de fonctionnement du cristal sera obtenue si l'impédance du générateur électrique R_i est égale à l'impédance d'entrée R_e du quartz chargé à la résonance. L'adaptation électrique du quartz est réalisé par un autotransformateur dont le secondaire forme avec la capacité du quartz C_0 un circuit résonnant à la fréquence considérée.



Si la condition $\frac{R_i}{R} = \left(\frac{n_1}{n_0}\right)^2$ est réalisée, il y a transfert maximum de puissance.

Dans le cas présent, il faut de plus que la largeur de bande $B = 2\Delta F = \frac{F}{Q}$ de cette cellule d'adaptation soit suffisante pour ne pas déformer l'impulsion émise et permettre l'excursion de fréquence autour de la résonance du quartz soit: $B \approx 5$ MHz. Cela nous a amené à étudier la réponse ^{en fréquence} d'un transducteur piézoélectrique, ce qui revient à considérer le coefficient de qualité mécanique Q_m du quartz au voisinage de sa résonance. Supposons que C_0 et L_0 soient accordés et que R soit le seul élément dissipatif du circuit (quartz sans perte d'insertion). Dans ces conditions:

$$Q_m = 2\pi \frac{\text{énergie emmagasinée dans } L}{\text{énergie dissipée par période}} = \frac{L\omega_n}{R}$$

ou en convertissant en éléments de circuit mécanique:

$$Q_m = \frac{\omega_n M}{\zeta_r} = \frac{\omega_n M}{\rho_r v_r S} = n \frac{\pi}{2} \frac{\rho_T v_T}{\rho_r v_r}$$

Nous obtenons des Q_m compris entre 1 et 100 pour les solides

et les liquides (ici $Q \simeq 1,5$ soit $B \simeq 20$ MHz).

En réalité le Q_m obtenu est plus faible à cause des pertes dues au montage du quartz. Ces pertes se traduisent par une impédance Z_s qui s'ajoute à Z_r . Nous avons:

$$Z_m = Z_r + Z_s = 4 \alpha^2 R_p$$

R_p est la résistance parallèle effective d'amortissement. Si nous négligeons toute autre perte nous avons:

$$Z_m = \frac{4 \alpha^2 Q'}{\omega C_0}$$

où Q' est le coefficient de qualité électrique à la résonance du transducteur monté:

$$Q' = \frac{2\pi \text{énergie emmagasinée dans } C_0}{\text{énergie dissipée dans } R_p \text{ par période}} = R_p C \omega_0$$

Si le cristal est chargé par une impédance relativement élevée (solide ou liquide) et si les pertes de montage sont peu importantes $Z_r \gg Z_s$ le coefficient de qualité devient:

$$Q' = \frac{Z_m}{4 \alpha^2} C_0 \omega_n \simeq \frac{n\pi}{4 k^2} \frac{\rho_r v_r}{\rho_T v_T}$$

où $k^2 = \frac{e_{um}^2}{\epsilon \epsilon_0 C_{uv}}$ est le coefficient de couplage électromécanique,

c'est un terme analogue au coefficient de couplage entre deux circuits électriques.

Le coefficient de couplage peut être défini à partir des équations d'état du transducteur écrites sous forme matricielle

$$\begin{cases} T_u = C_{uv} e_v - e_{um} E_m \\ D_n = e_{nv} e_v + \epsilon_{nm} E_m \end{cases}$$

c'est un coefficient de transduction, il dépend du rapport des coefficients couplés aux coefficients principaux.

Pour un cristal unidimensionnel on a : $k^2 = \frac{e_{um}^2}{\epsilon_{nm} C_{uv}}$

ce coefficient représente le rapport de l'énergie emmagasinée mécaniquement sur l'énergie emmagasinée électriquement.

Pour un quartz coupe X, on trouve $k = 0,095$

Pour " " coupe Y " " $k = 0,137$

Pour " " coupe AC " " $k = 0,083$

ce qui donne avec nos valeurs numériques $Q' \simeq 90$ soit une bande passante trop faible $B \simeq 0,33$ MHz.

La bande passante de l'assemblage acoustique est déterminée par l'effet conjugué de Q_m et Q' . Q_m diminue quand la charge acoustique augmente tandis que Q' augmente. Il est cependant toujours possible d'amortir le circuit $L_0 C_0$ par une résistance R_0 en parallèle ce qui donne la bande passante voulue :

$$Q'' = \frac{Q'}{1 + Q' / \omega C_0 R_0}$$

Nous avons ajouté une résistance $R_0 \simeq 500 \Omega$ ce qui amène Q' à $Q'' \simeq 3$, soit $B \simeq 10$ MHz. Dans ces conditions, les fronts de montée et de descente de l'impulsion émise sont assez bien conservés. Pour appliquer la théorie des ondes planes; il est souhaitable que les temps de montée et de descente (régime transitoire) n'excèdent pas le 1/3 de la durée de l'impulsion. Dans notre cas nous avons environ 30 oscillations pour une impulsion de largeur $\tau \simeq 1 \mu s$, nous admettons un régime transitoire de durée inférieure à 3 oscillations soit $\Delta t \simeq \frac{1}{10} \mu s$. En appliquant la transformée de Fourier à une impulsion symétrique trapézoïdale, le spectre de fréquence occupe une bande :

$\Delta F \simeq \frac{1}{2 \Delta t} \simeq 5$ MHz. Comme cette impulsion est l'enveloppe de la porteuse ultrasonore et que l'on sait qu'une onde modulée en amplitude avec une fréquence F occupe une bande spectrale $2 \Delta F$, on voit que la bande passante nécessaire sera :

$$B \simeq 10 \text{ MHz}$$

soit une bande passante relative de l'ordre de 33%, ce qui n'est pas négligeable. La cellule réalisée a permis d'obtenir cette condition (photo 1). Nous avons pu vérifier que les calculs théoriques approchés étaient valables et pouvaient donc servir de base à l'expérimentateur désirant une bande passante B.

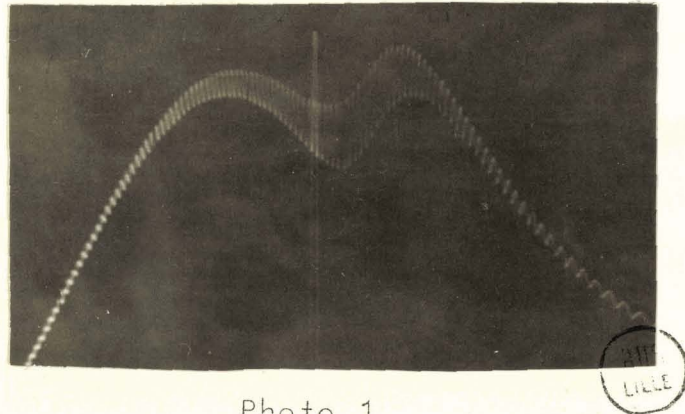


Photo 1

"Spectre des résonances mécaniques du milieu tampon"

Cette photo est obtenue en appliquant à l'assemblage acoustique une onde modulée en fréquence. Nous obtenons sa bande passante à -3 db, $B \simeq 10$ MHz. Nous observons le spectre des résonances mécaniques qui permet de mesurer la vitesse de propagation des ondes ultrasonores.

Il est intéressant de remarquer que le produit $Q_m Q'$ ne dépend que du coefficient de transduction pour un harmonique donné;

$$Q_m Q' \simeq n^2 \frac{\pi^2}{8 k^2}$$

Nous avons considéré ici l'adaptation du quartz émetteur; l'étude de l'adaptation du récepteur peut être traitée de la même façon, l'effet piézoélectrique étant réversible. Nous avons donc réalisé une deuxième cellule d'adaptation permettant de travailler en transmission.

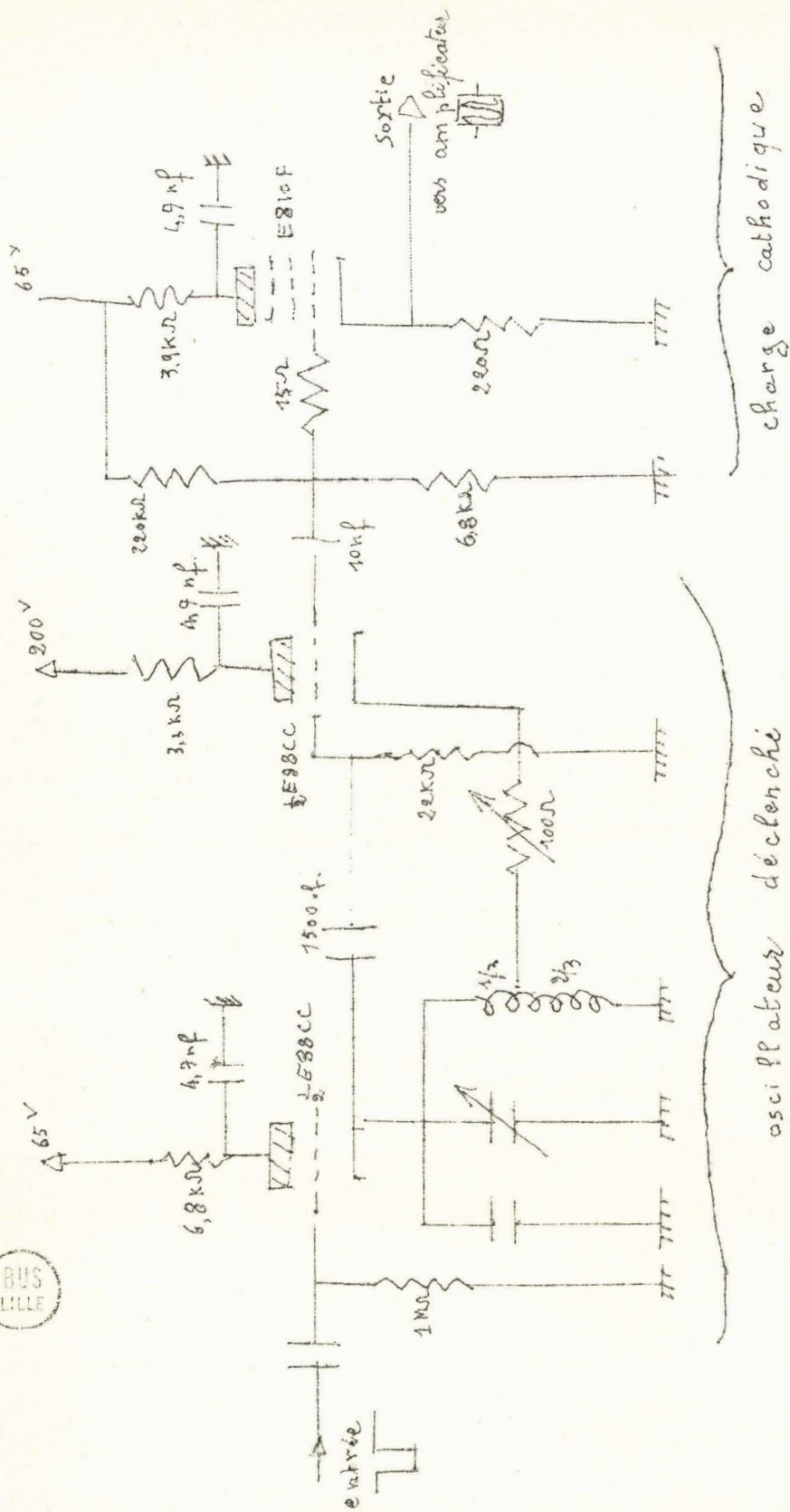


Fig. 9 - Schema de principe de l'oscillateur pulsé.

2 - Le générateur d'impulsions R.F.

Pour étudier plus particulièrement la méthode de comparaison de phase, nous devons disposer d'impulsions R.F. de durée variant entre 1 et 10 μ s ce qui doit permettre de contrôler des échantillons solides de 5 à 50 mm d'épaisseur.

Nous avons choisi la fréquence centrale $F_0 \approx 30$ MHz qui semble permettre des conditions de travail satisfaisantes (cf. II). Nous avons environ 30 périodes dans une impulsion de 1 μ s, le régime permanent peut donc s'établir et nous pouvons assimiler la propagation de l'onde ultrasonore pulsée à une propagation d'onde plane.

Nous désirons observer environ dix résonances mécaniques ce qui impose une excursion de fréquence d'environ 5 MHz.

Après de nombreux essais, B. DELANNOY a effectué ces essais et recherché le meilleur procédé de modulation, nous avons réalisé un oscillateur "ECO" déclenché par un générateur d'impulsions (Fig. 9). Cet oscillateur pulse^{Fig. 9} suivi d'un étage à charge cathodique fournit des impulsions R.F. à fronts raides (régimes transitoires durant 1 ou 2 oscillations) ayant les caractéristiques suivantes:

- tension de sortie: 1 volt crête sur une impédance de 50 Ω .
- largeur variable de 0,1 à 20 μ s.
- fréquence variable finement de 25 à 35 MHz (stabilité $\approx 10^{-4}$).
- fréquence de répétition variable de 300 Hz à 500 KHz

Ces impulsions sont amplifiées par un amplificateur distribué qui peut fournir 1 Watt sur 100 Ω de 1 à 250 MHz.

BUS LILLE

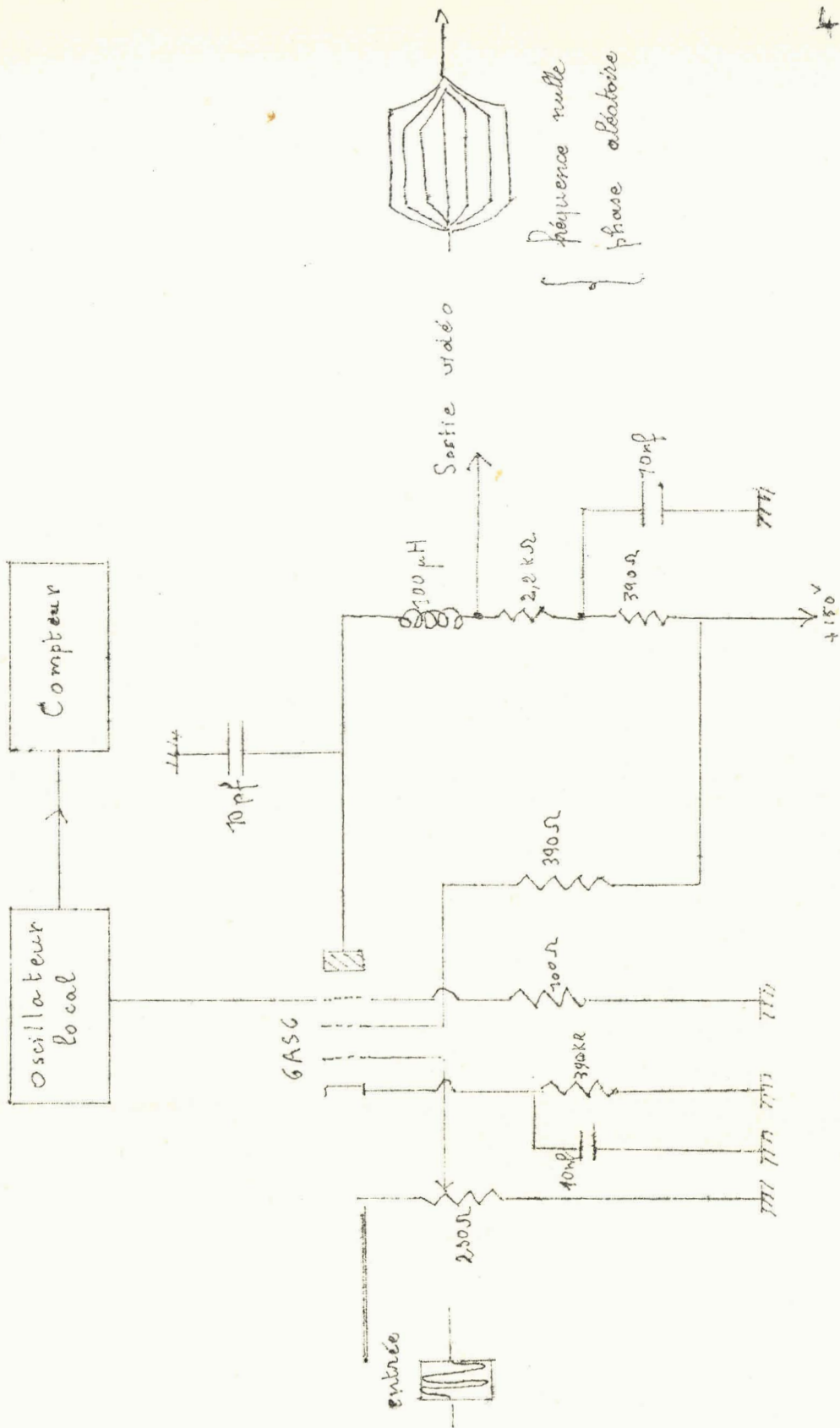


Fig. 10 - Schéma du mélangeur.

3 - Circuits de mesure.

3-1. Visualisation des échos.

Nous utilisons un oscilloscope à large bande (50 MHz) qui permet d'observer les signaux R.F.

Cet oscilloscope permet une mesure directe du temps de retard des échos successifs.

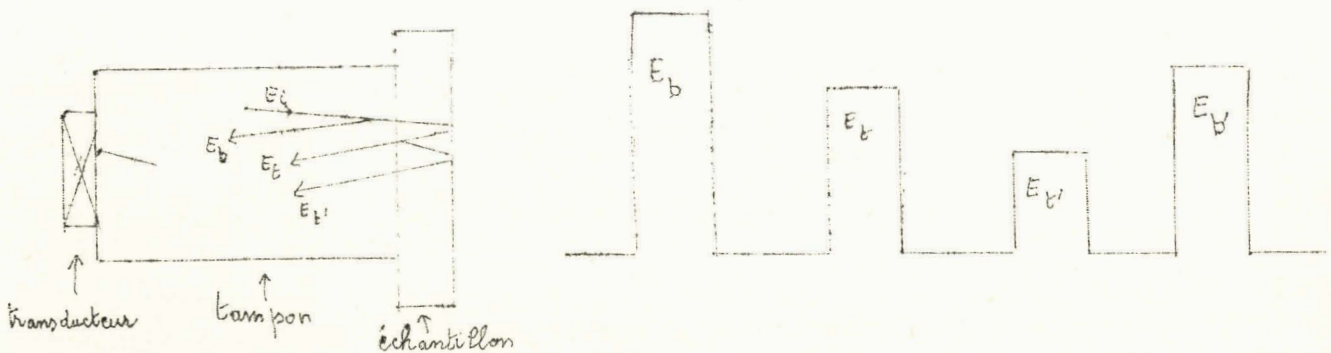
3-2. Mesure de la fréquence.

Nous mesurons la fréquence R.F. des impulsions par une détection "homodyne". Nous mélangeons l'impulsion avec une onde entretenue de même fréquence et nous observons le battement zéro à l'oscilloscope. Cette méthode utilisée par Mac Skimin(14) donne une précision de 10^{-4} pour une impulsion de $5\mu s$ (Fig.10). La précision dépend fortement de la largeur de l'impulsion, c'est à dire du temps dont on dispose pour apprécier le battement zéro. En polarisant convenablement l'oscillateur déclenché, on peut le faire fonctionner en ondes entretenues. Dans ces conditions la fréquence peut être mesurée directement au fréquence-mètre. Malheureusement cette mesure est entachée d'une erreur systématique, car on trouve pour la fréquence de l'onde entretenue une valeur différente de celle de l'onde pulsée, (supérieure de ≈ 100 KHz). Nous avons donc conservé la mesure de la fréquence de l'onde pulsée. Cette mesure est délicate et ~~elle~~ elle ~~est~~ limite la précision de l'appareil.

V - METHODE DE MESURE PAR COMPARAISON DE PHASE. RESULTATS

1 - Analyse de la méthode en réflexion.

Nous supposons que les régimes transitoires sont suffisamment courts pour appliquer la théorie des ondes planes et donc la théorie des lignes acoustiques. Cette condition est réalisée au moyen de la cellule d'adaptation à large bande.



Nous pouvons écrire entre les différents échos reçus sur l'oscilloscope les relations suivantes où τ est le temps de propagation pour une traversée de l'échantillon, ϕ est le déphasage à la réflexion tampon-échantillon, ϕ' est le déphasage à la réflexion échantillon-tampon, T est le déphasage à la transmission tampon-échantillon, T' est le déphasage dans le sens contraire.

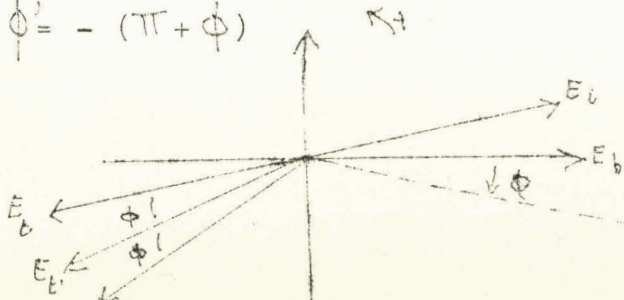
premier écho $E_b \approx \sin[\omega t + \phi]$

deuxième écho $E_r' \approx \sin[\omega(t + 2\tau) + T + T' + \pi]$

etc... $E_t \approx \sin[\omega(t + 4\tau) + T + T' + \phi' + 2\pi]$

Nous pouvons supposer que le déphasage échantillon-air est π car l'impédance acoustique de l'air est très faible.

Nous pouvons représenter les vibrations sur un diagramme vectoriel sachant que $\phi' = -(\pi + \phi)$



Dans ces conditions E_b et E_t sont hors phase pour :

$$\cos\left(\omega\tau + \frac{\pi}{2} + \frac{T+T'}{2} - \frac{\phi}{2}\right) = 0$$

$$\boxed{\omega\tau - \frac{\phi}{2} + \frac{T+T'}{2} = n\pi} \quad (1)$$

E_t et $E_{t'}$ sont hors phase pour

$$\cos\left(\omega\tau + \frac{\phi'}{2} + \frac{\pi}{2}\right) = 0$$

$$\omega\tau + \frac{\phi'}{2} = n\pi$$

$$\boxed{\omega\tau - \frac{\phi}{2} = (2n+1)\frac{\pi}{2}} \quad (2)$$

Nous observons en effet que lorsque E_b et E_t sont hors phase, E_t et $E_{t'}$ sont pratiquement en phase. Nous pouvons mettre en évidence l'influence du déphasage à la réflexion ϕ en appuyant plus ou moins sur l'échantillon ce qui modifie l'épaisseur du film de couplage.

Nous pouvons mesurer ϕ en appliquant sur la face libre de l'échantillon un tampon acoustique identique au premier. Cela est difficile à réaliser car nous ne pouvons reproduire exactement le même film de couplage.

Admettons cependant que le déphasage sur le second tampon acoustique soit encore ϕ . Nous pouvons écrire les nouvelles conditions pour que E_b et E_t soient hors phase.

$$\boxed{\omega\tau - \phi + \frac{T+T'}{2} = n\pi} \quad (3)$$

Pour E_+ et E_+ , nous obtenons:

$$\boxed{\omega \tau - \phi = (2n + 1) \frac{\pi}{2}} \quad (4)$$

Pour ne pas avoir à considérer les déphasages aux transmissions, nous utiliserons désormais les relations 2 et 4. En comparant (2) et (4), nous pouvons mesurer ϕ . En effet, nous mesurons la fréquence F qui place E_+ et E_+ , hors phase sans le second tampon, puis la fréquence F' qui place E_+ et E_+ , hors phase avec le second tampon. Nous pouvons écrire:

$$\begin{cases} 2\pi F \tau - \frac{\phi}{2} = n_1 \pi \\ 2\pi F' \tau - \phi' = n_1 \pi \end{cases}$$

Comme F_+ est voisin de F' , nous admettons que $\phi_+ = \phi'$.

Ce qui donne:

$$\boxed{\frac{\phi}{4\pi} = -(F - F') \tau}$$

D'autre part ce déphasage ϕ peut être calculé en considérant l'assemblage acoustique comme une ligne de transmission. Cela donne en supposant les matériaux sans pertes (Mac Skimin (6))

$$\phi = \text{arc tg} \frac{[Z_a/Z_o][1 - Z_r^2/Z_o^2] \sin 2\beta l}{[Z_r^2/Z_o^2 - Z_a^2/Z_o^2] \cos^2 \beta l + [1 - Z_a^2 Z_r^2/Z_o^4] \sin^2 \beta l}$$

où:

Z_a = impédance du tampon acoustique

Z_o = impédance du film de couplage

Z_r = impédance de l'échantillon

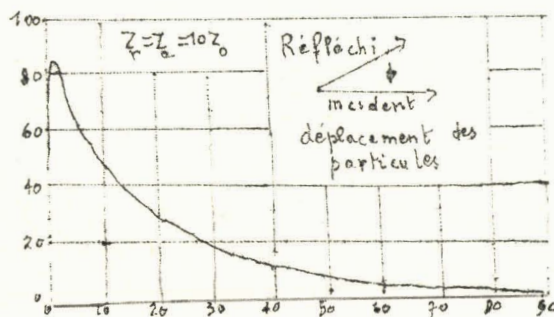
l = épaisseur du film de couplage

β = constante de phase du film de couplage

De la même façon Mac Skimin trouve le déphasage à la transmission

$$T = -\text{arc tg} \frac{Z_a Z_r / Z_0 + Z_0}{Z_a + Z_r} + \beta l$$

Dans le cas particulier où $Z_a = Z_r = 10 Z_0$, nous obtenons $\phi = \text{arc tg} \left[\frac{\cot \beta l}{5} \right]$ dont les variations en fonction de βl sont représentées par la courbe suivante:

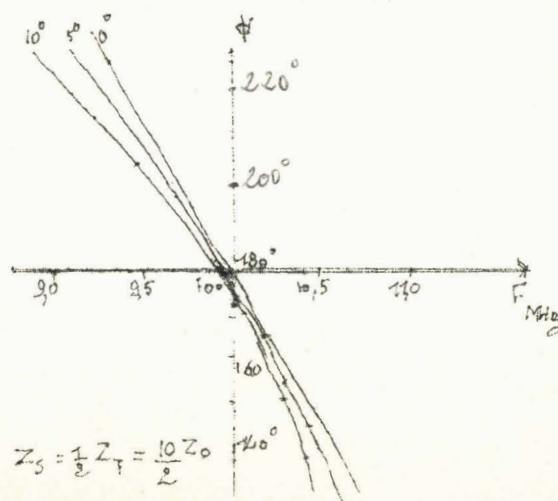
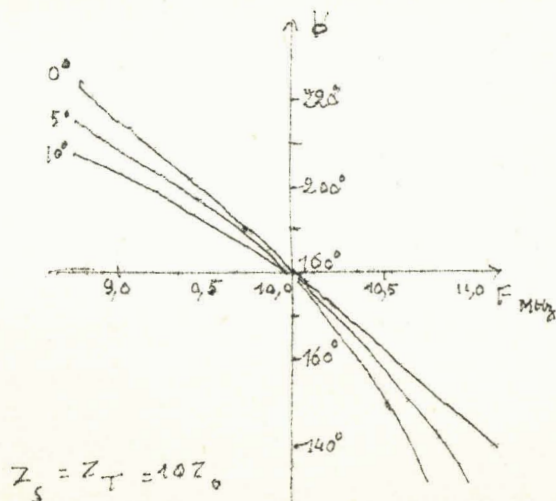


BUS LILLE

ϕ dépend donc de l'épaisseur du film l et de la fréquence car

$$\beta = \frac{2\pi}{\lambda} = \frac{2\pi}{v} F$$

Williams et Lamb (10) représentent le déphasage ϕ à la réflexion échantillon-transducteur en fonction de la fréquence pour un quartz de fréquence fondamentale 10 MHz.



Les épaisseurs des films sont exprimées en degrés de sorte que, 0° , 5° , 10° représentent des couches d'épaisseur 0 , $\frac{5}{360} \lambda_{10}$, $\frac{10}{360} \lambda_{10}$ soit de l'ordre de 5000 à 1000 \AA pour 1 à 2° à 10 MHz .

Nous constatons sur ces courbes que le film de couplage réduit le déphasage total ϕ' intervenant à la réflexion et que cette diminution est minimum à 10 MHz .

Il reste à déterminer n , l'ordre d'interférence qui est un nombre entier. Pour cela il suffit de mesurer la fréquence F_1 correspondant à l'ordre n et la fréquence F_2 correspondant à l'ordre $n + k$:

$$\begin{cases} 2\pi F_1 \tau - \frac{\phi_1}{2} = (2n + 1) \frac{\pi}{2} \\ 2\pi F_2 \tau - \frac{\phi_2}{2} = [2(n + k) + 1] \frac{\pi}{2} \end{cases}$$

on élimine τ entre les 2 équations ce qui donne:

$$\left(n + \frac{1}{2} \right) = \frac{k F_1}{F_2 - F_1} - \frac{\phi_1}{2\pi} - \frac{(\phi_1 - \phi_2)}{2\pi} \frac{F_1}{(F_2 - F_1)}$$

(Pour utiliser la condition 4 il faut remplacer ϕ par 2ϕ).

Nous pouvons maintenant exprimer τ en fonction des grandeurs mesurées n et ϕ

$$\omega \tau - \frac{\phi}{2} = (2n + 1) \frac{\pi}{2}$$

$$\tau = \left(n + \frac{1}{2} \right) \frac{1}{2 F_{n+\frac{1}{2}}} + \frac{\phi}{4\pi F_{n+\frac{1}{2}}}$$

2 - MESURE DU TEMPS DE RETARD DANS UN SOLIDE POLYCRISTALLIN.

Nous utilisons le même quartz piézoélectrique, comme émetteur et récepteur d'ultrasons (procédé par réflexion). L'échantillon utilisé pour ces premières mesures est un cylindre de verre d'épaisseur $e = 7,72 \pm 0,01$ mm.

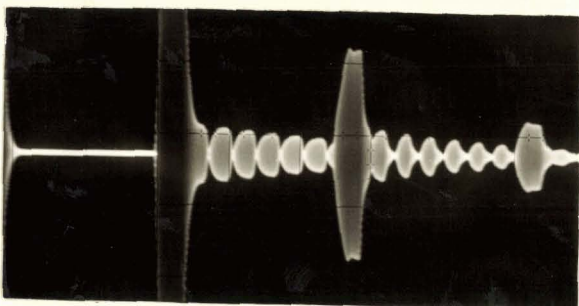
Avec une impulsion courte (largeur $0,5 \mu\text{s}$) nous observons la succession des échos provenant des "aller et retour" dans l'échantillon. Cela permet de disposer convenablement l'échantillon pour obtenir la décroissance exponentielle des échos d'une part et d'autre part nous mesurons le temps de propagation des impulsions ultrasonores dans l'échantillon à l'aide de la base de temps de l'oscilloscope. Cette mesure rapide (précision 10^{-2}) donne un temps de propagation de $1,33 \mu\text{s}$. Ce temps de retard est celui d'un court train d'ondes il est donc lié à la vitesse du groupe d'ondes et non à la vitesse de phase d'une onde plane qui intervient dans la théorie de l'élasticité de Voigt. Nous avons vérifié que la variation de la largeur de l'impulsion courte à 30 MHz et la variation de la fréquence entre 4 et 30 MHz, ne modifient pas ce temps de retard, ce qui montre qu'à la précision des mesures, l'échantillon n'est pas dispersif. Ce résultat est en accord avec la théorie de Born selon laquelle les solides ne sont pas dispersifs à des fréquences relativement basses. On en déduit également que la modification du spectre de fréquence de l'impulsion courte et la variation de l'atténuation avec la fréquence n'influent pas de façon appréciable sur la mesure de vitesse de propagation ultrasonore.

Ces quelques vérifications étant faites, nous élargissons suffisamment l'impulsion pour que les échos successifs se chevauchent. L'impulsion étant alors plus large que le temps de parcours dans l'échantillon, celui-ci peut entrer en résonance sur certaines fréquences. Nous parcourons alors une gamme de fréquences autour de la fréquence de résonance du quartz ce qui permet de relever le spectre des résonances ultrasonores de l'échantillon.

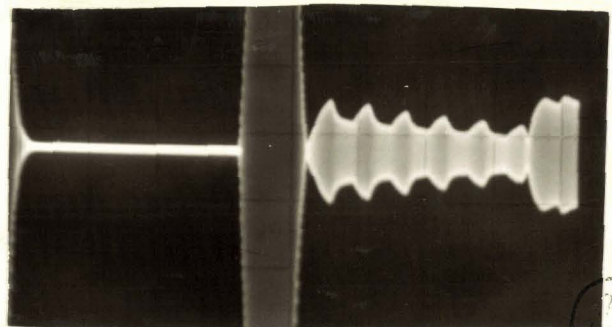
Nous avons donné une méthode expérimentale pour déterminer le déphasage ϕ à la réflexion "échantillon-tampon". Cela ne permet cependant d'obtenir qu'un ordre de grandeur de ϕ et de l'influence de la couche mince de liaison sur les mesures de vitesse car le fait de superposer le second tampon acoustique à l'échantillon peut modifier la couche d'huile existante et introduire un déphasage qui n'est pas forcément identique au précédent.

Le tableau suivant (page 53) résume un certain nombre de mesures qui montrent que le terme correctif sur le temps de retard τ_{d0} à la couche mince de liaison est inférieur à $10^{-3} \mu\text{s}$ ce qui permet une précision de 10^{-3} sur un temps de propagation aussi court que $1 \mu\text{s}$.

Cette précision ne peut être obtenue que si l'on peut assurer l'ordre d'interférence, ce qui impose la mesure des fréquences d'anticoïncidence à 10^{-4} près et le comptage du plus grand nombre de résonances mécaniques possibles k (afin d'augmenter la variation de fréquence utilisable). La largeur de bande de la cellule d'adaptation doit alors être suffisamment large et la puissance de l'émetteur d'impulsions H.F. suffisamment grande.



Succession des échos

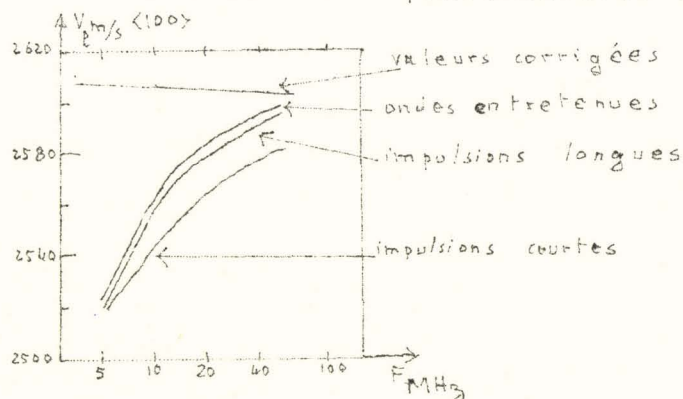


échos "en phase"

K	F dans cône tampon KHz	$\frac{\Delta F}{K}$	$(n + \frac{1}{2}) = \frac{KF}{\Delta F}$ dans cône tampon	$\Delta (n + \frac{1}{2})$	$n = \frac{n + \frac{1}{2}}{F}$ dans cône tampon	F' avec second tampon KHz	F - F'	KHz	$\frac{\phi}{4\pi} = -t'(F, F')$	M + $\frac{1}{2}$ cône	T corrigé Lu	$\frac{\Delta T}{T} = \frac{\Delta F}{F}$
$(n + \frac{1}{2})$	29446	374,6	78,5 (78,6)	0,2	1,3337	29459	-13		18×10^{-3}	78,5	1,3337	10^{-4}
$n + \frac{1}{2} + 10$	33192					33212	-20		27×10^{-3}	(78,7)		
$n + \frac{1}{2}$	29447	374,9	78,5	0,2	1,3332	29450	-9		$+18 \times 10^{-3}$	78,5	1,3336	10^{-4}
$n + \frac{1}{2} + 10$	33140					33200	-10		$+13 \times 10^{-3}$			
$n + \frac{1}{2}$	29070	376	77,5 (77,7)	0,2	1,3330	29091	-81		$+27 \times 10^{-3}$	77,5 (79,3)	1,3339	10^{-4}
$n + \frac{1}{2} + 10$	32830					32820	+10		-14×10^{-3}			
$n + \frac{1}{2}$	29065	374,6	77,5	0,2	1,3332	29075	-11		$+15 \times 10^{-3}$	77,5	1,3337	10^{-4}
$n + \frac{1}{2} + 10$	32811					32840	-9		$+2 \times 10^{-3}$			
$n + \frac{1}{2}$	31342	373,2	83,98 (83,5)	0,4	1,3327	31358	-16		$+21 \times 10^{-3}$	83,5 (83,85)	1,3328	10^{-4}
$n + \frac{1}{2} + 5$	33208					33220	-12		$+16 \times 10^{-3}$			
$n + \frac{1}{2}$	28727	373,3	76,95 (76,5)	0,2	1,3310	28740	-13		$+17 \times 10^{-3}$	76,5 (76,65)	1,3327	10^{-4}
$n + \frac{1}{2} + 10$	32462					32462	0		0			
$n + \frac{1}{2}$	29060	373,5	77,80 (77,5)	0,2	1,3334	29072	-10		$+16 \times 10^{-3}$	77,5	1,3334	10^{-4}
$n + \frac{1}{2} + 10$	32745					32746	-1		$+2 \times 10^{-3}$			
$n + \frac{1}{2}$	29487	376,6	78,5 (78,7)	0,2	1,3334	29447	-10		$+13 \times 10^{-3}$	78,5 (78,92)	1,3338	10^{-4}
$n + \frac{1}{2} + 10$	33183					33200	-17		$+29 \times 10^{-3}$			
$n + \frac{1}{2}$	27579	374,4	73,5 (73,6)	0,1	1,3325	27572	-7		$+10 \times 10^{-3}$	73,5 (73,7)	1,3329	10^{-4}
$n + \frac{1}{2} + 15$	33195					33210	-15		$+26 \times 10^{-3}$			

Le temps de retard obtenu par la méthode de comparaison de phase qui est lié à la vitesse de phase de l'onde est donc identique à mieux que 10^{-2} au temps de retard obtenu par la méthode des échos qui est lié à la vitesse de groupe d'un court train d'ondes.

Il faut signaler que Bolef et Menes (15) ont comparé les vitesses obtenues par les trois méthodes fondamentales entre 5 et 45 MHz dans Cs Br.



Les courbes montrent que la méthode de comparaison de phase donne des résultats très voisins de la méthode des ondes entretenues tandis que la méthode des échos donne généralement des vitesses plus lentes, ce qui peut être expliqué par les retards électroniques qui s'ajoutent aux retards ultrasonores. L'introduction de termes correctifs dans leurs mesures par ondes entretenues donne une vitesse à peu près constante en fonction de la fréquence, la différence pouvant être due à des effets de diffraction. Dans tous les cas, il est préférable d'élever la fréquence; si l'on se contente d'une précision de 1% sur la mesure de la vitesse de propagation ultrasonore; on peut, d'après ces courbes utiliser les valeurs déterminées par la méthode des ondes entretenues ou par la méthode de comparaison de phase à des fréquences supérieures à 15 MHz; avec la méthode des échos, il semble nécessaire de s'élever au-dessus de 45 MHz. Mais l'apparition de la dispersion des vitesses de propagation ultrasonores et des différents types d'absorption, indique que ces mesures ne peuvent s'effectuer aux plus hautes fréquences.

Il apparait ainsi que la détermination des vitesses de propagation ultrasonore peut s'effectuer avec le plus de précision dans une gamme intermédiaire de fréquences: c'est à dire pratiquement entre 10 et 100 Mégahertz.

VI -- DETERMINATION DES CONSTANTES ELASTIQUES DU CHLORURE DE SODIUM.

Le chlorure de sodium étant un cristal cubique, il suffit de trois mesures indépendantes des vitesses de propagation d'une onde mécanique pour déterminer les trois constantes élastiques de la théorie de Voigt.

Nous disposons de deux séries de cristaux (20mm x 20mm x 6mm), orientés suivant les axes de symétrie d'ordre 2, 3 et 4 du cube. Les échantillons étant de qualité ordinaire, (faces insuffisamment planes et parallèles), les mesures de vitesse de propagation sont peu précises car elles dépendent de la position de l'échantillon dans le faisceau ultrasonore.

Nous mesurons les vitesses de propagation des ondes longitudinales successivement:

- en comparant le retard dans l'échantillon avec un retard dans une certaine épaisseur d'eau à 4 MHz.
- en comparant le retard dans l'échantillon avec un retard électronique à 30 MHz.
- en utilisant la méthode de comparaison de phase à 30 MHz. Les vitesses des ondes transversales sont déterminées par comparaison avec un retard dans l'eau.

Vitesses d'ondes longitudinales.

		axe d'ordre 4 $v_t \langle 100 \rangle$	axe d'ordre 3 $v_t \langle 111 \rangle$	axe d'ordre 2 $v_t \langle 110 \rangle$
échantillon (1)	écho 4 MHz	4812,5 m/s	4494m/s	4828 - 4482m/s
	écho 30 MHz	4778	4429	4728
	comparaison de phase.	4781	4493 - 4376	4723
échantillon (2)	écho 4 MHz	4812,5m/s	4429 - 4472	4856 m/s
	écho 30 MHz	4803	4333	4674 - 4757
	comparaison de phase	4793	4355 - 4492	4633 - 4415
valeurs moyennes		4790m/s ± 30	4427m/s ± 70	4650 m/s ± 200

Les mesures de vitesse suivant l'axe d'ordre 2 ne seront pas utilisées dans les calculs des C_{UV} . La valeur moyenne obtenue est cependant compatible avec les constantes élastiques mesurées.

-Vitesses d'ondes transversales

$$v_t \langle 100 \rangle = 2431 \pm 10 \text{ m/s}$$

$$v_t \langle 111 \rangle = 2809 \pm 10 \text{ m/s}$$

- calcul de C_{11} :

$$C_{11} = \rho v_e^2 \langle 100 \rangle = 4,97 \times 10^{10} \text{ N.m}^{-2}$$

$$\Delta C_{11} = 2 \rho v \Delta v = 0,06 \times 10^{10} \text{ N.m}^{-2}$$

- calcul de C_{44} :

$$C_{44} = \rho v_t^2 \langle 100 \rangle = 1,28 \times 10^{10} \text{ N.m}^{-2}$$

$$\Delta C_{44} = 2 \rho v \Delta v = 0,01 \times 10^{10} \text{ N.m}^{-2}$$

- calcul de C_{12} :

a) à partir de $v_t \langle 111 \rangle$

$$C_{12} = C_{11} + C_{44} - 3 \rho v_t^2 \langle 111 \rangle = 1,13 \times 10^{10} \text{ N.m}^{-2}$$

$$\Delta C_{12} = \Delta C_{11} + \Delta C_{44} + 6 \rho v \Delta v = 0,11 \times 10^{10} \text{ N.m}^{-2}$$

b) à partir de $v_e \langle 111 \rangle$

$$2 C_{12} = 3 \rho v_e^2 \langle 111 \rangle - (C_{11} + 4 C_{44})$$

$$C_{12} = 1,32 \times 10^{10} \text{ N.m}^{-2}$$

$$2 \Delta C_{12} = 6 \rho v \Delta v + \Delta C_{11} + 4 \Delta C_{44} = 0,5 \times 10^{10} \text{ N.m}^{-2}$$

Nous pouvons donc admettre les valeurs suivantes des constantes élastiques de NaCl.

$$C_{11} = 4,97 \times 10^{10} \quad \pm 0,06 \text{ N.m}^{-2}$$

$$C_{44} = 1,28 \times 10^{10} \quad \pm 0,01 \text{ N.m}^{-2}$$

$$C_{12} = 1,23 \times 10^{10} \quad \pm 0,35 \text{ N.m}^{-2}$$

L'indétermination du signe des constantes élastiques obtenues par les méthodes dynamiques doit être levée par une mesure statique.

REMARQUE.

Nous avons rassemblé dans un tableau, un certain nombre de valeurs publiées à la température ambiante:

Auteurs et références	C_{11} 10^{10} N.m^{-2}	C_{44} 10^{10} N.m^{-2}	C_{12} 10^{10} N.m^{-2}	Méthodes
BRIDGMAN (16) 1929	4,70	1,28	1,23	déformation statique (coefficients isothermes).
ROSE (17) 1936	4,96	1,27	1,30	résonance (oscillateur composé).
DURAND (18) 1936	4,99	1,27	1,31	résonance (oscillateur composé).
HUNTER et SIEGEL (19) 1942	4,86	1,19	1,28	résonance (oscillateur composé).
BERGMAN (20) 1942	4,67	1,19	1,23	optique (diffraction par les ultrasons).
HUNTINGTON (21) 1947	4,85	1,26	1,23	impulsion (temps de retard des échos).
GALT (22) 1948	4,87	1,26	1,24	impulsion (échos).
LAZARUS (23) 1949	4,91	1,28	1,23	impulsion (échos).
OVERTON et SWIM (24) 1951	4,86	1,27	1,28	impulsion (échos).
SPANGENBERG et HAUSSÜHL (25) 1957	4,93	1,28	1,31	optique (Méthode de BERGMAN).
MERKULOV (26) 1959	4,96	1,29	1,24	
Moyennes	4,87 ± 0,08	1,26 ± 0,02	1,24 ± 0,03	

Il apparait donc un assez bon accord entre les différents expérimentateurs (écart moyen $\simeq 10^{-2}$). Les différences peuvent être expliquées par des variations des paramètres thermodynamiques: pression et température de la salle ou par des effets d'inélasticité, d'impuretés, de dislocations, de défauts ponctuels etc... (cf. Huntington (27)). Les valeurs que nous obtenons concordent bien avec les valeurs publiées.

CONCLUSIONS.

Nous avons donc montré que la mesure des vitesses de propagation d'une onde ultrasonore permet de mettre en évidence l'anisotropie d'un cristal et même d'en déterminer les coefficients de rigidité. La mesure classique du temps de retard par comparaison avec un parcours dans l'eau permet de mesurer les vitesses de propagation ultrasonore avec une précision de 10^{-2} ou mieux. La mesure de phase que nous avons expérimentée, permet d'atteindre une précision de 10^{-3} sur des échantillons petits de bonne qualité. Cette étude a d'autre part permis de vérifier que les techniques d'échos ou les techniques de résonance donnaient les mêmes résultats à mieux que 1% près.

Signalons enfin que, la méthode de résonance utilisée permet d'apprécier des variations relatives de vitesse de propagation ultrasonore de l'ordre de 10^{-4} . Cette limite est imposée actuellement par l'instabilité des oscillateurs, par les difficultés de mesure d'une fréquence d'onde pulsée et par les coefficients de température des éléments mécaniques et électroniques du montage. C'est donc la qualité de l'appareillage qui limite pour l'instant les possibilités de cette méthode de mesure.

Il est bien entendu que ces limitations caractérisent la précision de la méthode de mesure utilisée mais, quelle que soit celle-ci les qualités cristallographiques de l'échantillon doivent être également améliorées pour tirer parti de la sensibilité espérée.

" B I B L I O G R A P H I E "

-
- 1 - LAVAL J. L'élasticité du milieu cristallin. J. de Phys. t 24 n°1 p. 1-13 (Janvier 1963). *
 - 2 - NYE J.F. "Propriétés physiques des cristaux" Dunod (1961). ○
 - 3 - PAILLOUX Piézoélectricité. Calcul des vitesses de propagation Journal de Phys. t. 19 n°5 (Mai 1958). †
 - 4 - KYAME J.J. Wave propagation in piezoelectric crystals. J. Acoust. Soc. Am. Vol. 21 n°3, p. 159 (1948).
 - 5 - MASON W.P. "Piezoelectric crystals and their application to ultrasonics". D. Van Nostrand Company Inc. 1950. ○
 - 6 - BOLEF D.I. Some continuous-wave techniques for the measurement of velocity and attenuation of ultrasonic waves between 1 and 1000 Mc. I.E.E.E. Trans. Ultrasonics Eng. (1963) Tome 10 pp. 19-26.
 - 7 - HUETER-BOLT "Sonics" John Wiley Sons Inc (1955). ○
 - 8 - Mac SKIMIN Ultrasonic methods for measuring the mechanical properties of liquids and solids. Phys. Acoust. Principles methods (1964) pp. 271-334
 - 9 - Mc SKIMIN Ultrasonic measurement techniques applicable to small solid specimens. J. Acoust. Amer. Soc. Vol. 22 n°4 p. 413 (1950).
 - 10 - WILLIAMS J. On the measurement of ultrasonic velocity in solids LAMB J. J. Acoust. Soc. Amer. Vol. 30 n°4 p.308. (1958). .
 - 11 - Mc SKIMIN H.J. Pulse propagation method for measuring ultrasonic wave velocities in solids. J. Acoust. Soc. Amer. Vol. 33 n°1 p.12 (1961). *
 - 11 - REDWOOD M. Problems in the propagation of ultrasonic pulses in solids. Ultrasonics Oct. Dec. 1964 p. 174. -
 - 13 - EASTON, A. Pulse Modulated Oscillator. Electronics, p:124-129, (Mars 1947).
 - 14 - Mc SKIMIN H.J. Measurement of third-order moduli of silicon and ANDREATCH P. Germanium. J. of Appli. Physics Vol. 35 n°11. (1964)

- 15 - Bolef D.I. Elastic constants of RbBr, RbI, CsBr and CsI. J. MENES M. Appl. Phys. 31, 1010 (1960)
- 16 - BRIDGMAN P.W. Proc. Am. Acad. 64, 19, (1929).
- 17 - ROSE F.C. Phys. Rev. 49, 50, (1936).
- 18 - DURAND M.A. Phys. Rev. 50, 449, (1936).
- 19 - HUNTER L. and Phys. Rev. 61, 84, SIEGEL S. (1942).
- 20 - BERGMAN L. "Der Ultraschall" J.W. Edwards (1942).
- 21 - HUNTINGTON H.B. Ultrasonic measurements on single crystals. Phys. Rev. Vol. 72 n°4 321-331 (Aout 1947).
- 22 - GALT J.K. Mechanical properties of NaCl, KBr, KCl. Phys. Rev. Vol. 73 n°12, 1460-1462 (1948).
- 23 - LAZARUS D. The variation of the adiabatic elastic constants of NCl, NaCl, CuZn, Cu, and Al with pressure to 10,000 Bars, Phys. Rev. Vol. 76 n°4 (Aout 1949).
- 24 - OVERTON W.C. The adiabatic Elastic Constants of Rock Salt, and SWIM R.T. Phys. Rev. Vol. 84 n°4 (Nov. 1951).
- 25 - SPANGENBERG K. Die elastischen Konstanten der alkalihalogenide von and HAUSSÜHL S. Steinsalz-Typus. Z. Kristallogra. Bd 109, 5, 422-437 (1957).
- 26 - MERKULOV L.G. Absorption of ultrasonic waves in some alkali-halide crystals. Akust. Zh. T.S. 432-439 (1959).
- 27 - HUNTINGTON H.B. The elastic constants of crystals "Solid State Physics" Vol. 7 (1958).

P L A N

-:-:-

- I - Détermination des constantes élastiques à partir des vitesses de propagation des ondes mécaniques.
 - 1 - Rappel de la théorie de l'élasticité.
 - 2 - Applications.
 - 2.1 - aux solides isotropes
 - 2.2 - aux cristaux cubiques
 - 2.3 - au quartz α ou quartz piézoélectrique.

- II - Méthodes de mesure des vitesses de propagation des ondes ultrasonores.
 - 1 - Les méthodes d'impulsions brèves ou méthodes d'échos.
 - 2 - Les méthodes d'ondes entretenues ou méthodes d'interférences acoustiques.
 - 3 - Les méthodes mixtes.
 - 3.1 - Méthode de comparaison de phase de Mac Skimin
 - 3.2 - Méthode de l'impulsion double de Williams et Lamb
 - 3.3 - Méthode de superposition des impulsions.

- III - Difficultés rencontrées dans l'application des techniques d'impulsions.
 - 1 - Réflexions sur le transducteur
 - 2 - Terminaison électrique du transducteur
 - 3 - Film de couplage
 - 4 - Atténuation du milieu
 - 5 - Faces de l'échantillon.

- 6 - Contraintes internes et défauts dans les cristaux.
- 7 - Mauvaise orientation des cristaux
- 8 - Diffraction
- 9 - Ondes guidées.
- 10 - Echos secondaires.

IV - Dispositif expérimental

- 1 - Assemblage acoustique
 - 11 - Propagation des ultrasons dans les solides
 - 12 - Schéma équivalent électrique du transducteur chargé sur une face.
 - 13 - Adaptation de l'assemblage acoustique.
- 2 - Le générateur d'impulsions R.F.
- 3 - Circuits de mesure.
 - 31 - Visualisation des échos
 - 32 - Mesure de la fréquence

V - Méthode de mesure par comparaison de phase. Résultats

- 1 - Analyse de la méthode
- 2 - Mesures du temps de retard dans un solide polycristallin (Silice fondue).

VI - Détermination des constantes élastiques du chlorure de sodium

CONCLUSION.

