

50 376  
1971  
5

50.376  
1971  
5

N° D'ORDRE 81

# THÈSE

PRÉSENTÉE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES  
DE L'UNIVERSITÉ DE LILLE

POUR OBTENIR

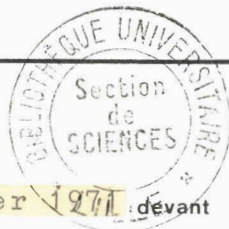
LE TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE LILLE  
( MENTION SCIENCES )

PAR

Maurice ROULÉ

---

## ÉMETTEUR - RÉCEPTEUR A ULTRASONS FONCTIONNANT A HAUTE TEMPÉRATURE



Soutenue le 15 Janvier 1971 devant la Commission d'Examen

MM. M. MORIAMEZ . . . . . Président

P. VIDAL . . . . .

P. THERY . . . . .

J. MARINI . . . . .

P. THOME . . . . .

} Examineurs

LILLE 1971



\*0300107679\*

UNIVERSITE DE LILLE - FACULTE DES SCIENCES

DOYENS HONORAIRES

MM. H. LEFEBVRE, M. PARREAU

PROFESSEURS HONORAIRES

MM. ARNOULT, BROCHARD, CAU, CHAPPELON, CHAUDRON, DEHEUVELS, DEHORNE, DOLLE, FLEURY, P. GERMAIN, KAMPE DE FERRET, KOURGANOFF, LAMOTTE, Mme LELONG, MM LELONG, MAZET, MICHEL, NORMANT, PARISELLE, PAUTHENIER, ROIG, ROSEAU, ROUBINE, ROUELLE, WIEMAN, ZAMANSKY, CORDONNIER.

PROFESSEURS TITULAIRES

M. BACCHUS Pierre	Astronomie et Calcul Numérique
M. BEAUFILS Jean-Pierre	Chimie Générale
M. BECART Maurice	I.U.T. Lille
M. BLOCH Vincent	Psychophysiologie
M. BONNEMAN Pierre	Chimie Industrielle
M. BONTE Antoine	Géologie Appliquée
M. BOUGHON Pierre	Mathématiques
M. BOURIQUET Robert	Biologie Végétale
M. CORSIN Pierre	Paléobotanique
M. DECUYPER Marcel	Mathématiques
M. DEDECKER Paul	Mathématiques
M. le Doyen DEFRETIN René	Directeur du Laboratoire de Biologie Maritime de Wimereux
M. DEHORS	Automatique
M. DELATTRE Charles	Géologie Générale
M. DURCHON Maurice	Biologie Animale
M. FOURET René	Physique
M. GABILLARD Robert	Electronique
M. GLACET Charles	Chimie Organique
M. GONTIER Gérard	Mécanique des Fluides
M. HEUBEL Joseph	Chimie Minérale
M. LIEBAERT	I.U.T. Lille
M. MONTREUIL Jean	Chimie Biologique
M. MORIAMEZ Michel	I.U.T. Valenciennes
M. MARTINOT LAGARDE	Mécanique des Fluides
M. PEREZ Jean-Pierre	Physique
M. PHAM MAU QUAN	Mathématiques
M. POUZET Pierre	I.U.T. Lille
Mme SCHWARTZ Marie-Hélène	Mathématiques
M. TILLIEU Jacques	Physique
M. TRIDOT Gabriel	Chimie Minérale Appliquée E.N.S.C.L.
M. VIDAL Pierre	Automatique
M. VIVIER Emile	Biologie Animale
M. WATERLOT Gérard	Géologie et Minéralogie
M. WERTHEIMER Raymond	Physique

PROFESSEURS A TITRE PERSONNEL

M. BENABOU Jean	Mathématiques
M. LUCQUIN Michel	Chimie Physique
M. LEBRUN André	C.U.E.E.P.
M. PARREAU Michel	Mathématiques
M. SAVARD Jean	Chimie Générale
M. SCHALLER François	Biologie Animale
M. SCHILTZ René	Physique

PROFESSEURS SANS CHAIRE

M. BELLET Jean	Physique
M. BODART Marcel	Biologie Végétale
M. BOUISSET Simon	Physiologie Animale
M. CELET Paul	Géologie Générale
M. CONSTANT Eugène	Electronique
M. DELHAYE Michel	Chimie Physique et Minérale 1er Cycle
M. DERCOURT Jean-Michel	Géologie et Minéralogie
M. DEVRAINNE Pierre	Chimie Minérale
M. GUILLAUME Jean	Biologie Végétale
Mme LENOBLE Jacqueline	Physique
M. LINDER Robert	Biologie Végétale
Mlle MARQUET Simone	Mathématiques
M. MONTARIOL Frédéric	Chimie Minérale Appliquée
M. PROUVOST Jean	Géologie et Minéralogie
M. VAILLANT Jean	Mathématiques

MAITRES DE CONFERENCE (et chargés des fonctions)

M. ABBAR	I.U.T. Amiens
M. AUBIN Thierry	Mathématiques Pures
M. BEGUIN Paul	Mécanique des Fluides
M. BILLIARD Jean	Physique
M. BKOCHE Rudolphe	Mathématiques
M. BOILLET Pierre	Physique
M. BOILLY Bénoni	Biologie Animale
M. BONNOT Ernest	Biologie Végétale
M. BRIDOUX Michel	I.U.T. Béthune
M. CAPURON Alfred	Biologie Animale
M. CARREZ Christian	Calcul Numérique
M. CHOQUET Marcel	I.U.T. Lille
M. COURTOIS Jean	Physique
M. COULON Jean-Paul	Electrotechnique
Mme DRAN Raymonde	Chimie Organique
M. GOUDMAND Pierre	Chimie Physique
M. GRUSON Laurent	Mathématiques
M. GUILBAULT Pierre	Physique Animale
M. HERMAN Maurice	Physique
M. HUARD de la MARRE Pierre	Calcul Numérique
M. JOLY	Biologie Animale
Mlle KOSMANN Yvette	Mathématiques

M. LABLACHE COMBIER Alain	Chimie Générale
M. LACOSTE Louis	Biologie Végétale
M. LANDAIS Jean	Chimie Organique
M. LAURENT François	Automatique
M. LEHMANN Daniel	Mathématiques
Mme LEHMANN Josiane	Mathématiques
M. LEROY Jean-Marie	E.N.S.C.L.
M. LEROY Yves	I.U.T. Lille
M. LOUAGE Francis	Sciences Appliquées
M. LOUCHEUX Claude	Chimie Physique
M. MAES Serge	Physique
M. MAIZIERES Christian	Automatique
M. MESSELYN Jean	Physique
M. MIGEON Michel	Sciences Appliquées
M. MONSIGNY Michel	Chimie Biologie
M. MONTEL Marc	Physique
M. MONTUELLE Bernard	I.U.T. Lille
Mme MORIAMEZ BOULLET Claude	I.U.T. Valenciennes
M. NICOLE Jacques	E.N.S.C.L.
M. PANET Marius	Electrotechnique
M. PAQUET Jacques	Sciences Appliquées
M. PARSY Fernand	Mécanique des Fluides
M. PONSOLLE	C.S.U. Valenciennes
M. POVY Jean-Claude	Sciences Appliquées
M. RACZY	Radioélectrique
M. ROOS Philippe	I.U.T. Lille
M. ROY Jean-Claude	Psychophysiologie
M. SAADA Georges	Physique
M. SALMER Georges	Electronique
M. SMET Pierre	Physique
M. SEGUIER Guy	I.U.T. Béthune
M. THOMAS Dianel	C.S.U. Valenciennes
M. WATERLOT Michel	Géologie Générale
Mme ZINN Justin Nicole	Mathématiques

Ce travail a été réalisé dans les laboratoires de la section des Techniques Avancées du Département de Métallurgie, au Centre d'Etudes Nucléaires de Saclay.

Je prie Monsieur SEBILLEAU, Chef du Département de Technologie, de trouver ici l'expression de mes sentiments très reconnaissants.

J'assure Monsieur THOME, Chef de la Section des Techniques Avancées, de mes remerciements les plus sincères pour avoir mis à ma disposition le matériel indispensable au développement de ce travail.

Monsieur le Professeur MORIAMEZ, Directeur de l'Institut Universitaire de Technologie et du Collège Scientifique Universitaire de Valenciennes, a bien voulu s'intéresser à cette étude et présider mon jury de thèse. Je lui exprime ici mes respectueux sentiments.

Je remercie également Monsieur le Professeur VIDAL d'avoir accepté de faire partie de mon jury.

Monsieur THERY, Maître de Conférences à l'Institut Universitaire de Technologie de Valenciennes, a suivi le développement de ce travail. Je suis heureux de lui exprimer ici mes remerciements.

Il m'est particulièrement agréable de pouvoir exprimer ma très grande reconnaissance à Monsieur MARINI, Responsable du Laboratoire des Techniques Nouvelles à Saclay. Après m'avoir orienté vers une technique passionnante, il n'a cessé de m'aider, tant par ses suggestions et remarques que par ses encouragements.

Je tiens à remercier tous mes camarades de la Section pour l'aide qu'ils m'ont apportée.

Enfin je remercierai également le Bureau d'Etudes SOPEMEC et la Société F.W. pour leur amicale et efficace collaboration.

## S O M M A I R E

- INTRODUCTION 1

### 1ère PARTIE

RECHERCHE DES MATERIAUX PIEZOELECTRIQUES OU FERROELECTRIQUES  
SUSCEPTIBLES D'ETRE UTILISES

-----

MESURE DES PARAMETRES DIELECTRIQUES ET PIEZOELECTRIQUES  
DE QUELQUES MATERIAUX EN TEMPERATURE

1- MATERIAUX PIEZOELECTRIQUES ET FERROELECTRIQUES	5
1-1- Piézoélectricité	5
1-2- Ferroélectricité	5
2- MATERIAUX PIEZOELECTRIQUES ETUDIES	7
2-1- Titanate de baryum - Titanate zirconate de plomb	8
2-2- Quartz	8
2-3- Métaniobate de lithium	9
3- CARACTERISTIQUES D'UN CRISTAL PIEZOELECTRIQUE	9
3-1- Généralités	9
3-2- Relations de base	10
3-3- Constantes piézoélectriques	11
3-4- Température de Curie	12
3-5- Caractéristiques des matériaux étudiés	13
- Tableau 1 - Constantes de quelques matériaux piézoélectriques	13
4- CIRCUIT ELECTRIQUE EQUIVALENT D'UN CRISTAL PIEZOELECTRIQUE	14
4-1- Généralités	14
4-2- Impédance électrique	15

5- MESURE DES ELEMENTS DU SCHEMA EQUIVALENT	16
5-1- Principe des mesures	16
5-2- Mesure des éléments du schéma équivalent	19
5-3- Mesure du coefficient de couplage électro- mécanique $k_c$	21
6- MESURES EFFECTUEES A LA TEMPERATURE AMBIANTE	23
6-1- Dispositif de mesure	23
6-2- Résultats des mesures	24
- Tableau 2 - Valeurs comparées de quelques constantes	26
6-3- Remarques sur l'emploi du Qmètre	27
7- MESURES EFFECTUEES EN FONCTION DE LA TEMPERATURE	29
7-1- But des mesures	29
7-2- Inconvénient du Qmètre pour les mesures en température	29
7-3- Mesure de la crevasse au Wobulateur	30
7-4- Mesure de C au pont d'impédance	30
7-5- Mesure de la température de Curie	31
7-6- Disposition générale de la manipulation	33
7-7- Montage du cristal	33
7-8- Résultats des mesures	33
7-9- Mesure des éléments du schéma équivalent d'un cristal de $\text{LiNbO}_3$ en fonction de la température	37
8- PRECISION ET LIMITES DES METHODES DE MESURES UTILISEES	41
8-1- Précautions de montage et appareillage de mesure	42
8-2- Mesure de la variation de fréquence de résonance $f_0$	42
8-3- Mesure de $k_c$	45
8-4- Mesure des éléments du circuit équivalent	46
8-5- Mesure de C	49
9- CONCLUSION CONCERNANT LES ESSAIS PRELIMINAIRES ET LE CHOIX DES MATERIAUX	49

## 2ème PARTIE

### ETUDE ET REALISATION DE TRANSDUCTEURS ULTRASONORES FONCTIONNANT EN TEMPERATURE DANS LE SODIUM LIQUIDE

1- TRANSDUCTEURS HAUTE TEMPERATURE - PROBLEMES GENERAUX POSES PAR LEUR REALISATION	53
1-1- Généralités	53
1-2- Remarque sur les matériaux utilisés	53
1-3- Conception des transducteurs haute température	54
2- INFLUENCE DE LA LAME MINCE	56
2-1- Généralités	56
2-2- Etude théorique	56
2-3- Influence de la lame de phase sur les signaux dans le cas où l'on émet et reçoit des trains d'ondes	62
2-4- Application aux transducteurs haute température devant émettre dans du sodium liquide	65
3- DISPOSITIFS D'ESSAI DES TRANSDUCTEURS HAUTE TEMPERATURE	65
3-1- Relevé du champ acoustique d'un transducteur	66
3-2- Méthode de SCHLIEREN	67
3-3- Appareillage pour essai en température (max. 300°C)	69
4- ETUDE DE LA LIAISON MATERIAU PIEZOELECTRIQUE/LAME DE PHASE	73
4-1- Généralités	73
4-2- Théorie succincte des adhésifs	73
4-3- Choix des colles	76
- Tableau 3 - Caractéristiques de produits adhésifs	77
4-4- Remarque sur l'emploi de la brasure	77
4-5- Technologie du collage	78



5- TRANSDUCTEURS HAUTE TEMPERATURE 1ère GENERATION TEMPERATURE MAXIMUM D'UTILISATION 150°C	80
5-1- Colle Harsaw Poulenc 80001	80
5-2- Colle Chromerics 581	81
5-3- Colle Chromerics 584	82
5-4- Remarques concernant les essais à 150°C	82
6- TRANSDUCTEURS HAUTE TEMPERATURE 2ème GENERATION TEMPERATURE MAXIMUM D'UTILISATION 300°C	84
6-1- Colle Eccobond 58C	84
6-2- Résultats des essais	84
6-3- Influence de la liaison sur le champ acoustique et la largeur des signaux	88
- Tableau 4 - Transducteurs 2ème génération Résultats des mesures	91
6-4- Remarques sur les essais à 300°C	93
7- TRANSDUCTEURS HAUTE TEMPERATURE 3ème GENERATION TEMPERATURE MAXIMUM D'UTILISATION 900°C	93
7-1- Liaison par diffusion intermétallique de deux couches d'argent	93
7-2- Essai de liaison verre/acier inoxydable NS22S	94
7-3- Liaison $\text{LiNbO}_3$ /NS22S	95
7-4- Dispositif d'essai de la liaison en température	101
7-4-1 Choix d'un milieu de propagation acoustique	101
7-4-2 Dispositif d'essais	102
7-4-3 Résultats	104
7-5- Réalisation pratique d'un transducteur	106
7-6- Essais des transducteurs de la 3ème génération	107
7-6-1 Champ acoustique	107
7-6-2 Résultats de la méthode de SCHLIEREN	110
7-6-3 Variation de la sensibilité avec la température	113
7-6-4 Influence de la température sur la forme des signaux	116
8- CONCLUSION	117

## 3ème PARTIE

### ESSAIS SOUS IRRADIATION NEUTRONIQUE DE TRANSDUCTEURS HAUTE TEMPERATURE

1- INTRODUCTION	121
2- PILE TRITON	121
3- ESSAI A L'AMBIANTE D'UN TRANSDUCTEUR DE LA 2ème GENERATION	121
3-1- Dispositif d'essai	122
3-1-1 Généralités	122
3-1-2 Ensemble mécanique	123
3-1-3 Liaisons électriques	123
3-2- Dispositif de mesure	123
3-3- Essais	124
3-3-1 Mise en pile	124
3-3-2 Sortie de pile	124
3-4- Résultats	126
3-4-1 Montée en puissance de la pile	126
3-4-2 Influence de la valeur du rayonnement sur la sensibilité	126
3-4-3 Bruit de fond	126
3-4-4 Variation de la sensibilité dans le temps	129
3-4-5 Comportement de la colle sous rayonnement	129
3-5- Conclusions	130
4- ESSAI EN TEMPERATURE ET SOUS IRRADIATION D'UN TRANSDUCTEUR DE LA 3ème GENERATION	130
4-1- Dispositif d'essai d'irradiation	131
4-2- Essais	133
4-3- Résultats	135
4-3-1 Influence du rayonnement sur la sensibilité	135
4-3-2 Examen du dispositif émetteur-récepteur après irradiation	138
5- CONCLUSION	139

## 4ème PARTIE

### APPLICATIONS AUX PROBLEMES CONCERNANT LE SODIUM LIQUIDE

1- INTRODUCTION	143
2- MESURES ACOUSTIQUES EFFECTUEES SUR LE SODIUM LIQUIDE ET L'ACIER INOXYDABLE NS22S EN FONCTION DE LA TEMPERATURE	143
2-1- But des mesures	143
2-2- Principe de la mesure de vitesse des ultrasons en fonction de la température	144
2-3- Principe de la mesure du coefficient d'atténuation $\alpha$	145
2-4- Dispositif expérimental de mesure sur le sodium	147
2-4-1 Généralités	147
2-4-2 Description de l'appareillage	147
2-5 Résultats	149
2-5-1 Mesure de la vitesse des ultrasons dans le sodium liquide	149
2-5-2 Mesure du coefficient d'atténuation $\alpha$ dans le sodium liquide	150
2-5-3 Mesure de la vitesse des ultrasons dans l'acier inoxydable NS22S en fonction de la température	153
2-6- Application des résultats aux transducteurs haute température	155
3- DETECTION DE PIECES IMMERGEES DANS UN MILIEU LIQUIDE A UNE TEMPERATURE DE 300°C	156
3-1 Généralités	156
3-2 Description de l'appareillage	157
3-3 Visualisation de pièces immergées dans un liquide chaud	159
4- CONCLUSION	165

### CONCLUSION GENERALE

### BIBLIOGRAPHIE

TABLE DES FIGURES

		N° de page
Fig. 1	Coupe d'un quartz piézoélectrique	5
2	Schéma d'une maille de quartz	6
3	Domaines ferroélectriques	7
4	Schéma équivalent	15
5	Impédance électrique d'un cristal piézoélectrique	16
6	Principe des mesures du schéma équivalent	17
7	Crevasse sur la courbe de résonance	18
8	Valeurs caractéristiques de la crevasse	20
9	Dispositif de mesure au Qmètre	24
10	Courbe de résonance de quelques matériaux - Méthode de la crevasse	25
11	Crevasse parasites	28
12	Crevasse au Wobulateur	31
13	Schéma de principe des mesures en fonction de $\theta$	32
14	Disposition générale de l'appareillage de mesure en température	34
15	Montage du cristal pour essais en température	34
16	Variation de quelques paramètres en fonction de $\theta$	35
17	Variation des constantes en fonction de $\theta - f_0 = 4,138 \text{ MHz}$	38
18	Mesure de $\rho$ par substitution	39
19	Mesure de $\rho$ - Schéma de principe	39
20	Variation de $\rho$ en fonction de $\theta$	40
21	Mesure de $f_0$ - Principe	43
22	Dispositif de mesure de $f_0$ au millivoltmètre HF	44
23	Variation de $f_0$ en fonction de $\theta$ $\text{LiNbO}_3$	44
24	Influence de $L$ sur $k_c$	46
25	Valeur corrigée de l'impédance d'un potentiomètre à 4 MHz	47
26	Schéma équivalent à la résonance du cristal et du circuit de mesure	48
27	Transducteur haute température - Principe	55
28	Energie transmise et réfléchie - Principe	57

	N° de Page
Fig. 29	62
Influence de l'épaisseur de la lame de phase	
30	63
Onde transmise dans le cas d'une lame d'acier et de plexiglas	
31	64
Réflexions multiples dans une lame de phase	
32	67
Principe de relevé d'un champ acoustique	
33	68
Dispositif de relevé des champs acoustiques	
34	70
Méthode de SCHLIEREN	
35	71
Tension de vapeur du therphényl OM2	
36	72
Dispositif d'essais en température - Maximum 300°C	
37	74
Influence de la distance d entre deux atomes sur les forces d'attraction A et l'énergie totale E du système élémentaire	
38	75
Mouillabilité ( $\theta$ ) et influence de la tension superficielle de la goutte d'adhésif par rapport à celle de la surface à coller ( $\theta_1 \neq \theta_2$ )	
39	76
Action d'une faible dose de rayons gamma ( $10^3$ rads) sur quelques types d'adhésifs	
40	78
Fractures sur un quartz piézoélectrique métallisé au cuivre après chauffage à 500°C	
41	80
Essais colle Harsaw-Poulenc 80.001 - Montée et descente en température	
42	81
Essais colle Chromerics 581	
43	83
Essais colle Chromerics 584	
44	85
Eccobond 58C - Sensibilité en fonction du temps et de $\theta$	
45	87
Dispositif de mesure de sensibilité	
46	88
Eccobond 58C - Influence des essais en température sur la sensibilité à l'ambiante	
47	90
Champs acoustiques de transducteurs haute température 2ème génération	
48	92
Influence de la qualité de la jonction sur l'amortissement des signaux	
49	96
Micrographie d'une liaison verre/inox NS22S par diffusion d'argent	
50	97
Variation des coefficients de dilatation en fonction de $\theta$ acier inoxydable NS22S - $\text{LiNbO}_3$ - verre	
51	98
Liaison NS22S/argent/ $\text{LiNbO}_3$ - Microscope électronique	
52	98
Etat de surface cristal $\text{LiNbO}_3$ - Microscope électronique	
53	99
Analyse à la microsonde de Castaing de l'interface acier inoxydable/argent	

	N° de page
Fig. 54	100
Analyse à la microsonde de Castaing de la concentration des divers constituants d'une jonction NS22S/argent/LiNbO <sub>3</sub>	100
55	102
Dispositif émetteur-récepteur d'ultrasons à haute température	102
56	103
Dispositif expérimental de mesure de sensibilité à haute température	103
57	105
Influence de $\theta$ sur la sensibilité - jonction argent	105
58	107
Liaison souple haute température	107
59	108
Transducteur haute température	108
60	109
Champ acoustique d'un transducteur de la 3ème génération	109
61	111
Visualisation d'un faisceau d'ultrasons par la méthode de SCHLIEREN - transducteur haute température - 3ème génération	111
62	112
Emission acoustique secondaire due aux réflexions dans la lame mince	112
63	113
Sensibilité d'un transducteur de la 3ème génération en fonction de $\theta$	113
64	115
Valeurs corrigées de la sensibilité en fonction de $\theta$	115
65	116
Influence de la température sur la forme des signaux	116
66	122
Triton - Dispositifs expérimentaux	122
67	125
Essai sous flux neutronique à l'ambiante d'un transducteur de la 2ème génération	125
68	127
Evolution de l'amplitude du signal d'écho	127
69	128
Influence du flux neutronique sur le bruit de fond	128
70	130
Amplitude des échos en début et fin d'essai d'irradiation	130
71	132
Montage pour irradiation en température	132
72	133
Dispositif de mesure et de régulation pour essais d'irradiation en température	133
73	134
Vue d'ensemble des dispositifs d'essais de la pile Triton	134
74	136
Influence du rayonnement et de la température sur la sensibilité	136
75	137
Fluctuation du signal d'écho du à un arrêt du réacteur	137
76	144
Principe de la mesure de la vitesse des ultrasons en fonction de $\theta$	144
77	146
Principe de mesure du coefficient d'atténuation $\alpha$	146
78	148
Dispositif expérimental de mesure sur le sodium	148

	N° de page
Fig. 79	150
80	152
81	154
82	154
83	156
84	158
85	160
86	161
87	162
88	163

### NOTATIONS UTILISEES

C	Capacité d'un élément piézoélectrique en Farad
$C_{hk}$	Module de Young
$C_c$	Constante de Curie
d	Epaisseur de la lame de phase en m
$d_{33}$	Constante piézoélectrique de déformation en Coulomb/Newton ou en m/v
D	Déplacement électrique en Coulomb/m <sup>2</sup>
e	Epaisseur d'un cristal piézoélectrique en m
E	Champs électrique en V/m
$e_{33}$	Constante piézoélectrique de contrainte en Coulomb/m <sup>2</sup> ou en Newton/V.m
f	Fréquence en Hz
F	Force agissant sur un cristal en Newton
$g_{33}$	Constante piézoélectrique de réception en V.m/Newton.m <sup>2</sup>
$h_{33}$	Constante piézoélectrique de contrainte en V/m
$k_{33}$	Coefficient électromécanique de couplage du matériau piézoélectrique
$k_c$	Coefficient électromécanique de couplage à la résonance
n.v.t.	Dose intégrée de flux neutronique en [Newton/cm <sup>2</sup> .s] × temps
P	Pression en Newton/m <sup>2</sup>
Q	Charge électrique en Coulomb
$Q_o$	Coefficient de surtension d'un circuit oscillant
$q_o$	Facteur de qualité électrique d'un cristal piézoélectrique à la résonance
$R_\theta$	Indice de réflexion pour une température $\theta$ donnée
S	Déformation en m/m
T	Contrainte appliquée en Newton/m <sup>2</sup>
$T_c$	Température de Curie
v	Vitesse des ondes acoustiques en m/s
V	Tension appliquée en volt
Y	Admittance en 1/ $\Omega$



Z	Impédance électrique en $\Omega$
Z <sub>a</sub>	Impédance acoustique en Kg/m <sup>2</sup> .s
$\alpha$	Coefficient d'atténuation des ondes acoustiques
$\epsilon_0$	Permittivité diélectrique du vide. $8,85.10^{-12}$
$\epsilon_r$	Permittivité diélectrique relative à un matériau piézoélectrique
$\xi$	Déplacement des particules en m.
$\Phi$	Flux neutronique en Newton/cm <sup>2</sup> .s
$\lambda$	Longueur d'onde en m
$\theta$	Température en °C
$\rho$	Résistance équivalente d'un cristal piézoélectrique à la résonance
$\omega$	$2\pi f$ pulsation
rad	Energie spécifique 1 rad = 100 ergs par gramme dans la substance irradiée

## INTRODUCTION

La conception de certains réacteurs nucléaires entraîne une utilisation croissante des métaux liquides en tant que fluides caloporteurs. Un intérêt nouveau est apparu pour des appareillages destinés à résoudre quelques problèmes posés par ce type de réacteur.

Parmi ceux-ci, un certain nombre peuvent être résolus en adaptant un appareillage existant en tenant compte de trois conditions particulières.

- 1° - La température maximum de fonctionnement est voisine de 600°C.
- 2° - Ces métaux liquides sont particulièrement réactifs à haute température.
- 3° - Les dispositifs de mesure peuvent être soumis à un très fort rayonnement nucléaire.

L'utilisation des ultrasons permettrait d'apporter des solutions à un grand nombre de problèmes [ 1 ].

Dans les piles refroidies par des métaux liquides (le sodium par exemple), certaines pièces ou assemblages sont immergés dans le métal liquide, soit pour des études préliminaires de sous-ensembles, soit en cours de fonctionnement même du réacteur. Ces divers éléments une fois en place ne sont plus visibles et leur manipulation s'effectue souvent avec beaucoup de difficultés. D'autre part, il peut être souhaitable en cours de fonctionnement d'un réacteur, de réaliser un contrôle de positionnement et même d'envisager certains contrôles non destructifs internes des pièces immergées dans le sodium liquide.

Dans le domaine de la détection d'objets (sonar) ou du contrôle non-destructif par ultrasons, de nombreux dispositifs pratiques ont été réalisés pour lesquels l'eau est utilisée comme milieu de propagation. Il semble possible d'adapter ces dispositifs en vue de solutionner quelques problèmes posés par l'utilisation des métaux liquides.

Toutefois, cela nécessite plusieurs préalables au niveau des transducteurs ultrasonores. Tenant compte de ce qui a été dit plus avant, ces derniers doivent pouvoir travailler à haute température, dans un milieu particulièrement réactif et être à même de supporter parfois une irradiation neutronique, sans que pour autant leurs caractéristiques s'en trouvent affectées.

Quelques laboratoires, tant en Europe qu'aux Etats Unis, travaillent dans ce domaine. Peu de résultats ont été publiés à ce jour. Il faut cependant signaler les travaux de ANDERSON et SELNER [ 2 ][ 3 ]. Il ne semble pas qu'ils soient arrivés

à mettre au point un transducteur dont la durée de vie soit supérieure à cinq jours pour une température de fonctionnement de 400°C.

Notre étude a été entreprise au sein de la Section des Techniques Avancées du Centre d'Etudes Nucléaires de Saclay, en vue d'aboutir à la réalisation de transducteurs ultrasonores opérationnels, répondant aux spécifications énoncées plus haut.

Ce travail a comporté une étude théorique et expérimentale des différents matériaux piézoélectriques ou ferroélectriques susceptibles d'être utilisés dans ce type de transducteurs.

Les résultats de ce travail préliminaire nous ont permis de réaliser un dispositif émetteur récepteur d'ultrasons fonctionnant à 930°C et de développer certains aspects théoriques du fonctionnement en température. Le problème technologique le plus important a été la mise au point du mode de "collage" du cristal piézoélectrique sur un support en acier inoxydable ; ce qui a donné lieu au dépôt de deux demandes de brevet [4][5]. Par la suite, nous avons entrepris la réalisation d'un transducteur ultrasonore plus opérationnel, en définissant au mieux les caractéristiques acoustiques et électriques.

Parmi les différents transducteurs que nous avons étudiés et réalisés, nous insisterons plus particulièrement sur un type de transducteur ayant donné des résultats satisfaisants dans le sodium liquide jusqu'à 600°C.

1ère PARTIE

RECHERCHE DES MATERIAUX PIEZOELECTRIQUES  
OU FERROELECTRIQUES SUSCEPTIBLES D'ETRE UTILISES

MESURE DES PARAMETRES DIELECTRIQUES ET PIEZOELECTRIQUES  
DE QUELQUES MATERIAUX EN TEMPERATURE



## 1. MATERIAUX PIEZOELECTRIQUES ET FERROELECTRIQUES

### 1.1. Piézoélectricité

C'est en 1880 que Paul Jacques CURIE constate qu'une lame de quartz taillée perpendiculairement à l'axe optique - Fig. 1 - présente la propriété suivante :

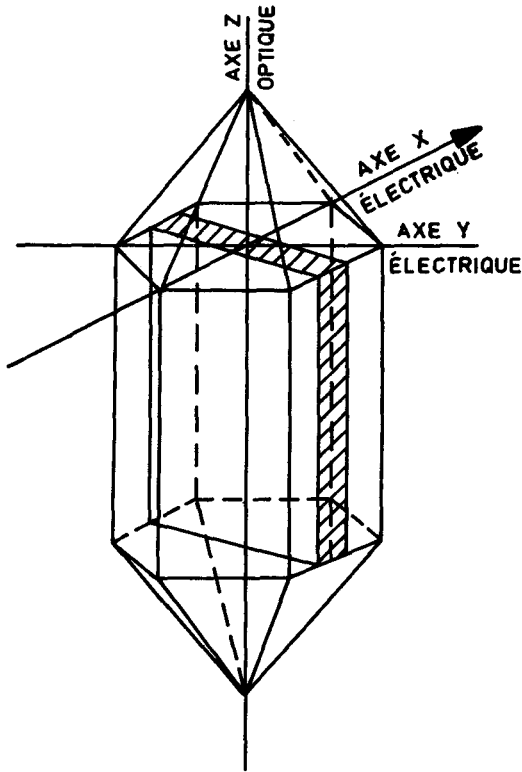


Fig.1 - COUPE D'UN QUARTZ PIÉZOÉLECTRIQUE

Une pression effectuée sur la lame fait apparaître entre les deux faces sur lesquelles s'exerce la contrainte une d.d.p. susceptible d'être mesurée.

En 1881, LIPPMAN met en évidence le phénomène inverse :

Lorsqu'on crée une différence de potentiel entre deux armatures, appliquées sur les faces d'un cristal, son épaisseur varie suivant le sens de cette d.d.p. ; la variation d'épaisseur étant proportionnelle à cette dernière.

$$\Delta e = d_{33}V$$

$\Delta e$  : variation d'épaisseur

$d_{33}$  : module piézoélectrique en V/m

V : d.d.p. appliquée en volts

pour le quartz  $d_{33}$  est sensiblement égal à  $2,6 \cdot 10^{-12}$  Volts/mètre.

Ainsi, pour une d.d.p. de 100 Volts,

$$\Delta e \approx 2 \text{ \AA}.$$

L'étude par diffraction des rayons X d'un cristal de  $\text{SiO}_2$ , montre une disposition des atomes Si et O en spirale autour de l'axe ternaire - axe optique -

En remplaçant les deux atomes d'oxygène chargés négativement de chaque couple par un atome de charge double, on obtient le schéma de la maille de  $\text{SiO}_2$  en l'absence de contrainte - Fig. 2/a - Les centres des charges positives et négatives coïncident en O. Une pression exercée suivant  $X_1$ ,  $X_1$  déplace les charges positives vers  $X'_1$  et les charges négatives vers  $X_1$ , créant de ce fait un moment dipolaire dans la maille.

### 1.2. Ferroélectricité

Sur certains matériaux électrostrictifs appelés ferroélectriques, par analogie avec les matériaux magnétostrictifs, un phénomène semblable à celui observé sur un cristal de quartz piézoélectrique, peut être mis en évidence.

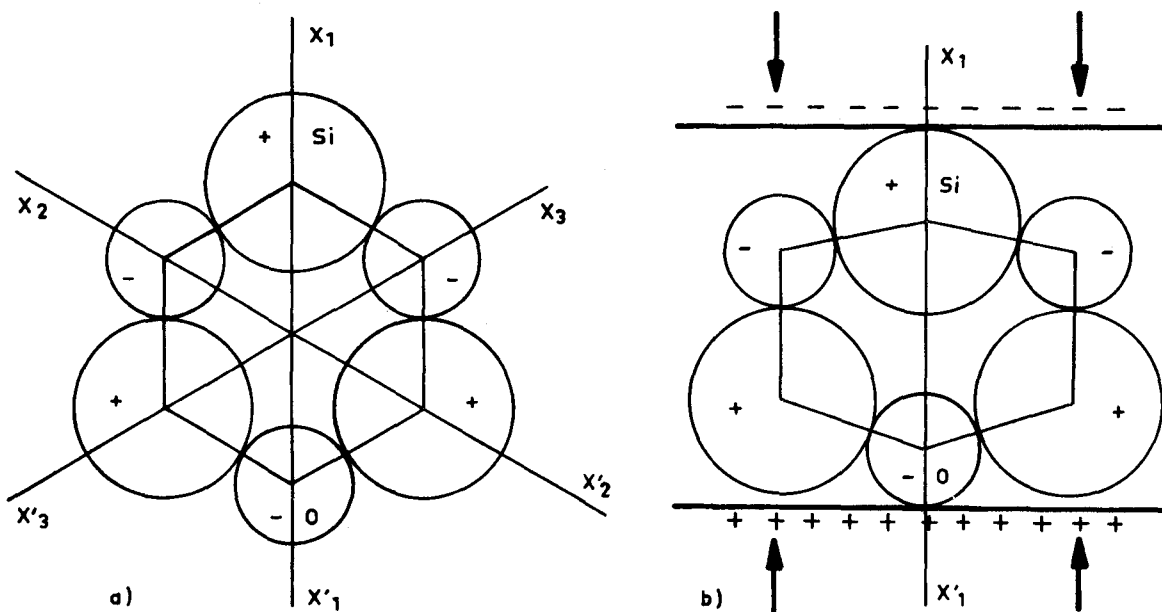


Fig.2 -SCHÉMA D'UNE MAILLE DE QUARTZ a) NEUTRE .b) COMPRIMÉE SUIVANT X

Le matériau se déforme lorsqu'une d.d.p. est appliquée sur deux électrodes en contact intime avec deux faces parallèles. Réciproquement, une contrainte exercée sur ces deux faces fait apparaître une d.d.p.

Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que lorsqu'une molécule polaire ou non est soumise à un champ électrique, les noyaux de forte inertie ne sont pas déplacés ; par contre, les électrons beaucoup plus légers sont influencés par le champ électrique. Ceci amène une déformation des orbites électroniques, qui se traduit par l'apparition d'un moment électronique induit. Il existe dans la masse du matériaux, des régions dans lesquelles le mouvement des atomes est aligné parallèlement. Ces régions sont appelées domaines, par analogie avec les phénomènes ferromagnétiques.

En l'absence de champ électrique, ces domaines sont orientés de façon désordonnée

- Fig. 3/a - Si une tension est appliquée, les domaines tendent à s'orienter dans la direction du champ, et comme ils présentent une dimension plus grande dans le sens du vecteur polarisation, le cristal ferroélectrique se dilate - Fig. 3/b -

De même, lorsque le sens du champ électrique prend une valeur opposée, l'orientation des domaines change de direction. C'est pourquoi, à la différence des matériaux piézoélectriques, les matériaux ferroélectriques délivrent une onde acoustique de fréquence double par rapport à la fréquence du signal d'excitation. En pratique les matériaux ferroélectriques subissent un traitement, de façon à présenter sous l'action d'un champ continu, des domaines de polarisation orientés dans un direction préférentielle.

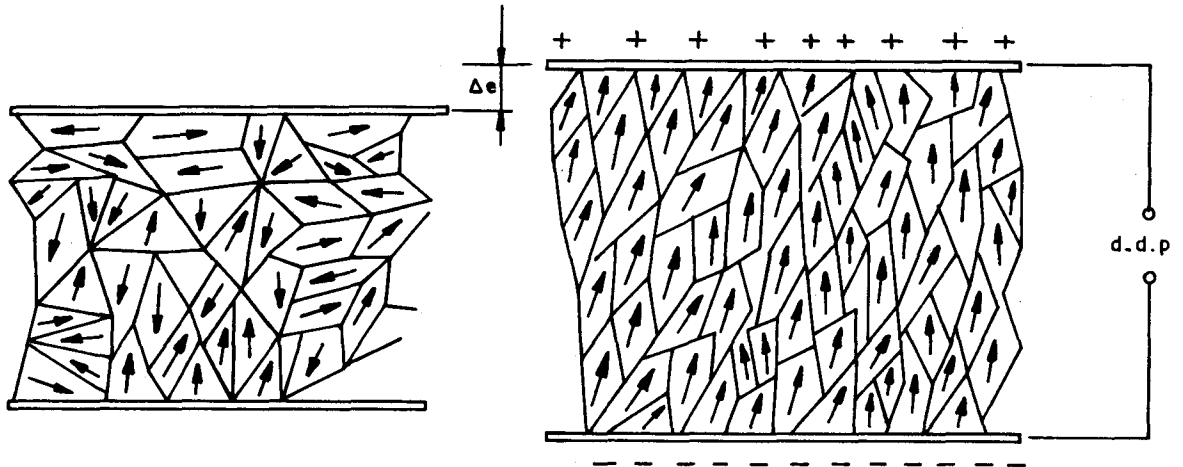


Fig.3 - DOMAINES FERROÉLECTRIQUES a) MOMENT NUL - b) ORIENTÉS

Sous l'action d'un champ électrique sinusoïdal, ces domaines ne changent pas complètement leur orientation, mais s'alignent plus ou moins suivant la valeur du champ résultant. Après cuisson, les pièces sont refroidies en les soumettant à l'influence d'un champ électrique qui aligne ces domaines leur donnant ainsi une polarisation spontanée tant que la d.d.p. n'est pas trop élevée. Comme pour les cristaux piézoélectriques, la déformation est proportionnelle à la d.d.p. appliquée, mais atteint des valeurs beaucoup plus importantes. C'est ainsi que, pour une tension de 100 V la variation d'épaisseur  $\Delta e$  peut atteindre pour certains matériaux 150°A.

Remarque : Comme nous venons de le voir après polarisation du matériau, le phénomène ferroélectrique est analogue au phénomène piézoélectrique. Pour cette raison, nous ne parlerons que de piézoélectricité dans la suite de l'exposé.

## 2. MATERIAUX PIEZOELECTRIQUES ETUDIÉS

Sur les quelques matériaux piézoélectriques dont les caractéristiques nous étaient connues, nous avons vérifié la validité des méthodes de mesure des différents paramètres diélectriques et piézoélectriques. Sur les matériaux piézoélectriques, dont les caractéristiques relevées dans la littérature [6][7] laissaient supposer qu'ils pourraient être utilisés à haute température, nous avons étudié l'évolution de ces paramètres avec la température.



Nous avons étudié successivement les matériaux suivants :

Titanate de Baryum ..... Ba Ti O<sub>3</sub>  
Titanate Zirconate de Plomb ..... Pb Zr Ti O<sub>3</sub>  
Quartz ..... Si O<sub>2</sub>  
Métaniobate de Lithium ..... Li Nb O<sub>3</sub>

Tous ces matériaux se présentent sous la forme de plaquettes, d'un diamètre de 5 à 20 mm, avec une épaisseur variable, fonction de la fréquence d'utilisation et satisfaisant à la condition :

$$e = \frac{\lambda}{2} = \frac{v}{2 f_0}$$

e : épaisseur de la plaquette en mètre

λ : longueur d'onde dans le matériau en mètre

v : vitesse des ondes acoustiques dans le matériau en mètre/seconde.

f<sub>0</sub> : fréquence à la résonance en Hertz

### 2.1. Titanate de baryum et titanate zirconate de plomb

Ces céramiques ferroélectriques sont obtenues à partir de titanate de baryum ou de zirconate de plomb auxquels on ajoute quelques additifs bien déterminés. Ces impuretés ont une influence importante sur la température de Curie. La mise en forme du produit s'effectue généralement par compression ou frittage. La polarisation est obtenue, en soumettant à un champ électrique d'environ 20 kV/cm, la pièce primitivement portée à une température supérieure à son point de Curie. Ceci donne au produit ses propriétés piézoélectriques. La densité se situe autour d'une valeur moyenne de  $5,5 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$  pour le Ba Ti O<sub>3</sub> et de  $7,8 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$  pour le Pb Zr Ti O<sub>3</sub>.

### 2.2. Quartz

Les plaquettes sont taillées suivant une coupe X à partir de cristaux naturels de Si O<sub>2</sub>, généralement formés de prismes à six pans terminés par une pyramide à six faces. L'usinage de ces plaquettes est obtenu par polissage optique, ce qui autorise une très grande précision, tant en ce qui concerne l'épaisseur que le parallélisme des faces. La densité se situe aux environs de 2,5 à  $2,8 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ .

### 2.3. Métaniobate de lithium

Ce matériau ferroélectrique, dont les applications en tant que générateur ou récepteur d'ondes acoustiques sont relativement récentes, est un monocristal de synthèse obtenu par la méthode de CZOCHRALSKI à partir de carbonate de lithium et de pentoxyde de niobium -  $\text{Li Nb O}_3$ . La polarisation est obtenue, là aussi, en soumettant au cours du refroidissement, le matériau à un champ électrique, après l'avoir porté à une température supérieure à son point de Curie. La densité est de  $4,6.10^3 \text{ kg/m}^3$ . C'est un matériau extrêmement fragile. La taille des plaquettes est faite normalement à l'axe C correspondant à l'axe d'étirage du germe, quand on désire engendrer des ondes de compression.

## 3. CARACTERISTIQUES D'UN CRISTAL PIEZOELECTRIQUE

### 3.1. Généralités

Un cristal piézoélectrique avec ses électrodes, se comporte comme un condensateur de capacité C :

$$C = \epsilon_0 \cdot \epsilon_r \frac{S}{e} = \frac{Q}{V} \quad (1)$$

C : capacité en Farad

$\epsilon_0$  : permittivité diélectrique du vide  $8,85.10^{-12}$

$\epsilon_r$  : permittivité diélectrique relative du matériau

S : surface du cristal en  $\text{m}^2$

e : épaisseur du cristal en m

Q : charge en Coulomb

V : potentiel appliqué sur les électrodes en Volt.

Du fait de ses propriétés piézoélectriques, il peut être considéré comme un ensemble mécanique, présentant une certaine rigidité qui s'oppose à la force appliquée. Le comportement est élastique lorsque les forces appliquées, et la déformation résultante sont faibles. Dans les limites de la déformation élastique, le mouvement est linéaire et obéit à la loi de HOOKES exprimant la proportionnalité entre les forces de rappel et le déplacement. Si une force de  $F_h$  Newtons est appliquée uniformément sur la surface du cristal, le déplacement  $\xi_k$  produit s'écrit :

$$\frac{F_h}{S} = C_{hk} \frac{\xi_k}{e} \quad (2)$$

avec  $C_{hk}$  : module de Young.

Les indices h et k sont relatifs à l'anisotropie du matériau qui présente des constantes élastiques différentes suivant les directions, selon sa texture et l'orientation des domaines. Comme en général, les cristaux vibrent suivant le mode de l'épaisseur, on aura :

$$h = k$$

Les disques ou plaquettes étant généralement taillés dans un plan normal à l'axe des Z, les indices utilisés conventionnellement seront notés 3 dans chacun des cas. Nous ne tiendrons compte que de la déformation suivant l'épaisseur en négligeant l'inter-réaction provenant des autres directions.

### 3.2. Relations de base

En fonction des variables choisies, les équations de la piézoélectricité peuvent s'exprimer sous une forme générale 8 :

$$\left. \begin{aligned} D &= \epsilon^T E + dT \\ S &= d_t E + s^E T \end{aligned} \right\} (3)$$

$$\left. \begin{aligned} D &= \epsilon^S E + eS \\ T &= -e_t E + C^E S \end{aligned} \right\} (4)$$

$$\left. \begin{aligned} E &= \beta^T D - g^D T \\ S &= g_t D + s^D T \end{aligned} \right\} (5)$$

$$\left. \begin{aligned} E &= \beta^S D - h^D S \\ T &= -h_t D + C^D S \end{aligned} \right\} (6)$$

T : contrainte .....	newton/mètre carré
S : déformation .....	mètre/mètre
E : champ électrique .....	volt/mètre
D : déplacement électrique .....	coulomb/mètre carré
s : souplesse élastique .....	mètre/carré/newton
C : rigidité élastique .....	newton/mètre carré
ε : permittivité diélectrique .....	farad/mètre
β : impérméabilité diélectrique .....	mètre/farad
d : constante piézoélectrique de déformation .	coulomb/newton ou mètre/volt
e : constante piézoélectrique de contrainte ..	coulomb/mètre carré ou newton/volt.mètre
g : constante piézoélectrique de déformation .	volt.mètre/newton ou mètre carré/coulomb
h : constante piézoélectrique de contrainte ..	volt/mètre ou newton/coulomb

### 3.3. Constantes piézoélectriques

A partir des équations (3) (4) (5) (6) les effets piézoélectriques peuvent être décrits comme suit - paramètres statiques -

3.3.a - Constante  $d_{33}$  : de (3) - C'est le module piézoélectrique -

Il donne la densité de charge par unité de pression, ou inversement, la déformation par unité de champ électrique.

$$d_{33} = \frac{\text{Coulomb/m}^2}{\text{Newton/m}^2} \quad \text{ou} \quad \frac{\text{m/m}}{\text{volt/m}}$$

3.3.b - Constante  $e_{33}$  : de (4) - Elle exprime la charge par unité de déformation.

$$e_{33} = \frac{\text{Coulomb}}{\text{m}^2} \quad \text{ou} \quad \frac{\text{Newton}}{\text{volt/m}}$$

$$e_{33} = C_{33} \cdot d_{33} \quad (7) \quad \text{avec } C_{33} = \text{module de Young.}$$

3.3.c - Constante  $g_{33}$  : de (5) - Cette constante donne le gradient de f.é.m. par unité de pression appliquée.

Elle caractérise le cristal fonctionnant en réception. C'est pourquoi elle est souvent appelée constante de réception.

$$g_{33} = \frac{\text{Volt/m}}{\text{Newton/m}^2}$$

on a de même :

$$g_{33} = \frac{d_{33}}{\epsilon_{33}} \quad (8)$$

3.3.d - Constante  $h_{33}$  : en effectuant le produit de  $g_{33}$  par le module de Young  $C_{33}$ , on obtient un coefficient qui donne le gradient de f.é.m. par unité de déformation.

$$h_{33} = C_{33} \cdot g_{33} = C_{33} \frac{d_{33}}{\epsilon_{33}} = \frac{e_{33}}{\epsilon_{33}} \quad (9)$$

$$h_{33} = \frac{\text{volt/m}}{\text{m/m}}$$

3.3.e - Coefficient de couplage électromécanique  $k_{33}$

En reprenant les équations (3).

Pour une plaque libre  $T = 0$  ce qui entraîne :

$$S = d_t \cdot E \quad \text{et} \quad D = \epsilon^T \cdot E$$

Si la plaquette est maintenue d'une façon rigide  $S = 0$  nous avons :

$$s^E_T = -d_t \cdot E \quad \text{ce qui entraîne} \quad T = \frac{-d_t \cdot E}{s^E} \quad (10)$$

d'où l'on tire en reportant (10) dans (3) :

$$D = \epsilon^T \cdot F + d \frac{(-d_t \cdot E)}{s^E}$$

soit :

$$D = \epsilon^T \cdot E - \frac{d_t^2 \cdot E}{s^E} E = \epsilon^T \cdot E \frac{(1 - d_t^2)}{s^E \cdot \epsilon^T}$$

La quantité  $\frac{d_t}{\sqrt{s^E \epsilon^T}}$  est appelée coefficient électromécanique de couplage.

En tenant compte des équations (7) (8) (9), le coefficient électromécanique de couplage peut s'écrire d'une autre façon. Si nous désignons par  $d_p$  la variation de pression capable de réduire de  $d_v$  un volume initial  $V$ , nous aurons :

$$C_{hk} = - \frac{d_p}{\frac{d_v}{V}} \text{ en Newton/m}^2 \text{ ( module de Young)}$$

soit l'inverse de la souplesse élastique  $s$  qui s'exprime en  $m^2/\text{Newton}$

$$k_{33} = \frac{d_{33}}{\sqrt{\frac{\epsilon_{33}}{C_{33}}}} \text{ soit } k_{33}^2 = \frac{d_{33}^2}{\frac{\epsilon_{33}}{C_{33}}} = \frac{\frac{e_{33}^2}{C_{33}^2}}{\frac{\epsilon_{33}}{C_{33}}} = \frac{e_{33}^2}{\epsilon_{33} \cdot C_{33}}$$

soit  $\frac{e_{33} \cdot e_{33}}{\epsilon_{33} \cdot C_{33}} = h_{33} \cdot d_{33}$

d'ou  $k_{33}^2 = h_{33} \cdot d_{33}$  (11)

Nous n'avons considéré que le cas statique, c'est-à-dire lorsque la longueur d'onde de la vibration acoustique reçue est plus grande que l'épaisseur du cristal. Nous verrons plus loin la façon de déterminer ce coefficient de couplage électromécanique  $k_{33}$  dans le cas de cristaux vibrant à la résonance.

### 3.4. Température de Curie

C'est la température à partir de laquelle le matériau perd ses propriétés piézoélectriques par suite d'une modification de structure. Plus précisément, dans le cas des matériaux ferroélectriques, cette température correspond à la disparition de l'alignement des domaines dans le sens du champ de polarisation. Pour  $T > T_c$ , ces domaines se réorientent d'une façon quelconque, le moment résultant est alors nul.

Le changement de structure qui a lieu à la température de Curie, s'accompagne d'une variation très importante de  $\epsilon_r$ , vérifiée par la loi de WEISS.

$$\epsilon_r = \epsilon_0 \frac{C_e}{T - T_c} \quad (12)$$

- $C_e$  : constante de Curie
- $T$  : température absolue
- $T_c$  : température de Curie

Ceci se traduit par un pic caractéristique, lorsque l'on mesure la valeur de la capacité  $C$ , d'un cristal en fonction de la température.

### 3.5. Caractéristiques des matériaux étudiés

On trouvera dans le tableau 1, les principales constantes concernant les cinq matériaux piézoélectriques qui ont été étudiés. Elles représentent les valeurs les plus usuelles relevées dans la littérature, ou communiquées par les différents fabricants. Pour le  $\text{Li Nb O}_3$ , pour lequel on ne trouve dans la littérature que des renseignements fragmentaires, les valeurs portées dans le tableau 1 résultent des mesures que nous avons effectuées. Il arrive que ces constantes varient d'une façon très sensible d'un auteur à l'autre [6] [7]. Les mesures que nous avons effectuées par la suite nous ont permis de mieux définir certaines de ces constantes.

PROPRIETES PIEZOELECTRIQUES	Ba Ti O <sub>3</sub> Ti12	Pb Zr Ti O <sub>3</sub> PZT4	Pb Zr Ti O <sub>3</sub> PZT5	Si O <sub>2</sub>	LiNb O <sub>3</sub>
Constante diélectrique $\epsilon_r$ à 20°C	1700	1200	1500	4,5	30
Module de Young $C_{33}$ N/m <sup>2</sup>	11.10 <sup>10</sup>	11,5.10 <sup>10</sup>	11,1.10 <sup>10</sup>	8.10 <sup>10</sup>	24,2.10 <sup>10</sup>
Poids spécifique $p$ kg/m <sup>3</sup>	5,7.10 <sup>3</sup>	7,5.10 <sup>3</sup>	7,75.10 <sup>3</sup>	2,6.10 <sup>3</sup>	4,6.10 <sup>3</sup>
Célérité du son $v$ en m/s	5400	4600	4350	5730	7140
Impédance acoustique $\rho v$ kg/m <sup>2</sup> .s	30,5.10 <sup>6</sup>	30,1.10 <sup>6</sup>	32,6.10 <sup>6</sup>	15.10 <sup>6</sup>	33.10 <sup>6</sup>
$d_{33}$ en C/N ou m/V	220.10 <sup>-12</sup>	300.10 <sup>-12</sup>	320.10 <sup>-12</sup>	2,3.10 <sup>-12</sup>	6.10 <sup>-12</sup>
$g_{33} = \frac{d_{33}}{\epsilon_0 \cdot \epsilon_r}$	13,8.10 <sup>-3</sup>	28,3.10 <sup>-3</sup>	24,4.10 <sup>-3</sup>	58.10 <sup>-3</sup>	22,6.10 <sup>-3</sup>
$h_{33} = g_{33} \cdot C_{33}$	1518.10 <sup>6</sup>	3254,5.10 <sup>6</sup>	2708,4.10 <sup>6</sup>	4640.10 <sup>6</sup>	5469.10 <sup>6</sup>
$e_{33} = C_{33} \cdot d_{33}$	24,2	20,6	35,5	0,184	1,352
Coefficient de couplage électromécanique $k_{33}$ en %	56	64	68	11	47
Température de Curie en °C	115	328	365	580	1210

Tableau 1 - Constantes de quelques matériaux piézoélectriques.

#### 4. CIRCUIT ELECTRIQUE EQUIVALENT D'UN CRISTAL PIEZOELECTRIQUE

##### 4.1. Généralités

L'équation générale d'un mouvement mécanique vibratoire peut s'appliquer au mouvement d'un corps piézoélectrique. Ce qui peut s'écrire :

$$M \cdot \frac{d^2 x}{dt^2} + N \frac{dx}{dt} + Gx = 0 \quad (13)$$

avec  $x$  : déformation du cristal à l'instant  $t$

$M$  : coefficient proportionnel à la masse du matériau

$N$  : coefficient d'amortissement du matériau

$G$  : coefficient d'élasticité dépendant des forces de rappel.

Il faut tenir compte que le coefficient  $M$  dépend non seulement du matériau, mais aussi de son mode de fixation, ainsi que des pressions exercées sur le cristal par le milieu dans lequel il est placé.

On voit que (13) présente une analogie avec l'équation générale d'un circuit oscillant :

$$L \frac{d^2 q}{dt^2} + R \frac{dq}{dt} + Ri = 0 \quad (14)$$

En tenant compte des relations (13) et (14) et dans la mesure où les électrodes sont en contact intime avec les deux faces du cristal normales au champ électrique d'excitation, le schéma équivalent est analogue au schéma électrique de la Fig. 4.

On peut expliquer d'une façon simple les différents éléments de ce schéma :

$C$  : capacité interélectrodes

$\lambda$  : inertie mécanique du cristal

$\gamma$  : forces de rappel élastique du cristal

$\rho$  : dissipation d'énergie interne du cristal

Ce schéma s'applique au cas d'un cristal vibrant à la résonance sans aucune charge acoustique sur les faces.

4.2. Impédance électrique

Nous considérons, à seule fin de simplifier l'exposé, le cas d'un cristal sans pertes internes, et non chargé, soit  $\rho = 0$ .

On dit qu'un cristal piézoélectrique vibre à la résonance, lorsque la fréquence  $f_0$  est celle de la branche série du schéma équivalent - Fig. 4 -

$$f_0 = \frac{1}{2\pi\sqrt{\lambda\gamma}} \quad (15)$$

L'antirésonance a lieu pour une fréquence  $f_a > f_0$ . Le circuit est alors équivalent à une self L de valeur

$$\mathcal{L} = \lambda \left( 1 - \frac{1}{\omega^2 \lambda \gamma} \right)$$

Ce circuit bouchon ayant une fréquence de résonance

$$f_a = \frac{1}{2\pi\sqrt{\mathcal{L}C}}$$

En remplaçant  $\mathcal{L}$  par sa valeur et en prenant celle de  $\frac{1}{\lambda\gamma}$  en (15) il vient :

$$\omega_a^2 = \omega_0^2 \left( 1 + \frac{\gamma}{C} \right) \text{ soit } f_a = \sqrt{1 + \frac{\gamma}{C}} \quad (16)$$

D'après ce qui précède et en négligeant  $\rho$ , on voit que pour  $f_0$ , l'impédance du cristal est nulle, par contre pour  $f_a$ , cette dernière est infinie.

La Fig. 5 montre la variation de  $|Z|$  en fonction de la fréquence pour  $\rho = 0$ , et  $\rho > 0$ . Dans ce dernier cas  $\rho > 0$  (élément chargé), les calculs exacts sont fort longs. Ils ont été effectués par CADY [9]. On peut noter un déplacement vers des valeurs plus élevées des fréquences de résonance et d'antirésonance.

D'autre part, il devient évident que l'impédance ne correspondra plus à ces fréquence à des valeurs nulles ou infinies.

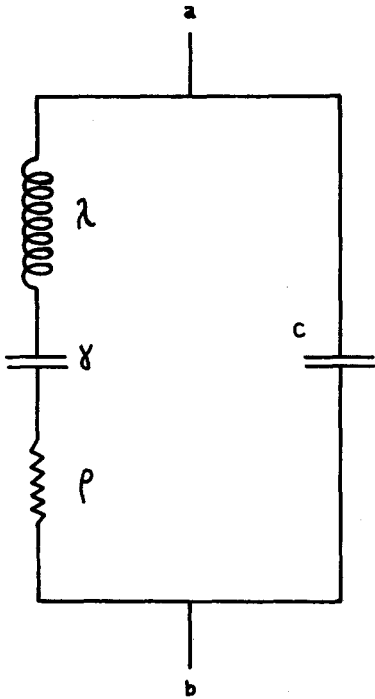


Fig.4 - SCHÉMA ÉQUIVALENT



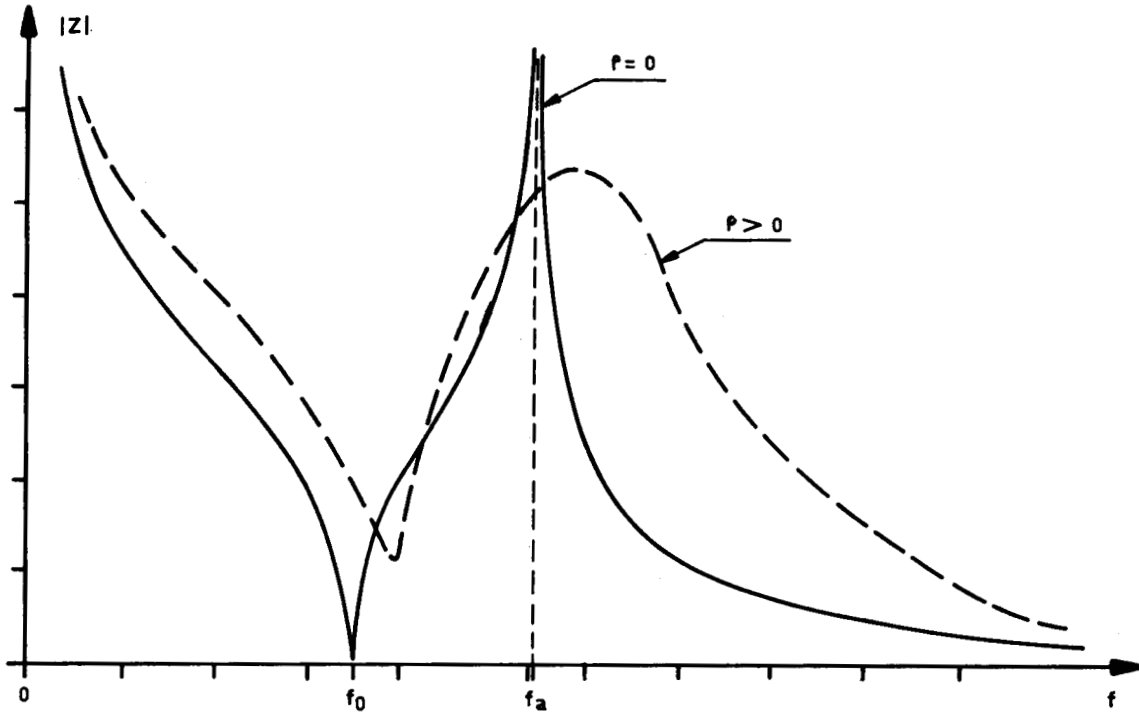


Fig.5 - IMPÉDANCE ELECTRIQUE D'UN CRISTAL PIÉZOÉLECTRIQUE

## 5. MESURES DES ELEMENTS DU SCHEMA EQUIVALENT

Si l'on désire étudier le comportement d'un cristal piézoélectrique, ainsi que son influence sur le circuit électrique auquel il est raccordé, il est nécessaire de connaître la valeur des différents éléments du schéma équivalent, tels qu'ils ont été définis au paragraphe 4.2. Dans la plupart des cas qui nous intéressent, la fréquence propre des cristaux piézoélectriques se situe dans le domaine des fréquences radioélectriques. La technique s'inspire alors des méthodes de mesure d'impédances en haute fréquence. On utilise la méthode dite de la crevasse qui s'adapte plus facilement qu'un pont, aux ordres de grandeur des valeurs à mesurer.

### 5.1. Principe des mesures

Le montage utilisé est celui de la Fig. 6. Le cristal est connecté en parallèle aux bornes du condensateur d'un circuit oscillant série, composé d'une self  $L$  et d'un condensateur variable  $\Gamma$ . Un interrupteur  $M$  permet de mettre hors circuit le cristal à mesurer.

Un générateur G délivre une tension E de fréquence variable. Un voltmètre V permet de mesurer la tension U aux bornes de la capacité  $\Gamma$ .

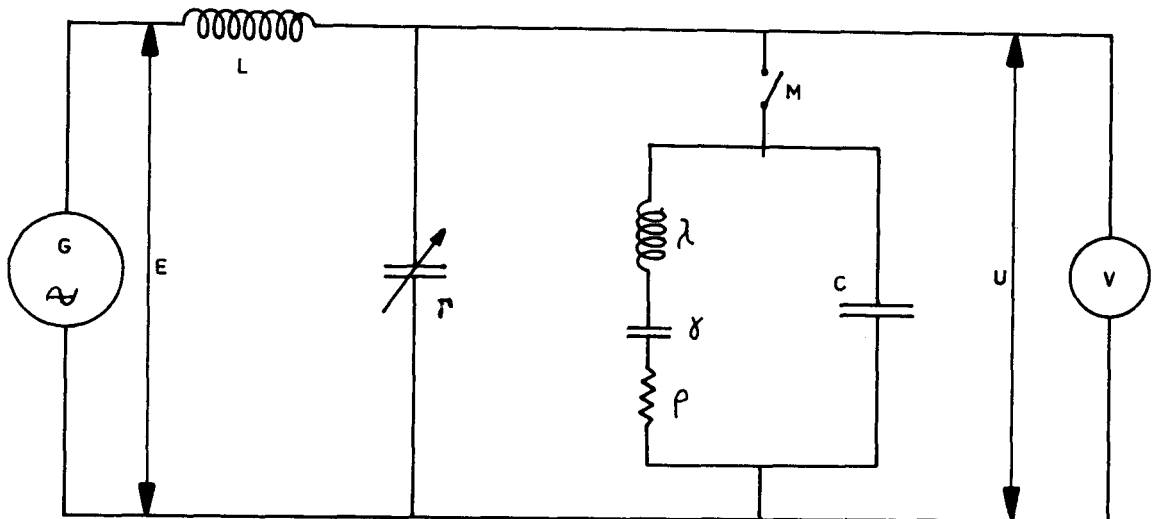


Fig.6 \_ PRINCIPE DES MESURES DU SCHÉMA ÉQUIVALENT

Le cristal étant mis en circuit, après un premier réglage, on peut observer par un relevé point par point, une courbe ayant l'aspect de la Fig. 7/a. La crevasse apparaît au moment où la fréquence de la tension délivrée par le générateur G est égale à la fréquence de résonance du cristal, c'est-à-dire à la fréquence  $f_0$  de la résonance de la branche série du schéma équivalent.

$$f_0 = \frac{1}{2 \pi \sqrt{\lambda \gamma}}$$

On ajuste ensuite la valeur de  $\Gamma$  de façon à obtenir la même amplitude pour les deux maxima encadrant la crevasse - Fig. 7/b - A ce moment la fréquence de résonance du cristal  $f_0$  coïncide avec la fréquence de résonance du circuit oscillant  $\Pi L$ .

On obtient une première relation entre les constantes caractéristiques du cristal et celles du circuit oscillant de mesure

$$\frac{1}{\omega_0^2} = \lambda \gamma = L (\Gamma + C) \quad (17)$$

D'autre part, les fréquences  $f_1$  et  $f_2$ , des deux maxima encadrant la crevasse, correspondent respectivement aux deux fréquences du circuit oscillant  $L (\Gamma + C)$  shunté par l'impédance Z du cristal.

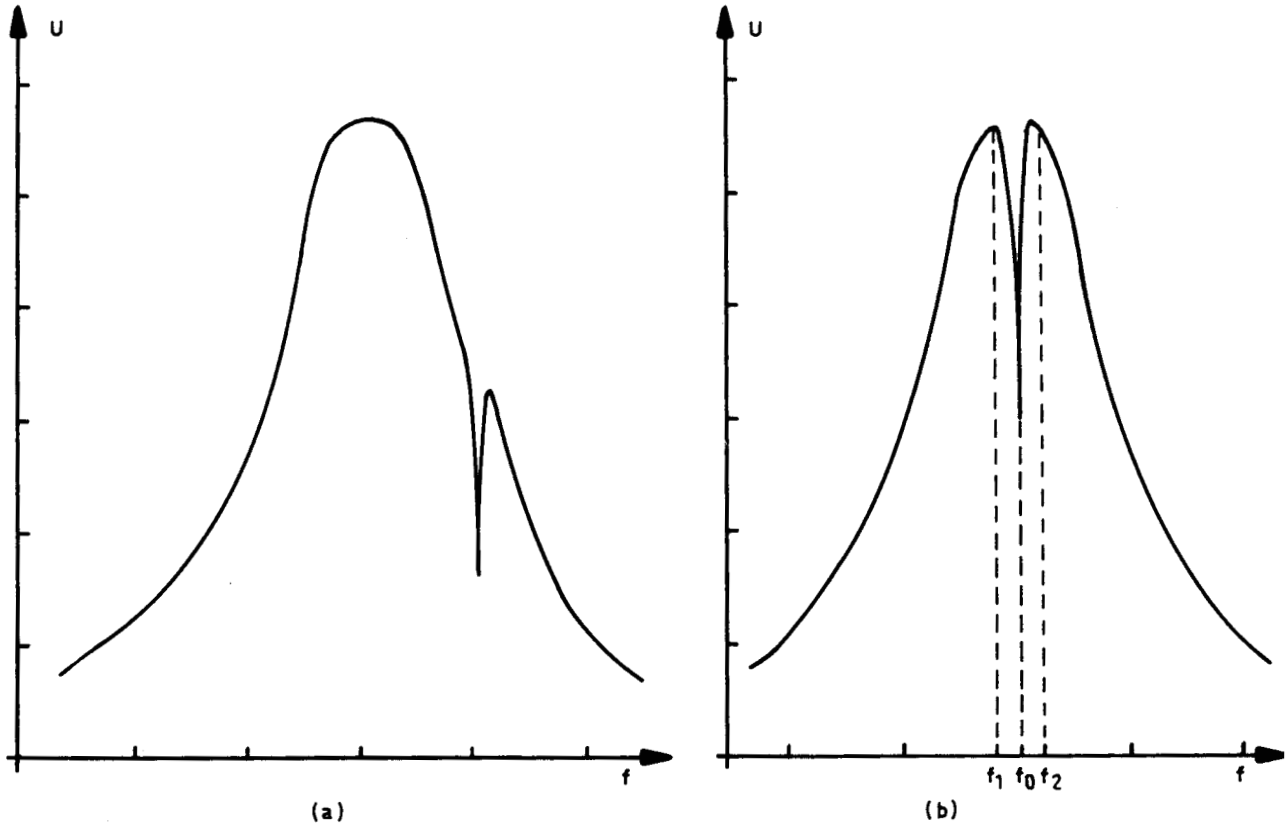


Fig.7 - CREVASSE SUR LA COURBE DE RÉSONANCE

En négligeant la résistance des circuits, on trouve facilement leurs valeurs en écrivant que la réactance du circuit équivalent est nulle.

$$j L \omega + \frac{1}{j \omega (\Gamma + C) + \frac{1}{j (\lambda \omega - \frac{1}{\gamma \omega})}} = 0 \quad (18)$$

soit :

$$j \left[ L \omega - \frac{(\lambda \gamma \omega^2 - 1)}{\omega (\Gamma + C) (\lambda \gamma \omega^2 - 1) - \frac{\gamma}{\Gamma + C}} \right] = 0$$

ou encore :

$$L \omega^2 (\Gamma + C) (\lambda \gamma \omega^2 - 1 - \frac{\gamma}{\Gamma + C}) = \lambda \gamma \omega^2 - 1 \quad (19)$$

En remplaçant \$\lambda \gamma\$ et \$L (\Gamma + C)\$ par leur valeur en (17) il vient :

$$\frac{\omega^2}{\omega_0^2} \left( \frac{\omega^2}{\omega_0^2} - 1 - \frac{\gamma}{\Gamma + C} \right) = \frac{\omega^2}{\omega_0^2} - 1$$

soit en tenant compte des conditions de résonance en (17) :

$$\left(\frac{\omega^2}{\omega_0^2} - 1\right)^2 = \frac{\omega^2}{\omega_0^2} \left(\frac{L}{\lambda}\right)$$

$$\frac{\omega}{\omega_0} - \frac{\omega_0}{\omega} = \pm \sqrt{\frac{L}{\lambda}} \quad (20)$$

Les fréquences  $f_1$  et  $f_2$  des maxima encadrant la crevasse, sont respectivement les racines de cette équation. Dans la mesure où  $f_1$  et  $f_2$  sont suffisamment voisines de  $f_0$ , leurs écarts  $\Delta f$  par rapport à cette fréquence, satisfait à l'égalité suivante :

$$\frac{\omega}{\omega_0} - \frac{\omega_0}{\omega} = \frac{f}{f_0} - \frac{f_0}{f} \approx 2 \frac{\Delta f}{f_0} = \pm \sqrt{\frac{L}{\lambda}} \quad (21)$$

### 5.2. Mesure des éléments du schéma équivalent

Le cristal est inséré dans le circuit de mesure de la Fig. 6. On relève alors la courbe de résonance de l'ensemble du circuit - Fig. 8 - en notant plus particulièrement les valeurs suivantes :

- les fréquences  $f_0$  ;  $f_1$  ;  $f_2$
- la valeur de U soit  $U_1$  (fond de crevasse)
- la valeur de  $\Gamma$  soit  $\Gamma_1$

Le cristal est ensuite déconnecté au moyen de l'interrupteur M. On retrouve une courbe classique de circuit oscillant. La suppression de la capacité interélectrode du cristal produit un dérèglement de la fréquence de résonance qui devient supérieure à  $f_0$ . En réglant  $\Gamma$  à une nouvelle valeur  $\Gamma_2$ , on fait en sorte que la fréquence de résonance du cristal LF coïncide avec la fréquence de résonance  $f_0$  du cristal - Fig. 8 -

On relève alors les nouvelles valeurs de :

$$U \text{ soit } U_2$$

$$\Gamma \text{ soit } \Gamma_2$$

Le cristal en circuit, les conditions de résonance imposent :

$$\omega^2 L (\Gamma + C) = \omega_0^2 \lambda \gamma = 1 \quad (22)$$

La tension  $U_1$  aux bornes de  $\Gamma$ , a pour valeur, en tenant compte de la résistance R de l'inductance L :

$$U_1 = Q.E \quad \text{avec} \quad \frac{1}{Q} = \frac{R}{L \omega_0} + \frac{L \omega_0}{\rho} \quad (23)$$

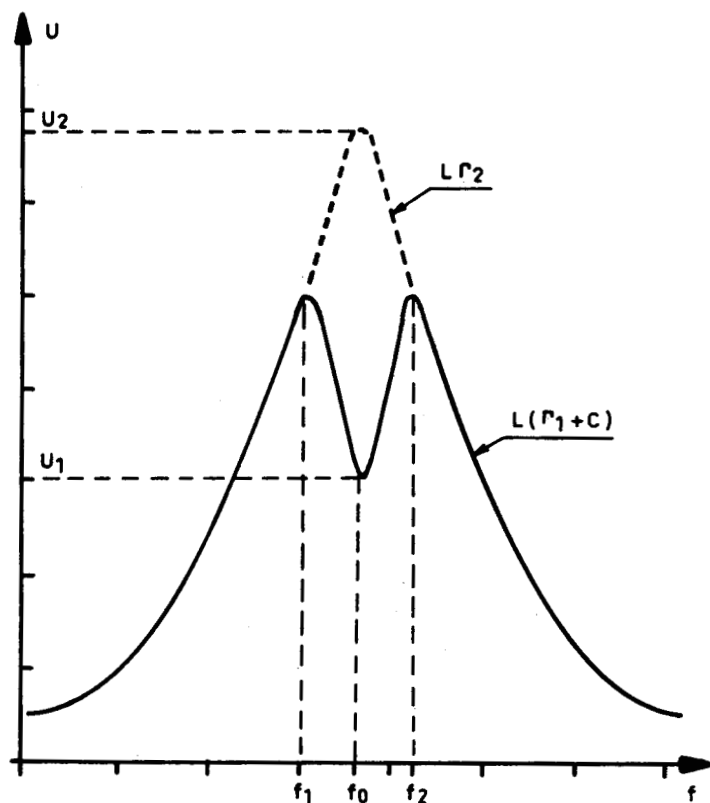


Fig.8 - VALEURS CARACTÉRISTIQUES DE LA CREVASSE

Généralement, la résistance des cristaux à mesurer est très grande devant \$R\$, l'amortissement dû à la bobine \$L\$ est pratiquement négligeable et l'on

a :

$$\frac{1}{Q} \approx \frac{L\omega_0}{\rho} \quad \text{en donnant à } Q \text{ sa valeur de (23)}$$

$$U_1 = \frac{\rho}{L \omega_0} E \quad (24)$$

Le cristal est ensuite déconnecté, la résonance du circuit est rétablie pour une nouvelle valeur de \$\Gamma\$, soit \$\Gamma\_2\$.

On a de même :

$$\omega_0^2 = L \cdot \Gamma_2 = 1 \quad (25)$$

d'où

$$U_2 = \frac{L\omega_0}{R} E = Q_0 E \quad (26)$$

avec \$Q\_0\$ = facteur de qualité du circuit de mesure.

De ces diverses relations, nous pouvons obtenir les valeurs des différents éléments du circuit équivalent.

5.2.a - Valeur de  $\rho$  : de (24) et (26)

$$\rho = Q_o \cdot L\omega_o \frac{U_1}{U_2} \quad (27)$$

5.2.b - Valeur de  $\lambda$  : de (21) il vient

$$\lambda = L \left( \frac{f_o}{f_2 - f_1} \right)^2 \quad (28)$$

5.2.c - Valeur de  $Q$  :

$$Q = \frac{\lambda\omega_o}{\rho} \quad \text{de (27) et (28) il vient :}$$

$$Q = \frac{U_2}{U_1} \cdot \frac{1}{Q_o} \left( \frac{f_o}{f_2 - f_1} \right)^2 \quad (29)$$

5.2.d - Valeur de  $\gamma$  : de (22) et (28) on tire :

$$\gamma = \frac{(f_2 - f_1)^2}{L\omega_o^2 \cdot f_o^2} \quad (30)$$

5.2.e - Valeur de  $C$  : de (22) et (25)

$$C = \Gamma_2 - \Gamma_1 \quad (31)$$

### 5.3. Mesure du coefficient de couplage électromécanique $k_c$

Nous avons parlé au paragraphe 3.3.e du coefficient de couplage électromécanique des matériaux piezoélectriques pour des longueurs d'ondes acoustiques plus grandes que l'épaisseur du cristal. Nous allons maintenant considérer le cas du cristal vibrant à la résonance. En tenant compte des constantes  $d_{33}$  et  $h_{33}$  définies au paragraphe 3.3. on peut écrire :

- Pour une pression appliquée donnée provoquant une augmentation d'épaisseur  $\Delta_e$ , la tension résultante, pertes exclues, est :

$$V_e = h_{33} \cdot \Delta \quad \text{en Volts}$$

- Pour une tension appliquée  $V_a$ , l'augmentation d'épaisseur  $\Delta_e$  sera :

$$\Delta_e = d_{33} \cdot V_a \quad \text{en mètres}$$

- Si la variation d'épaisseur provoquée par l'application d'une tension  $V_a$  était intégralement retransformée en tension  $V_e$  nous pourrions écrire :

$$\frac{V_a}{V_e} = d_{33} \cdot h_{33} = k_{33}^2 \quad (32)$$

Si l'on considère le cas d'un cristal piézoélectrique excité à une fréquence inférieure à la fréquence de résonance, le rapport défini par la relation (32) sera aussi égal à :

$$\frac{\text{Energie mécanique emmagasinée}}{\text{Energie électrique emmagasinée}}$$

soit :

$$\frac{\gamma \frac{V^2}{2}}{C \frac{V^2}{2}} = \frac{\gamma}{C} = k_{33}^2 = k_c^2$$

A partir du schéma équivalent de la Fig. 4, et en considérant le cas simplifié ou  $\rho = 0$ , c'est-à-dire un élément sans pertes et non chargé, l'admittance du cristal peut s'écrire :

$$Y = j\omega\gamma + \frac{1}{j \left( L\omega - \frac{1}{C\omega} \right)} = j\omega \left( \frac{L\gamma C\omega^2 - \gamma - C}{LC\omega^2 - 1} \right) \quad (33)$$

les fréquences d'antirésonance  $f_a$  des maxima encadrant la crevasse correspondent à une impédance infinie, soit à une admittance nulle

$$j\omega_a \left( \frac{L\gamma C\omega_a^2 - \gamma - C}{LC\omega_a^2 - 1} \right) = 0$$

soit :  $L\gamma C\omega_a^2 - \gamma - C = 0$  d'où :  $L\gamma C\omega_a^2 = \gamma + C$

$$\omega_a^2 = \frac{1}{LC} + \frac{1}{L\gamma} \quad (34)$$

à la fréquence de résonance :

$$\omega_o^2 = \frac{1}{L\gamma} \text{ d'où l'on tire :}$$

$$L = \frac{1}{\omega_o^2 \gamma} \text{ et } L\gamma = \frac{1}{\omega_o^2}$$

en reportant ces valeurs dans (34) :

$$\omega_a^2 = \frac{\omega_o^2 \gamma}{C} + \omega_o^2 = \frac{\omega_a^2}{\omega_o^2} - 1 = \frac{\gamma}{C} = k_c^2$$

ce qui peut s'écrire :

$$k_c^2 = \frac{(\omega_a - \omega_o) (\omega_a + \omega_o)}{\omega_o^2}$$

Si l'on admet  $f_a$  voisin de  $f_o$  :

$$k_c^2 = 2\omega_o \frac{(\omega_a - \omega_o)}{\omega_o^2} = 2 \frac{\Delta f}{f_o} \quad (35)$$

avec  $\Delta f = (f_o - f_1) = (f_2 - f_o)$

Ceci nous donne une méthode pratique qui permet de relier  $k_c$  à la mesure de  $\Delta f$  et de  $f_o$ , tel qu'on peut les définir à partir des mesures faites sur le schéma équivalent.

En pratique, il faut faire une distinction entre le coefficient de couplage du matériau et celui du cristal vibrant à la résonance. En général, toute l'énergie élastique n'est pas couplée à l'énergie du diélectrique du fait que l'existence d'ondes stationnaires.

JAFFE ET BERLINCOURT [7] ont effectué des calculs permettant de définir  $k_{33}$  à partir des mesures de  $\Delta f$  et  $f_o$ .

Pour des valeurs de  $k_{33}$  faibles :

$$k_{33}^2 \approx \frac{\pi^2}{4} \cdot \frac{\Delta f}{f_o}$$

En tenant compte de (35) :

$$k_{33}^2 \approx \frac{\pi^2}{8} k_c^2 \quad (36)$$

Il n'est plus possible d'effectuer une telle approximation dans le cas où  $k_{33}$  prend une valeur assez élevée, - par exemple pour les matériaux de synthèse - à ce moment le coefficient de couplage du cristal vibrant est alors assez inférieur à celui du matériau piézoélectrique.

## 6. MESURES EFFECTUEES A LA TEMPERATURE AMBIANTE

### 6.1. Dispositif de mesure

Différentes mesures ont été effectuées suivant le principe défini au paragraphe 5.2. Nous avons utilisé un Q mètre FERISOL type M 803 A dont le principe de fonctionnement est analogue à celui de la Fig. 6.

La tension délivrée par le générateur haute fréquence peut être ajustée en permanence à une valeur constante ; le voltmètre donne en lecture directe la valeur du coefficient de surtension Q du circuit de mesure. De plus, pour augmenter la précision de la mesure de la fréquence de travail, nous lui avons associé un fréquencesmètre numérique ROCHARD type A1149. Ceci nous permet de limiter l'erreur à  $\pm 1$  kHz.



Les cristaux en essais sont introduits dans le montage de la Fig. 9. Le cristal repose sur un support légèrement bombé ; le contact supérieur est terminé par une pointe. Ceci nous permet de limiter au minimum la charge acoustique sur les faces du cristal. Un très faible déplacement du contact supérieur permet de mettre hors circuit la pastille, ce qui évite une variation importante de la capacité parasite due au support.

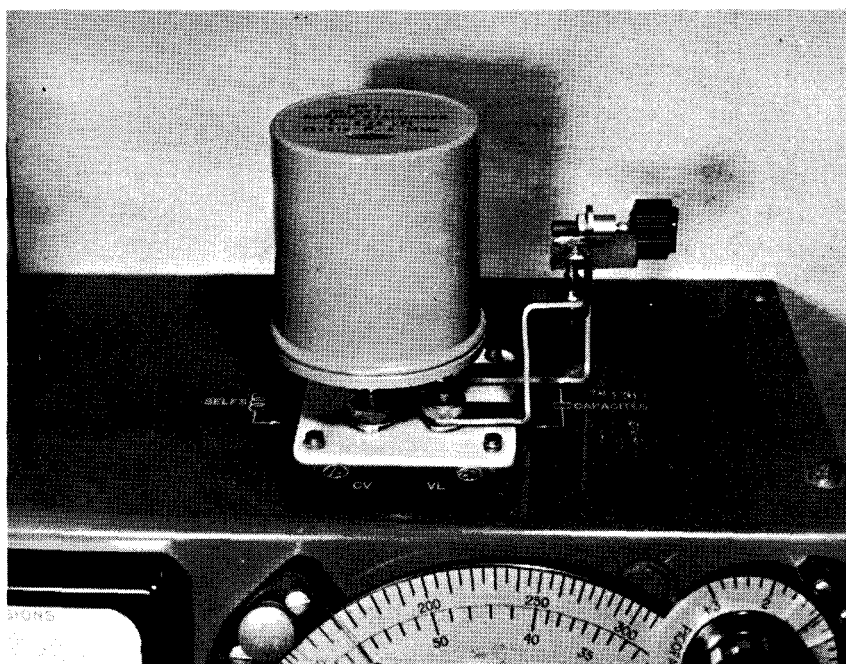


Fig.9 - DISPOSITIF DE MESURE AU Q.METRE

## 6.2. Résultats des mesures

On trouvera Fig. 10, les courbes de résonance obtenues au Q mètre en ce qui concerne les cinq matériaux définis au paragraphe 2, ainsi que les valeurs des différents éléments du schéma équivalent. Ces mesures effectuées à la température ambiante ont permis de comparer nos résultats avec les caractéristiques données par les fabricants, en ce qui concerne essentiellement la fréquence de travail  $f_0$ , et le coefficient de couplage électromécanique  $k_c$ , comme le montre le tableau 2. Les valeurs relevées dans la littérature sont généralement supérieures à celles que nous avons pu obtenir. Les différents auteurs ne précisant pas les méthodes expérimentales utilisées, il est assez difficile de donner une explication valable de ces divergences.

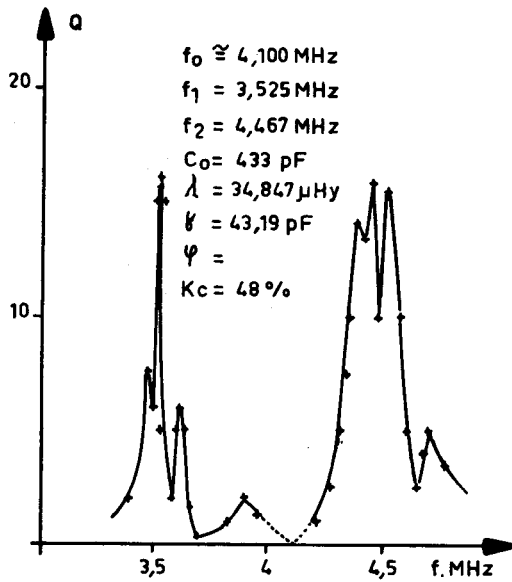


Fig. 10 a) - Ba Ti O<sub>3</sub> - Ti 12

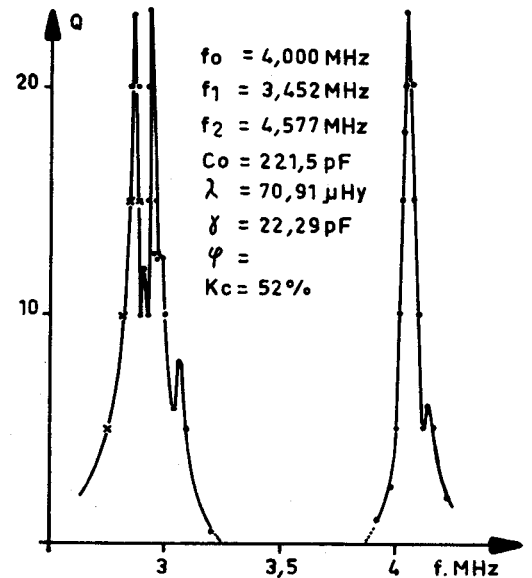


Fig. 10 b) - Pb Zr Ti O<sub>3</sub> - P Z T 4

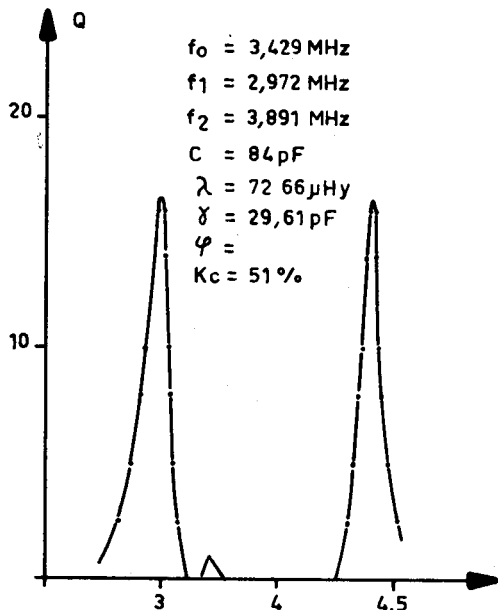


Fig. 10 c) - Pb Zr Ti O<sub>3</sub> - P Z T 5

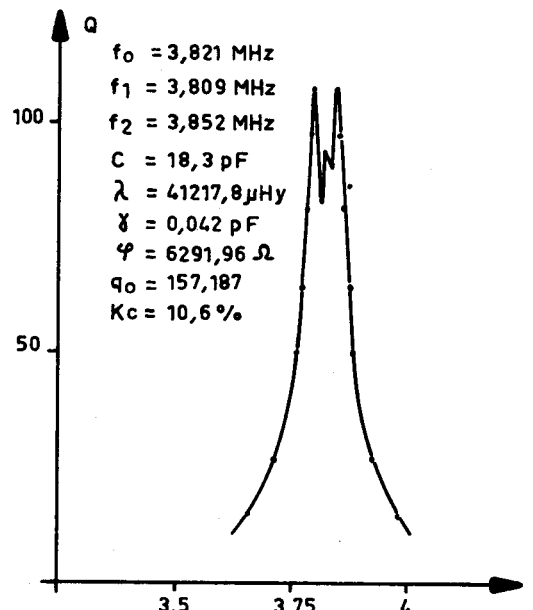


Fig. 10 d) - Si O<sub>2</sub>

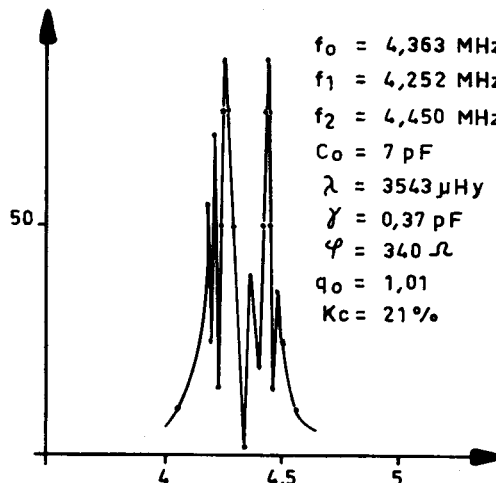


Fig. 10 e) - Li Nb O<sub>3</sub>



Fig. 10 - COURBE DE RÉSONANCE DE QUELQUES MATÉRIAUX  
MÉTHODE DE LA CREVASSE

MATERIAUX		VALEURS MESUREES		VALEURS FABRICANT	
Composition	Type	f <sub>o</sub> MHz	k <sub>c</sub> %	f <sub>o</sub> MHz	k <sub>33</sub> %
Ba Ti O <sub>3</sub>	Ti 12	4,100	48	4,000	56
Pb Zr Ti O <sub>3</sub>	PZT4	4,000	52	4,000	58
Pb Zr Ti O <sub>3</sub>	PZT5	3,429	51	4,000	60
Si O <sub>2</sub>	-	3,821	10,6	4,000	11
Li Nb O <sub>3</sub>	-	4,333	21	4,000	47

Tableau 2 - Valeurs comparées de quelques constantes.

Les résultats obtenus amènent les remarques suivantes :

La fréquence de résonance f<sub>o</sub> ne correspond pas toujours à celle précisée par les fournisseurs. L'épaisseur du cristal ne satisfaisant pas toujours à la condition :

$$e = \frac{v}{2f_o}$$

dans la mesure où f<sub>o</sub> est donnée au préalable.

Ceci provient, principalement pour les matériaux de synthèse mis en forme par frittage, des difficultés d'obtenir par cette méthode des épaisseurs rigoureuses compte tenu des opérations de cuisson. De plus, ces différents produits ne possèdent pas toujours exactement la même composition, ce qui peut laisser supposer une certaine différence dans la célérité des ondes acoustiques. Ce décalage de fréquence ne présente pas un inconvénient majeur dans la plupart des cas d'utilisation courante.

En ce qui concerne k<sub>c</sub>, les valeurs usuelles de ce coefficient relevées dans la littérature varient sensiblement d'un auteur à l'autre - paragraphe 3.5 [6] [7] [8].

Si l'on tient compte de la relation (35) :

$$k_{33}^2 \approx \frac{\pi^2}{8} k_c^2$$

on peut remarquer que les valeurs mesurées sont légèrement différentes de celles données par les fabricants, principalement en ce qui concerne là aussi les matériaux de synthèse. Ceci peut s'expliquer d'une part, par le fait que ces

produits voient leur composition varier quelque peu d'une fabrication à l'autre, et d'autre part, par la valeur du champ électrique de polarisation ainsi que la disposition du matériau dans ce dernier, au moment de la fabrication.

On peut supposer que l'hétérogénéité des produits obtenus, ainsi que les techniques de polarisation, ont très certainement une influence respective quant à la valeur des moments dipolaires des différents domaines ainsi que sur leur orientation préférentielle. Ceci se traduit principalement par une variation du module piézoélectrique  $d_{33}$  qui intervient dans le calcul du coefficient de couplage électromécanique  $k_c$ .

Indépendamment de ces différences sur la valeur de  $k_c$  liées aux qualités intrinsèques des matériaux, il faut tenir compte dans quelques cas d'une certaine imprécision dans la détermination de la fréquence de résonance  $f_0$  comme nous le verrons au chapitre suivant. Cette valeur intervenant dans le calcul de  $k_c$  :

$$k_c = \sqrt{\frac{\Delta f}{f_0}}$$

explique en partie les variations constatées.

### 6.3. Remarque sur l'emploi du Q mètre

Pour quelques matériaux dont la permittivité diélectrique est faible, la mesure de C par différence  $\Gamma_2 - \Gamma_1$  (31) peut comporter une assez forte erreur par le fait que  $\Gamma_1$  est voisin de  $\Gamma_2$ . Dans ce cas, il y a avantage à effectuer cette mesure à une fréquence différente de  $f_0$ , de façon à éliminer l'influence de la branche série du circuit équivalent  $\lambda\gamma$ .

Le Q mètre étant équipé d'un appareil de mesure qui donne la lecture directe du coefficient de surtension Q, il n'est pas toujours possible dans le cas de matériaux de très bonne qualité, d'effectuer une mesure de  $q_0$  à la fréquence de résonance, d'autant que par voie de conséquence, cette dernière devient difficile à préciser - Fig. 10 ; a ; b ; c -.

Cette remarque est valable aussi dans le cas de matériaux qui présentent une forte valeur de C, obligeant à utiliser une bobine de mesure L de faible valeur, pour réaliser l'accord sur  $f_0$ , ce qui diminue d'autant la valeur de  $q_0$ .

La détermination de la crevasse n'est pas toujours facile à effectuer.

En effet, elle n'apparaît pas dans certains cas d'une façon très nette, car

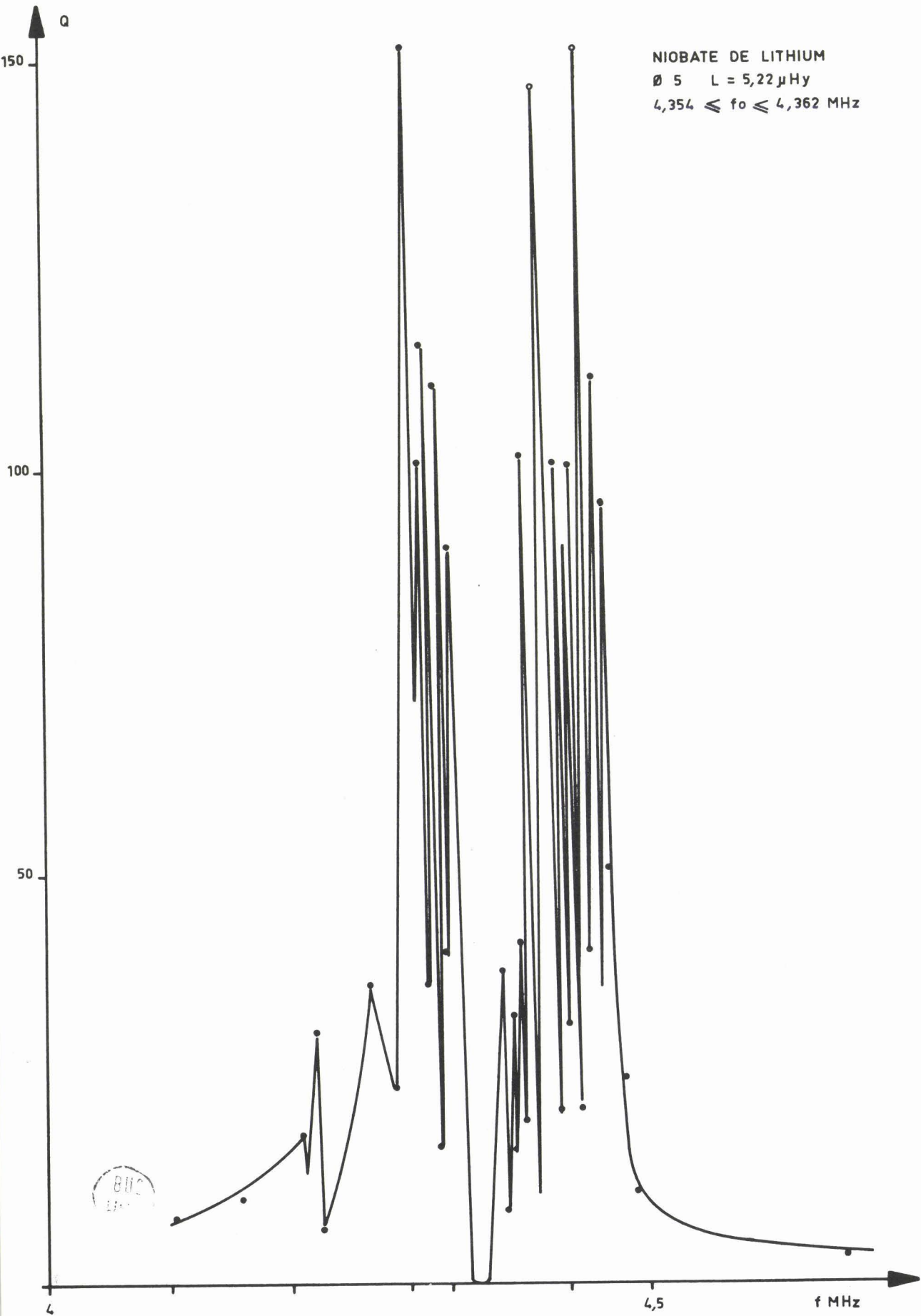


Fig.11\_ CREVASSES PARASITES

elle s'accompagne de crevasses parasites voisines des fréquences d'antirésonance - Fig. 11 - Celles-ci proviennent en partie des différents modes de vibrations auxquels le matériau est soumis ; d'autant plus important, on peut le supposer que le rapport de la surface sur l'épaisseur est faible. Enfin, comme nous le verrons par la suite, le Q mètre se prête assez mal à des mesures en fonction de la température.

## 7. MESURES EFFECTUEES EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

### 7.1. But des mesures

Le but de notre travail étant la réalisation de transducteurs ultrasonores fonctionnant à haute température, ces mesures ont eu pour premier objectif, la définition de la température de Curie des différents matériaux piézoélectriques susceptibles d'être utilisés. Par la suite, il nous a été possible de mettre en évidence l'influence de la température, sur la valeur du coefficient de couplage  $k_c$  et sur la variation de la fréquence de résonance d'un cristal d'une épaisseur donnée. En effet, un glissement de la fréquence  $f_0$  pouvait être supposé à priori intuitivement, par suite de la dilatation du cristal, et d'une variation possible de la célérité des ondes acoustiques dans le matériau.

### 7.2. Inconvénient du Q mètre pour les mesures en température

Si les mesures effectuées au moyen du Q mètre comportent un minimum d'erreur, il apparaît très vite, que compte tenu des remarques émises précédemment, ainsi que des multiples réglages nécessités par le principe même de la mesure - centrage de la crevasse - cet appareil se prête mal à l'obtention de valeurs essentiellements variables dans le temps, conséquence de la variation de la température du matériau étudié. De plus, comme nous le verrons par la suite, certaines constantes, au voisinage de la température de Curie, évoluent très rapidement, pour de très faibles variations de température. Toutes ces considérations nous ont amené à effectuer ces diverses mesures au moyen de deux appareils qui, en réduisant au minimum les réglages, ont permis de travailler en suivant d'une façon permanente l'évolution de certaines constantes en fonction de la température.

La chaîne de mesure ainsi réalisée se compose essentiellement d'un Wobulateur qui permet de visualiser les différents paramètres caractérisant la crevasse, et d'un pont d'impédance pour la mesure de la capacité interélectrode.

Nous leurs avons associé un générateur haute fréquence, un oscilloscope, un fréquencemètre numérique, dont les fonctions seront précisées par la suite.

### 7.3. Mesure de la crevasse au Wobulateur

Nous avons utilisé un Wobulateur RHODES et SCHWARTZ type SWOB. Cet appareil délivre une tension  $E_e$  d'amplitude constante et de fréquence variable. La fréquence de récurrence de l'excursion en fréquence est de 50 Hz. Si un dispositif quelconque est alimenté par cette tension  $E_e$  de fréquence variable, nous recueillerons à sa sortie une autre tension  $E_s$  de même fréquence, mais dont l'amplitude sera fonction de sa réponse en fréquence. Cette tension, après amplification et détection est envoyée sur les plaques de déflexion verticales d'un tube cathodique, dont le balayage horizontal s'effectue en synchronisme avec l'excursion en fréquence du générateur.

Nous pouvons de ce fait visualiser sur l'écran la forme de la fonction de transfert du dispositif étudié.

Un dispositif marqueur permet en injectant une tension de fréquence connue, fournie par un générateur haute fréquence auxiliaire, de repérer sur l'écran du tube cathodique les fréquences délivrées par le Wobulateur. Un fréquencemètre numérique ROCHARD mesure cette fréquence de référence. Ce signal marqueur présente une certaine largeur due aux caractéristiques du Wobulateur, qui entraîne une erreur de lecture de l'ordre de  $\pm 20$  kHz.

La Fig. 12 montre la courbe de résonance d'un cristal de  $\text{Li Nb O}_3$ . Le fond de la crevasse correspond à une fréquence de 4,36 MHz. On peut remarquer sur la trace supérieure l'oscillation donnée par le signal marqueur de fréquence.

### 7.4. Mesure de C au pont d'impédance

Nous avons utilisé un pont d'impédance METRIX type 626B. La mesure s'effectue à une fréquence de 1000 Hz, ce qui évite l'influence parasite de la branche série du schéma équivalent. Un vernier avec décade, autorise une précision de l'ordre de 1%. Les circuits de mesure étant une variante du Pont de Wheastone, nous leurs avons associé un oscilloscope RIBET DESJARDIN type 241B qui décèle de façon extrêmement sensible l'extinction de courant dans la diagonale de mesure. La précision est meilleure que celle obtenue par le tube indicateur d'accord incorporé à l'appareil.

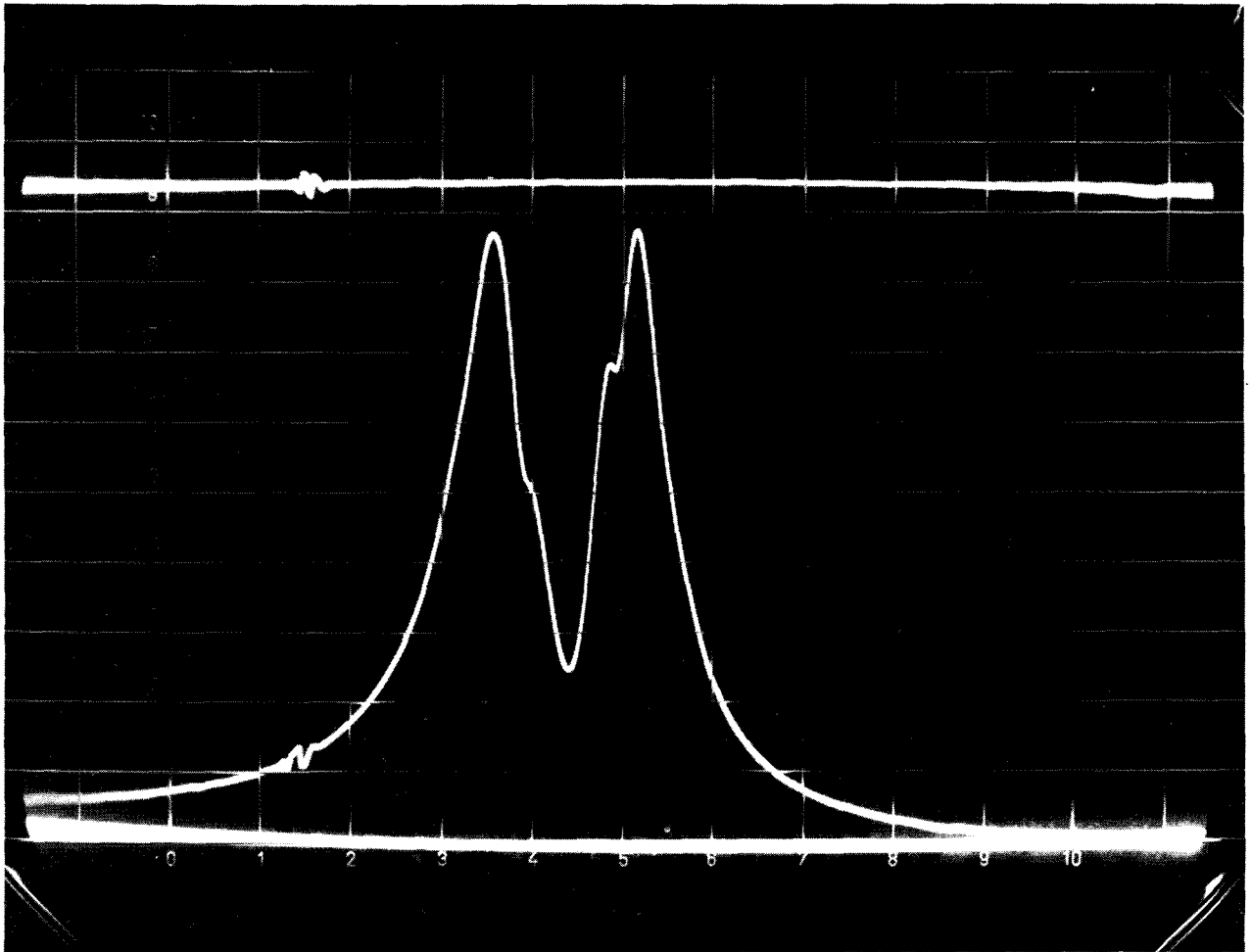


Fig. 12. CREVASSE AU WOBULATEUR

#### 7.5. Mesure de la température de Curie

Nous pouvons définir cette température, au delà de laquelle les matériaux cessent d'être piézoélectriques, en observant l'évolution de deux paramètres en fonction de  $\theta$ .

- a) La permittivité diélectrique  $\epsilon_r$  présente un maximum pour cette température - paragraphe 3.4 - Ce pic peut être mis en évidence en mesurant la variation de la capacité interélectrode  $C$  en fonction de  $\theta$ .
- b) Les propriétés piézoélectriques d'un cristal sont représentées par la branche série du schéma équivalent. Elles se traduisent par une crevasse, sur la courbe de résonance du circuit de mesure. A partir de la température cesse.

Cette modification du signal peut être observée directement sur l'écran du Wobulateur.



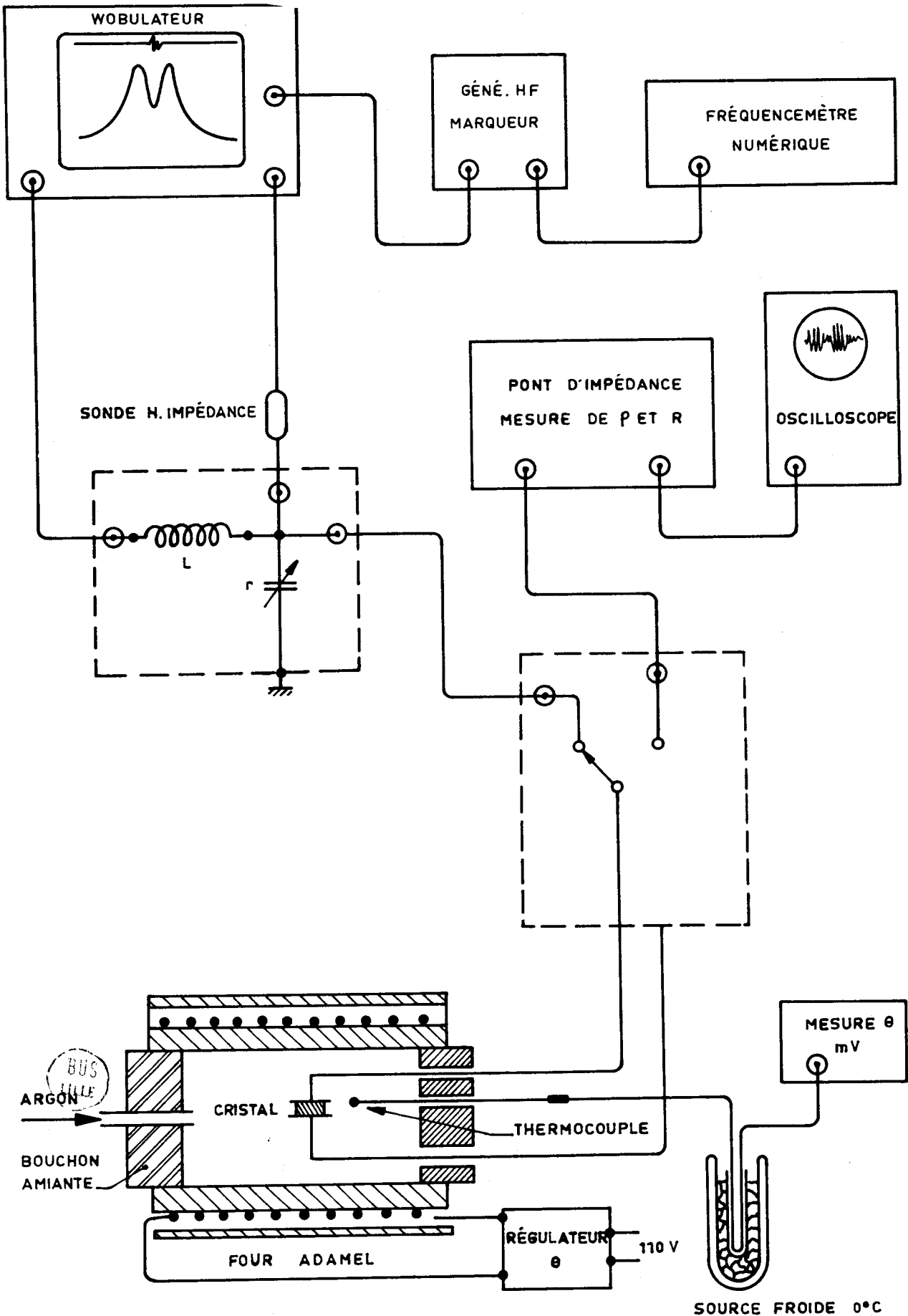


Fig.13 - SCHÉMA DE PRINCIPE DES MESURES EN FONCTION DE  $\theta$

#### 7.6. Disposition générale de la manipulation

Le schéma synoptique de l'ensemble des appareils utilisés est représenté Fig. 13.

On retrouve ici les appareils dont il a été parlé précédemment. Le montage de mesure des différents paramètres du schéma équivalent à partir de la méthode de la crevasse est en tous points identique à celui décrit au paragraphe 5.1. Un commutateur permet d'effectuer la liaison entre les différents éléments en fonction de la mesure à effectuer. Le cristal est introduit à l'intérieur d'un four ADAMEL dont la température peut être stabilisée au moyen d'un régulateur.

La température au voisinage du cristal est lue sur un millivoltmètre numérique raccordé à un thermocouple Chromel-Alumel par l'intermédiaire d'une source froide.

Pour éviter l'oxydation des contacts sur le cristal ainsi que des connexions situées à l'intérieur du four, ce qui pourrait amener une variation non négligeable des résistances parasites, les essais en température sont effectués sous atmosphère d'argon. La Fig. 14 montre la disposition générale de l'ensemble de l'appareillage utilisé pour ces mesures en température.

#### 7.7. Montage du cristal

Les matériaux piézoélectriques que nous avons étudiés se présentent sous la forme de pastilles dont les surfaces sont métallisées, soit par dépôt sous vide, soit par une couche à base d'argent avec cuisson à haute température (métaniobate de lithium).

Les cristaux sont introduits dans un montage, constitué par deux électrodes en acier inoxydable fixées sur un support isolant en céramique - Fig. 15 - Un ressort assure une légère pression de l'électrode supérieure sur le cristal. Les surfaces des électrodes en contact avec le matériau sont légèrement convexes de façon à ce que l'amortissement acoustique soit réduit à une valeur minimum.

#### 7.8. Résultats des mesures

On trouvera Fig. 16 les variations en fonction de la température, de la fréquence de résonance, du coefficient de couplage électromécanique, de la température de Curie, de la capacité, de  $\text{tg} \delta$  pour les cinq matériaux étudiés.

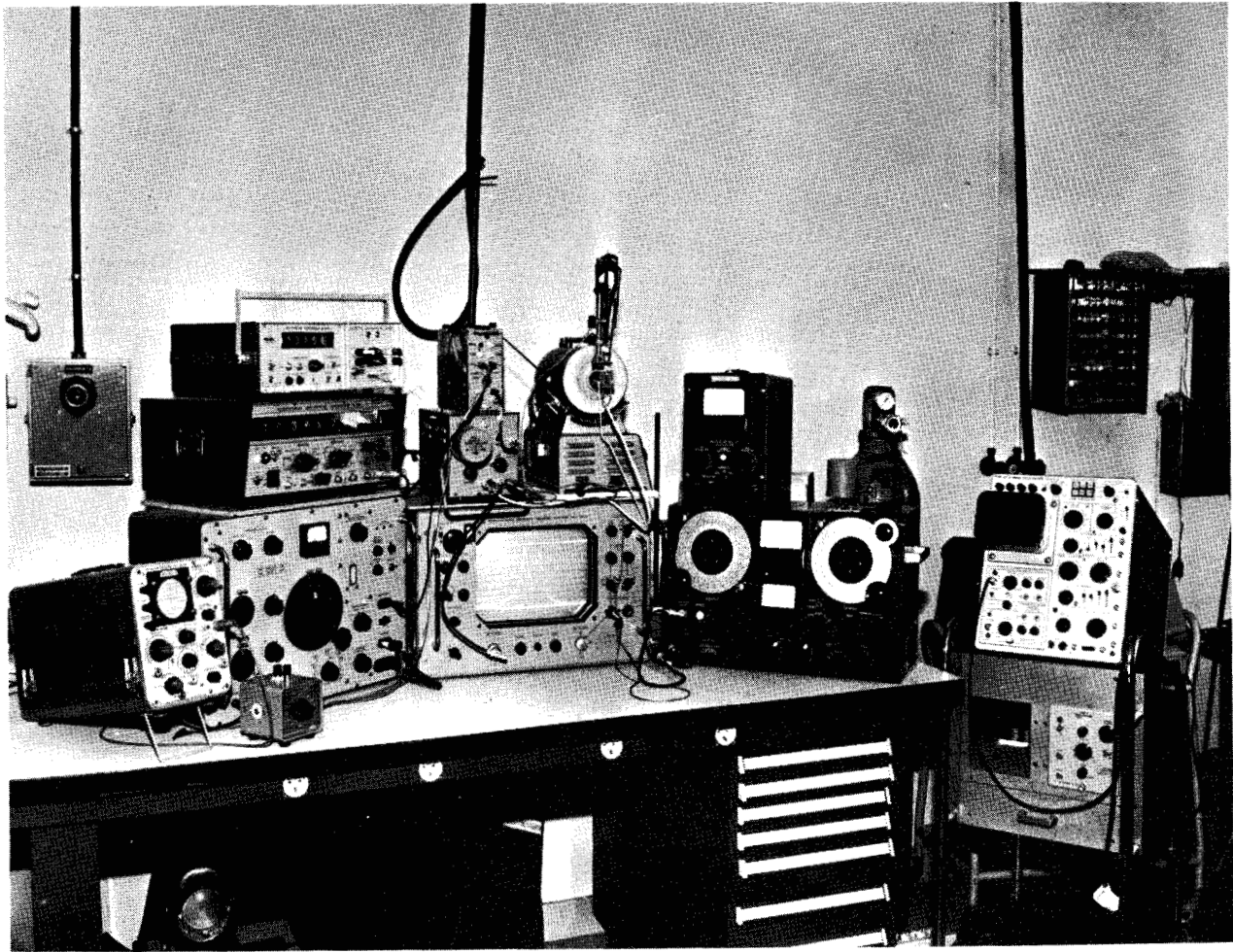
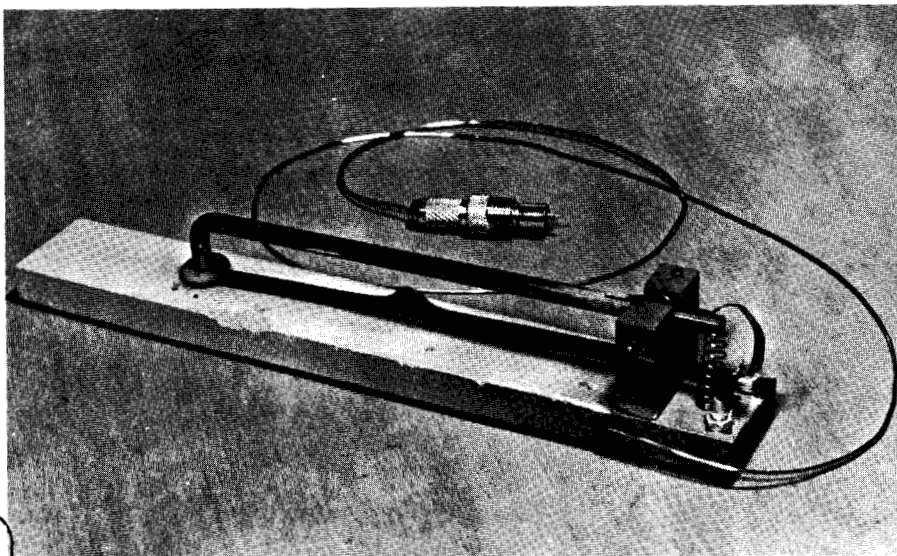
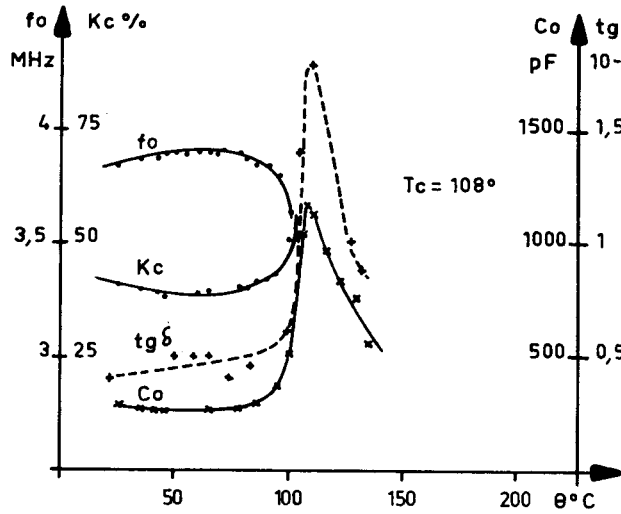


Fig.14. DISPOSITION GENERALE DE L'APPAREILLAGE DE MESURE EN TEMPERATURE

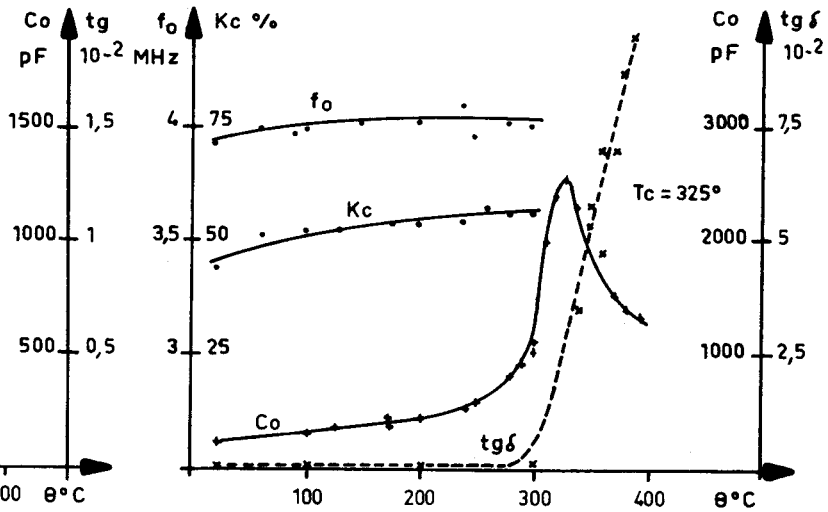


BUS  
LILLE

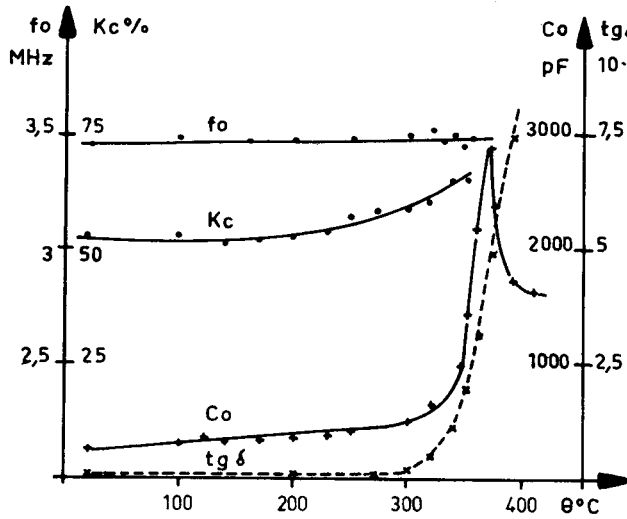
Fig.15. MONTAGE DU CRISTAL POUR ESSAIS EN TEMPERATURE



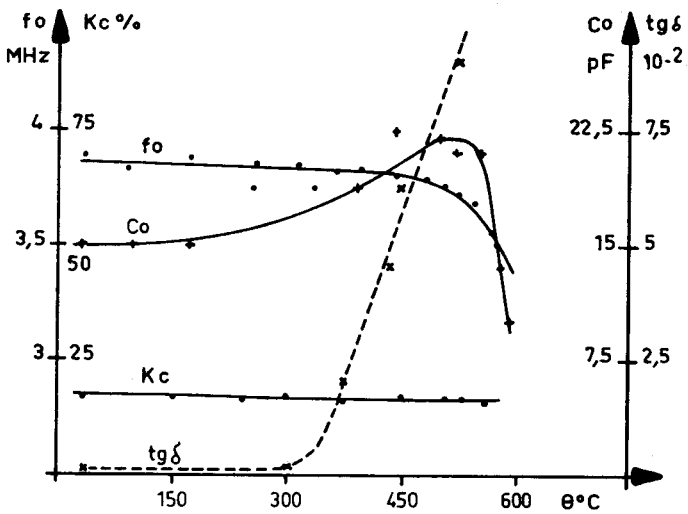
a) BaTiO<sub>3</sub> - Ti 12



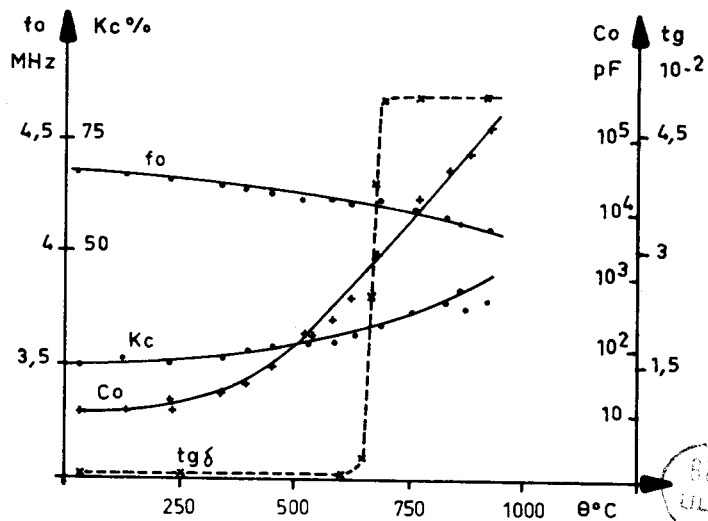
b) PbZrTiO<sub>3</sub> - PZT 4



c) PbZrTiO<sub>3</sub> - PZT 5



d) SiO<sub>2</sub>



e) LiNbO<sub>3</sub>

Fig. 16 - VARIATION DE QUELQUES PARAMÈTRES EN FONCTION DE  $\theta$

Ces résultats appellent les commentaires suivants :

a) Fréquence de résonance  $f_o$

En général, la fréquence de résonance diminue avec la température.

Certains matériaux comme le Ba Ti O<sub>3</sub> et le Si O<sub>2</sub> présentent une variation plus importante près de la température de Curie. Il semble qu'au voisinage de cette dernière, les modifications de structure du matériau affectent d'une façon plus prononcée la vitesse des ondes acoustiques. En ce qui concerne le Pb Zr Ti O<sub>3</sub>, la fréquence de résonance montre une certaine tendance à augmenter. Ce phénomène a déjà été observé par JAFFE et BERLINCOURT [7].

Si l'on peut comprendre intuitivement la chute de la fréquence de résonance par la dilatation du cristal avec la température en tenant compte de la relation :

$$f_o = \frac{v}{2e}$$

à laquelle s'ajoute la diminution de la vitesse des ondes acoustiques dans les solides avec la température, il semble assez difficile dans le cadre de cette étude, d'explicitier le phénomène inverse dans le cas du Pb Zr Ti O<sub>3</sub>.

b) Coefficient de couplage électromécanique  $k_c$

On peut remarquer, qu'à la différence du quartz, les matériaux de synthèse présentent une augmentation de la valeur de  $k_c$  avec la température ; principalement en ce qui concerne le métaniobate de lithium qui accuse vers 900°C, une augmentation d'environ 80 % par rapport à la valeur relevée à la température ambiante.

c) Température de Curie

La détermination de la température de Curie, par l'observation de la permittivité diélectrique  $\epsilon_r$ , nous montre que l'augmentation de la capacité est très caractéristique sauf pour le quartz où la dispersion des points de mesure ne permet pas de la fixer avec précision. Dans ce cas particulier, cette mesure s'est effectuée en notant la température de disparition de la crevasse au Wobulateur.

Il n'a pas été possible de confirmer la valeur de 1210°C donnée par le fabricant de métaniobate de lithium, par suite de l'évaporation des électrodes en argent au voisinage de 950°C.

d) Tangente  $\delta$

Pour tous les matériaux étudiés, on constate une augmentation très caractéristique de  $t_g^\delta$ , ce qui pourrait dans le cas d'une excitation continue, amener à limiter la puissance de cette dernière par suite de l'élévation de température du cristal, due aux pertes diélectriques. La température élevée du milieu de couplage dans lequel seront immergés les transducteurs exclut de plus toute possibilité de dissipation de l'énergie thermique. Sur les cristaux de métaniobate de lithium que nous avons étudiés ces pertes diélectriques se stabilisent aux environs de 650°C.

7.9. Mesure des éléments du schéma équivalent d'un cristal de  $\text{Li Nb O}_3$  en fonction de la température

Nous n'avons pas cru devoir multiplier sur des cristaux vibrant librement, des mesures dont les résultats n'auraient qu'une valeur relative, par rapport à un cristal chargé par une impédance acoustique quelconque (qui ne serait pas nécessairement faible). Ce qui serait le cas pour un transducteur émettant une onde acoustique dans un milieu de couplage au travers d'une lame mince de protection.

Toutefois, il nous a paru utile de mesurer même d'une façon approximative, les variations des éléments de la branche série du schéma équivalent d'un cristal de métaniobate de lithium en fonction de la température. Ces cristaux ayant surtout été choisis compte tenu de leur température de Curie élevée.

On trouvera Fig. 17 les résultats de ces mesures concernant une pastille de  $\text{Li Nb O}_3$  de  $\varnothing$  5 mm ; ép. 0,8 mm, pour une fréquence de résonance de 4,138 Mhz. Comme nous l'expliquerons plus loin, la bobine du circuit de mesure avait été choisie avec une faible valeur de self : 1,84  $\mu\text{Hy}$ .

On remarque une variation des valeurs de  $\lambda$  et  $\gamma$  liée très certainement à une modification de l'inertie mécanique du cristal et des forces de rappel sous l'influence de la température.

La mesure de  $\rho$  a été effectuée au Wobulateur après un étalonnage préalable au Q mètre.

On peut constater une grande dispersion des points relevés.

Il nous a paru utile d'effectuer des mesures plus précises de ce paramètre, qui représente en fait la charge que voit un générateur excitant un cristal à la résonance. Nous avons utilisé une méthode de substitution consistant à remplacer le cristal piézoélectrique par une résistance variable, de façon à obtenir un amortissement identique du circuit LT, pour la même fréquence

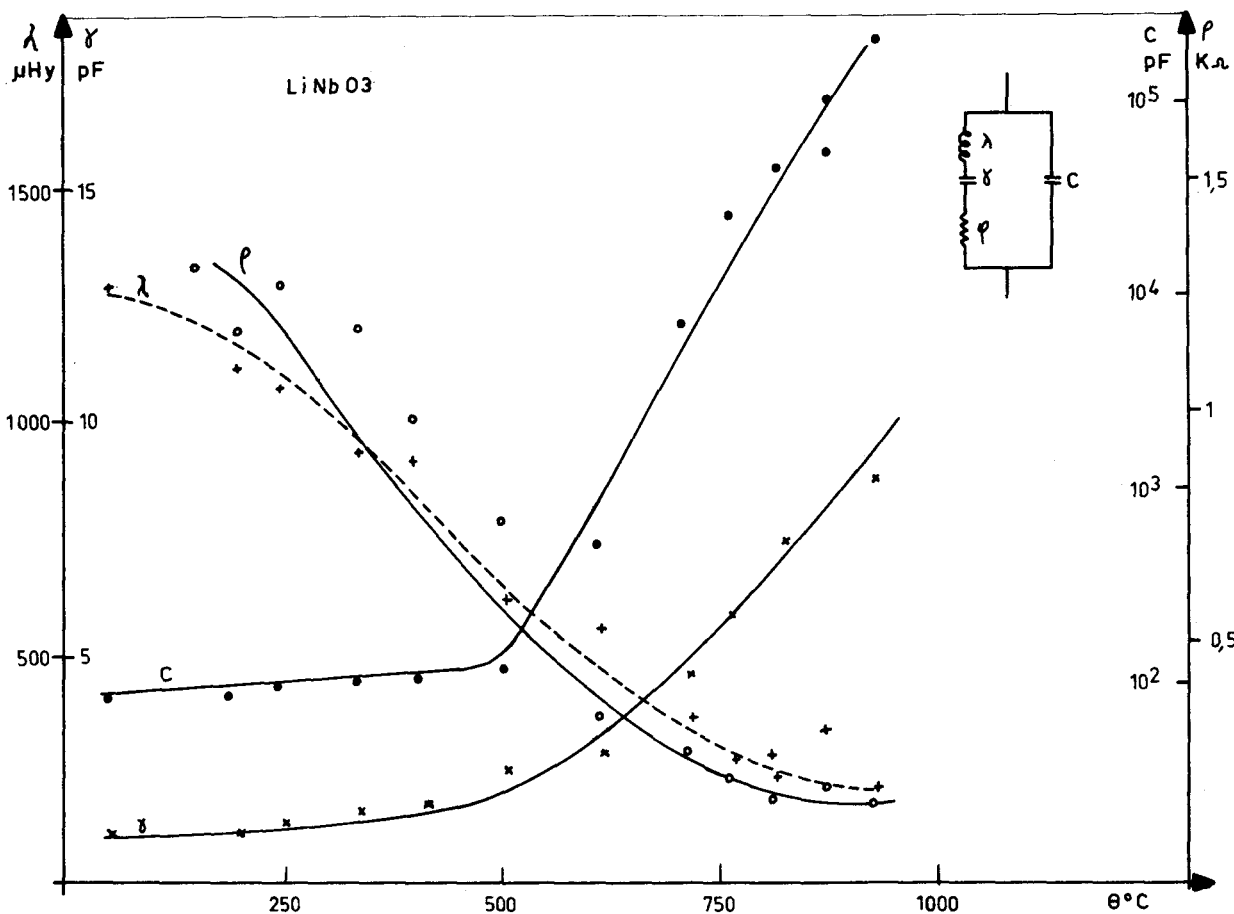


Fig.17 - VARIATION DES CONSTANTES EN FONCTION DE  $\theta$  -  $f_0 = 4,138$  MHz

Contrairement aux mesures effectuées pour déterminer  $\lambda$  et  $\gamma$ , la bobine L avait été choisie de forte valeur, de façon à garder en fond de crevasse un  $q_0$  suffisant. La Fig. 19 montre le principe de l'essai. Le Wobulateur attaque le circuit de mesure  $L\Gamma$ , dont la capacité variable peut être shuntée soit par le cristal, soit par une résistance variable au moyen d'un commutateur. Un ohmètre numérique permet de mesurer la résistance R équivalente avec une précision meilleure que 1 %. Lorsque le cristal est en circuit, à la fréquence de résonance  $f_0$  et en négligeant les résistances parasites, on a :

$$E_1 = E_0 \frac{\rho}{L\omega}$$

avec  $\rho$  : résistance de la branche série du schéma équivalent.

Si nous remplaçons le cristal par une résistance variable après avoir compensé la capacité interélectrode de ce dernier en réajustant  $\Gamma$  de façon à ramener la fréquence de résonance du circuit  $L\Gamma$  à la fréquence de résonance  $f_0$  du fond de crevasse - circuit  $L(\Gamma + C)$  - nous aurons :

$$E_2 = E_0 \frac{R}{L\omega}$$

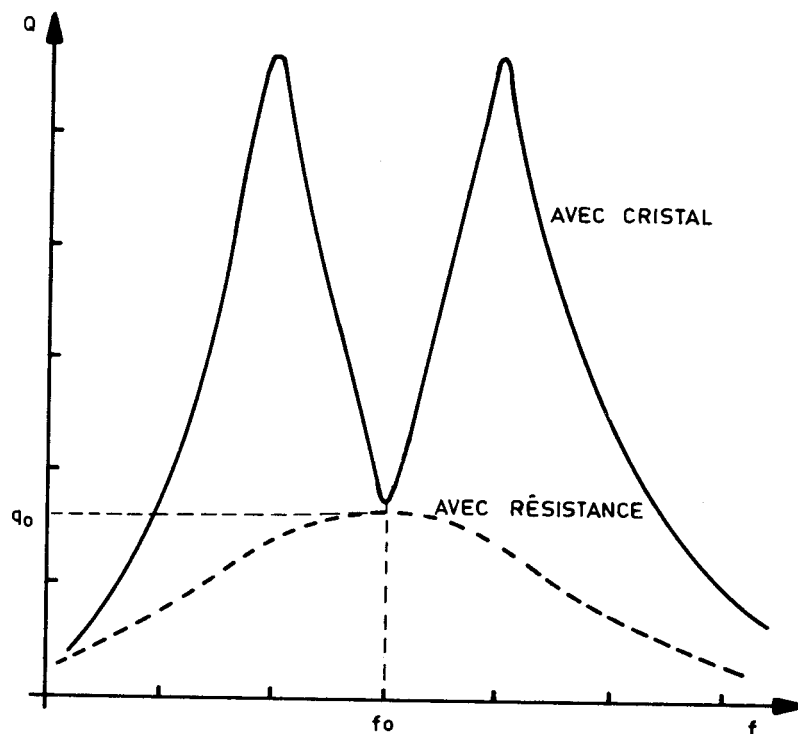


Fig.18 \_ MESURE DE  $\rho$  PAR SUBSTITUTION

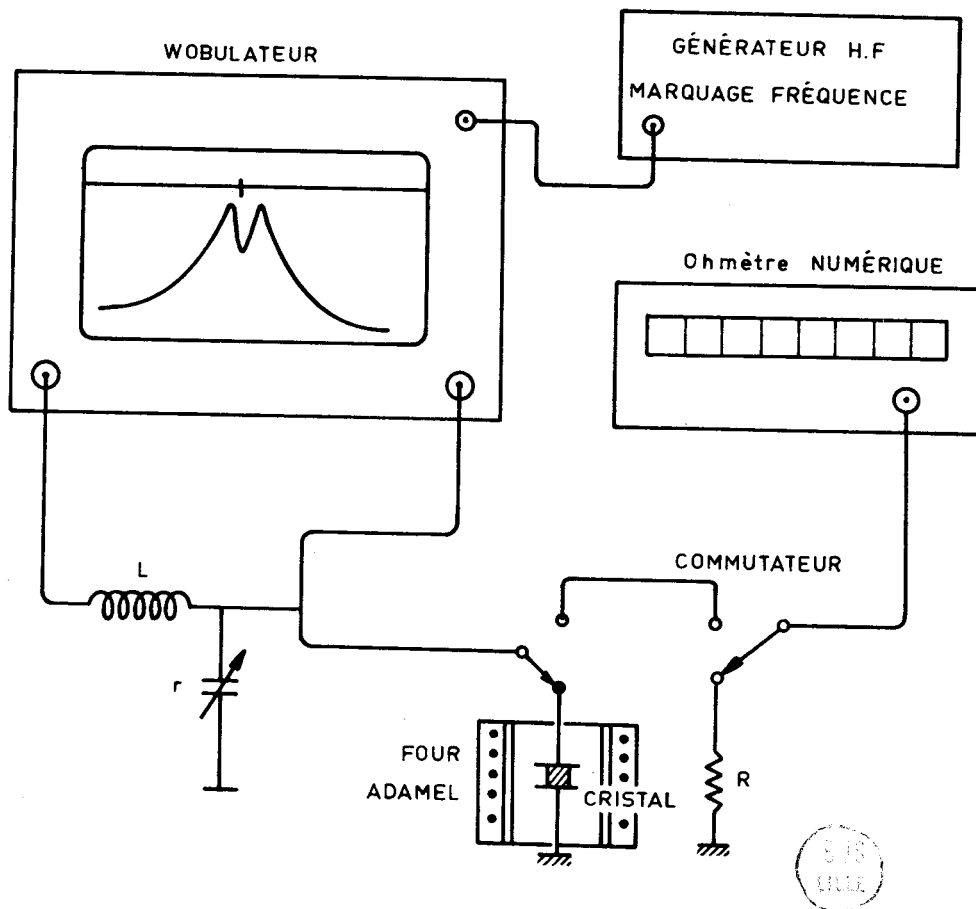


Fig. 19 \_ MÉTHODE DE  $\rho$  \_ SCHÉMA DE PRINCIPE



En ajustant R de façon à avoir  $E_1 = E_2$  nous pouvons écrire :

$$\rho = R$$

On trouvera Fig. 20 les résultats des mesures effectuées sur trois pastilles de  $\text{Li Nb O}_3$   $\varnothing$  5 mm ; ép. 0,8 mm .

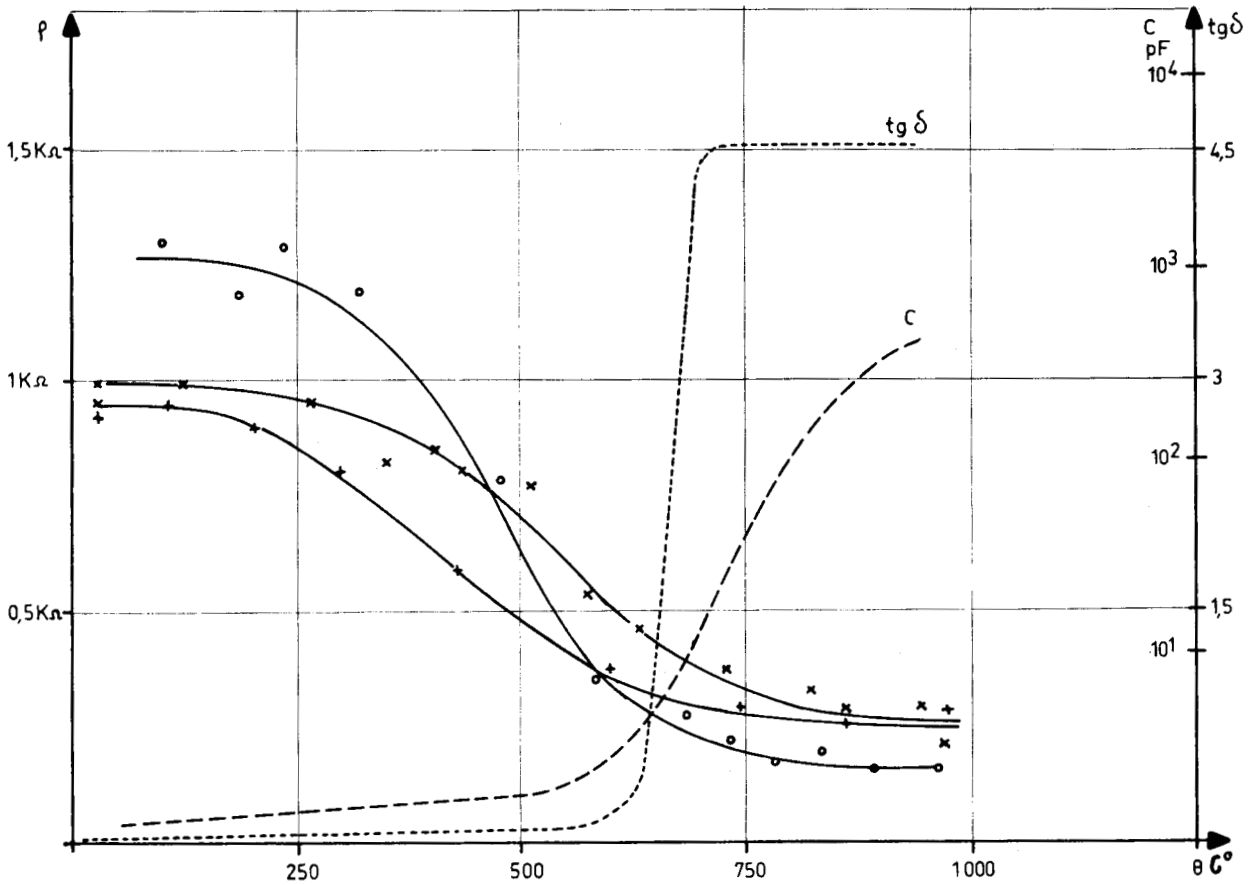


Fig.20 - VARIATION DE  $\rho$  EN FONCTION DE  $\theta$

Nous avons porté une valeur moyenne de la variation de  $\text{tg} \delta$  et de C, les courbes étant sensiblement identiques d'un cristal à l'autre.

Malgré une certaine dispersion des points de mesure, on peut voir que  $\rho$  passe de 1 k $\Omega$  à l'ambiante à 250  $\Omega$  environ aux alentours de 800°C pour présenter ensuite un léger palier.

Si l'on tient compte des valeurs maximales de  $\text{tg} \delta$  et C, au delà de 800°C, la relation

$$\text{tg} \delta = \frac{1}{C \omega_o R_f}$$

montre que la résistance de fuite parallèle  $R_f$  garde des valeurs élevées par rapport à celles mesurées pour  $\rho$ .

On peut dire que son influence est pratiquement négligeable sur la valeur de la résistance totale équivalente à la résonance. Par contre, si l'on se réfère aux valeurs moyennes de  $\rho$  mesurées au Q mètre à l'ambiance - Fig. 10 - on voit que celles résultant des mesures effectuées par la méthode de substitution sont nettement supérieures. Ceci provient du fait que, dans le cas des mesures au Q mètre, l'influence des lignes et des contacts est réduite à une valeur minimum. En effet, le cristal est connecté aux bornes mêmes du circuit de mesure, les contacts étant particulièrement soignés et de bonne qualité (paragraphe 6.1.) Il n'en n'est pas de même dans le montage destiné aux mesures faites en fonction de la température. La multiplicité de ces dernières nous oblige à utiliser une certaine longueur de ligne destinée à assurer la liaison entre les différents appareils et le cristal en essai dans le four. De plus, la nécessité d'assurer un contact, aussi bon que possible sur un cristal porté à une température voisine de 900°C pose de nombreux problèmes (obtention d'une pression constante ; phénomènes d'oxydation).

Néanmoins, si l'on considère que la résistance globale correspondant aux influences parasites des lignes et contacts se situe autour d'une valeur sensiblement constante, on peut dire que dans l'ensemble, la résistance équivalente  $\rho$  d'un cristal à la résonance diminue d'une façon sensible avec la température. Ceci implique que pour un signal d'excitation d'amplitude constante, la puissance électrique transformée sous forme mécanique augmentera avec la température, d'autant plus que parallèlement le coefficient de couplage  $k_c$  suit la même variation.

#### 8. PRECISION ET LIMITE DES METHODES DE MESURES UTILISEES

Les différentes mesures effectuées au moyen du Wobulateur, et suivant les méthodes définies dans les paragraphes précédents, nous ont permis de comparer les résultats avec ceux obtenus au moyen du Q mètre à la température ambiante (une plus grande précision résultant de l'emploi de ce dernier appareil).

Nous allons essayer, dans les paragraphes suivants, d'explicitier pour chaque paramètre, les différences existant entre les valeurs mesurées et éventuellement celles données par la littérature. Nous préciserons, autant qu'il se peut, les limites et possibilités des méthodes utilisées pour effectuer les mesures en fonction de la température.

### 8.1. Précautions de montage et appareillage de mesure

En haute fréquence, les caractéristiques des lignes et connexions revêtent une importance toute particulière. Les inductions et capacités entre les différents organes des circuits de mesure peuvent introduire des réactions parasites susceptibles d'influencer considérablement les valeurs recherchées. La disposition des appareils a été choisie de façon à réduire au maximum la longueur et le nombre des connexions. Ces dernières ont été réalisées en câble coaxial de façon à ce que les perturbations apportées par les capacités et inductances parasites restent sensiblement constantes aux cours des différents essais.

On a soigné plus particulièrement le blindage du circuit oscillant de mesure. Le couplage parasite introduit par l'opérateur effectuant l'accord est ainsi pratiquement négligeable si l'on prend la précaution de relier les lames mobiles du condensateur  $\Gamma$  à la masse.

L'expérience montre qu'il est très difficile de réaliser des mesures reproductibles sur un même cristal si on le déplace à l'intérieur de son montage destiné à le soumettre à une élévation de température. En effet, les capacités introduites par ce dernier lors de sa mise en place à l'intérieur du four, varient très légèrement d'une manipulation à l'autre. C'est ainsi que cette capacité résiduelle varie de  $\pm 1$  pF. Cette erreur est cependant négligeable devant la variation de capacité, d'un cristal soumis à une élévation de température. L'erreur relative introduite par les appareils de mesure se situe autour de  $\pm 1$  %, avec des valeurs notablement inférieures dans le cas des appareils numériques.

### 8.2. Mesure de la variation de fréquence de résonance $f_0$

Le repérage des fréquences caractéristiques de la crevasse sur l'écran du Wobulateur s'effectue en injectant un signal de fréquence connu dans le dispositif marqueur. Ce signal de repérage, d'une certaine largeur, présente un inconvénient lorsqu'il s'agit de définir avec précision les fréquences de résonance et d'antirésonance.

Nous avons mis en oeuvre un dispositif qui permet de mesurer l'erreur résultant de l'emploi du Wobulateur. La multiplicité des mesures à effectuer simultanément sur un cristal soumis à une élévation de température, ne permettait pas d'utiliser cette méthode beaucoup plus précise. Les difficultés présentées par une commutation indispensable sur les divers appareils, entraînant une cause d'erreurs importantes.

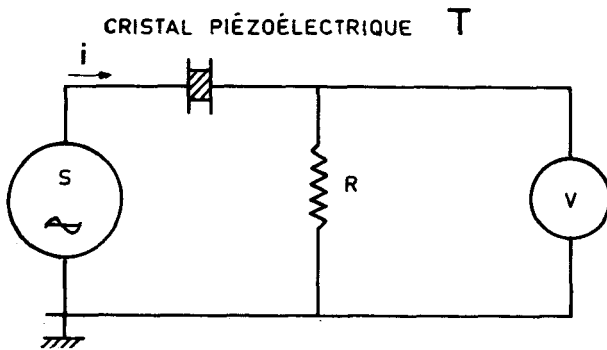


Fig. 21 - MESURE DE  $f_0$  - PRINCIPE

Le principe de la mesure est celui de la Fig. 21. Une source S de fréquence variable débite un courant  $i$  dans une résistance R à travers un cristal T. Un millivoltmètre permet de mesurer la tension aux bornes de R.

Si la fréquence délivrée par la source S est différente de la fréquence de résonance  $f_0$  du cristal, ce dernier se comporte comme une capacité relativement faible, le couplage est très lâche et le voltmètre V dévie peu.

Par contre, si la fréquence de la source S est égale à  $f_0$ , l'impédance que présente le cristal est équivalente à la valeur  $\rho$  du schéma équivalent shuntée par la capacité C. La déviation du Voltmètre est plus importante et passe par un maximum pour  $f_0$ . Si la variation de fréquence de la source S est suffisamment progressive, le maximum de déviation peut être observé avec une grande précision.

La disposition de principe des mesures est représentée Fig. 22.

Nous avons utilisé comme générateur de fréquence variable, le Q mètre FERISOL, dont l'impédance de sortie de  $3 \Omega$  est très faible devant celle du circuit de mesure. De plus, un dispositif de réglage maintient constante la tension de sortie. La fréquence est mesurée au moyen d'un fréquencemètre numérique.

L'amplitude de tension aux bornes de R est lue sur un millivoltmètre haute fréquence, après amplification, de façon à mieux caractériser le pic de tension correspondant à la fréquence de résonance.

La Fig. 23 montre les deux courbes de la variation de fréquence de résonance,  $f_0$ , en fonction de la température, pour un cristal de  $\text{Li Nb O}_3$ . Les mesures ont été faites simultanément au Wobulateur et au millivoltmètre haute fréquence.

On peut remarquer la faible dispersion des points obtenus par la deuxième méthode. L'écart va en s'accroissant au fur et à mesure de l'élévation de température. Cette différence est due, pour une part au fait que la fréquence repérée sur l'écran du Wobulateur ne correspond pas exactement au centre de l'oscillation délivrée par le signal marqueur. La largeur de ce dernier représente environ 30 KHz.

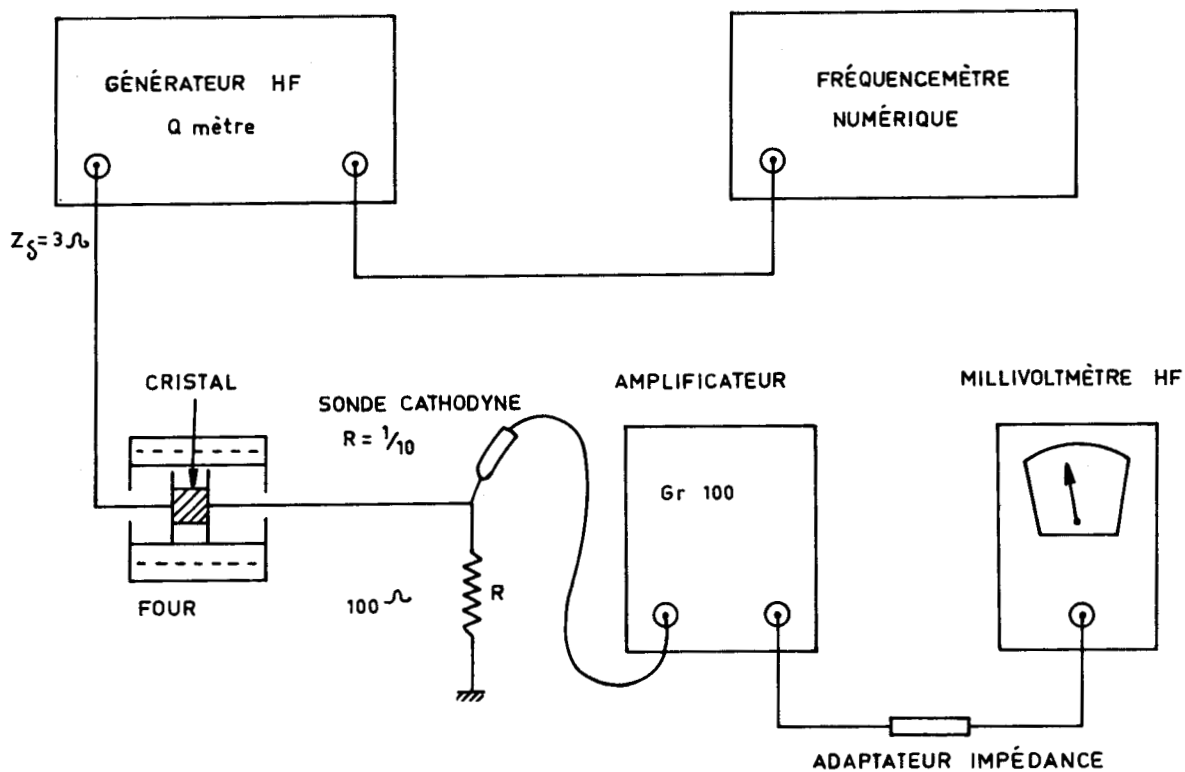


Fig. 22 - DISPOSITIF DE MESURE DE  $f_0$  AU MILLIVOLTMÈTRE HF

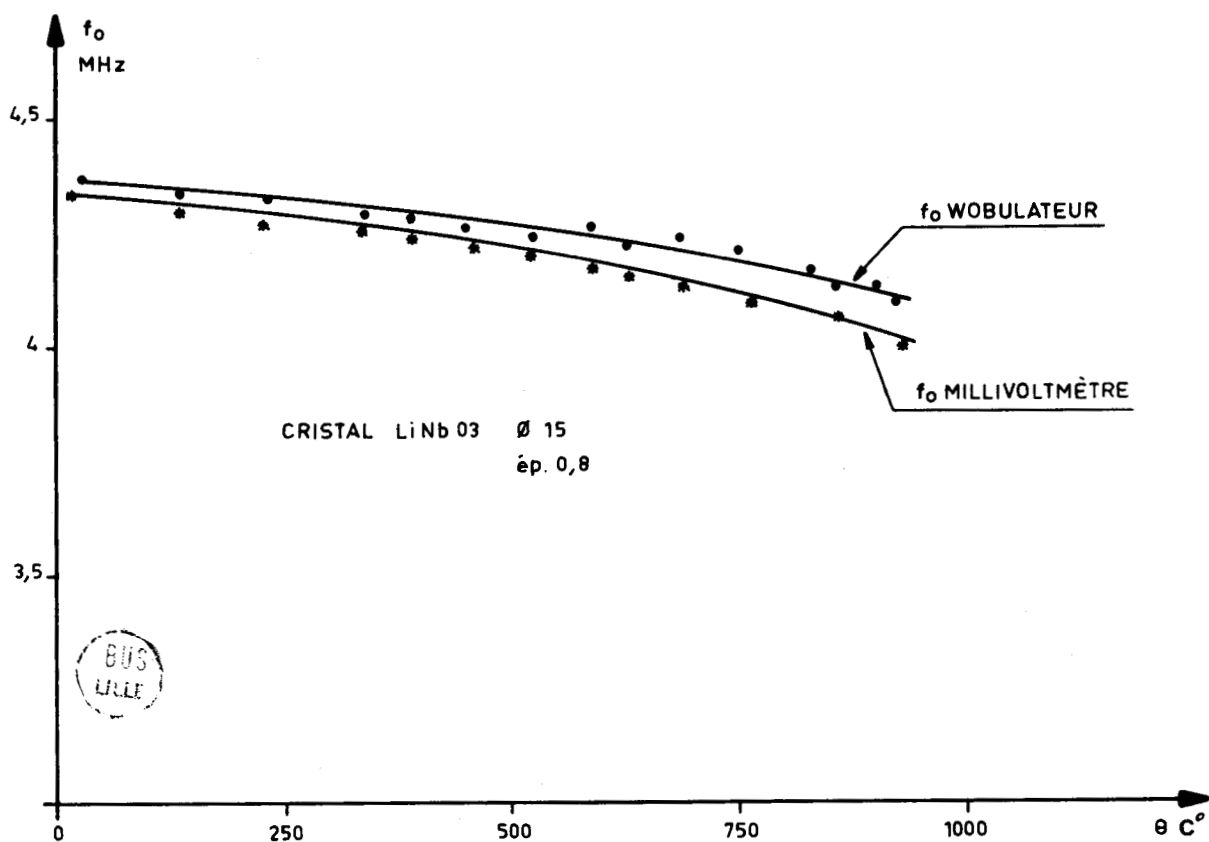


Fig. 23 - VARIATION DE  $f_0$  EN FONCTION DE  $\theta$  -  $\text{LiNbO}_3$

Toutefois, on peut considérer l'erreur comme constante, dans la mesure où l'opérateur se fixe une référence par exemple, l'amplitude maximum du signal marqueur. Cet accroissement de l'écart à haute température peut s'expliquer par le fait qu'au fur et à mesure de l'élévation de cette dernière, le fond de la crevasse ayant tendance à s'arrondir, le positionnement du signal marqueur est encore beaucoup plus imprécis.

On peut estimer, à la suite de nombreuses mesures effectuées, que dans le cas où la crevasse et les maxima qui l'encadrent sont nettement caractérisés, l'erreur est inférieure à  $\pm 20$  kHz. Par contre, lorsque les courbes sont plus arrondies, l'erreur absolue peut atteindre  $\pm 100$  kHz, soit une erreur relative de  $\pm 2,5$  % sur les fréquences mesurées (ces dernières se situant au voisinage de 4 MHz).

### 8.3. Mesure de $k_c$

Il est évident, qu'en première approximation, la précision de mesure de  $k_c$  est liée directement à celle de la mesure des fréquences de résonance et d'antirésonance, en effet :

$$k_c \approx \sqrt{\frac{2 \Delta F}{f_0}} \quad (35)$$

Une cause d'erreur relativement plus importante provient du principe même de la mesure qui nécessite une approximation sur la valeur de  $\Delta F$  par rapport à  $f_0$ . Nous avons vu au paragraphe 5.1. que si les fréquences  $f_1$  et  $f_2$  étaient suffisamment voisines de  $f_0$ , nous pouvions écrire :

$$\sqrt{\frac{L}{\lambda}} \approx \frac{2 \Delta f}{f_0} \quad (21)$$

Pour une température donnée, les valeurs de  $\lambda$  et  $f_0$  seront constantes, impliquant que  $\Delta f$  reste directement lié à la valeur de  $L$ . Si l'on désire satisfaire à la condition énoncée plus avant, il importe d'avoir un  $\Delta f$  aussi faible que possible compatible avec une lecture correcte, obligeant à utiliser une bobine  $L$  de très faible valeur.

Par contre, la mesure de la fréquence de résonance qui s'effectue parallèlement nécessite l'emploi d'un circuit résonant possédant un coefficient de surtension élevé, pour permettre la mise en évidence du fond de crevasse ( $q_0$ ), ce qui amène à utiliser une bobine  $L$  de forte valeur. Le choix définitif de  $L$  résulte d'un compromis entre ces deux exigences contradictoires. Si l'on se réfère à la Fig. 16/e, on peut remarquer que les deux derniers points de mesure de la variation de  $k_c$  en fonction de  $\theta$  pour un cristal de  $\text{Li Nb O}_3$ ,

accusent une nette discontinuité dans l'évolution du phénomène. En effet, pour ces deux dernières mesures, nous avons été dans l'obligation de diminuer la valeur de la bobine L par suite de l'augmentation importante de C, qui ne pouvait plus être compensée au moyen du condensateur Γ. En extrapolant, on peut constater une diminution d'environ 10 % de la valeur de  $k_c$  due au remplacement d'une bobine de 5,22  $\mu\text{Hy}$  par une autre de 3,1  $\mu\text{Hy}$ .

La Fig. 24 illustre d'une façon particulière l'importance du choix de la bobine du circuit de mesure, et montre les réserves qu'il faut apporter quant à la valeur absolue du coefficient électromécanique de couplage mesuré.

Pour un même cristal de  $\text{Li Nb O}_3$ , nous avons relevé au Q mètre à la température ambiante, la courbe de résonance, en utilisant successivement une bobine d'accord L, de 5,22  $\mu\text{Hy}$  et de 1,84  $\mu\text{Hy}$ .

La valeur de  $k_c$  calculée à partir de cette dernière, accuse une diminution de 30 % par rapport à celle obtenue précédemment.

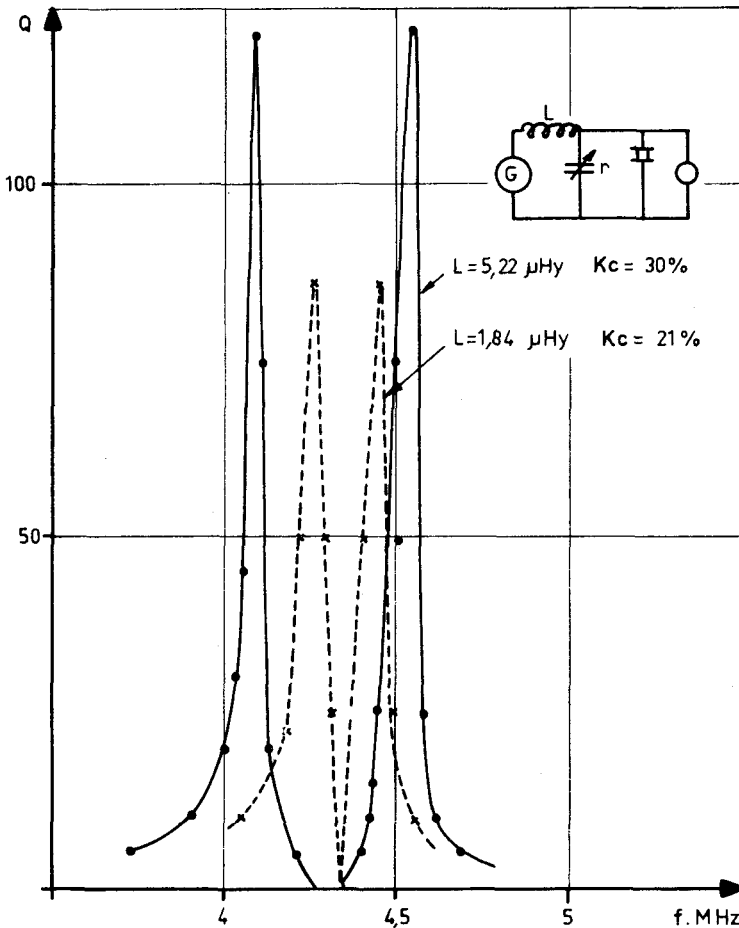


Fig. 24 - INFLUENCE DE L SUR  $K_c$

#### 8.4. Mesure des éléments du circuit équivalent

En ce qui concerne le calcul de  $\lambda$  et  $\gamma$ , et en se reportant aux équations (28), (30) :

$$\lambda = L \left( \frac{f_o}{f_2 - f_1} \right)^2 \quad (28)$$

$$\gamma = \frac{(f_2 - f_1)^2}{L \omega_o^2 f_o^2} \quad (30)$$

on voit que comme pour le calcul de  $k_c$ , les valeurs de  $\lambda$  et  $\gamma$  seront liées à celle de  $L$ , compte tenu de l'approximation de  $\Delta f$  par rapport à  $f_0$ .

A partir de l'équation (27)

$$\rho = Q_0 L \omega_0 \frac{U_1}{U_2} \quad (27) = L \omega_0 q_0$$

le calcul de la résistance équivalente  $\rho$ , montre qu'il est nécessaire de disposer d'une bobine  $L$  de valeur suffisante, pour pouvoir déterminer un  $q_0$ , parfois extrêmement faible, dans le cas des matériaux de bonne qualité.

On retrouve la même ambiguïté dans le choix de  $L$  pour la détermination de  $\lambda$ ,  $\gamma$  et  $\rho$ , que pour définir  $k_c$ . Les réserves émises précédemment restent valables.

Dans le cas d'une mesure effectuée au Q mètre, la mise en évidence d'un  $q_0$  de très faible valeur peut s'effectuer en mesurant la tension aux bornes du condensateur  $\Gamma$  au moyen d'un appareil de très grande sensibilité, après amplification.

Cette méthode a été utilisée pour les mesures effectuées au Q mètre sur certains cristaux. Ceci nous a permis de définir des  $q_0$  de l'ordre de 1,5 à 2.

Dans le cas du Wobulateur, cet artifice ne peut être retenu, du fait qu'il n'est pas possible d'intervenir sur les circuits internes de l'appareil. De plus, la bande passante de l'amplificateur de déviation verticale n'est pas suffisante, pour ne pas perturber l'amplitude du signal transitoire que constitue la crevasse. La détermination de  $q_0$  et de  $\rho$  devient alors extrêmement difficile.

Comme nous l'avons vu au paragraphe 7.9., une mesure de la résistance globale équivalente d'un cristal de  $Li Nb O_3$  a été effectuée par une méthode de substitution -Fig.18-. On trouvera Fig. 25 la courbe corrigée de la résistance de référence pour une fréquence de 4 MHz, correspondant à celle des mesures.

Nous allons essayer de définir la différence entre les valeurs mesurées et la valeur réelle de  $\rho$ .

Nous avons parlé de résistance globale équivalente. En effet, le principe même de la mesure donne une valeur globale des résistances en circuit, dont  $\rho$  ne représente qu'un élément. A la résonance, le schéma équivalent de l'ensemble constitué par le cristal piézoélectrique et le

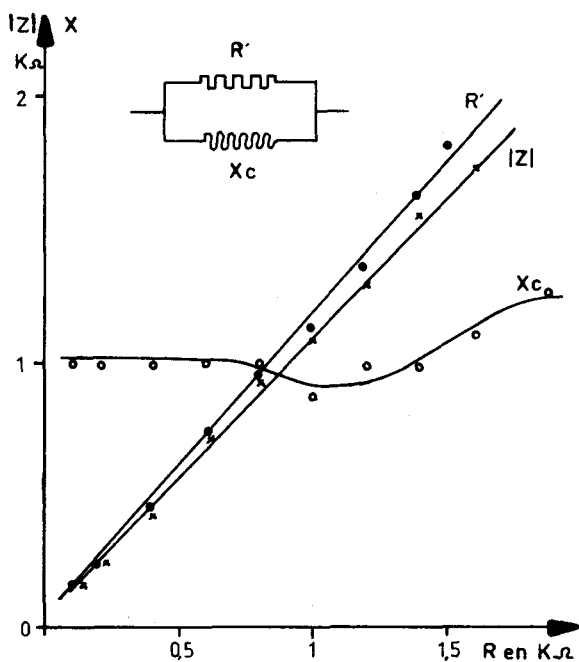


Fig.25\_ VALEUR CORRIGÉE DE L'IMPÉDANCE D'UN POTENTIOMÈTRE A 4 MHz



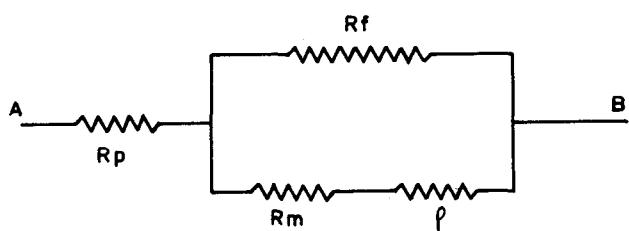


Fig. 26 - SCHÉMA ÉQUIVALENT A LA RÉSONANCE DU CRISTAL ET DU CIRCUIT DE MESURE

circuit de mesure, est analogue à celui de la Fig. 26, avec :

$R_p$  : pertes dans les lignes et contacts

$R_f$  : pertes diélectriques dans le matériau

$R_m$  : résistance équivalente aux contacts entre le cristal et son support

$\rho$  : dissipation d'énergie du cristal due au couplage acoustique dans le système - résistance équivalente.

La méthode par substitution consiste à remplacer l'ensemble équivalent par une résistance  $\mathcal{R}$  connue, qui amène un amortissement identique du circuit résonant de mesure LΓ pour la fréquence de résonance  $f_0$ .

Nous avons :

$$\mathcal{R} = \frac{R_f (R_m + \rho)}{R_f + R_m + \rho} + R_p$$

On peut considérer que les pertes  $R_m$  dues au couplage acoustique du cristal sur ses supports sont faibles et constantes.

En les négligeant :

$$\mathcal{R} = \frac{R_f \cdot \rho}{R_f + \rho} + R_p$$

Il semble assez difficile de définir d'une façon absolue les valeurs de ces trois paramètres représentant la résistance globale équivalente, du fait que leur influence varie avec la température.

Si l'on compare les mesures effectuées à l'ambiance au Q mètre, on s'aperçoit que les valeurs trouvées par la méthode de substitution sont 3 fois plus grandes. L'erreur sur la valeur mesurée provient pour une grande part des résistances électriques de contact sur le cristal auxquelles s'ajoutent celles des lignes. Si l'on peut considérer ces dernières comme constantes, il n'en n'est pas de même pour les précédentes, qui, très certainement voient leur valeur diminuer avec la température.

Ce qui semble confirmé par l'examen des courbes de la Fig. 20 montrant les variations de la résistance équivalente en fonction de  $\theta$  sur des cristaux de  $\text{Li Nb O}_3$ . On peut voir que la dispersion des points de mesure est nettement plus sensible au début de l'essai, et qu'elle diminue au fur et à mesure que la température s'élève pour se stabiliser à partir de 750°C environ. Nous avons pu

constater au défournement des cristaux, que les contacts restaient collés sur le cristal par suite d'une légère diffusion des électrodes en argent. Ce phénomène améliore sensiblement la nature de la liaison électrique.

Aux alentours de 900°C, l'angle de pertes  $\text{tg } \delta$ , ainsi que la capacité  $C$  permettent de définir approximativement une résistance de fuite parallèle

$$\begin{aligned} \text{tg } \delta &\approx 4,5 \cdot 10^{-2} \\ C &\approx 2 \cdot 10^{-10} \\ \omega_0 &\approx 25 \cdot 10^6 \\ R_f &= \frac{1}{C \omega_0 \text{tg } \delta} \approx 4,5 \text{ k}\Omega \end{aligned}$$

A cette température, si l'on néglige les pertes en lignes et aux contacts, le cristal représente une charge  $\rho$  de 260  $\Omega$  shuntée par une résistance de fuite de 4,5 k $\Omega$ .

Il n'en reste pas moins vrai qu'il est très difficile de vouloir définir la valeur réelle de  $\rho$  à partir de celle de la résistance globale équivalente mesurée par substitution, dans la mesure où les valeurs de  $R_p$  et  $R_m$  sont mal définies. Néanmoins, on peut admettre comme valable la tendance du phénomène, traduisant une diminution de la résistance équivalente  $\rho$  avec la température.

On peut dire que pour un cristal de  $\text{Li Nb O}_3$  donné, si la valeur de  $\rho$ , mesurée au Q mètre à l'ambiance est de 350  $\Omega$  environ, cette résistance se ramène aux environs de 200  $\Omega$  à 900°C.

#### 8.5. Mesure de C

L'erreur sur la mesure de  $C$  se ramène en fait à celle du pont d'impédance qui est inférieure à  $\pm 1$  %. La capacité parasite résiduelle des lignes ainsi que celle résultant de l'ensemble du montage, à l'intérieur du four restent pratiquement constantes, de l'ordre de 98 à 100 pF au total.

#### 9. CONCLUSION CONCERNANT LES ESSAIS PRELIMINAIRES ET LE CHOIX DES MATERIAUX

Suite aux remarques émises précédemment, on peut se rendre compte des difficultés que présente l'interprétation des résultats des mesures effectuées sur un cristal piézoélectrique en vue de définir ses constantes en fonction de la température. On s'aperçoit que chaque dispositif d'essai devrait être conçu en fonction du paramètre recherché, principalement en ce qui concerne le choix de la bobine  $L$  du circuit résonant de mesure.

Le fait de n'avoir pu définir avec précision certains paramètres du schéma équivalent, ne présente pas un inconvénient majeur, par rapport au but final de cette étude. En effet, les valeurs mesurées sur un cristal libre, se trouveront profondément modifiées lorsqu'il sera chargé par la lame mince de protection, en vue de son immersion dans le sodium liquide. De plus, les connexions nécessaires à son alimentation modifieront notablement l'impédance complexe que l'ensemble du transducteur présentera vis à vis du générateur auquel il sera raccordé.

Cependant, ces diverses mesures nous ont permis de préciser la valeur de quelques paramètres importants. Ils nous permettent d'effectuer un choix valable, parmi les différents matériaux piézoélectriques susceptibles d'être utilisés dans la mise au point d'un transducteur ultrasonore pouvant fonctionner à haute température.

Le métaniobate de lithium -  $\text{Li Nb O}_3$  - possède les qualités nécessaires à une telle réalisation - température de Curie très élevée :  $1210^\circ\text{C}$ , coefficient de couplage électromécanique  $k_c$  augmentant sensiblement avec la température, pertes diélectriques négligeables en dessous de  $630^\circ\text{C}$  - L'évolution de  $k_c$  laisse supposer toutes choses égales par ailleurs, que la sensibilité des transducteurs sera meilleure aux températures d'utilisation prévues qu'à l'ambiante.

2ème PARTIE

ETUDE ET REALISATION DE TRANSDUCTEURS  
ULTRASONORES FONCTIONNANT EN TEMPERATURE  
DANS LE SODIUM LIQUIDE



## 1. TRANSDUCTEURS HAUTE TEMPERATURE - PROBLEMES GENERAUX POSES PAR LEUR REALISATION

### 1.1. Généralités

Si l'on envisage une utilisation des transducteurs haute température dans les réacteurs refroidis par des métaux liquides du type Phénix, où le sodium est utilisé comme élément caloporteur, il apparaît rapidement que plusieurs impératifs d'ordre technique imposent une conception particulière.

Il est nécessaire que le transducteur puisse être déplacé dans la cuve contenant le sodium, ce qui implique que la tête sensible soit totalement immergée dans ce dernier, ainsi qu'une partie du câble assurant la liaison avec le générateur électrique. Le sodium étant particulièrement actif avec un grand nombre de matériaux, le corps des transducteurs a été entièrement réalisé en acier inoxydable. Pour respecter les règles de sécurité en présence de sodium fondu, auxquelles s'ajoutent celles imposées par l'exploitation des réacteurs, aucune entrée d'air ne peut être tolérée, ce qui impose un corps de transducteur totalement étanche.

Il résulte de tous ces préalables que le cristal devra être introduit dans un boîtier étanche en acier inoxydable ; l'émission du faisceau d'ultrasons se fera au travers d'une lame protectrice.

La liaison à réaliser entre l'élément piézoélectrique et la lame protectrice doit aboutir à un contact mécanique aussi parfait que possible. Il en est de même éventuellement pour la liaison qui pourrait exister avec un amortisseur chargeant l'autre face du cristal. De plus, il importe que ces liaisons soient conductrices pour assurer la liaison électrique entre les deux faces du cristal, avec d'une part le point chaud du générateur, et d'autre part le corps du transducteur qui est à la masse.

### 1.2. Remarque sur les matériaux utilisés

Comme nous le verrons par la suite, un certain nombre d'essais préliminaires ont été nécessaires avant que l'on puisse envisager l'utilisation de cristaux de métaniobate de lithium dont l'apparition sur le marché est relativement récente.

Ces essais ont eu surtout pour objectif, la définition de la géométrie des transducteurs destinés à fonctionner en température dans le sodium, ainsi que la mise au point d'une technologie de collage du matériau piézoélectrique sur une lame protectrice en acier inoxydable.

Cette étude préliminaire a été menée en utilisant surtout du zirconate titanate de plomb ( $\text{Pb Zr Ti O}_3$ ) type PZT5 dont la température de Curie est de  $365^\circ\text{C}$ .

On pourrait s'étonner que le quartz, qui possède une température de Curie de  $560^\circ\text{C}$  voisine des températures limites fixées pour cette étude ( $650^\circ\text{C}$ ) ne soit pas utilisé. Il faut tenir compte de trois éléments qui nous ont amenés à ne pas envisager une telle utilisation :

- 1°) Le coefficient de couplage du quartz en tant qu'émetteur d'ondes acoustiques est très faible :  $k_c = 0,1$  ; alors que le  $\text{Pb Zr Ti O}_3$  type PZT5 voit ce coefficient se situer autour de 0,5. Ce rendement de la transformation de l'énergie électrique en énergie acoustique augmente avec la température, contrairement au quartz.
- 2°) Il se trouve que la gamme des produits susceptibles d'être utilisés en tant qu'adhésifs, entre un cristal piézoélectrique et un support métallique présente une discontinuité dans les températures de cuisson :
  - adhésif à base de résine époxy : température de cuisson  $300^\circ\text{C}$  maxi.
  - adhésif à support céramique : nécessite une cuisson à une température d'au moins  $700^\circ\text{C}$ .

Compte tenu des températures de Curie, seuls les adhésifs subissant une cuisson à  $300^\circ\text{C}$  pouvaient être utilisés. Le quartz ne présentait plus d'intérêt du fait de son faible rendement.

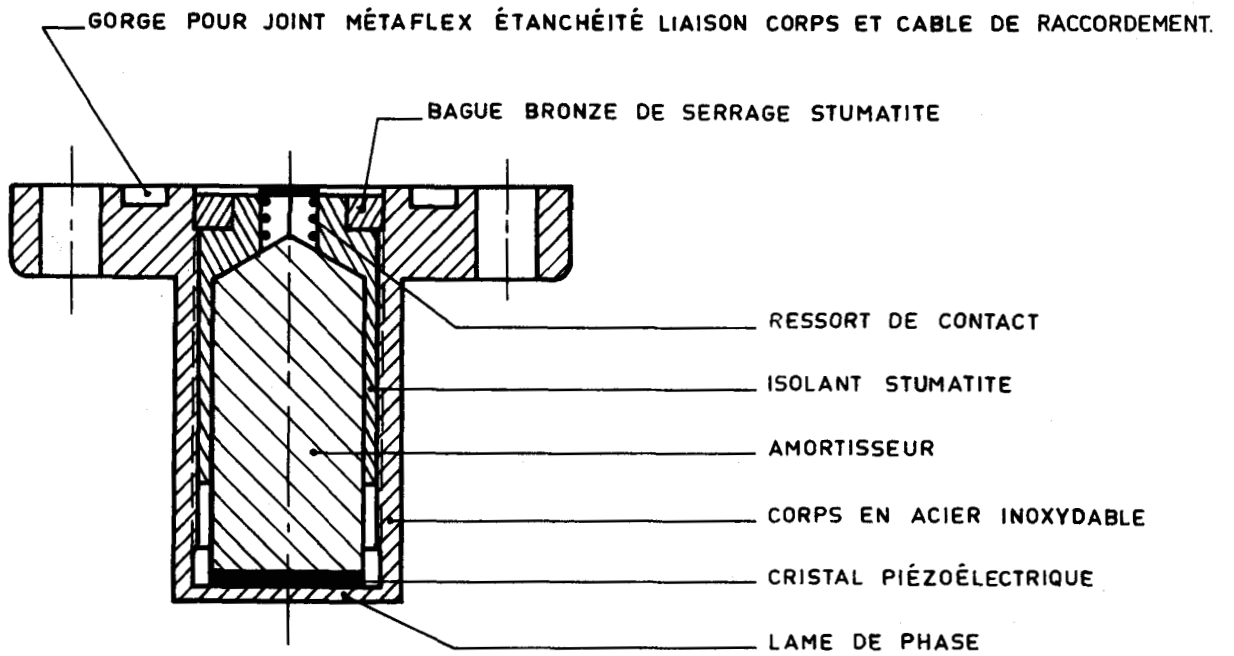
- 3°) Le coefficient de dilatation du quartz, très différent de celui des aciers inoxydables servant de support, posait de nombreux problèmes. Une jonction entre ces deux matériaux serait soumise à de très fortes contraintes par suite de la température élevée d'utilisation.

### 1.3. Conception des transducteurs haute température

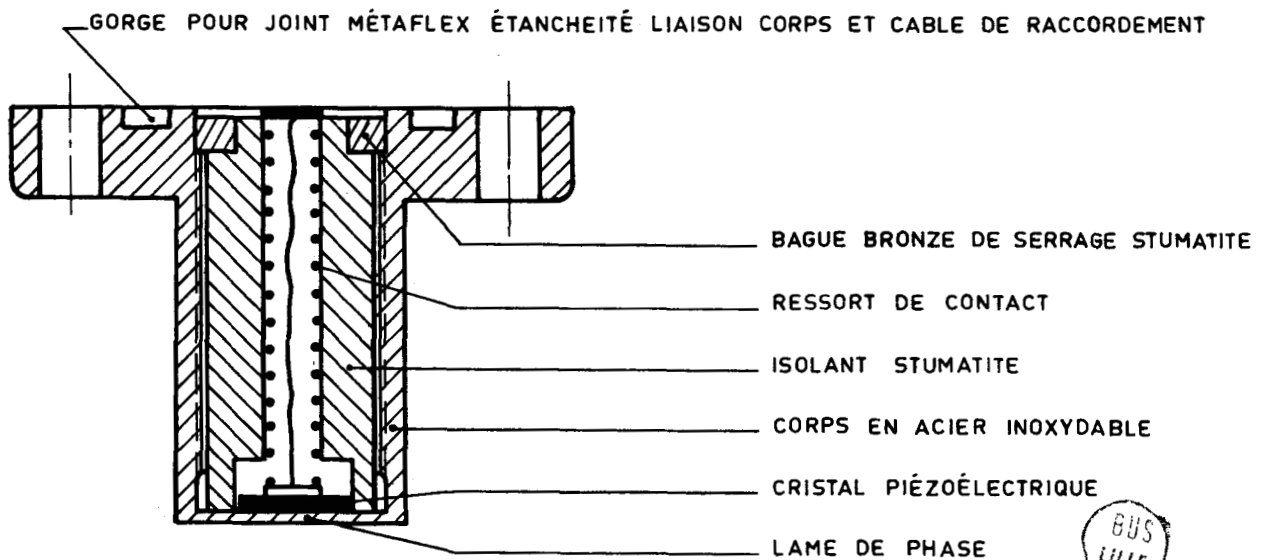
Nous avons défini à priori deux modèles de transducteurs haute température, l'un amorti mécaniquement, l'autre non amorti. La conception de base reste identique ; le matériau piézoélectrique est contenu dans une enveloppe hermétique en acier inoxydable - Fig. 27 -

#### 1.3.a - Transducteurs amortis

Nous avons prévu de pouvoir charger la face arrière du cristal par un matériau amortisseur de façon à augmenter si possible le pouvoir de résolution, par l'obtention de signaux courts, par exemple pour les applications de détection ultrasonore.



a) TRANSDUCTEUR AVEC AMORTISSEUR



b) TRANSDUCTEUR SANS AMORTISSEUR

Fig.27 - TRANSDUCTEUR HAUTE TEMPÉRATURE - PRINCIPE



La partie conique terminant ces amortisseurs impose à l'onde plane se propageant dans le milieu amortisseur, de revenir vers le cristal après un temps de parcours suffisamment long, pour que l'énergie détectée soit faible.

Ces transducteurs comprennent un corps en acier inoxydable. L'étanchéité avec la pièce servant à l'arrivée du courant est réalisée par un joint Métaflex. Une bague en bronze vient, par l'intermédiaire d'une pièce isolante, presser le cristal entre l'amortisseur et la lame mince constituée par le fond du boîtier. Les surfaces en contact sont au préalable enduites d'un adhésif qui assure la liaison électrique et mécanique.

### 1.3.b - Transducteurs non amortis

Ce type de transducteur a été prévu en raison du fait qu'au début de cette étude nous ne pouvions savoir à priori quelle serait l'utilité d'un amortisseur, compte tenu de l'influence de la lame de phase disposée sur le trajet des ondes acoustiques.

L'ensemble mécanique est identique à celui des transducteurs amortis. Un ressort court-circuité par une liaison destinée à limiter la self-induction, vient assurer le contact électrique sur la face supérieure du cristal préalablement métallisé. Ce dernier est collé sur la lame mince.

## 2. INFLUENCE DE LA LAME MINCE

### 2.1. Généralités

La conception même des transducteurs haute température fait que le cristal piézoélectrique émet dans le milieu de couplage au travers d'une lame mince de protection en acier inoxydable.

Comme le montre les travaux de J. MARINI et G. FARGES [10], il importe de bien préciser l'épaisseur optimale de cette lame de phase, suivant les matériaux employés pour la lame, le milieu de couplage et la fréquence de travail de façon à réduire autant qu'il se peut l'influence de cet obstacle sur la qualité des signaux acoustiques émis ou reçus.

### 2.2. Etude théorique

L'étude effectuée par J. MARINI et G. FARGES [10] a été conduite en considérant le cas d'un récepteur piézoélectrique. L'onde incidente ultrasonore venant exciter le cristal, au travers d'une lame d'épaisseur variable sur laquelle il est collé. Un certain nombre d'essais réalisés par la suite ont montrés que les résultats pouvaient s'appliquer de la même façon au cas d'un émetteur ultrasonore.

Nous ne donnerons qu'un résumé succinct des différents calculs qui ont fait l'objet d'une publication détaillée.

Pour simplifier, l'amortissement des différents milieux de propagation est supposé nul.

La lame de phase est interposée entre la surface vibrante d'un cristal piézoélectrique et sa charge. La détermination de son épaisseur optimale sera faite en considérant la propagation d'une onde sinusoïdale dans les divers milieux rencontrés, notés de 1 à 4.

La Fig. 28 explicite le schéma considéré.

Dans notre cas, le milieu 1 correspond au sodium ; 2 à la lame de phase ; 3 au cristal piézoélectrique ; 4 à la charge acoustique existant sur la face arrière du cristal qui peut être soit de l'air, soit un matériau amortisseur. Les impédances acoustiques sont notées respectivement  $Z_1, Z_2, Z_3, Z_4$ .

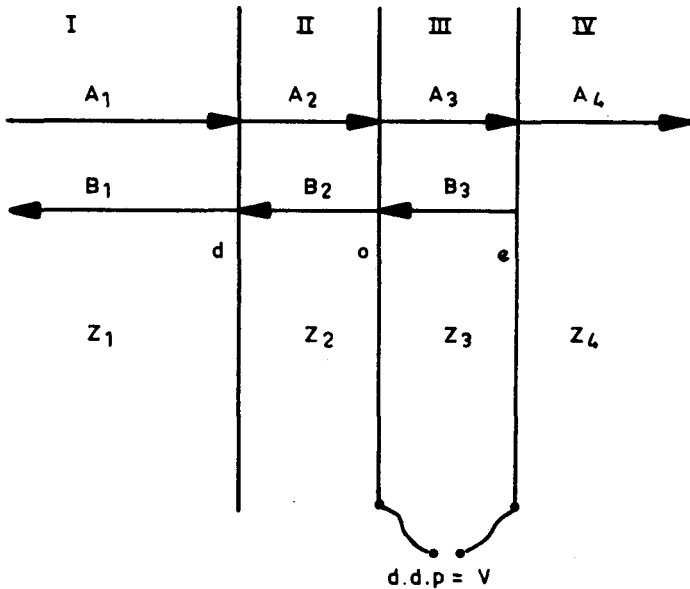


Fig. 28 \_ ÉNERGIE TRANSMISE ET RÉFLÉCHIE PRINCIPE

$T$  = contrainte de tension en newton/m<sup>2</sup>

$C$  = constante élastique en newton/m<sup>2</sup>

$u$  = déplacement de la particule

$\frac{du}{dx}$  = déformation résultante

On retrouve la loi de NEWTON en mécanique :

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = \frac{\partial T}{\partial x} \quad (40)$$

L'équation fondamentale de propagation d'une onde acoustique est :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = v^2 \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \quad (37)$$

avec  $v$  = vitesse des ondes acoustiques

$u$  = déplacement mécanique

La solution est de la forme :

$$u = Ae^{-\frac{j\omega x}{v}} + Be^{\frac{j\omega x}{v}} \quad (38)$$

En tenant compte de la loi de HOOKE reliant la contrainte à la déformation, l'équation fondamentale relative aux matériaux non piézoélectriques est :

$$T = C \frac{\partial u}{\partial x} \quad (39)$$

A partir des équations (39) et (40) on retrouve l'équation de propagation d'une onde :

$$v^2 = \frac{C}{\rho} \quad (41)$$

Dans les matériaux piézoélectriques, l'équation (39) reliant la contrainte à la déformation, se trouve modifiée par le phénomène piézoélectrique. Dans ce cas, nous avons :

$$T = C \frac{\partial u}{\partial x} - h D \quad (42)$$

$$E = -h \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{D}{\epsilon} \quad (43)$$

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = \frac{\partial T}{\partial x} \quad (44)$$

avec  $D =$  induction électrique en coulomb/m<sup>2</sup> suivant OX

$\epsilon =$  permittivité diélectrique en farad/m sous contrainte

$h =$  constante piézoélectrique de déformation en m/volt ou coulomb/newton à induction électrique constante

$E =$  champ électrique en volt/m

à partir des équations (42) et (44) on tire :

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = C \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} - h \frac{\partial D}{\partial x} \quad (45)$$

Si l'on fait l'hypothèse que les charges d'espaces sont localisées à la surface du matériau, le théorème de GAUSS  $\text{div. } D = 0$  donne :

$$\frac{\partial D}{\partial x} = 0$$

On retrouve l'équation (37) relative à la propagation d'une onde acoustique. Ce qui montre que le même type d'équation peut s'appliquer à des matériaux piézoélectriques ou non, et avec le même type de solution représentée en (38) pour le déplacement des particules.

En intégrant (43) entre 0 et e, et en considérant que D ne dépend pas de x, nous obtenons la relation donnant la différence de potentiel V entre les deux faces du cristal :

$$V = \int_0^e E dx = -h (v_a - v_o) + \frac{D e}{\epsilon} \quad (46)$$

Ce dernier terme peut s'écrire :

$$\frac{D_e}{\varepsilon} = \frac{Q}{C_o}$$

avec  $C_o$  équivalent à la capacité du cristal sous contrainte constante.

En écrivant les équations des déplacements et des tensions dans les différents milieux, en tenant compte des conditions aux limites qui imposent

1°) égalité des vitesses aux interfaces

2°) égalité des tensions aux interfaces

et en posant :

$$r_d = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} \quad r_o = \frac{Z_3 - Z_2}{Z_3 + Z_2} \quad r_a = \frac{Z_3 - Z_4}{Z_3 + Z_4}$$

nous obtenons après calcul une formule générale qui exprime le rapport du potentiel à l'onde incidente, en fonction de l'épaisseur  $d$  de la lame de phase, et de celle du cristal  $e$ , ainsi que de l'impédance des différents milieux

$$\left[ \frac{V}{h.A_1 \cdot e^{\delta_1} (1 - r_d) (1 - r_o)} \right] = \dots$$

$$\dots = 2 \left[ \frac{(r_a^2 + r_e + 1) - (r_e + 1)^2 \cos \frac{2\pi e}{3} + 2 r_a \cdot \cos \frac{4\pi e}{3}}{r_e^2 (r_o^2 + r_d^2) + (1 + r_d \cdot r_o)^2 - 4 r_d \cdot r_o \cdot \sin^2 \frac{2\pi d}{\lambda_2} + \dots} \right]$$

$$\dots + 2 r_o \cdot r_d \cdot r_e^2 \cdot \cos \frac{4\pi d}{\lambda_2} - 2 r_o \cdot r_e (1 + r_d^2) \cos \frac{4\pi e}{\lambda_3} - \dots$$

$$\dots - 2 r_e \cdot r_d \cdot r_o^2 \cdot \cos 2\pi \left( \frac{2d}{\lambda_2} - \frac{2e}{\lambda_3} \right) - \dots$$

$$\dots - 2 r_d \cdot r_e \cdot \cos 2\pi \left( \frac{2d}{\lambda_2} + \frac{2e}{\lambda_3} \right) \quad (47)$$

En pratique l'épaisseur du cristal satisfait à la condition

$$\frac{e}{\lambda_3} = \frac{1}{2} \Rightarrow \cos \frac{2\pi e}{\lambda_3} = -1 \quad \cos \frac{4\pi e}{\lambda_3} = 1$$

L'expression générale (47) peut alors s'écrire sous une forme plus simple :

$$\frac{V^2 \left[ (1 - r_o \cdot r_e) + r_d (r_o - r_e) \right]^2}{\left[ 2h \cdot A_1 (1 - r_d) (1 - r_o) (1 + r_e) \right]^2} = \dots$$

$$\dots = \frac{1}{1 + \frac{4 (1 - r_o \cdot r_e) (r_e - r_o) r_d}{\left[ 1 - r_o \cdot r_e + r_d (r_o - r_e) \right]^2} \sin^2 \frac{2\pi d}{\lambda_2}}$$

Le second membre de cette égalité est de la forme :

$$\frac{1}{1 + A \cdot \sin^2 \frac{2\pi d}{\lambda_2}}$$

L'influence de la lame de phase située devant le cristal piézoélectrique s'évalue à partir du signe de coefficient de :

$$\sin^2 \frac{2\pi d}{\lambda_2}$$

On voit que pour  $d = k \frac{\lambda}{2}$  et avec un coefficient  $A > 0$

nous aurons un maximum d'énergie transmise.

Par contre, pour  $A < 0$  ce maximum a lieu pour  $d = (2k + 1) \frac{\lambda}{4}$

On peut maintenant à partir de cette formule examiner deux cas particuliers qui tiennent compte de la valeur du milieu arrière  $Z_4$

$$1^\circ) Z_4 = 0 \Rightarrow r_e = \frac{Z_3 - Z_4}{Z_3 + Z_4} = 1$$

le coefficient de  $\sin^2 \frac{2\pi d}{\lambda_2}$  devient alors :

$$\frac{4 (1 - r_o)^2 r_d}{\left[ (1 - r_o) + r_d (r_o - 1) \right]^2} \text{ qui est du signe de } r_d$$

c'est-à-dire du signe de  $Z_2 - Z_1$  puisque  $r_d = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1}$

ce qui entraîne d'après ce qui a été dit plus avant :

a)  $Z_2 > Z_1$  donne un maximum de transmission pour  $d = k \frac{\lambda}{2}$

b)  $Z_2 < Z_1$  maximum de transmission pour  $d = (2k + 1) \frac{\lambda}{4}$

2°)  $Z_4$  présente une très grande impédance :

$$Z_4 \approx \infty \Rightarrow r_a = \frac{Z_3 - Z_4}{Z_3 + Z_4} = -1$$

le coefficient de  $\sin^2 \frac{2\pi d}{\lambda_2}$  devient :

$$\frac{4(1 - r_o^2)^2 r_d}{\left[ (1 + r_o) + r_d (r_o + 1) \right]^2}$$

ce qui après simplification nous donne :

$$- \frac{4r_d}{(1 + r_d)^2}$$

toujours en tenant compte du signe de  $r_d$ , nous trouverons des résultats inversés par rapport au cas précédent où  $Z_4 = 0$

- a)  $Z_2 > Z_1$  donne un maximum pour  $d = (2k + 1) \frac{\lambda}{4}$
- b)  $Z_2 < Z_1$  donne un maximum pour  $d = k \frac{\lambda}{2}$

On peut remarquer que l'impédance acoustique du milieu piézoélectrique n'intervient pas dans le calcul de l'épaisseur de la lame de phase.

La Fig. 29 montre que les résultats expérimentaux sont en accord avec les calculs théoriques. Toutefois, il subsiste un léger décalage des maxima et minima entre les valeurs mesurées et théoriques. Ceci peut s'expliquer par le fait que le cristal piézoélectrique est collé sur la lame de phase par un produit conducteur dont l'épaisseur est voisine du 1/10 de millimètre. On peut considérer cette colle comme un milieu supplémentaire qui perturbe les mesures.

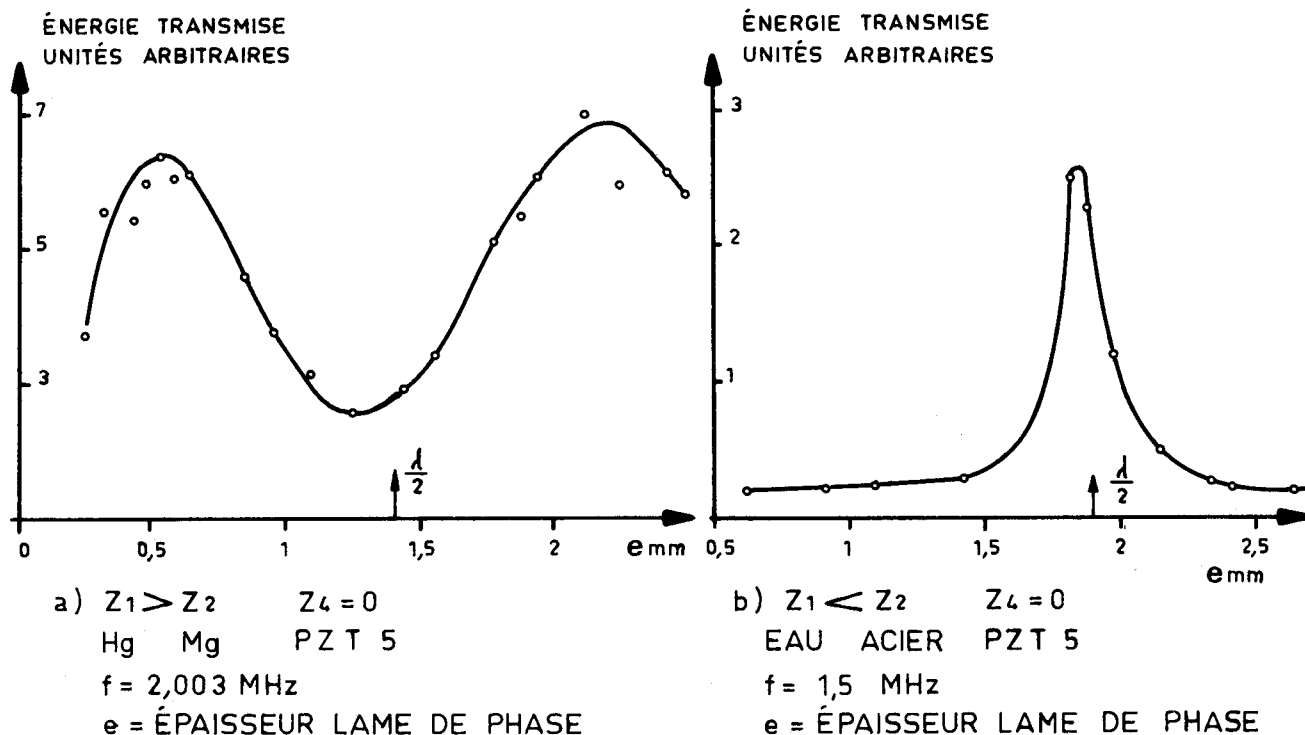


Fig.29 - INFLUENCE DE L'ÉPAISSEUR DE LA LAME DE PHASE

2.3. Influence de la lame de phase sur les signaux dans le cas où l'on émet et reçoit des trains d'onde

On pouvait supposer à priori que la présence de cette lame mince perturberait la forme des signaux acoustiques du fait des réflexions multiples qui y prendraient naissance.

La vérification expérimentale de cette hypothèse s'est révélée intéressante surtout dans les cas d'émission ou de réception d'impulsions acoustiques, où la forme du signal, et surtout sa durée, présentent une grande importance quant au pouvoir de résolution du transducteur ultrasonore.

L'étude a été faite en utilisant des trains d'ondes de 30  $\mu$ s de largeur.

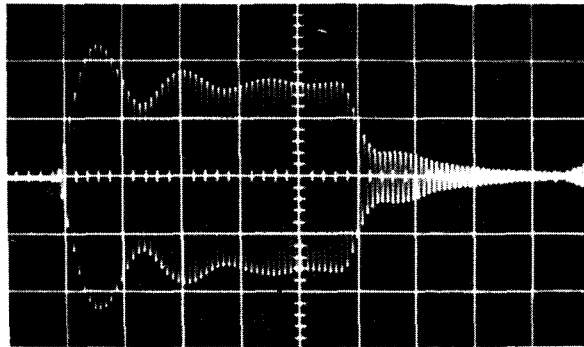
Les résultats n'ont fait que corroborer ceux obtenus en utilisant une émission continue d'ultrasons.

On peut observer une modulation de l'enveloppe du signal haute fréquence recueilli aux bornes du cristal qui dépend uniquement des milieux en présence et de l'épaisseur de la lame de phase - Fig. 30 -

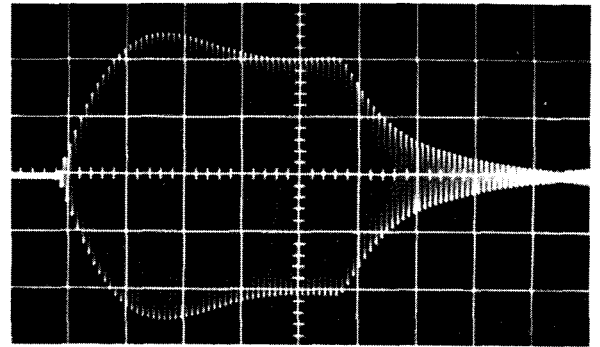
Lorsque cette dernière satisfait à

$$d = k \frac{\lambda}{2} \text{ ou } 2 (K + 1) \frac{\lambda}{4}$$

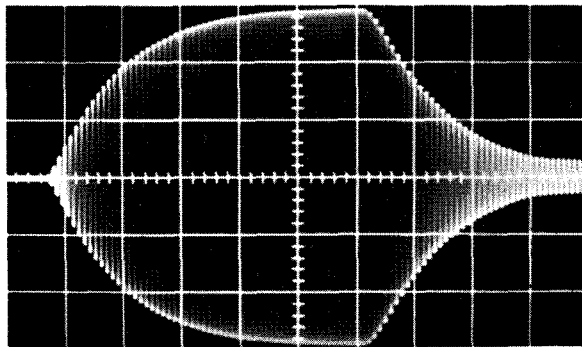
on peut constater que la modulation du signal haute fréquence disparaît et que l'amplitude reste stable ; par contre, les parties transitoires correspondant au front avant et arrière de l'impulsion ont une allure exponentielle.



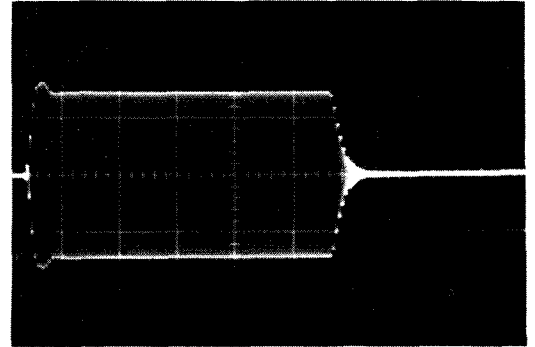
a) 0,5 V/cm d=2,5 ACIER



b) 1 V/cm d=2,6 ACIER



c) 2 V/cm d=2,7 ACIER =  $k \frac{\lambda}{2}$



d) 0,2 V/cm d=1,9 PLEXIGLAS

Fig. 30. ONDE TRANSMISE DANS LE CAS D'UNE LAME D'ACIER ET DE PLEXIGLAS

On peut expliquer ce phénomène à partir du schéma de la Fig. 31 qui montre l'amplitude des ondes réfléchies et transmises dans un système constitué par une lame de phase en acier sur laquelle est collé un cristal de  $\text{Pb Zr Ti O}_3$  type PZT5. Le milieu de couplage étant de l'eau, la face arrière du cristal n'étant pas chargée. Ces diverses ondes se composent en amplitude et en phase.

L'épaisseur de la lame de phase satisfaisant à la condition

$$d = k \frac{\lambda}{2}$$

les ondes réfléchies à l'interface eau/acier sont en phase avec celles réfléchies par l'interface cristal/air. On voit qu'après un certain nombre de réflexions, l'énergie réfléchie est suffisamment faible, compte tenu des pertes aux interfaces, pour que l'amplitude résultante puisse être considérée comme ayant atteint sa valeur maximum.

On peut dire que la présence d'une lame de phase fixe une limite au pouvoir de résolution des transducteurs haute température, du fait des réflexions multiples qui y prennent naissance et qui contribuent à allonger le signal. L'utilisation d'un amortisseur chargeant la face arrière du cristal, qui permettrait éventuellement l'obtention de signaux courts, ne paraît pas à priori aussi évidente que dans



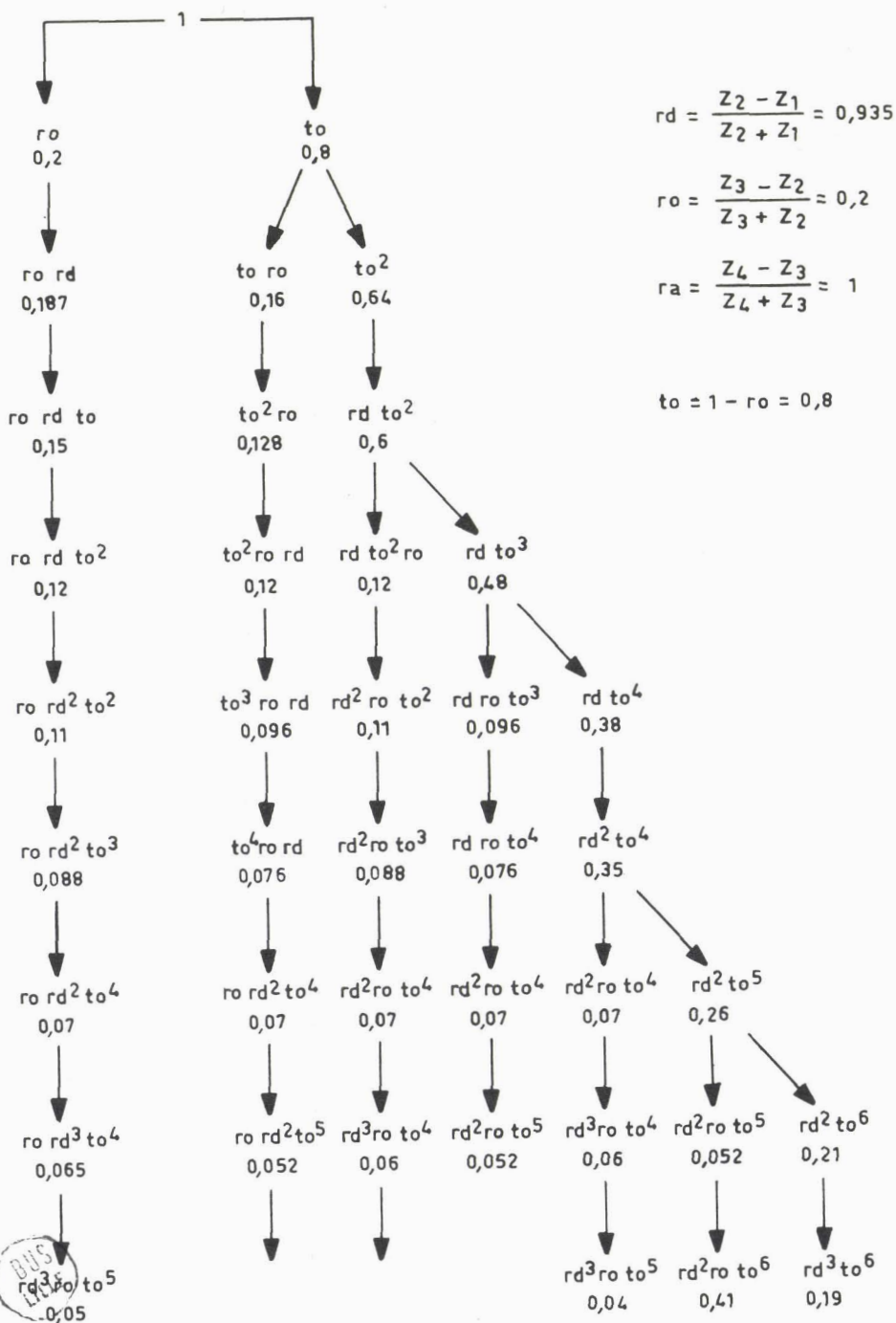
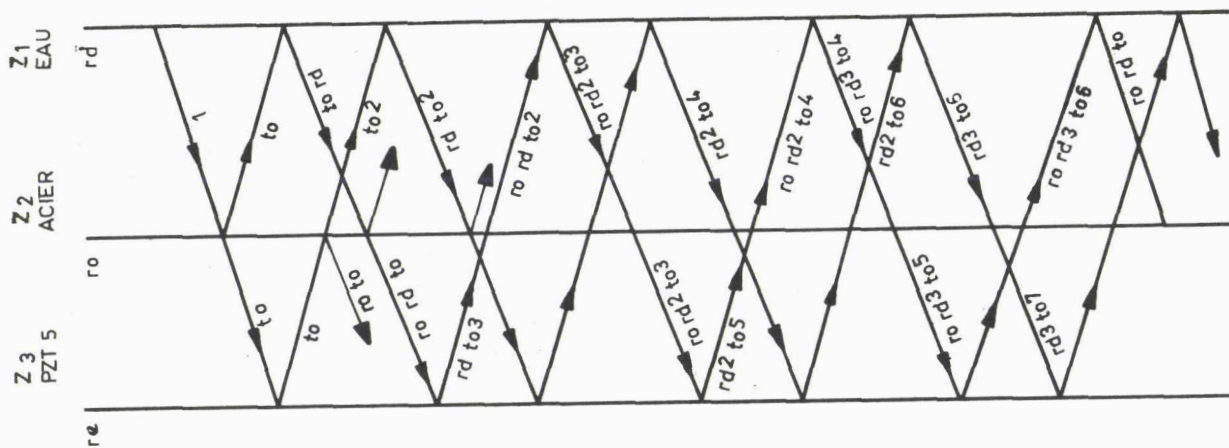


Fig. 31 - RÉFLEXIONS MULTIPLES DANS UNE LAME DE PHASE

le cas des transducteurs ultrasonores ordinaires, où le cristal est pratiquement en contact direct avec le milieu de couplage. De plus, le choix des matériaux présentant un fort coefficient d'absorption et susceptibles de tenir à haute température est relativement restreint.

2.4. Application aux transducteurs haute température devant émettre dans du sodium liquide

Si nous considérons le cas simple où la face arrière du cristal piézoélectrique n'est pas chargée acoustiquement par un matériau amortisseur mais par un gaz soit  $Z_4 \approx 0$ , nous pouvons définir l'épaisseur optimale de la lame de phase sur laquelle sera collée la pastille émettrice. En effet, cette épaisseur ne dépend que des impédances des différents milieux de couplage, à l'exclusion de celle du cristal piézoélectrique.

Dans une gamme de température située entre 20° et 400°C les impédances respectives de l'acier inoxydable et du sodium prennent les valeurs ci-dessous :

acier inoxydable	.....	$42 < Z_a < 45 \cdot 10^6$	$\text{kg/m}^2 \cdot \text{sec}$
sodium	.....	$2,2 < Z_a < 2,5 \cdot 10^6$	$\text{kg/m}^2 \cdot \text{sec}$

(cf. 4ème partie)

Dans toute la gamme de température  $Z_a$  acier  $>$   $Z_a$  sodium ce qui se ramène au cas où  $Z_1 < Z_2$ .

On peut considérer que si  $Z_4 \approx 0$ , le rapport  $\frac{Z_3 - Z_4}{Z_3 + Z_4}$  sera sensiblement égal à 1.

Ceci donne en première approximation :

$$d = k \frac{\lambda}{2}$$

3. DISPOSITIFS D'ESSAIS DES TRANSDUCTEURS HAUTE TEMPERATURE

Pour essayer les divers transducteurs fabriqués, nous avons utilisé des dispositifs qui permettent de relever la forme des champs acoustiques à l'ambiante. Deux méthodes ont été retenues : l'une consiste à faire un relevé continu avec enregistrement, l'autre est un procédé optique connu sous le nom de méthode de SCHLIEREN. Par la suite, nous avons mis au point d'autres dispositifs permettant de tester l'évolution de leur sensibilité et leur tenue dans le temps pour diverses températures. Nous décrirons successivement les méthodes de mesure à l'ambiante et celles concernant les essais en température.

Toutefois, le dispositif ayant été utilisé pour la mise au point d'une liaison céramique/métal tenant à 900° C fera l'objet d'une description plus particulière dans le cadre de l'étude traitant de cette jonction.

### 3.1. Relevé du champ acoustique d'un transducteur

#### 3.1.a - Principe

L'ensemble de la surface émissive d'un émetteur d'ultrasons peut être considéré comme une infinité de sources ponctuelles vibrant en phase. Si l'on considère un plan normal à l'axe d'émission, il est évident qu'en chaque point de ce plan, les ondes émises par ces sources ponctuelles vont interférer. La pression ultrasonore en un point du plan sera la somme algébrique des valeurs instantanées de l'amplitude des différentes ondes issues des sources ponctuelles et convergeant vers ce point. La différence de distance qu'auront à parcourir ces ondes aura un effet marqué sur la relativité des phases, et par là même, sur l'amplitude totale résultante. Dans le cas d'un émetteur idéal, dont toute la surface vibrerait en phase, et avec la même amplitude, on peut penser que l'image des pressions sonores, sur un plan perpendiculaire à l'axe d'émission présentera une certaine symétrie [11] [12].

Au contraire, dans la mesure où l'émission n'est pas homogène, la répartition de la pression va présenter une certaine dissymétrie, qui sera le reflet du défaut d'émission. Dans le cas où le cristal est collé sur une lame de phase, si la liaison n'est pas homogène, la carte des pressions acoustiques à une certaine distance de la face émettrice va présenter une image d'autant plus dissymétrique que l'hétérogénéité de la jonction sera marquée, de même, si la précision de l'usinage de la lame de phase est telle que toute sa surface ne présente pas en épaisseur la condition  $e = k \frac{\lambda}{2}$ .

#### 3.1.b - Appareillage

Cet appareillage réalisé au laboratoire a fait l'objet de plusieurs comptes rendus [11]. Il se compose essentiellement d'une cuve remplie d'eau dans laquelle est immergé le transducteur en essai, ainsi qu'une bille en acier servant de réflecteur, solidaire d'un récepteur d'ultrasons. Le transducteur à tester fonctionne en émetteur et envoie des trains d'ondes acoustiques en direction de la bille servant de réflecteur - Fig. 32 - Le récepteur dont la position est fixe par rapport à cet écran reçoit les échos de réflexion réémis par ce dernier. Ces échos auront une amplitude qui sera fonction de la pression acoustique existant à l'endroit où se trouve la bille.

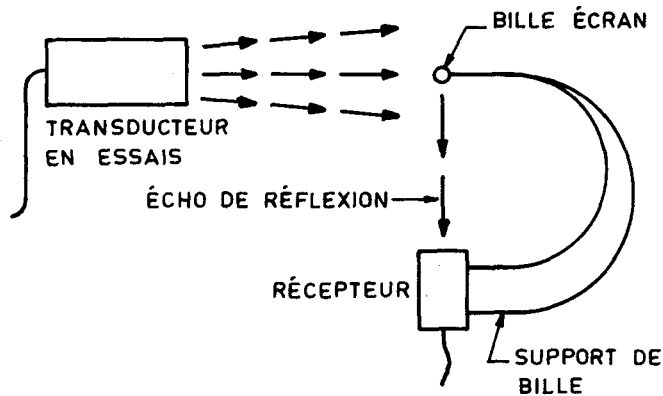


Fig. 32 - PRINCIPE DE RELEVÉ D'UN CHAMP ACOUSTIQUE

Un dispositif électromécanique permet à l'ensemble de détection d'effectuer un balayage en créneaux, soit dans un plan parallèle à l'axe d'émission, soit dans des plans normaux à cet axe, à des distances variables. L'émetteur et le récepteur sont reliés à un générateur d'ultrasons KRAUTKRAMER type USIP 10.W. Un sélecteur d'écho nous permet de disposer d'une tension analogique dont l'amplitude est fonction de celle de l'écho considéré.

Ce signal est traité dans un dispositif quantificateur que nous avons réalisé

et mis au point dans notre laboratoire. Ce sélecteur de niveaux transforme la modulation de tension résultant de la variation de pression acoustique en un certain nombre de niveaux quantifiés de tension auxquels correspondent respectivement des signaux de sortie à courant constant.

Le signal quantifié en courant attaque un enregistreur utilisant un papier électrosensible, dont le noircissement est proportionnel au courant qui le traverse. Aux différentes teintes obtenues, on peut relier différentes amplitudes de la pression acoustique existant dans le champ d'émission analysé. Le déplacement du papier s'effectue en synchronisme avec l'avance pas à pas des créneaux d'exploration du récepteur, tandis que le stylet scripteur reproduit le mouvement de balayage continu. On trouvera Fig. 33 le schéma de principe du dispositif de relevé des champs acoustiques.

### 3.2. Méthode de SCHLIEREN

#### 3.2.a - Principe de la méthode

La méthode de SCHLIEREN plus connue en France sous le nom strioscopie permet d'obtenir une image optique d'un faisceau d'ultrasons.

Trois grandeurs caractérisent une onde lumineuse : l'amplitude, la fréquence et la phase.

Notre oeil relie l'intensité à l'amplitude, la couleur à la fréquence, par contre, il ne peut percevoir les variations de phase.

Une onde lumineuse qui traverse un milieu transparent, subit des variations de phases qui nous demeurent invisibles.

Le but de la méthode de SCHLIEREN est la transformation des variations de phase en variation d'amplitude, donc d'intensité.

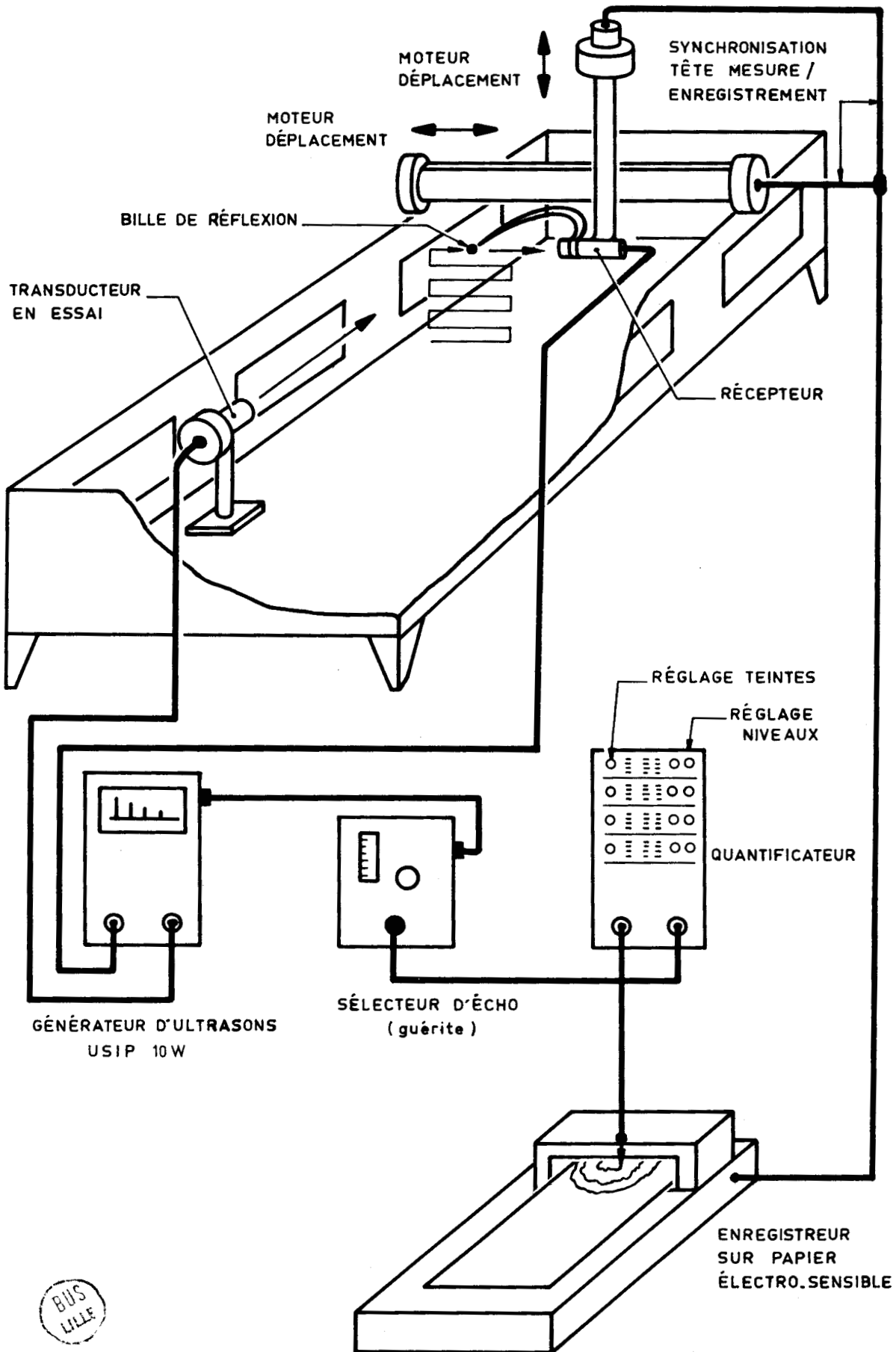


Fig. 33. DISPOSITIF DE RELEVÉ DES CHAMPS ACOUSTIQUES

En faisant intervenir la notion de rayon lumineux, on peut donner une explication élémentaire de la strioscopie - Fig. 34/a - : Une source ponctuelle S se trouve au foyer de la lentille  $L_1$  qui délivre des rayons parallèles. Ces derniers arrivent sur la lentille  $L_2$  et convergent au foyer image. Un écran opaque S' dont les dimensions sont sensiblement celles de la source S est placé au foyer image de  $L_2$ . Un écran E est placé en P', plan conjugué de P par rapport à  $L_2$ . Si les phénomènes sont exempts de toute perturbation dans le plan P, les rayons issus de S seront arrêtés par S' et aucune image ne sera visible sur l'écran E. Si une perturbation apparaît dans le plan P, les rayons qui le traversent seront diffractés. Ils ne seront plus parallèles à l'ensemble du faisceau, et passeront à côté de S' pour former une image dans le plan E. Lorsque l'on veut visualiser une propagation ultrasonore, la perturbation dans le plan P sera produite par le passage d'une onde acoustique de haute fréquence. Des variations d'indice dans le milieu de propagation peuvent être reliées aux maximum et minimum de pression caractérisant le faisceau ultrasonore ; ces variations d'indice introduisant une diffraction des rayons lumineux.

### 3.2.b - Dispositif expérimental

La Fig. 34/b montre le principe d'une réalisation effectuée au laboratoire. Une source S est concentrée par le condenseur C à grande ouverture sur un diaphragme D qui délivre une source ponctuelle. Les lentilles  $L_1$   $L_2$  de 150 mm de diamètre possèdent une distance focale de 60 mm.

L'utilisation de deux lentilles accolées permet de corriger en partie les aberrations chromatiques.

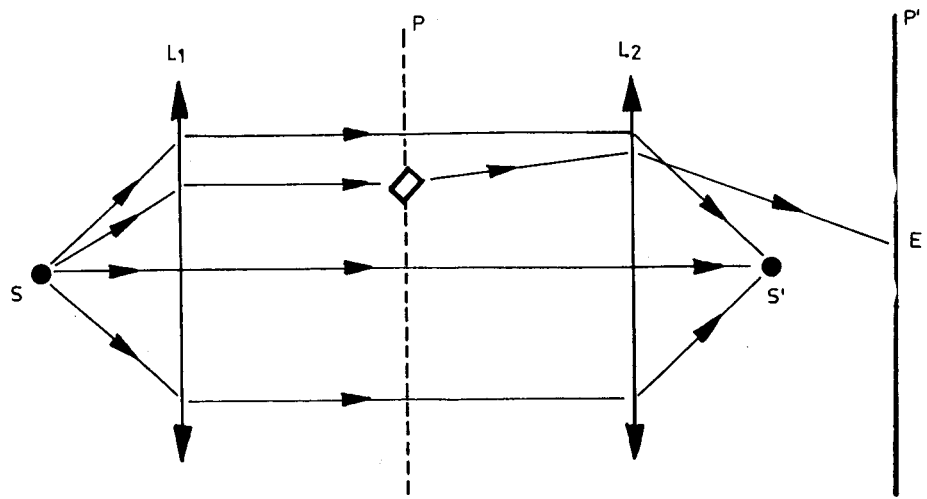
L'écran opaque S' est constitué par une tache de peinture mate sur un disque de verre.

Les hublots de la cuve d'observation sont de qualité optique. La source S est constituée par une lampe à vapeur de mercure de 500 Watts. L'utilisation d'une source quasi-monochromatique limite l'influence des aberrations chromatiques du dispositif optique sur l'image finale.

Un appareil photographique permet de fixer les images qui apparaissent sur l'écran en verre dépoli E.

### 3.3. Appareillage pour essai en température (max 300°C)

Une des principales difficultés rencontrées dans la mise en oeuvre d'un appareillage destiné aux essais des transducteurs en température a été le choix d'un produit pouvant convenir comme milieu de propagation. En effet, ce produit devait pouvoir supporter une élévation de température sans pour



a) PRINCIPE

b) DISPOSITIF EXPERIMENTAL

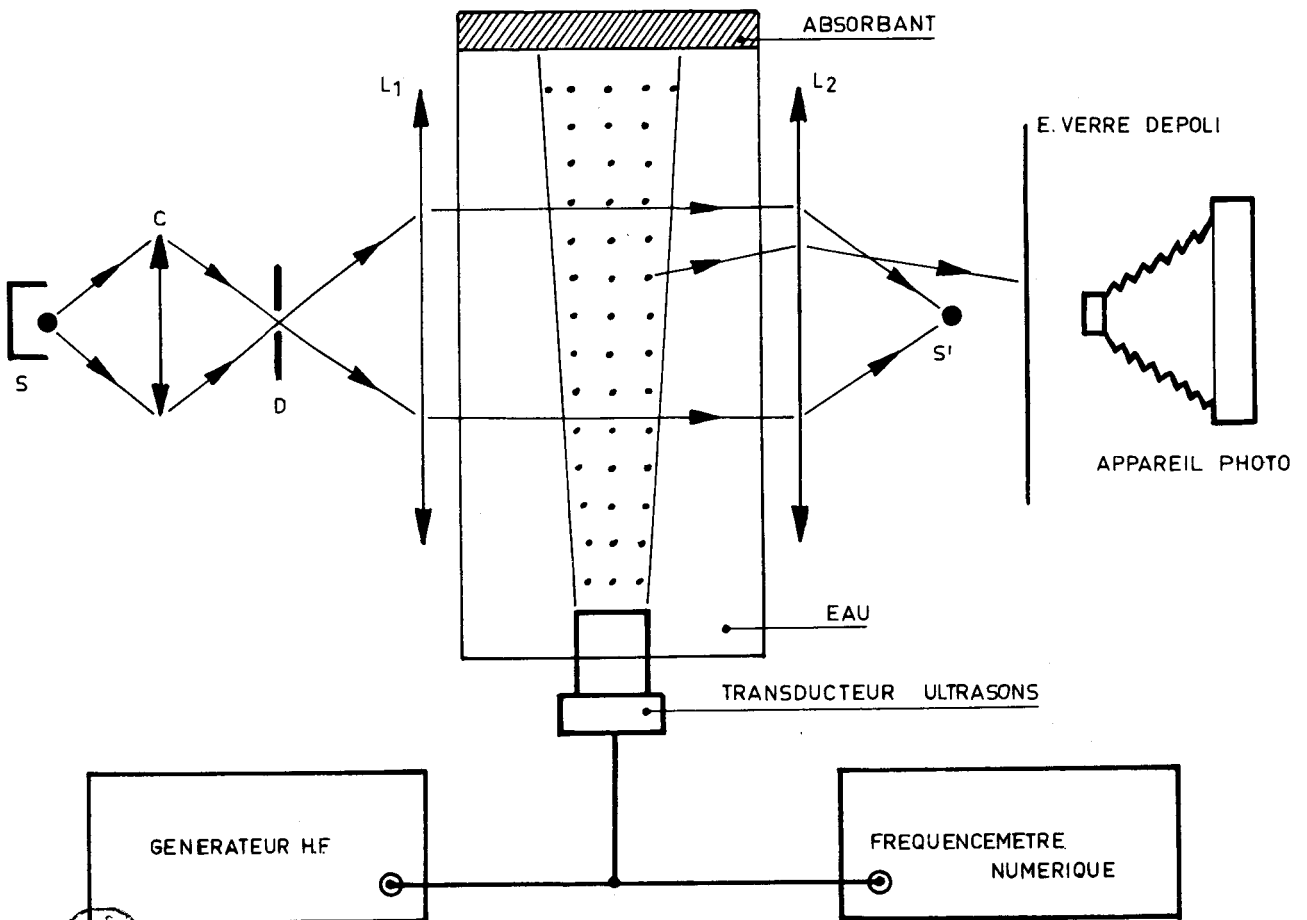


Fig. 34 - METHODE DE SCHLIENEN

BUS  
LILLE

autant bouillir ou se dégrader et présenter un amortissement acoustique suffisamment faible pour pouvoir être utilisé avec les appareils usuels.

De plus, sa tension de vapeur et la pression aux températures considérées devaient être compatibles avec la résistance mécanique du récipient sans pour autant obliger à prévoir un appareillage disproportionné avec la nature des essais.

Il est évident que le sodium convenait parfaitement, mais compte tenu des dangers que présente son utilisation et du manque de souplesse due à une mise en oeuvre assez complexe, nous n'avons pas cru devoir envisager cette possibilité pour toutes les manipulations.

Après plusieurs essais, pour lesquels ont été successivement utilisés, de l'huile silicone (amortissement trop important) du mercure (vapeurs toxiques) notre choix s'est porté sur un fluide organique sur lequel de nombreux essais avaient été effectués au C.E.N. Saclay en tant que fluide caloporteur pour réacteur [13].

Il s'agit du terphényl OM2 dont la composition est la suivante :

biphényl .....	1 %
orthoterphényl .....	de 15 à 25 %
métaterphényl .....	de 70 à 80 %
paraterphényl .....	5 %
densité .....	$\approx 0,85 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$

La température de fusion de 85°C nous a permis des essais relativement proche de l'ambiance. A 300°C pour une célérité des ondes acoustiques d'environ 1400 m/s,

on voit que son impédance acoustique est voisine de celle de l'eau. On trouvera Fig. 35 la courbe de sa tension de vapeur en fonction de  $\theta$ . Ce produit garde une phase liquide homogène jusqu'à une température largement en dessous des limites que nous nous étions fixées.

Le dispositif utilisé pour les essais en température se compose essentiellement d'un tube en acier inoxydable fermé à chaque extrémité par une bride. La bride supérieure sert de support à un écran de faible épaisseur ( $e = 1 \text{ mm}$ ) sur lequel viennent se

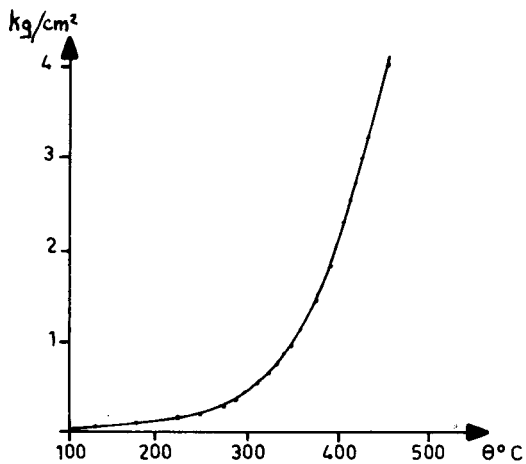


Fig.35 - TENSION DE VAPEUR DU TERPHÉNYLE OM2

réfléchir les ondes ultrasonores émises par le transducteur en essais fixé sur la bride opposée.

Cette disposition permet de nous affranchir des échos de réflexion multiples qu'aurait pu amener l'utilisation de la bride de fermeture dont l'épaisseur est voisine de 10 mm.



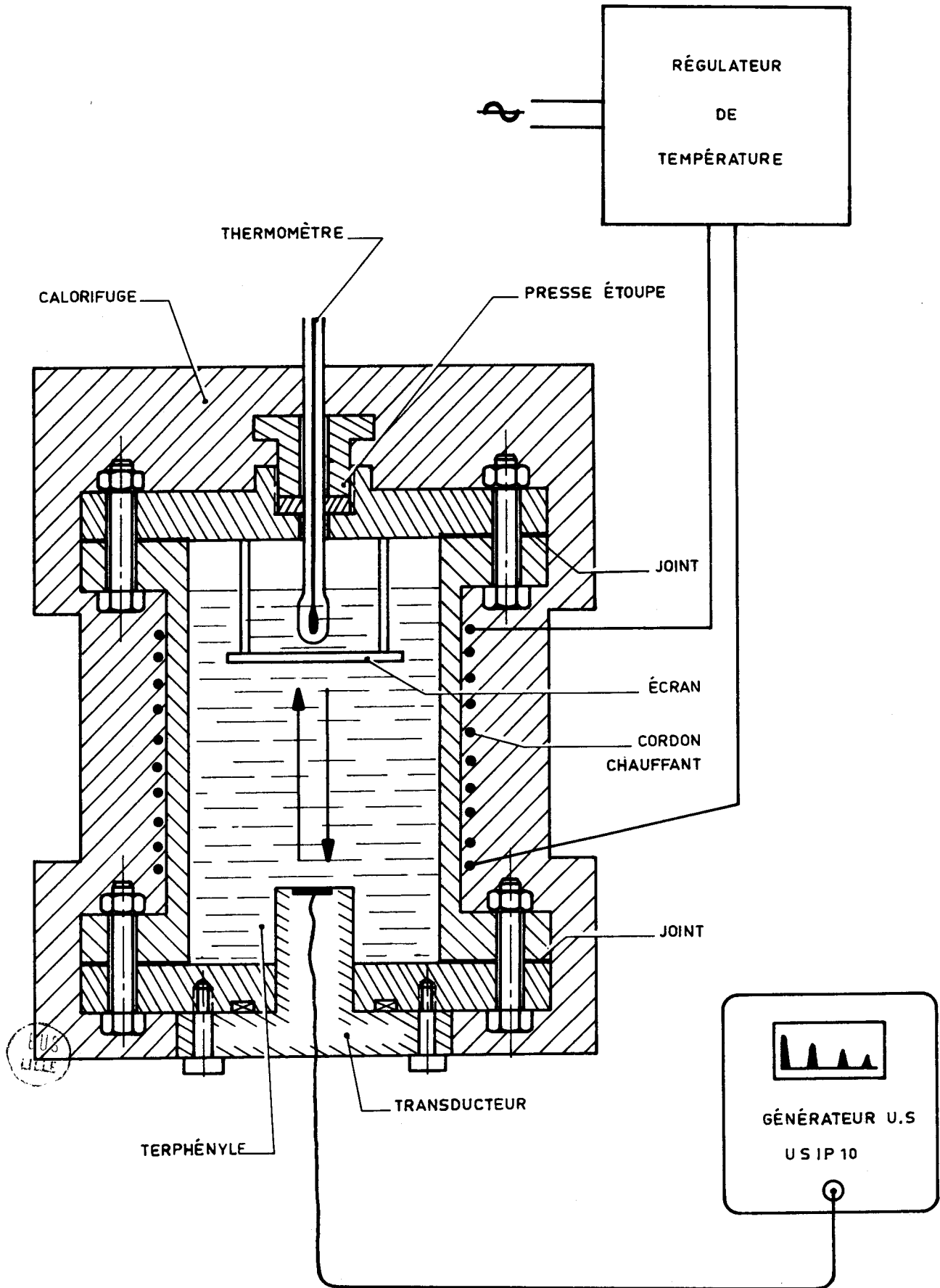


Fig. 36 - DISPOSITIF D'ESSAIS EN TEMPÉRATURE - MAXIMUM 300°C

Un cordon chauffant associé à un régulateur permet la mise en température de l'ensemble. La température de fonctionnement est contrôlée par ailleurs au moyen d'un thermomètre - Fig. 36 -

Le transducteur en essais est excité par un générateur d'ultrasons. On visualise sur l'écran du tube cathodique une succession d'échos de réflexion, correspondant au trajet aller et retour entre l'émetteur et l'écran de réflexion. En relevant l'amplitude d'un écho donné, on peut suivre l'évolution de la sensibilité en fonction de la température.

#### 4. ETUDE DE LA LIAISON MATERIAU PIEZOELECTRIQUE /LAME DE PHASE

##### 4.1. Généralités

L'énergie acoustique émise par le cristal piézoélectrique dans le milieu de couplage, s'effectuant au travers de la lame de phase en acier inoxydable, impose que le couplage acoustique entre cette dernière et le cristal émetteur soit aussi parfait que possible. La présence de zones où la liaison ne serait pas réalisée intimement se traduirait par une perte de sensibilité du transducteur ainsi que par une distorsion du champ acoustique.

Une sensibilité trop faible limiterait l'emploi de tels transducteurs lorsque la distance entre l'objet à détecter et l'émetteur serait grande. Les connexions s'effectuant par l'intermédiaire de la "colle", il importe que le produit utilisé permette d'assurer une liaison électrique présentant un minimum de résistance ohmique. Enfin, l'adhésif devra garder une certaine souplesse mécanique de façon à pouvoir absorber partiellement les contraintes dues aux différences des coefficients de dilatation des matériaux en contact.

##### 4.2. Théorie succincte des adhésifs

L'assemblage des métaux par collage est une technique relativement récente. Nous rappellerons rapidement les diverses théories et hypothèses tendant à définir les lois de l'adhérence. En 1922 débute en Angleterre avec MAC BAIN la théorie mécanistique concernant les collages dans les constructions en bois. Elle est basée sur le fait que les "rivets" formés par la pénétration de la colle dans le bois, par pression et capillarité, sont la source de résistance aux efforts de cisaillement appliqués après séchage à l'assemblage.

BROWNE et TRUAX dès 1929 critiquent cette théorie en montrant que ces "rivets" sont creux après séchage, ce qui à leur avis démontre une adhérence spécifique puisque la colle reste liée au bois.

Cette théorie mécanistique ne permettant pas d'expliquer le collage des matériaux non poreux, une nouvelle théorie s'amorce en 1930, celle de

l'adhésivité spécifique qui prendra une forme plus achevée en 1947 avec de BRUYNE sous le nom de théorie polaire de l'adhésivité spécifique. Elle affirme que l'adhérence ou la non adhérence dépendent des effets d'induction ou de dispersion entre corps polaires.

Elle fait intervenir l'influence de la distance séparant deux atomes, sur les forces d'attraction et l'énergie superficielle d'un système élémentaire

- Fig. 37 -

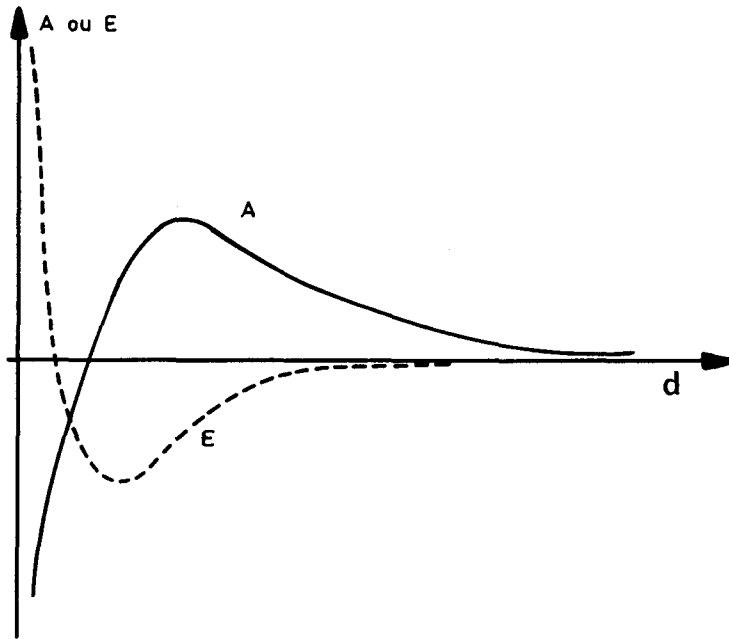


Fig.37 - INFLUENCE DE LA DISTANCE d'ENTRE 2 ATOMES SUR LES FORCES D'ATTRACTION A ET L'ÉNERGIE TOTALE E DU SYSTÈME ÉLÉMENTAIRE

De BRUYNE est cependant amené à ajouter une condition de mouillage de la surface à coller par l'adhésif. Rappelons que la mouillabilité se définit par l'angle de contact  $\theta$  entre la goutte de liquide et la surface. Cet angle peut être modifié par l'action réciproque des tensions superficielles du liquide et du support ; ce qui amène à considérer deux angles  $\theta_1$  et  $\theta_2$

- Fig. 38 -

En 1956 RIVAT LAHOUSSE effectue une synthèse des différentes théories [14]. Il fait intervenir l'état quantique des électrons quant aux possibilités d'association avec ceux d'une molécule voisine.

C'est sur les bases définies par la théorie polaire que se développent les recherches sur les adhésifs métal/métal. Certains expériences de collage incompatibles avec la théorie polaire pouvant être cependant réalisées, amènent L. SHARPE et A. SHONHORN [15] en 1963 à développer une nouvelle théorie de l'adhérence qui se ramène en partie à la théorie de la mouillabilité.

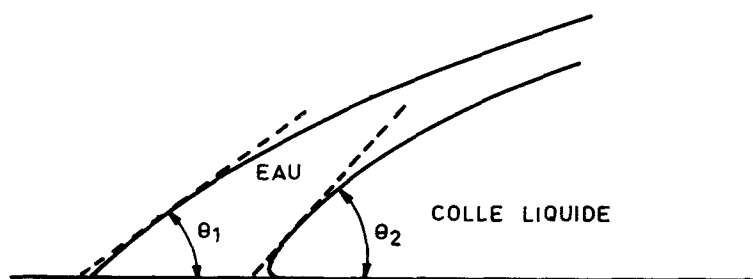


Fig.38 \_ MOUILLABILITÉ ( $\theta$ ) ET INFLUENCE DE LA TENSION SUPERFICIELLE DE LA GOUTTE D'ADHÉSIF PAR RAPPORT A CELLE DE LA SURFACE A COLLER ( $\theta_1 \neq \theta_2$ )

En principe, on pourrait faire en sorte que deux matériaux A et B adhèrent l'un à l'autre pourvu que l'un d'entre eux mouille sur l'autre. Le problème résidant dans le choix de celui qui doit être à l'état liquide, ce qui se ramène aux problèmes de tensions superficielles. Ces dernières sont très difficiles à évaluer sur les solides ou entre solide et liquide.

Les divergences entre toutes ces théories ou hypothèses relatives à l'adhérence laissent cependant apparaître une nécessité constamment reconnue du phénomène de mouillage qui exige une rigoureuse propreté des surfaces mises en présence. Les adhésifs métal/métal mis au point en application des théories polaires nécessitent un état de surface "glacé". Toutefois, il semble que dans certains cas une surface légèrement rugueuse puisse convenir, ce qui augmente la surface spécifique de collage. L'expérience montre que dans ce cas, il y a intérêt à utiliser des adhésifs renforcés par des charges (poudre métallique ; liant céramique etc ...).

L'évolution de l'assemblage est en premier lieu fonction du vieillissement de l'adhésif et peut être sensiblement modifiée par les actions subies par le joint au cours de sa durée normale d'utilisation.

La littérature montre que le vieillissement de la colle est surtout sensible à l'exposition en température, surtout en ce qui concerne les adhésifs époxy [14]. L'action des radiations sur les assemblages réalisés au moyen d'adhésif a fait l'objet de quelques études dont les plus récentes fixent un plafond de radiation supportable aux environs de  $10^3$  rads [16]. Elles précisent que les électrons et rayons  $\gamma$  font chuter la résistance de cisailage ; par contre les rayons X augmentent cette résistance avant de la faire chuter. La Fig. 39 montre l'action des radiations ( $10^3$  rads environ) en fonction de la durée d'exposition de quelques types d'adhésifs. Les principes essentiels des assemblages métal/métal par adhésifs ayant été passés rapidement en revue, nous pouvons nous rendre compte qu'il nous appartiendra, compte tenu des exigences auxquelles doivent répondre les liaisons envisagées, d'en préciser la technologie.

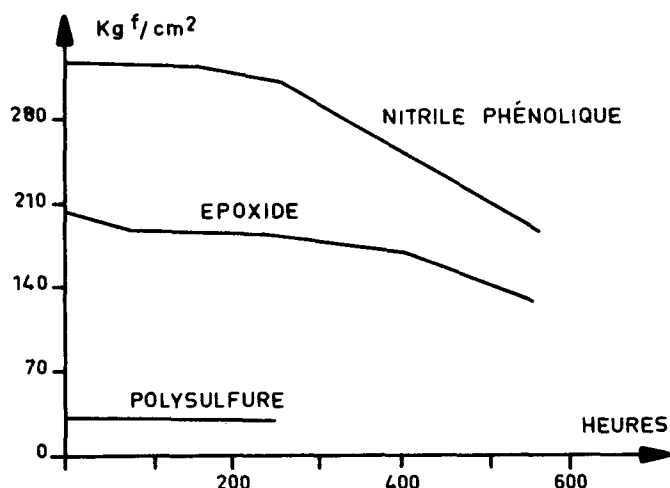


Fig. 39 - ACTION D'UNE FAIBLE DOSE DE RAYONS GAMMA ( $10^3$  RADS) SUR QUELQUES TYPES D'ADHÉSIFS

assurer un assemblage de deux matériaux.

#### 4.3. Choix des colles

Les renseignements relativement succincts que nous avons pu relever dans la littérature concernant la technique de collage d'une céramique sur un support en acier inoxydable, nous ont amenés à entreprendre un certain nombre d'essais qui nous ont permis d'aboutir en plusieurs étapes à une liaison céramique/métal compatible avec la température d'utilisation prévue.

Une partie des études concernant le collage s'est déroulée conjointement aux essais destinés à définir le matériau piézoélectrique le mieux approprié au but recherché. Ceci explique l'utilisation de cristaux de  $Pb Zr Ti O_3$  type PZT5 lors des premiers essais réalisés quant à la technologie du collage.

En ce qui concerne le choix préliminaire des colles, il est évident qu'il ne nous a pas été possible d'envisager des essais systématiques de tous les produits commercialisés. Toutefois, en tenant compte des impératifs auxquels devaient répondre ces produits, deux critères nous ont permis de sélectionner à priori quelques matériaux ; il s'agit essentiellement de la température limite d'utilisation et de leur résistivité.

Après une recherche effectuée auprès de divers fabricants de produits adhésifs susceptibles de nous permettre de résoudre notre problème, les produits suivants ont été sélectionnés :

En effet, en plus des qualités mécaniques du collage cristal/métal expliquées en partie par les diverses théories, nous devons nous attacher à ce que cette liaison soit homogène sur toute la surface du collage.

Il pourra apparaître dans la suite de cette étude, que le terme de colle s'applique difficilement aux produits utilisés compte tenu des méthodes employées. Toutefois, et pour simplifier la suite de cet exposé, nous emploierons le terme de colle dans son sens le plus général, englobant l'ensemble des produits destinés à

Harsaw Poulenc 80001  
 Chromerics 581  
 Chromerics 584  
 Eccobond 58C  
 Argent colloïdal  
 Castolin 1802

Le tableau 3 donne les caractéristiques de ces produits :

Produits	Support	Agent conducteur	Température limite d'utilisation
Harsaw Poulenc 80001	araldite	argent	120°
Chromerics 581	époxy	argent	130°
Chromerics 584	époxy	argent	130°
Eccobond 58C	époxy	argent	300°
Argent colloïdal	époxy	argent	960°
Castolin 1802	brasure eutectique argent/cuivre		560°

Tableau 3 - Caractéristiques de produits adhésifs

4.4. Remarque sur l'emploi de la brasure

Les résultats négatifs obtenus au cours de différents essais, nous ont amenés rapidement à abandonner cette technique de collage. Dans le cadre d'une étude différente, nous avons été amenés à étudier les possibilités de dépôt de cuivre sur du cuivre piézoélectrique. Nous avons pensé pouvoir utiliser ce procédé pour coller les cristaux sur un support en acier inoxydable par l'intermédiaire d'une brasure à base d'argent type Castolin 1802. Au cours des différents essais, plusieurs impératifs parfois contradictoires se sont révélés, nous incitant à abandonner leur poursuite.

L'utilisation de la brasure 1802 nécessite l'emploi d'un fluide décapant particulièrement actif, qui impose de disposer d'un dépôt de cuivre sur le cristal suffisamment épais pour ne pas le voir totalement attaqué et dissous au cours de l'opération de brasage. Or, si l'épaisseur de cette couche en cuivre est supérieure à quelques dixièmes de millimètre, les contraintes dues aux efforts de dilatation qui apparaissent au cours du chauffage, ne peuvent plus être absorbées. Le cristal se fragmente entraînant des décollements partiels du dépôt métallique -Fig. 40-

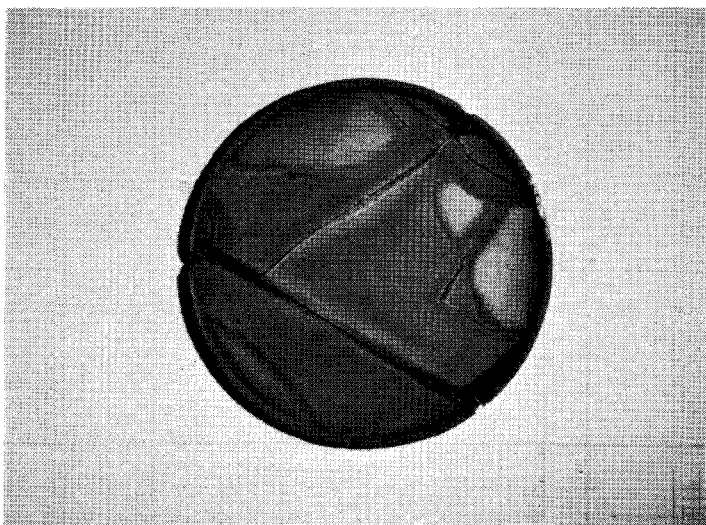


Fig. 40\_ FRACTURES SUR UN QUARTZ PIEZOELECTRIQUE METALLISE AU CUIVRE APRES CHAUFFAGE A 500°

Afin de ne plus être astreint à utiliser du décapant, et de pouvoir remédier aux inconvénients résultant d'une épaisseur prohibitive de cuivre, nous avons envisagé d'effectuer l'opération de brasage sous vide. Comme il ne nous était pas possible de porter rapidement l'ensemble des pièces à la température de brasage (fragilité des cristaux vis-à-vis des chocs thermiques) nous n'avons pu éviter l'évaporation partielle du cadmium et du zinc entrant dans la composition de cet eutectique. Ce phénomène amène une élévation de la température de brasage dépassant la température de Curie des zirconates de plomb. De plus, le mouillage de la brasure sur les différents supports était assez aléatoire.

#### 4.5. Technologie du collage

Cette technique s'inspire de celle qui consiste à réaliser des revêtements conducteurs sur des pièces isolantes, par application d'une suspension d'argent dans un véhiculant liquide. L'emploi de ce métal à la fois bon conducteur et particulièrement stable à haute température, permet d'obtenir après un traitement thermique dont les caractéristiques dépendent du produit et des supports utilisés, une couche conductrice parfaitement adhérente. Cette opération de cuisson entraîne la disparition plus ou moins complète suivant les produits, des solvants et véhiculants organiques.

L'accrochage sur le support est dans certains cas amélioré par une certaine proportion de liants céramique incorporés à la solution.

En règle générale toutes ces préparations se présentent sous une forme plus ou moins liquide suivant le titre en argent. L'argent métal utilisé est d'une granulométrie extrêmement fine ( $\ll 1\mu$ ). Toutes ces préparations peuvent s'appliquer soit au pinceau, soit à la spatule. Les surfaces sur lesquelles elles sont déposées doivent être soigneusement dégraissées, puis séchées, et présenter dans certains cas un état de surface proche du glacé.

Certains produits comme l'Eccobond 58C nécessite un traitement chimique des pièces en acier inoxydable pour obtenir une bonne adhérence de la couche déposée.

Les traitements thermiques auxquels doivent être soumis ces diverses compositions varient suivant la nature du produit et du support sur lequel elles sont appliquées. Seuls de nombreux essais nous ont permis de définir au mieux les programmes des divers cyclages thermiques, compte tenu des assemblages et adhésifs utilisés. On ne saurait donc trop insister sur l'importance qu'il faut accorder à ces opérations de cuisson quant aux qualités mécaniques et à l'homogénéité des liaisons réalisées. En règle générale, la montée en température doit être assez lente, de façon à assurer un départ progressif des solvants volatils, pour éviter un phénomène de cloquage que provoquerait inévitablement un échauffement trop rapide. La remise à la température ambiante sera suffisamment lente de façon à éviter toutes tensions exagérées dans l'assemblage à cause de la sensibilité que présentent les cristaux piézoélectriques aux chocs thermiques.

Pendant la cuisson, les véhiculants provisoires doivent être brûlés ; un apport d'air est donc nécessaire. Toutefois, au-delà de  $200^{\circ}\text{C}$ , la poursuite des opérations de cuisson peut être effectuée sous atmosphère neutre permettant ainsi d'éviter une oxydation exagérée des pièces métalliques.

Nous n'avons pas fait d'essais systématiques visant à définir les qualités intrinsèques des adhésifs utilisés. En effet, d'après la conception des transducteurs, le cristal n'est soumis à aucun effort de traction, aussi nous n'avons pas cherché à mesurer les qualités des produits aux efforts d'arrachements. Par contre, nous nous sommes attachés à vérifier les qualités de souplesse des colles vis-à-vis des contraintes dues aux efforts différentiels de dilatation des pièces assemblées, sans pour autant chercher à définir leur résistance au cisaillement.



5. TRANSDUCTEURS HAUTE TEMPERATURE 1ère GENERATION  
TEMPERATURE MAXIMUM D'UTILISATION 150°C

Pour ces essais nous avons utilisé différents types d'adhésifs ; en vue de réaliser une jonction entre des cristaux piézoélectriques de  $Pb Zr Ti O_3$  du type PZT5 et une lame mince en acier inoxydable.

5.1. Colle Harsaw Poulenc 80001

C'est une suspension d'argent dans une résine du type araldite. Les pièces à assembler sont enduites au pinceau d'une légère couche uniforme de solution. Après un séchage de quelques minutes à l'ambiance, les éléments sont mis en contact et cuits sous pression aux environs de 120°C pendant quinze minutes. Les différents essais réalisés avec ce produit se sont révélés très rapidement négatifs. Après un cyclage thermique lors du retour à la température ambiante, il se produit un décollement des cristaux de leurs supports. Deux causes peuvent apparemment expliquer ce phénomène. Compte tenu de la surface de collage - diamètre des cristaux  $\varnothing$  20 mm - l'évaporation des solvants ne peut s'effectuer normalement d'une façon régulière sur l'ensemble du collage, principalement pour la partie centrale. D'autre part, ce produit ne présente pas une élasticité suffisante pour absorber les contraintes de dilatation. Tous les essais ont aboutis à une destruction des transducteurs au cours de la descente en température par décollement du cristal de la lame de phase.

On trouvera Fig. 41 les résultats d'essais concernant deux transducteurs.

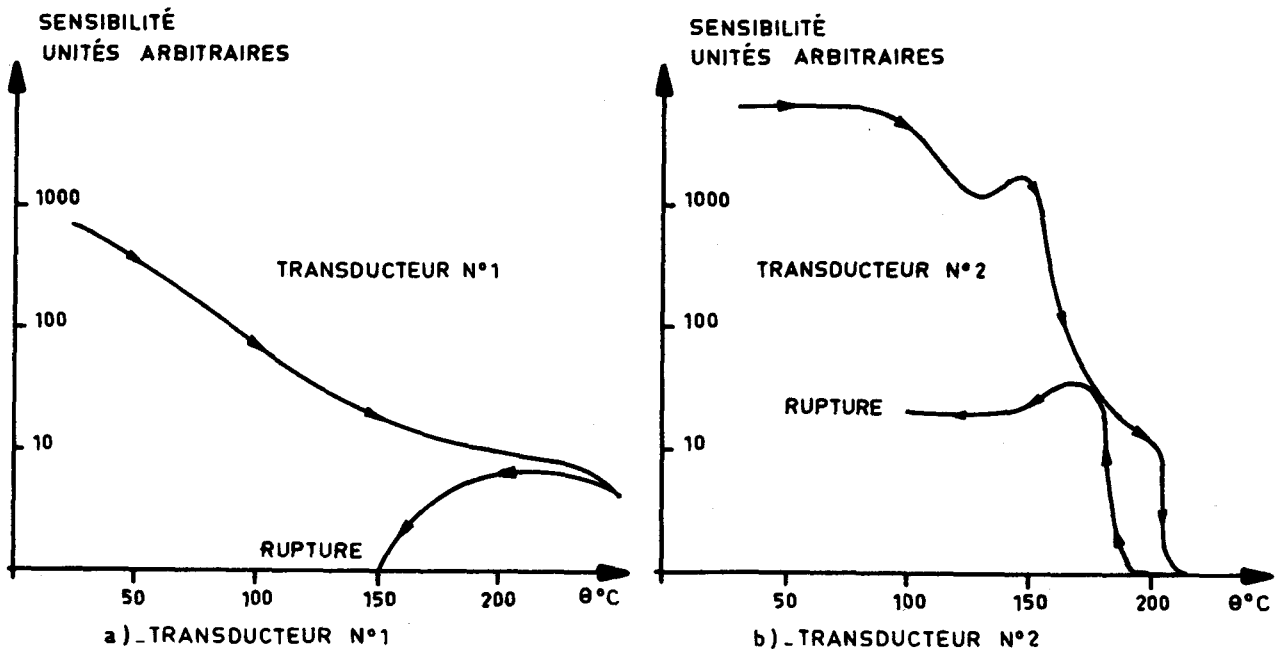


Fig. 41 - ESSAIS COLLE HARSHAW\_POULENC 80001  
MONTÉE ET DESCENTE EN TEMPÉRATURE

5.2. Colle Chromerics 581

C'est une résine du type époxy chargée en poudre d'argent qui se présente sous la forme d'une pâte de forte consistance. Elle polymérise à 60°C en deux heures, après adjonction et mélange d'environ 6 % de durcisseur. Après avoir déposé, au moyen d'une spatule, une couche uniforme de produit sur les pièces à coller, celles-ci sont mises en contact, sous pression, et portées à une température de 60°C pendant les deux heures nécessaires au durcissement de la jonction. Nous avons pu constater que les divers transducteurs réalisés avec ce produit présentaient à l'ambiance des sensibilités fort différentes, cette dernière diminuant avec la température. Après un cyclage thermique, certains transducteurs présentaient une sensibilité nulle - Fig. 42/a. Par contre, un transducteur a fonctionné pendant près de 1500 heures en l'absence de cyclage thermique. On peut voir sur la Fig. 42/b que la sensibilité est restée relativement constante tant que la température n'a pas dépassé 180°C.

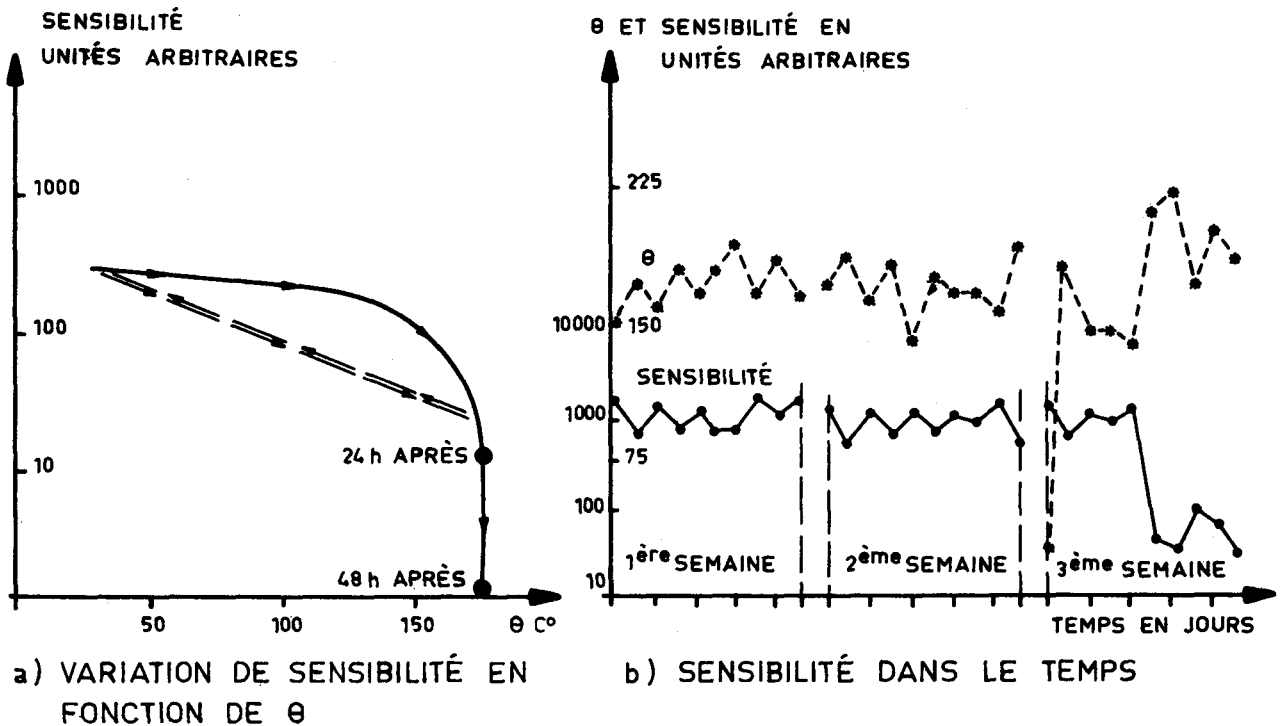


Fig.42 - ESSAIS COLLE CHROMERICS 581

L'utilisation de ce produit semble peu compatible avec une bonne reproductibilité à l'ambiance de la sensibilité des transducteurs. Cela provient très certainement du fait que, compte tenu de la consistance de la résine et de son mode d'application, l'épaisseur de la jonction varie d'un collage à l'autre et ne peut être négligée en tant que milieu de couplage supplémentaire.

### 5.3 Colle Chromerics 584

Nous n'attendions pas du fait de l'utilisation de ce produit, des performances supérieures à celles obtenues avec le Chromerics 581, du moins en ce qui concerne la tenue en température. Toutefois, l'adhésif 584 présentant une plus grande facilité d'emploi à cause de sa faible viscosité, nous pensions que l'épaisseur du joint serait plus homogène d'un transducteur à l'autre et entraînerait une meilleure reproductibilité des caractéristiques à la température ambiante. En fait, si la dispersion est moins sensible qu'avec la colle 581, il subsiste une nette différence et la tenue en température est sensiblement identique - Fig. 43/a - Nous avons pu mettre en évidence une certaine hystérésis relative à la sensibilité des transducteurs au cours des cyclages thermiques. Les mesures effectuées sur les différents cristaux utilisés, ayant fait l'objet de la première partie de cette étude, ne laissent pas supposer de tels phénomènes.

Il semble plutôt que lors de la première descente de température, il se produit des décollements partiels du cristal, dus aux contraintes mécaniques de dilatation qui présentent par la suite une certaine stabilité - Fig. 43/b -

### 5.4. Remarques concernant les essais à 150°C

Malgré les températures relativement basses à partir desquelles les divers produits utilisés se sont détériorés, les résultats de ces essais préliminaires nous ont apporté quelques renseignements sur la technologie de fabrication des transducteurs haute température. Il faut attacher une importance toute particulière à l'épaisseur du film d'adhésif assurant la jonction cristal/métal. Son influence sur la sensibilité sera d'autant plus négligeable que son épaisseur sera faible devant la longueur d'onde. Cette condition impose une colle se présentant sous une forme suffisamment liquide, permettant ainsi un dépôt homogène et mince sur les pièces à assembler.

Il serait bon que l'adhésif utilisé supporte un préséchage de façon à ce que la majeure partie des solvants entrant dans sa composition se trouve évaporée avant assemblage.

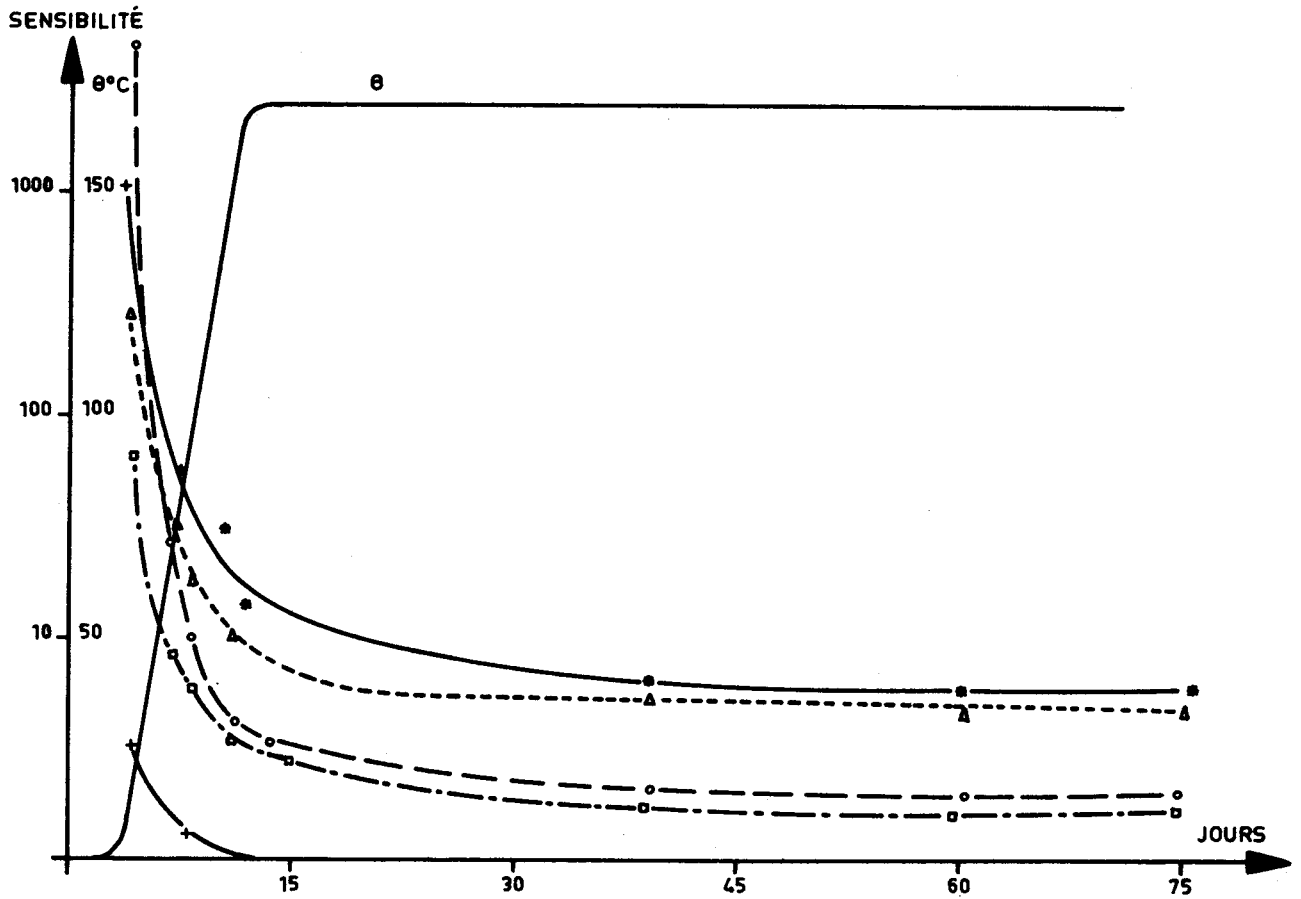


Fig. 43 a) - VARIATION DE SENSIBILITÉ EN FONCTION DE  $\theta$

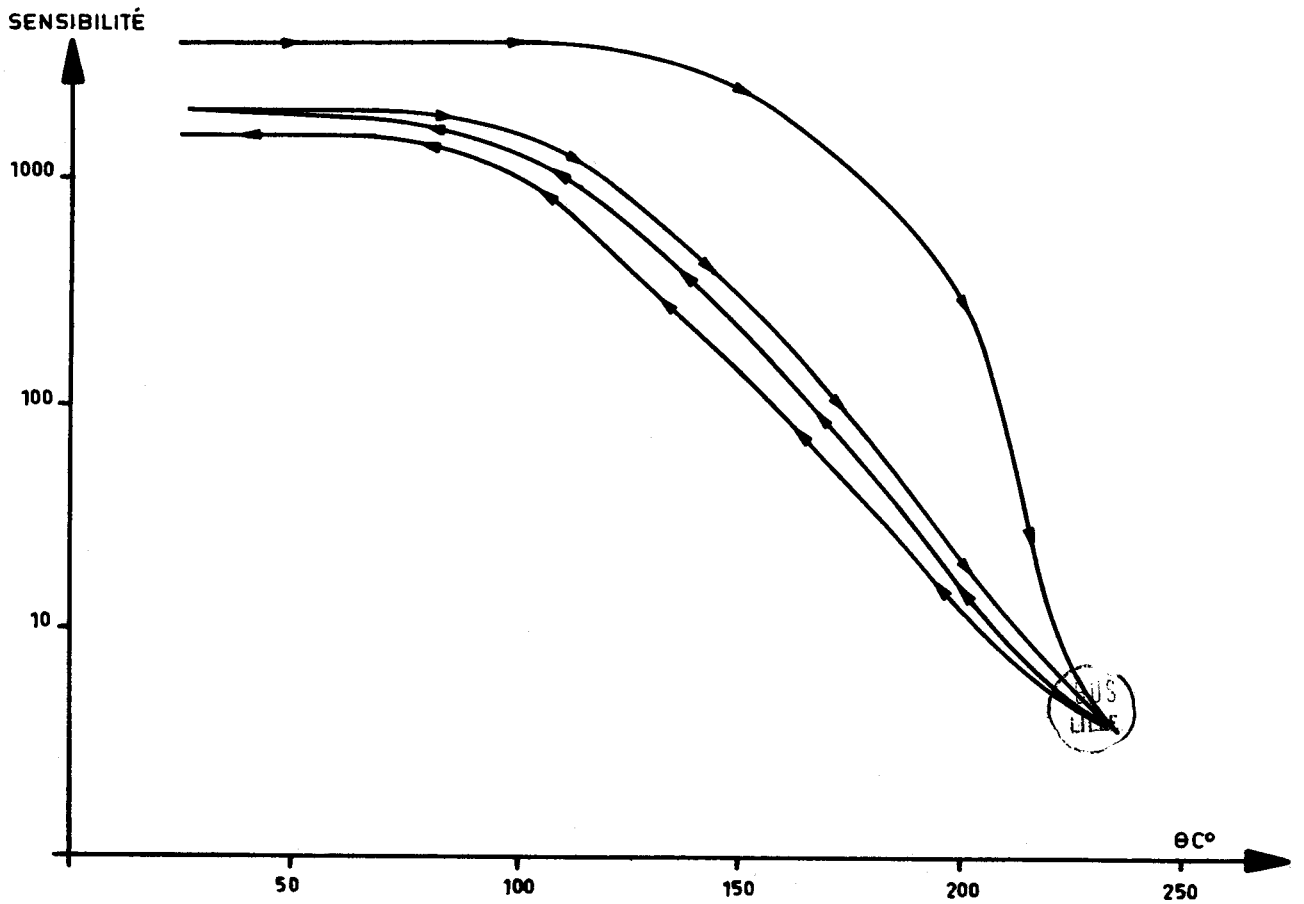


Fig. 43 b) - MISE EN ÉVIDENCE D'UNE HYSTÉRÉSIS

Fig. 43 - ESSAIS COLLE CHROMERICS 584

6. TRANSDUCTEURS HAUTE TEMPERATURE 2ème GENERATION  
TEMPERATURE MAXIMUM D'UTILISATION 300°C

Ces essais constituent une étape importante dans la poursuite de cette étude. Ils correspondent à la mise au point de transducteurs pouvant fonctionner à 300°C. Ils nous ont permis de nous assurer de la validité de nos méthodes de mesure - sensibilité ; qualité de la jonction ; champ acoustique - et d'effectuer les premières mesures concernant les caractéristiques acoustiques du sodium en fonction de la température. Le matériau piézoélectrique est du type PZT5  $f_0 = 4$  MHz ; le collage est assuré par l'adhésif Eccobond 58C.

6.1. Colle Eccobond 58C

Ce produit se présente sous la forme d'une pâte consistante, constituée par une suspension d'argent dans une résine époxy. Le mélange est dilué au toluène de façon à en faciliter l'application au pinceau.

Les premiers essais ont eu surtout comme but la préparation des surfaces métalliques. Il s'agissait de mettre au point un traitement des pièces en acier inoxydable, de façon à obtenir un bon accrochage du produit à haute température. Ces pièces sont traitées dans un bain acide dont la composition est la suivante :

Acide sulfurique .....	80 %
Acide oxalique .....	10 %
Eau distillée .....	10 %

Après avoir été soigneusement dégraissées et séchées, elles subissent une attaque chimique pendant 10 minutes à une température de 90°C. Ce traitement est suivi d'un rinçage à l'eau permutée, puis d'un séchage en étuve.

Après la préparation des surfaces, une solution diluée d'Eccobond 58C est appliquée au pinceau, de façon à obtenir un dépôt homogène de faible épaisseur. Après un étuvage à 120°C pendant 1 heure, les pièces sont mises en contact sous pression et subissent une cuisson à 220°C pendant 2 heures.

6.2. Résultats des essais

On trouvera Fig. 44 les résultats d'essais concernant cinq transducteurs réalisés suivant la technique définie précédemment. Ces transducteurs ont fonctionné pendant 29 jours à une température de 220°C suivie d'un palier de 11 jours à 300°C.

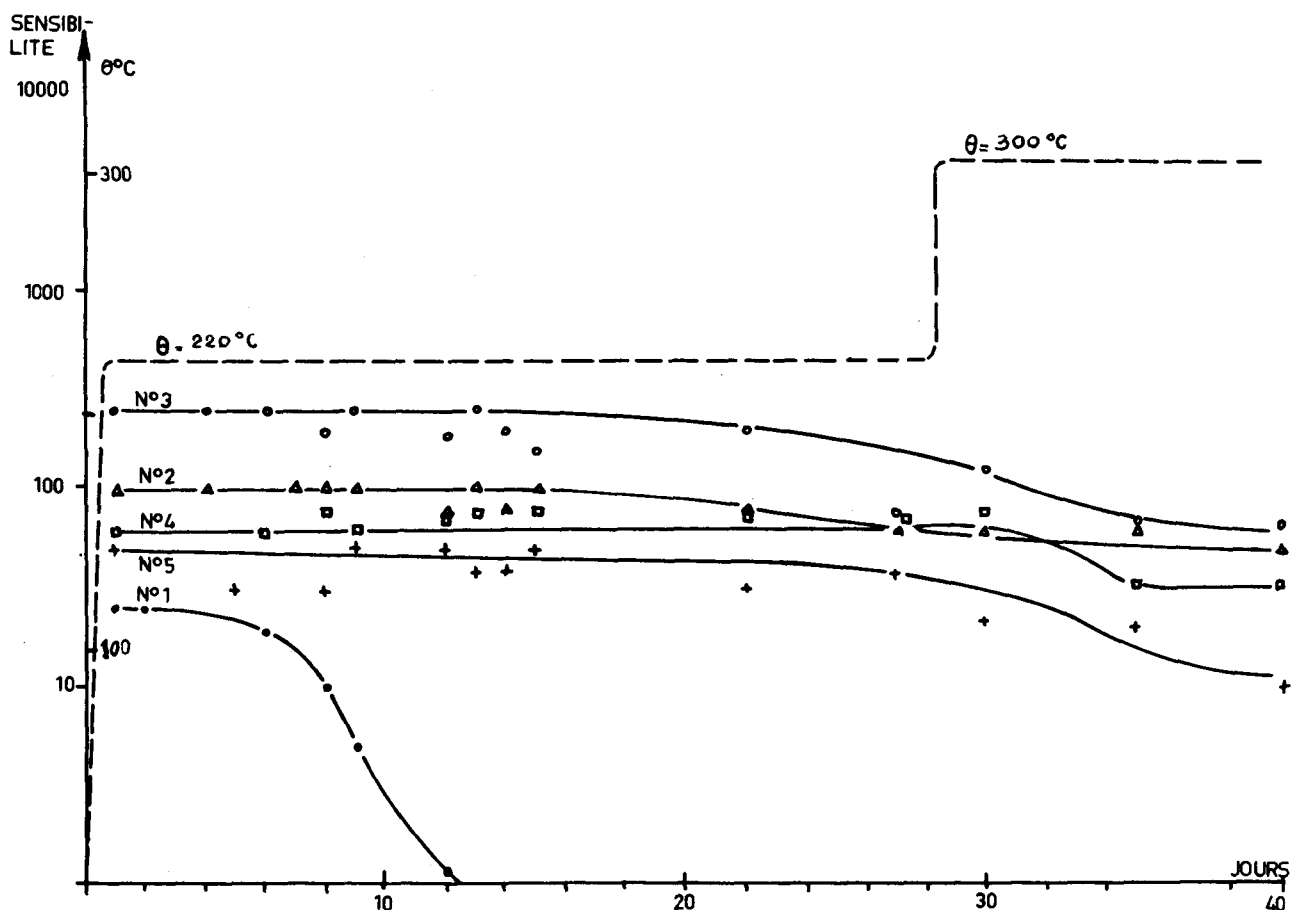


Fig. 44 \_ECCOBOND 58C SENSIBILITE EN FONCTION DU TEMPS ET DE  $\theta$

Le transducteur n° 1 s'est très rapidement détérioré par suite d'un défaut de collage ; la rotation de la bague de serrage ayant entraîné par friction le cristal, la couche d'adhésif s'est trouvée arrachée partiellement rendant la liaison cristal/acier particulièrement fragile vis-à-vis des contraintes de dilatation.

En ce qui concerne les quatre autres transducteurs, on peut remarquer qu'à l'ambiance leurs sensibilités sont nettement plus voisines que lors des essais précédents, réalisés avec d'autres types d'adhésifs.

La sensibilité de ces transducteurs, pour une température donnée, aurait pu être notablement amélioré, si au moment de ces essais, nous avions pu disposer des résultats concernant l'influence de la température sur la vitesse des ondes acoustiques dans l'acier inoxydable NS22S et sur la variation de la fréquence de résonance  $f_0$  du cristal.

Il faut se rappeler que nous avons défini au début des essais une épaisseur de 1,47 mm pour une fréquence de 4 MHz, en tenant compte de la vitesse du son dans l'acier ordinaire de 5900 m/s à 20° C.

En anticipant sur la suite de cette étude nous pouvons tenir compte pour l'acier inoxydable NS22S d'une vitesse du son de 5675 m/s à 200°C, se ramenant à 5625 m/s à 300°C ce qui entrainerait des épaisseurs respectives de 1,41 mm à 200°C et 1,40 mm à 300°C pour garder la condition  $d = k \frac{\lambda}{2}$  avec  $k = 2$  pour lesquelles nous avons tenu compte de la variation de la fréquence de résonance  $f_0$  avec la température, qui passe de 4 MHz à 200°C à 4,1 MHz pour 300°C.

On peut dire que la lame de phase présentait à 200°C une surépaisseur d'environ 4,25 % de la valeur optimale, pour atteindre 5 % à 300°C à laquelle il faudrait, pour être précis, ajouter l'augmentation d'épaisseur due à la dilatation. Un rapide calcul montre que l'influence de la dilatation est toujours négligeable par rapport aux variations de la vitesse du son. Si l'on se reporte à la Fig. 29 paragraphe 2.2, où sont reproduites les conditions de fonctionnement des transducteurs, on peut chiffrer approximativement la perte de sensibilité due à l'écart existant entre l'épaisseur réelle de la lame de phase et l'épaisseur optimum satisfaisant à la condition  $d = \frac{\lambda}{2}$ . On remarque que pour une augmentation de 4,25 % de l'épaisseur optimum, la sensibilité diminue de 35 % ; cette diminution atteignant 50 % pour une augmentation d'épaisseur de 5 %. La sensibilité a légèrement diminué tout au long de l'essai avec toutefois une chute plus accentuée après la montée à 300°C.

Ces mesures de sensibilité faites à la température ambiante, ont été effectuées au moyen du montage de la Fig. 45

Il se compose d'une petite cuve dont le fond sert d'écran de réflexion. Nous avons utilisé de l'alcool comme milieu de couplage. Le transducteur reposant sur la bride supérieure, fonctionne en émetteur-récepteur et est excité par un générateur d'ultrasons. L'amplificateur haute fréquence de ce dernier est raccordé à un oscilloscope pour permettre une évaluation plus précise des signaux correspondant aux échos de réflexion. La mesure consiste à noter le gain de l'amplificateur du générateur nécessaire à l'obtention d'un signal de 250 mV crête à crête faite en sortie. Cette tension donne sur l'écran du générateur d'ultrasons, après démodulation, une hauteur de signal d'écho d'environ 4 divisions.

Les essais ont porté sur les cinq transducteurs dont il a été question plus avant. Les mesures ont été faites avant la première montée en température à 220°C et dès le retour à l'ambiance après le palier de 300°C. Par la suite, ces transducteurs ont servi à la mise au point d'un appareillage destiné aux mesures des caractéristiques acoustiques du sodium et ont été soumis à un certain nombre de cyclages thermiques dans une plage de 20°C à 220°C.

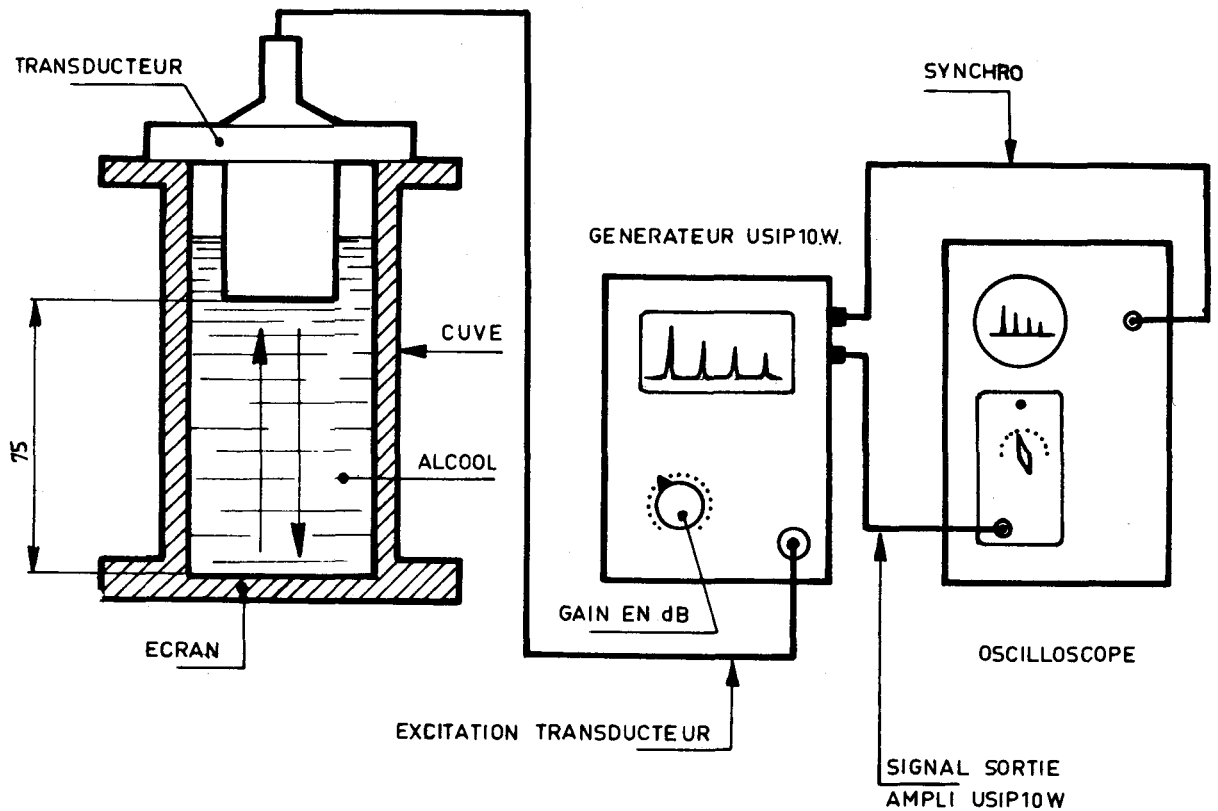


Fig. 45. DISPOSITIF DE MESURE DE SENSIBILITE

Cette mise au point terminée, une mesure de sensibilité à la température ambiante a été effectuée de nouveau.

On trouvera Fig. 46 le résultat des mesures. Nous avons porté en ordonnée le rapport  $\frac{1}{G}$  qui est plus représentatif de l'évolution de la sensibilité.

Nous ne tiendrons pas compte du transducteur n° 1 qui comme nous l'avons vu s'est détérioré dès le début des essais. On peut constater que pour les transducteurs n° 3 et n° 2, la sensibilité qui a diminué après la première mise en température, n'a pas été affectée par les cyclages thermiques qui ont suivi. Par contre, les n° 4 et N° 5 accusent une baisse continue.

En fait, il faut tenir compte que les écarts constatés seraient moins apparents si le rapport  $\frac{1}{G}$  avait été porté sur une échelle logarithmique, le gain étant donné en décibels.

Nous avons préféré prendre une échelle linéaire pour plus de clarté vu l'écart très faible existant entre les différentes courbes.



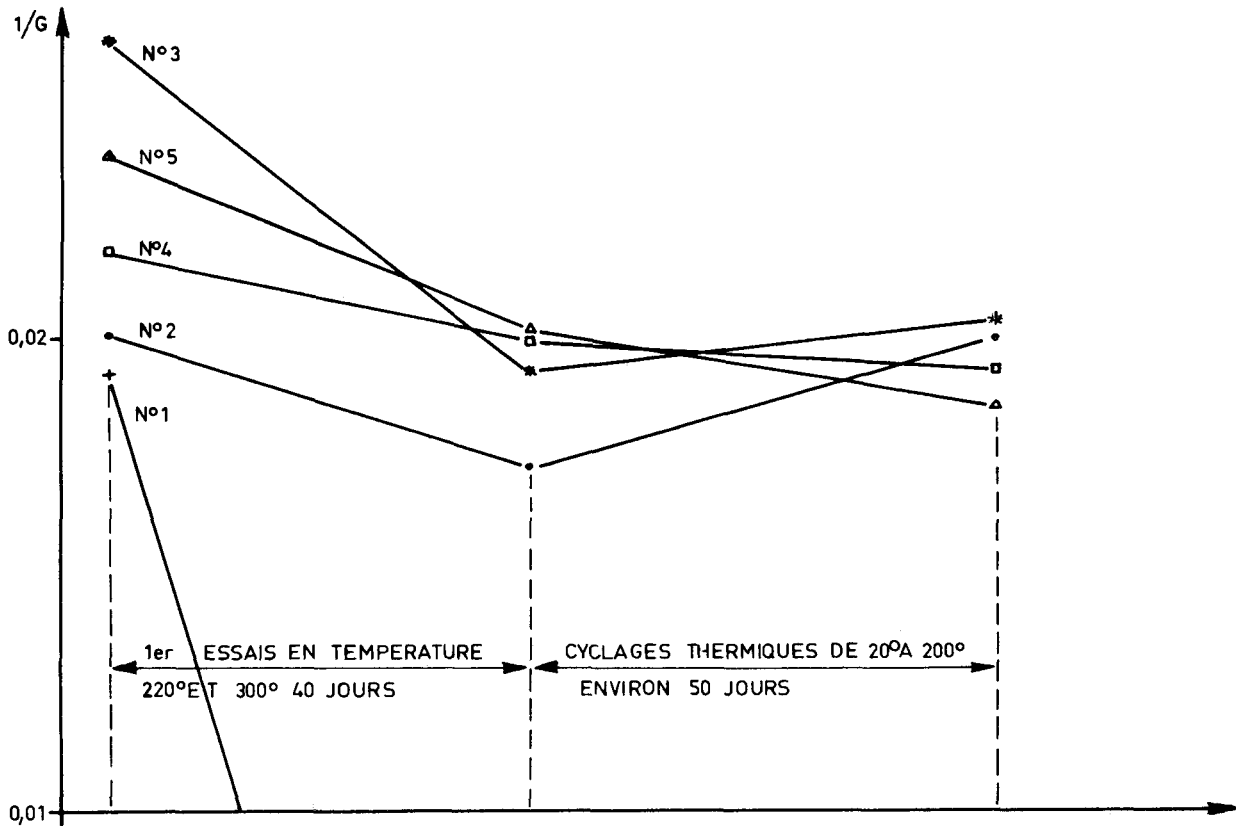


Fig. 46 \_ECCOBOND 58C .INFLUENCE DES ESSAIS EN TEMPERATURE SUR LA SENSIBILITE A L'AMBIANTE

Le fait que la sensibilité des transducteurs n° 3 et 2 augmente après les premiers essais peut s'expliquer par une certaine imprécision dans les mesures liées à la conception même de l'appareillage : il se trouve que le réglage du gain de l'amplificateur du générateur d'ultrasons, s'effectue par bonds de 2dB ne permettant pas toujours d'obtenir d'une façon précise le signal de 250 mV que nous avons fixé comme référence.

Ces différents résultats nous font penser que certains transducteurs présentent au départ, des défauts de collage, qui ont tendance à augmenter par suite des contraintes de dilatation résultant des mises en températures. La sensibilité se trouve affectée par l'importance de ces défauts.

### 6.3. Influence de la liaison sur le champ acoustique et la largeur des signaux

L'hypothèse avancée précédemment quant à l'influence de la qualité de la liaison céramique/métal sur la sensibilité et la tenue en température des transducteurs, semble confirmée par l'examen des champs acoustiques et des signaux de réflexion.

Cet examen a porté sur les trois transducteurs les plus caractéristiques de ces essais : le n° 1 qui s'est rapidement détérioré par décollement du cristal, le n° 3 qui présentait la plus grande sensibilité, le n° 5 qui accuse la perte la plus sensible.

La Fig. 47 montre l'image du champ acoustique de ces trois transducteurs dans un plan normal à l'axe d'émission situé à 150 mm de la surface émettrice. Nous pouvons voir aussi un relevé du champ acoustique dans l'axe d'émission du transducteur n° 1.

On peut constater que celui donné par le transducteur n° 3 présente une symétrie évidente, laissant supposer que la qualité de la liaison céramique/cristal est suffisamment homogène sur toute la surface pour pratiquement n'apporter aucune perturbation sensible à la transmission des ondes acoustiques émises par le cristal piézoélectrique au travers de la lame de phase.

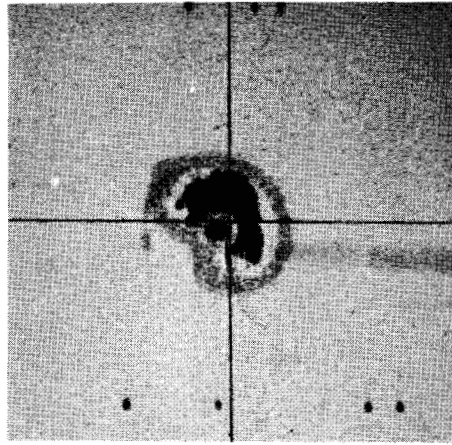
Il n'en n'est pas de même pour les deux autres transducteurs dont les champs acoustiques présentent des aberrations dont l'importance traduit des défauts de collage entre le cristal et le métal.

Il est préférable que ces relevés se fassent dans la zone proche, dite zone de FRESNEL, où les phénomènes de diffraction sont les plus apparents. Ceci est particulièrement illustré par la Fig. 47/b qui montre un relevé de champ acoustique concernant le transducteur n° 1, effectué suivant un diamètre sur l'axe d'émission. On peut remarquer qu'au delà de 200 mm environ, on retrouve une certaine homogénéité.

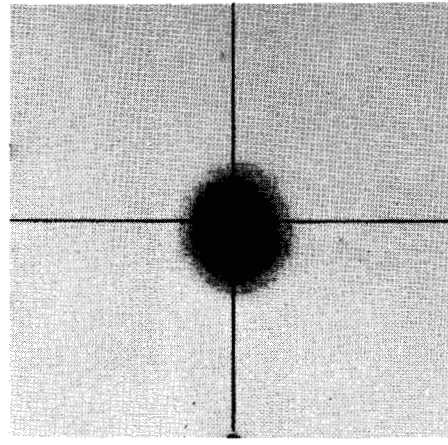
La mise en évidence de défauts de collage par le relevé du champ acoustique se trouve confirmée par l'étude à l'oscilloscope de la forme des signaux des échos de réflexion. Ces signaux sont d'autant plus courts que le cristal piézoélectrique est mieux amorti. Dans notre cas, on peut considérer que la lame de phase et l'amortisseur situés de part et d'autre du cristal introduiront un amortissement plus ou moins important suivant la nature de la liaison.

La présence de zone où le collage ne serait pas parfaitement réalisé, va entraîner une diminution de l'amortissement mécanique. La vibration mécanique engendrée par l'impulsion électrique d'excitation sera plus longue à s'amortir par suite de l'augmentation du Q mécanique.

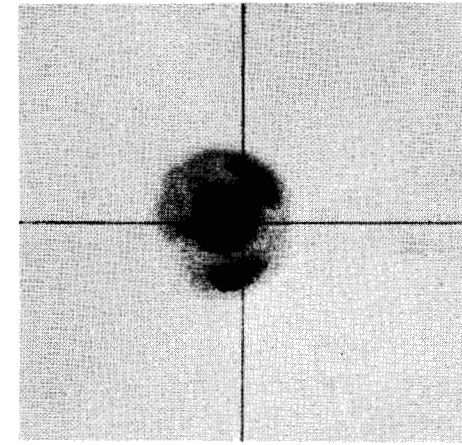
$$Q_m = \frac{\pi}{2} \cdot \frac{Z_a}{Z_{a_1} \cdot Z_{a_2}}$$



TRANSDUCTEUR N° 1



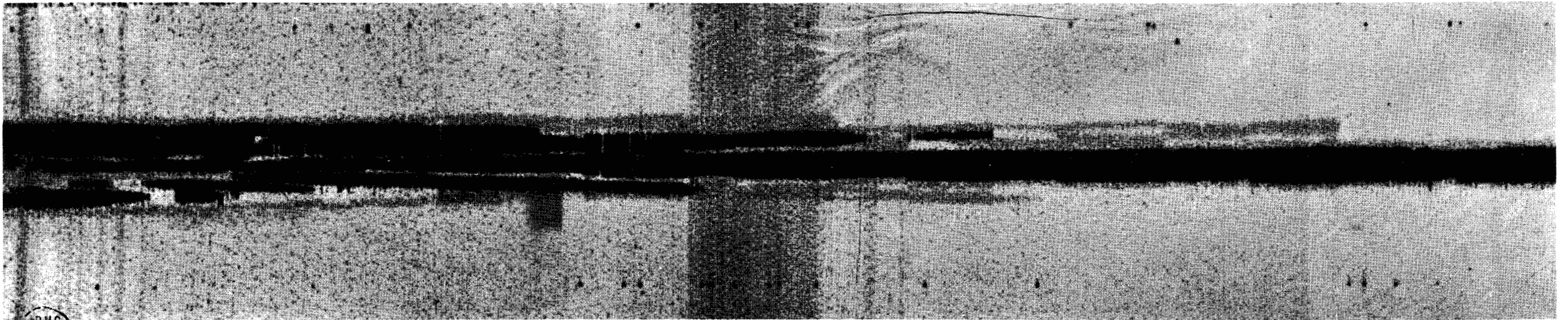
TRANSDUCTEUR N° 3



TRANSDUCTEUR N° 5

a) CHAMPS ACOUSTIQUES DANS UN PLAN NORMAL A L'AXE D'EMISSION  $d = 150$  mm

150 mm



b) TRANSDUCTEUR N°1 CHAMP ACOUSTIQUE DANS L'AXE D'EMISSION

Fig. 47 - CHAMPS ACOUSTIQUES DE TRANSDUCTEURS HAUTE TEMPERATURE - 2<sup>ème</sup> GENERATION

BUS  
LILLE

Cet examen a porté sur les trois transducteurs les plus caractéristiques de ces essais : le n° 1 qui s'est rapidement détérioré par décollement du cristal, le n° 3 qui présentait la plus grande sensibilité, le n° 5 qui accuse la perte la plus sensible.

La Fig. 47 montre l'image du champ acoustique de ces trois transducteurs dans un plan normal à l'axe d'émission situé à 150 mm de la surface émettrice. Nous pouvons voir aussi un relevé du champ acoustique dans l'axe d'émission du transducteur n° 1.

On peut constater que celui donné par le transducteur n° 3 présente une symétrie évidente, laissant supposer que la qualité de la liaison céramique/cristal est suffisamment homogène sur toute la surface pour pratiquement n'apporter aucune perturbation sensible à la transmission des ondes acoustiques émises par le cristal piézoélectrique au travers de la lame de phase.

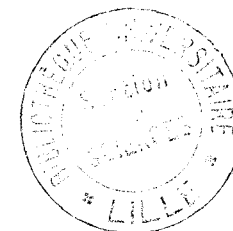
Il n'en n'est pas de même pour les deux autres transducteurs dont les champs acoustiques présentent des aberrations dont l'importance traduit des défauts de collage entre le cristal et le métal.

Il est préférable que ces relevés se fassent dans la zone proche, dite zone de FRESNEL, où les phénomènes de diffraction sont les plus apparents. Ceci est particulièrement illustré par la Fig. 47/b qui montre un relevé de champ acoustique concernant le transducteur n° 1, effectué suivant un diamètre sur l'axe d'émission. On peut remarquer qu'au delà de 200 mm environ, on retrouve une certaine homogénéité.

La mise en évidence de défauts de collage par le relevé du champ acoustique se trouve confirmée par l'étude à l'oscilloscope de la forme des signaux des échos de réflexion. Ces signaux sont d'autant plus courts que le cristal piézoélectrique est mieux amorti. Dans notre cas, on peut considérer que la lame de phase et l'amortisseur situés de part et d'autre du cristal introduiront un amortissement plus ou moins important suivant la nature de la liaison.

La présence de zone où le collage ne serait pas parfaitement réalisé, va entraîner une diminution de l'amortissement mécanique. La vibration mécanique engendrée par l'impulsion électrique d'excitation sera plus longue à s'amortir par suite de l'augmentation du Q mécanique.

$$Q_m = \frac{\pi}{2} \cdot \frac{Z_{a_c}}{Z_{a_1} \cdot Z_{a_2}}$$



$Z_{a_c}$  : impédance du cristal

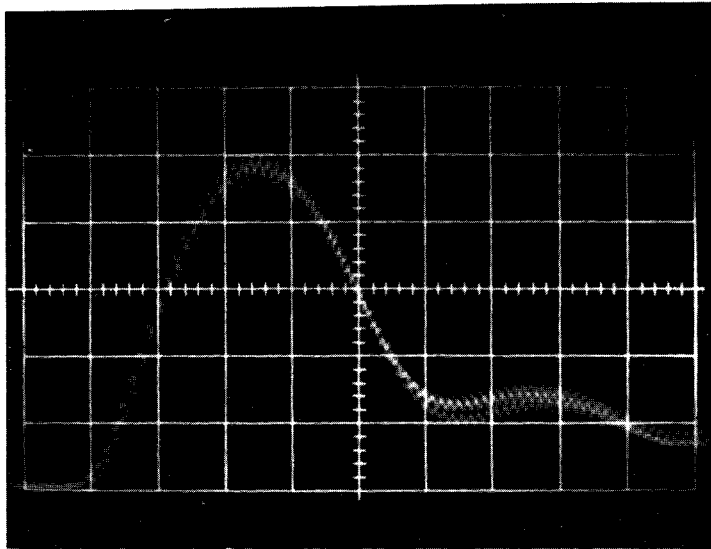
$Z_{a_1}$ ,  $Z_{a_2}$  : impédances des charges situées de part et d'autre du cristal

La Fig. 48 montre les signaux électriques correspondant au premier écho de réflexion, obtenus avec les transducteurs n° 1, n° 3 et n° 5 au moyen du montage de la Fig. 45. Il s'agit des enveloppes des signaux haute fréquence après démodulation.

On voit que la largeur du signal des transducteurs n° 3 et n° 5 est sensiblement identique :  $\approx 14 \mu s$ . Toutefois, l'amortissement du n° 3 se rapproche d'une exponentielle. Il s'agit également du transducteur le plus sensible qui présentait en outre un champ acoustique homogène. Le n° 5 présente un léger palier sur la courbe d'amortissement, ce transducteur possédait une sensibilité plus faible et son champ acoustique montrait une légère hétérogénéité. Quant au transducteur n° 1 de plus faible sensibilité, qui s'est détérioré très rapidement, la largeur du signal dépasse  $45 \mu s$ . Il n'est pas sans intérêt pour la suite de cette étude de remarquer la corrélation existant entre les résultats des différentes mesures effectuées sur les transducteurs en vue de définir la qualité des liaisons entre le cristal et la lame mince, comme le montre le tableau 4

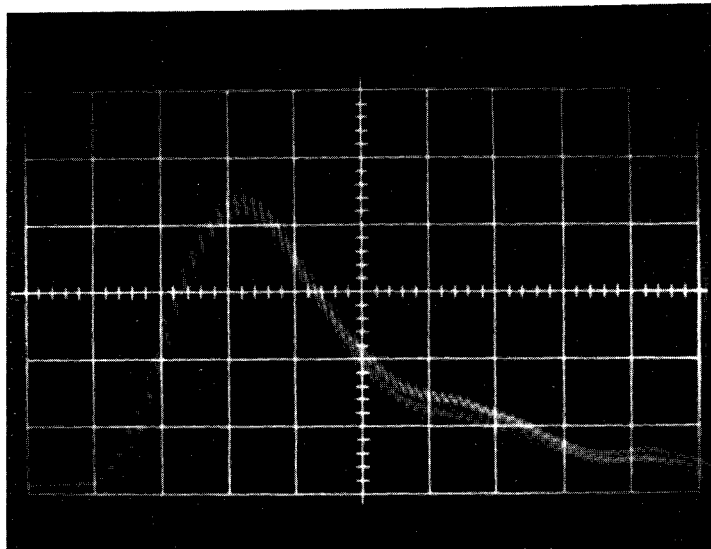
TRANSDUCTEUR	N° 3	N° 5	N° 1
Champ acoustique	symétrique	symétrique avec quelques aberrations	dissymétrique avec nombreuses aberrations
Sensibilité en $\frac{1}{G} \cdot 10^3$	26,3	23,8	19
Largeur du signal en $\mu s$ .	14	14	45
Forme du signal	exponentielle	exponentielle avec léger palier	palier très prononcé
Tenue en température	excellente	tendance à une diminution de la sensibilité	détérioration rapide à la 1ère mise en température

Tableau 4 - Transducteurs 2ème génération  
Résultats des mesures



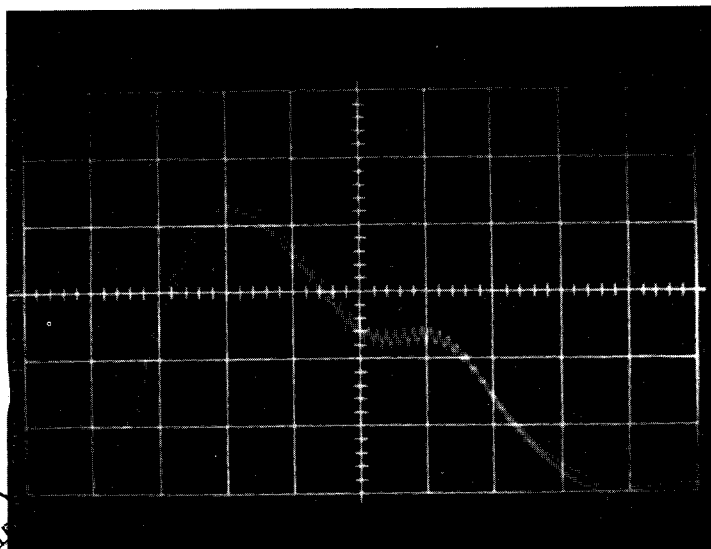
TRANSDUCTEUR N°1

V = 2 Volts / div T = 5  $\mu$ s / div AMPLIFICATION 64 dB



TRANSDUCTEUR N°3

V = 2 Volts / div T = 2  $\mu$ s / div AMPLIFICATION 50 dB



TRANSDUCTEUR N°5

V = 2 Volts / div T = 2  $\mu$ s / div AMPLIFICATION 52 dB

BUS  
LILLE

Fig. 48\_ INFLUENCE DE LA QUALITE DE LA JONCTION SUR L'AMORTISSEMENT DES SIGNAUX

#### 6.4. Remarque sur les essais à 300°C

Au regard des résultats obtenus, on peut dire que les transducteurs réalisés avec la colle Eccobond 58C sont susceptibles de fonctionner normalement à une température de 300°C dans la mesure où la liaison cristal/lame de phase est parfaitement réalisée, les défauts de collage ayant tendance à augmenter lors de la mise en température.

Nos méthodes de mesure - champ acoustique ; sensibilité ; forme des signaux - permettent d'estimer de façon qualitative l'importance des défauts de liaison entre le cristal piézoélectrique et la lame de phase. L'expérience a confirmé qu'à des champs acoustiques présentant de nombreuses anomalies, associés à des signaux faiblement amortis, correspondaient des transducteurs particulièrement sensibles aux chocs thermiques, qui se détérioraient rapidement.

La limite de 300°C est en fait imposée principalement par la nature de l'adhésif utilisé plutôt que par l'utilisation des cristaux de  $\text{Pb Zr Ti O}_3$  (température de curie : 365°C).

La température de 650°C fixée comme but de cette étude, impose que soient utilisés d'autres matériaux piézoélectriques, de température de Curie plus élevée, ainsi que d'autres produits, ou éventuellement une technique différente pour réaliser la liaison entre le cristal piézoélectrique et le support en acier inoxydable.

L'utilisation de cristaux de  $\text{Li Nb O}_3$  nous permet de satisfaire à la première condition.

Par contre, si nous désirons réaliser une liaison cristal/métal susceptible de tenir au delà de 300°C, il nous faut envisager une toute autre méthode, ne mettant pas en oeuvre un produit adhésif organique. En effet, toutes les compositions du type époxy n'utilisent l'argent que pour assurer une certaine conductibilité après cuisson. L'adhérence mécanique est assurée en grande partie par la résine dont les températures d'utilisation maximales sont voisines de 300°C.

### 7. TRANSDUCTEURS HAUTE TEMPERATURE - 3<sup>ème</sup> GENERATION - TEMPERATURE MAXIMUM D'UTILISATION 900°C

#### 7.1. Liaison par diffusion intermétallique de deux couches d'argent

Nous venons de voir les limites imposées par les résines, en température. Dans la mesure où nous pourrions réaliser une métallisation à base d'argent sur la céramique et sur l'acier inoxydable, nous avons pensé qu'il serait possible d'obtenir une liaison par diffusion argent/argent.

Les pièces ainsi préparées étant mises en contact sous certaines conditions de pression et de température.

La température de fusion de l'argent - 960°C - nous fixe la limite supérieure pour le traitement thermique destiné à assurer cette diffusion. Cette température est largement compatible avec les possibilités résultant de l'emploi des cristaux de  $\text{Li Nb O}_3$

Le prix relativement élevé de ce matériau ne nous permettait pas d'envisager directement une série d'essais de jonction avec un support en acier inoxydable. En effet, l'étude de cette liaison par diffusion nécessitait des contrôles destructifs. Dans une première étape, nous avons essayé d'obtenir des jonctions verre/acier inoxydable. Le faible prix de revient des composants utilisés ne s'opposait pas à la poursuite des nombreux essais qui furent nécessaires avant l'obtention de résultats positifs, nous permettant d'envisager valablement le même type d'opérations avec le métaniobate de lithium.

#### 7.2. Essai de liaison verre/acier inoxydable NS22S

Ces essais ont eu pour but de réaliser des liaisons entre des plaquettes de verre (10 x 10 x 2 mm) et des disques en acier inoxydable NS22S ( $\emptyset$  15 mm - ép. 5 mm).

Les faces qui seront en contact sont métallisées au moyen d'argent colloïdal. De multiples tentatives ont permis de retenir la méthode suivante :

Après polissage des pièces en acier, ces dernières ainsi que les plaquettes de verre sont soigneusement dégraissées et séchées. Une couche d'argent est déposée au pinceau. Une cuisson à 760°C est ensuite effectuée en observant une montée progressive de la température afin que l'évaporation des solvants s'effectue correctement. Au delà de 250°C le traitement des supports en acier s'effectue sous atmosphère d'argon de façon à éviter une oxydation exagérée.

Cette métallisation effectuée, les pièces sont mises en contact sous pression (20 Kg/cm<sup>2</sup>) et subissent un traitement thermique sous argon pendant 72 heures, qui assure la diffusion entre les différentes couches d'argent.



Après les différents cyclages thermiques nécessaires à la diffusion des couches d'argent, nous avons pu remarquer que les plaquettes de verre des éprouvettes, présentaient par endroit, des amorces de fractures dues apparemment à la différence sensible des coefficients de dilatation

Acier NS22S .....	17 à 18 . 10 <sup>-6</sup> m/m.°C
Verre .....	2,5 à 6 . 10 <sup>-6</sup> m/m.°C

Ces ruptures indiquaient que l'accrochage des couches d'argent sur les supports était suffisant pour s'opposer aux forces de dilatation obligeant le matériau le plus fragile à se briser partiellement. Des éprouvettes témoin en verre de même qualité, placées dans les mêmes conditions de cyclage thermique, ne présentaient aucune amorce de fracture.

L'examen micrographique des jonctions ainsi réalisées montre la parfaite diffusion des couches d'argent sans aucune trace de discontinuité -Fig.49 -

### 7.3. Liaison Li Nb O<sub>3</sub> / NS22S

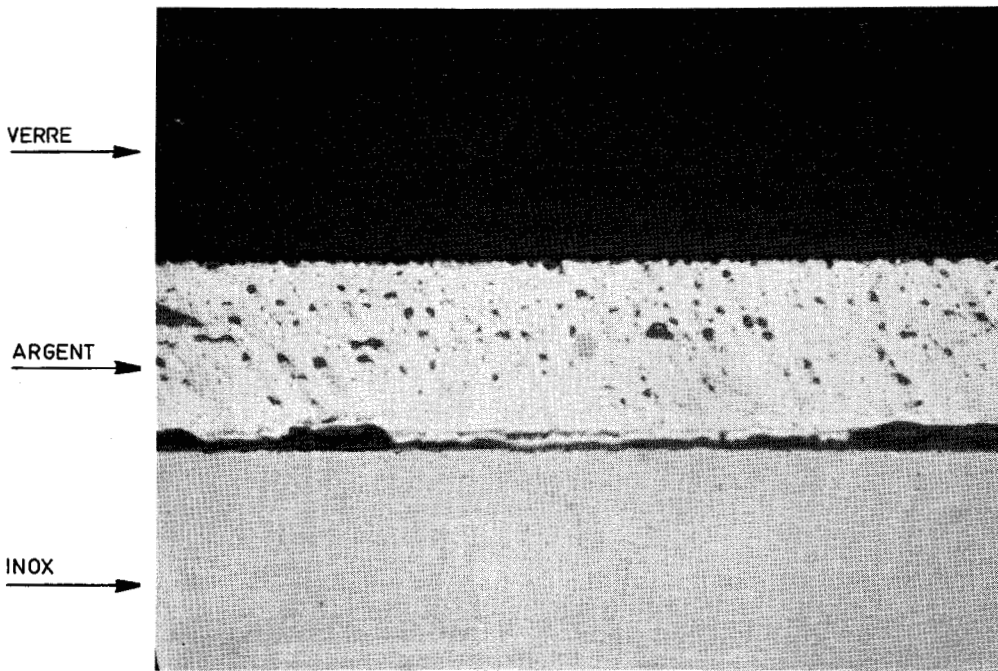
A la suite des résultats positifs obtenus sur les éprouvettes en verre, les essais se sont poursuivis sur un cristal de Li Nb O<sub>3</sub>. D'après l'analyse des coefficients de dilatation respectifs, nous pouvions espérer des résultats au moins aussi satisfaisants que ceux concernant la liaison verre/acier.

1°) Comme le montre la Fig. 50 les coefficients de dilatation des matériaux en présence sont nettement plus voisins que lors des essais réalisés sur des éprouvettes de verre.

2°) Les pastilles de Li Nb O<sub>3</sub> utilisées présentaient du fait de leur diamètre de Ø 5 mm une surface plus faible que celle des éprouvettes de verre. Nous avons pensé que l'élasticité de la couche d'argent diffusée absorberait en totalité les différences d'élongation dues à la dilatation.

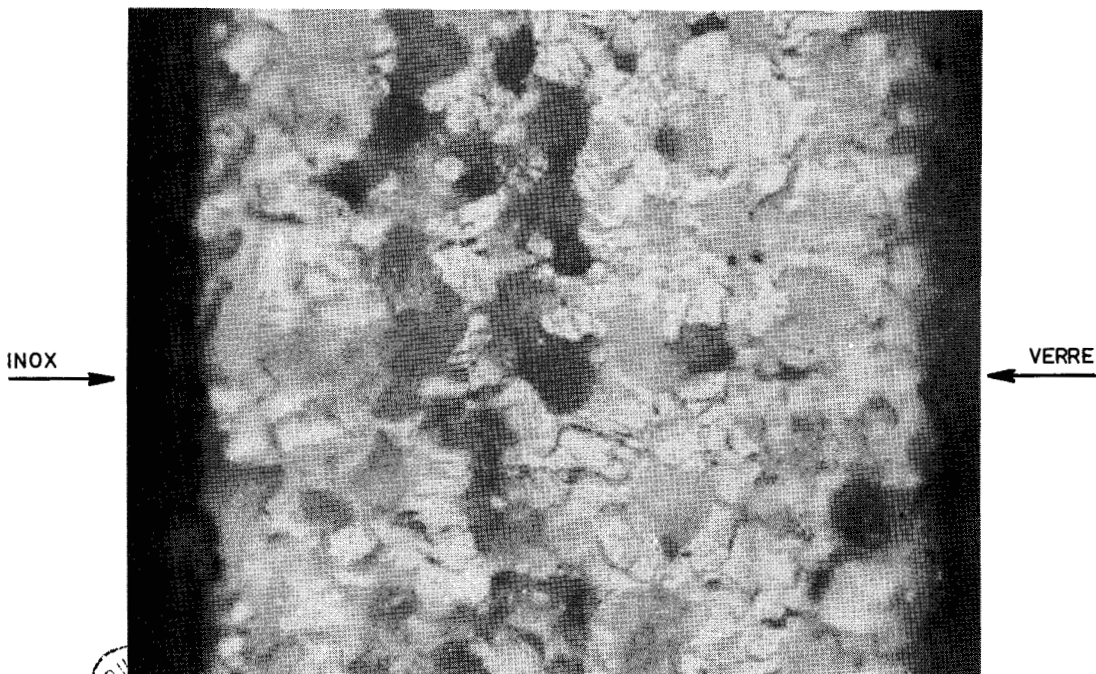
Dans un premier essai, un disque de Li Nb O<sub>3</sub> de diamètre Ø 5 mm - ép. 0,8 mm a été collé sur un support en acier inoxydable. Nous avons utilisé la même technique que celle ayant servi au collage d'éprouvettes en verre.

De façon à mieux interpréter le phénomène d'adhérence entre les différents matériaux, nous avons effectué au microscope électronique un examen de la liaison réalisée



b\_

x 300



a\_

↑ ARGENT

x 1500

Fig. 49\_ MICROGRAPHIE D'UNE LIAISON VERRE / INOX NS22S PAR DIFFUSION D'ARGENT

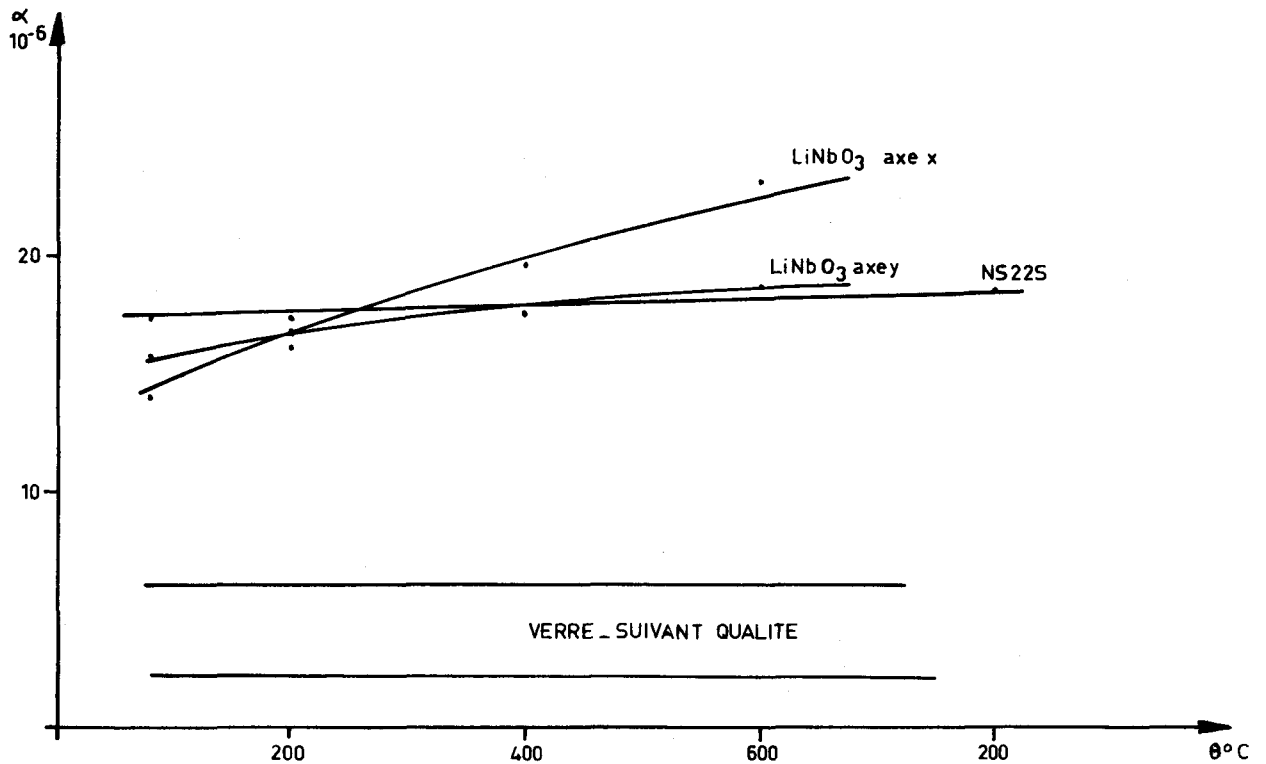


Fig. 50 VARIATION DES COEFFICIENTS DE DILATATION EN FONCTION DE  $\theta$  ACIER INOXYDABLE NS225 . LiNbO<sub>3</sub> .VERRE

La Fig. 51 donne une image de cette liaison obtenue par réplique vernis/carbone sous une tension de 80 kV avec un grossissement de 6000. L'examen de la diffusion des deux couches d'argent ne fait que confirmer les résultats obtenus au microscope optique sur les essais réalisés avec les éprouvettes en verre. La diffusion est parfaitement homogène et ne présente aucune discontinuité (les traces parallèles au plan de collage sont dues au polissage).

L'adhérence de la couche d'argent sur l'acier inoxydable est due probablement à un accrochage mécanique qui résulte de l'état de surface du support métallique.

Par contre, si l'on tient compte de l'état de surface de la pastille de Li Nb O<sub>3</sub> avant le dépôt de la couche d'argent - Fig. 52 - il n'est plus possible de ne faire intervenir dans ce phénomène d'adhérence, que le seul accrochage mécanique de l'adhésif sur son support.

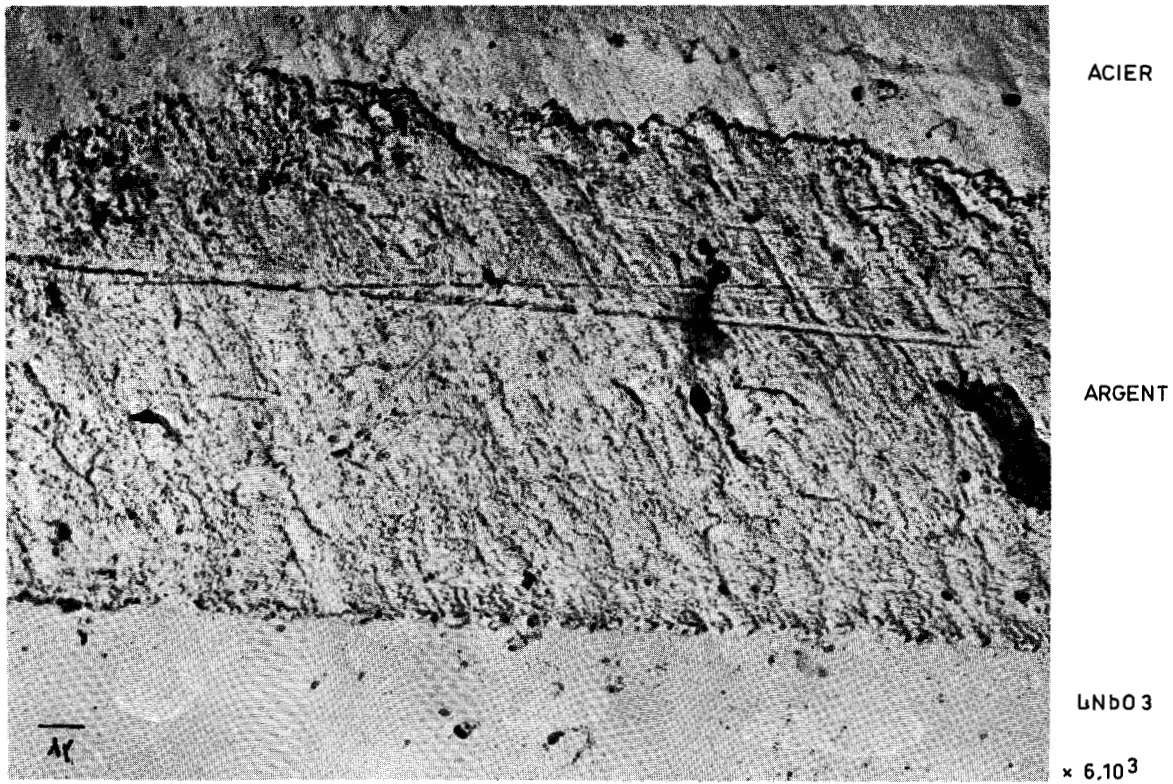


Fig.51\_ LIAISON NS22S / ARGENT / LiNbO<sub>3</sub> MICROSCOPE ELECTRONIQUE

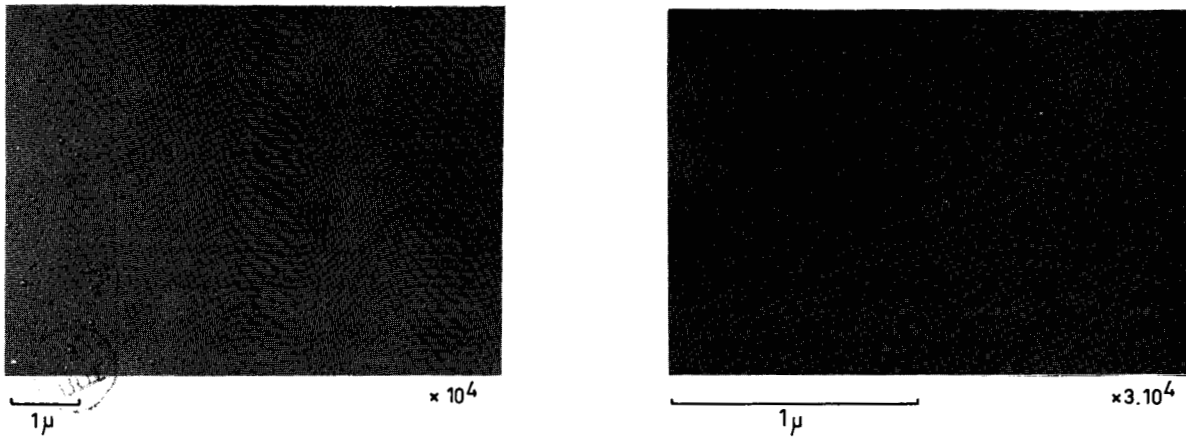


Fig.52 \_ETAT DE SURFACE CRISTAL LiNbO<sub>3</sub> MICROSCOPE ELECTRONIQUE

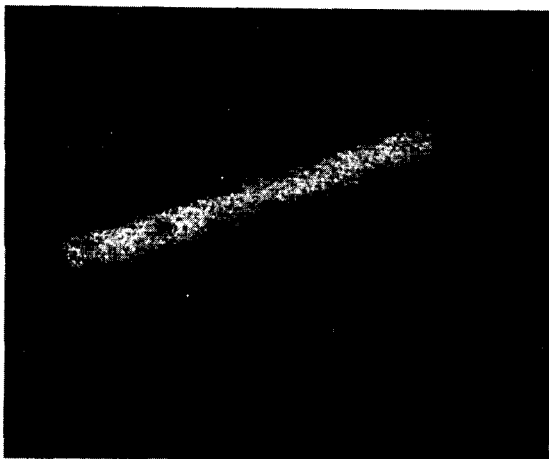
On peut supposer dans ce cas, que l'adhérence est liée à des phénomènes de tension superficielle, qui assurent la mouillabilité du support céramique par la suspension d'argent colloïdal.

Nous avons complété l'examen de cette liaison par une analyse à la microsonde de Castaing.

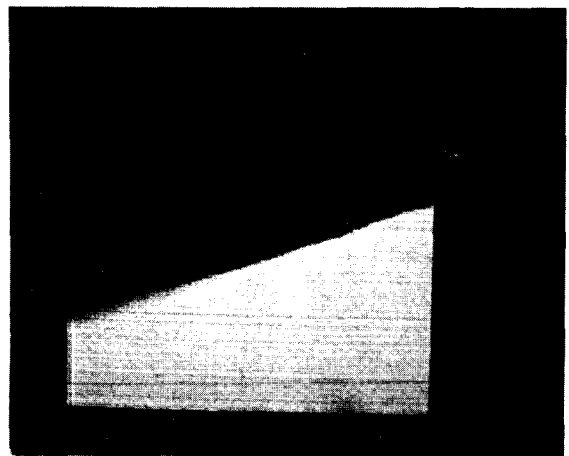
Sur la Fig. 53 est représentée l'image obtenue en analysant la concentration de fer et d'argent au voisinage de l'interface acier inoxydable/argent. On peut remarquer que cette concentration est très nettement différenciée. De même, l'examen de la Fig. 54 montre que les signaux correspondant à chaque élément accusent une chute brutale. Une diffusion des matériaux constituant la liaison amènerait par contre une variation plus progressive des images ou signaux observés.

On peut supposer qu'une légère diffusion se soit produite qui n'intéresserait que les couches superficielles des matériaux en présence, le pouvoir de résolution de la microsonde de Castaing ne permettant pas de le mettre en évidence. Une analyse effectuée au microscope à balayage avec un grossissement de 10 000 semblait montrer une telle diffusion de l'argent dans le métaniobate de lithium.

BUS  
LILLE



ARGENT



FER

Fig. 53 - ANALYSE A LA MICROSONDE DE CASTAING DE L'INTERFACE  
ACIER INOXYDABLE / ARGENT

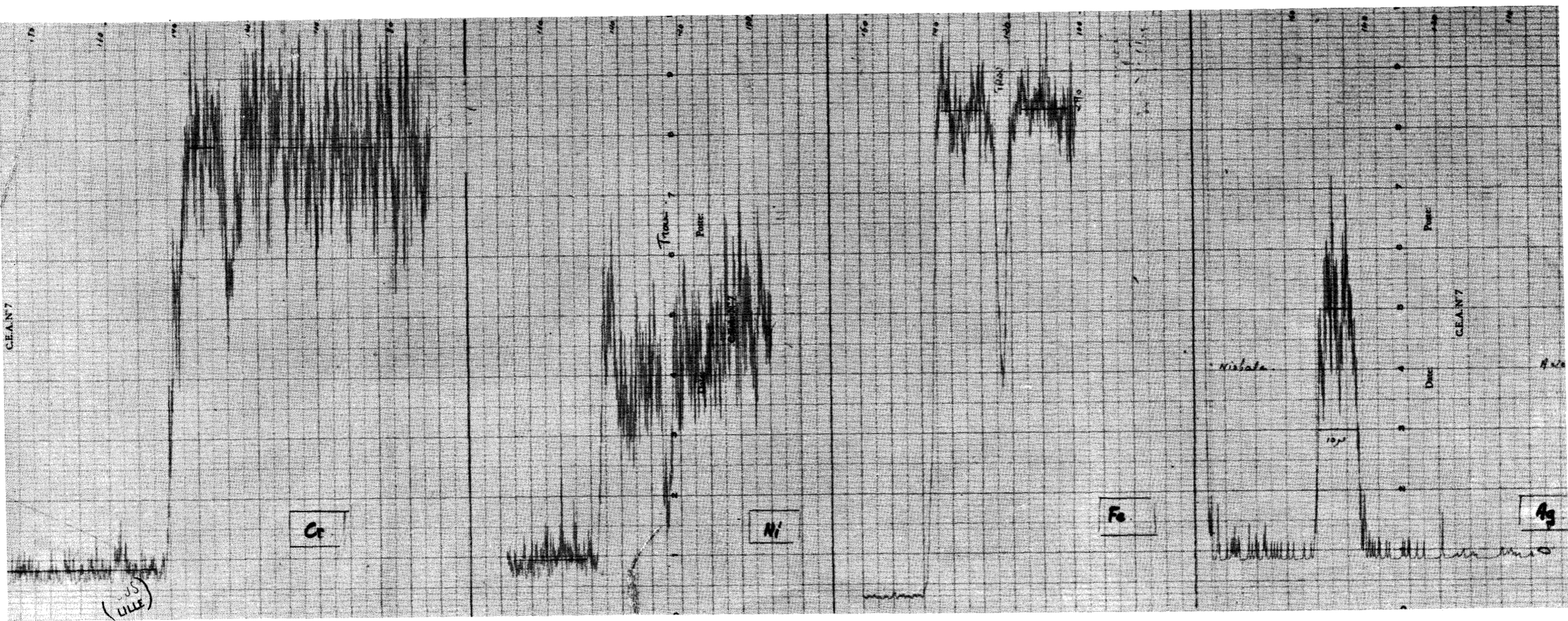


Fig. 54 - ANALYSE A LA MICROSONDE DE CASTAING DE LA CONCENTRATION DES DIVERS CONSTITUANTS D'UNE JONCTION NS22S - ARGENT - Li NbO3

On peut supposer dans ce cas, que l'adhérence est liée à des phénomènes de tension superficielle, qui assurent la mouillabilité du support céramique par la suspension d'argent colloïdal.

Nous avons complété l'examen de cette liaison par une analyse à la microsonde de Castaing.

Sur la Fig. 53 est représentée l'image obtenue en analysant la concentration de fer et d'argent au voisinage de l'interface acier inoxydable/argent.

On peut remarquer que cette concentration est très nettement différenciée.

De même, l'examen de la Fig. 54 montre que les signaux correspondant à chaque élément accusent une chute brutale. Une diffusion des matériaux constituant la liaison amènerait par contre une variation plus progressive des images ou signaux observés.

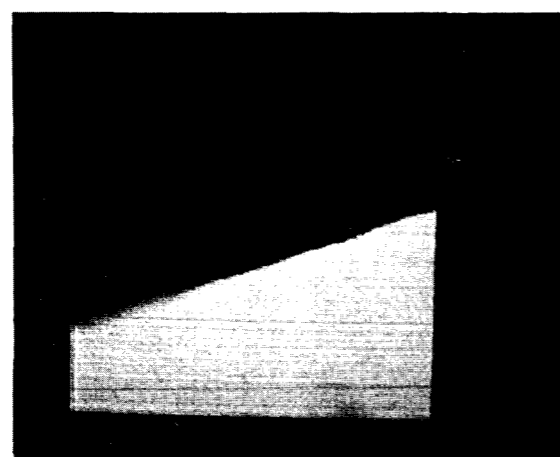
On peut supposer qu'une légère diffusion se soit produite qui n'intéresserait que les couches superficielles des matériaux en présence, le pouvoir de résolution de la microsonde de Castaing ne permettant pas de le mettre en évidence. Une analyse effectuée au microscope à balayage avec un grossissement de 10 000 semblait montrer une telle diffusion de l'argent dans le métaniobate de lithium.

BUS  
LILLE

BIBLIOTHÈQUE UNIVERSITAIRE  
SECTION DE SCIENCES  
LILLE



ARGENT



FER

Fig. 53 - ANALYSE A LA MICROSONDE DE CASTAING DE L'INTERFACE  
ACIER INOXYDABLE / ARGENT

On voit toutes les difficultés qui existent dans l'interprétation de ce phénomène d'adhérence. Dans notre cas, deux éléments paraissent concourir à la qualité du collage réalisé. D'une part, l'état de surface qui fait intervenir la théorie mécanistique de l'adhérence, d'autre part, la composition de l'adhésif qui ferait intervenir la théorie de la mouillabilité [10]. Ces essais ont néanmoins permis de réaliser au moyen de l'argent colloïdal une liaison entre un cristal de  $\text{Li Nb O}_3$  et un support en acier inoxydable présentant les caractéristiques suivantes :

- 1°) La liaison est suffisamment homogène pour assurer une transmission correcte des ondes acoustiques sur toute la surface du cristal émetteur
- 2°) L'épaisseur relativement faible (  $10 \mu$  ) comparée à la longueur d'onde des fréquences usuelles d'utilisation peut être négligée dans le calcul de la lame de phase
- 3°) Cette liaison présente une bonne souplesse qui lui permet d'absorber les contraintes de dilatation résultant de la mise en température.

#### 7.4. Dispositif d'essai de la liaison en température

##### 7.4.1. Choix d'un milieu de propagation acoustique

En fait la température de ces essais avait été fixée, compte tenu des résultats précédents à  $700^\circ\text{C}$ , valeur légèrement inférieure à celle nécessitée par la métallisation des surfaces. Les résultats nettement positifs obtenus nous ont amené à soumettre l'ensemble réalisé à un test plus sévère qui nous a permis de constater qu'une température d'utilisation de  $900^\circ\text{C}$  était possible.

Ces essais ne nous permettent pas encore de parler de transducteurs haute température, tels qu'ils sont définis sur la Fig. 27, c'est-à-dire cristal piézoélectrique collé à l'intérieur d'un boîtier étanche. En effet, l'utilisation de ce type de transducteur aurait nécessité l'emploi d'une enceinte et d'un produit de couplage, susceptible de supporter une température de  $700^\circ\text{C}$ . Si le problème de l'enceinte pouvait se résoudre assez rapidement, nous ne pouvions plus, en ce qui concerne le produit de couplage, utiliser le terphényl qui se détruit aux alentours de  $400^\circ\text{C}$ . Il ne restait que le sodium dont l'emploi pouvait être envisagé. Des essais préliminaires réalisés sur ce produit afin de déterminer certaines de ces propriétés acoustiques en température, nous avaient permis de mesurer toutes les difficultés que comporte sa mise en oeuvre.

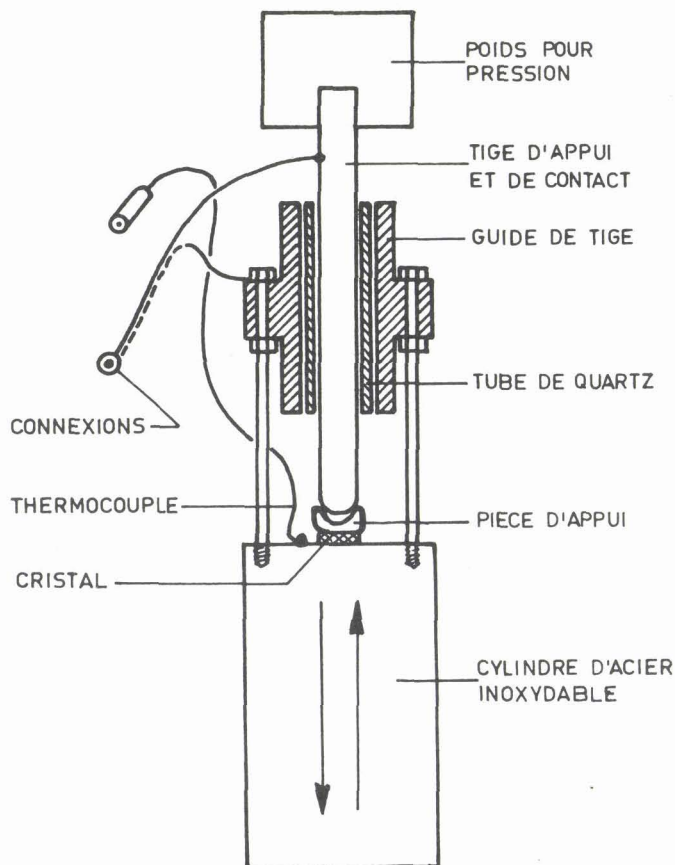


Les règles de sécurité les plus élémentaires à observer pour éviter tout incident (incendie, explosion) ainsi que les opérations de remplissage et de nettoyage de l'enceinte de mesure, entraînent une perte de temps telle, que l'emploi du sodium nous a paru disproportionné avec le but de ces premiers essais de fonctionnement à haute température.

Nous avons utilisé un bloc d'acier inoxydable NS22S qui sert à la fois de support au cristal piézoélectrique et de milieu de propagation des ondes acoustiques. L'ensemble est mis en température dans un four.

#### 7.4.2. Dispositif d'essais

Il se compose essentiellement d'un cylindre en acier inoxydable de  $\varnothing$  40 mm, longueur 80 mm - Fig. 55 -



Sur l'une des faces, un cristal de  $\text{Li NB O}_3$  est collé par diffusion intermétallique suivant la technique décrite précédemment. Les échos de réflexion sont obtenus sur la face opposée. Un poids maintient une pression pendant la diffusion. Cette pression s'exerce par l'intermédiaire d'une tige en acier inoxydable qui sert de connexion électrique entre le cristal et le générateur lors des essais acoustiques, le retour se faisant par la masse du cylindre de couplage. La pièce d'appui sert à répartir d'une façon homogène la pression sur toute la surface du cristal.

Fig.55 \_DISPOSITIF EMETTEUR RECEPTEUR D'ULTRASONS A HAUTE TEMPERATURE

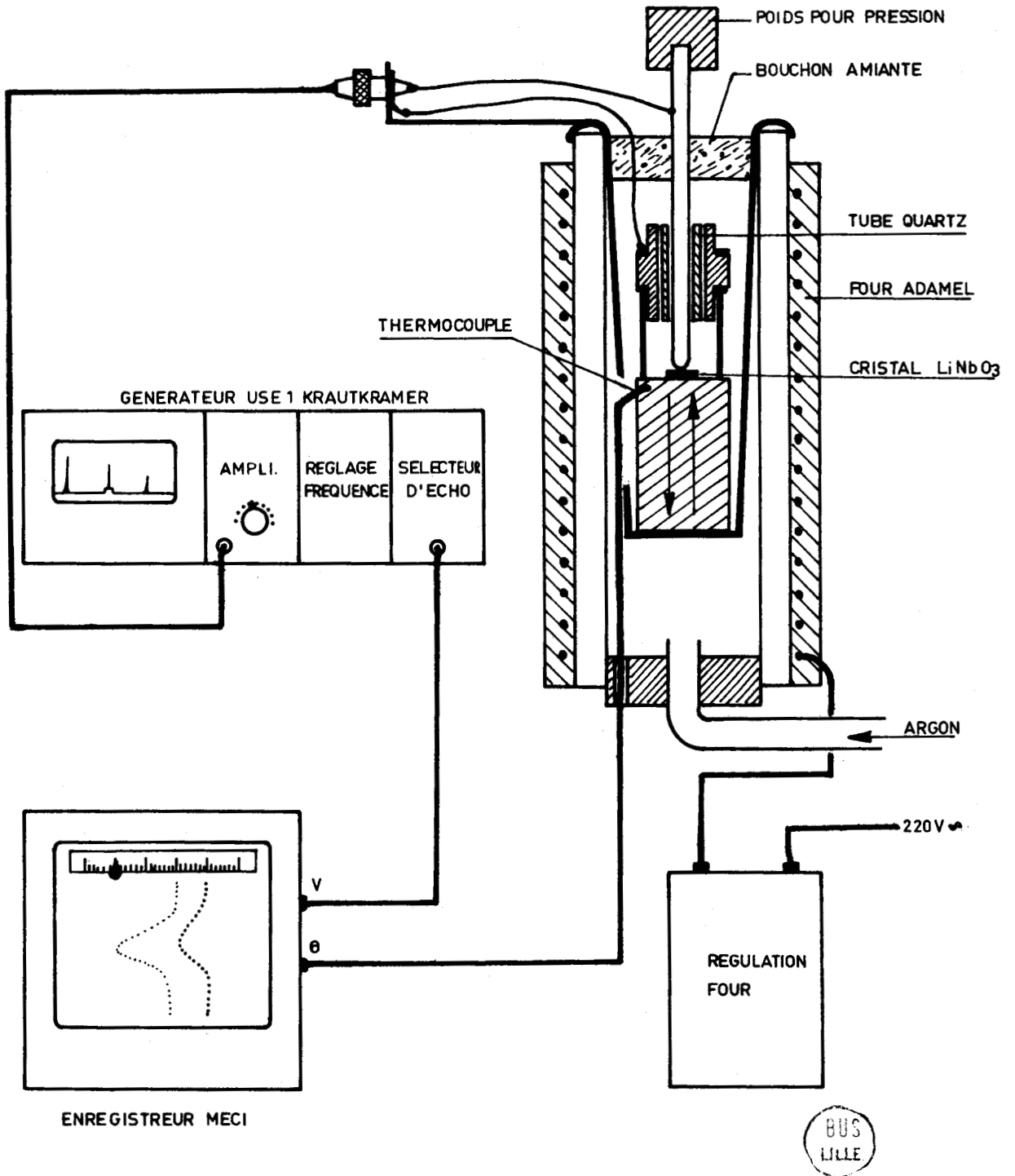


Fig. 56 \_DISPOSITIF EXPERIMENTAL DE MESURE DE SENSIBILITE A HAUTE TEMPERATURE

Un thermocouple, fixé dans le cylindre de couplage au voisinage de la liaison, permet de mesurer la température de fonctionnement de l'ensemble après sa mise en place à l'intérieur d'un four Adamel disposé verticalement, dans lequel on établit une circulation d'argon.

L'ensemble émetteur-récepteur est excité par un générateur KRAUTKRAMER type USE1. Un enregistreur MECI mesure simultanément, la température et la tension de sortie proportionnelle à l'amplitude des échos de réflexion.

-Fig.56-

### 7.4.3. Résultats

On trouvera Fig. 57/a la variation d'amplitude du 1er écho de réflexion en fonction de la température. Le gain du générateur ayant été fixé à 50 dB, les 4 mesures ont été faites au cours d'une montée en température effectuée en 3 heures environ pour chaque essai. Cette montée était suivie d'un palier d'environ 4 heures pendant lesquelles aucune variation n'a pu être décelée. L'essai n° 3 a été suivi d'un palier à 690°C pendant 15 heures. Les mesures de l'essai n° 4 correspondent à une remise à l'ambiance. On peut constater que les différents cyclages thermiques n'ont pas eu d'influence sur la reproductibilité des mesures, si l'on tient compte de l'erreur qui peut être introduite par le contact électrique entre la tige conductrice et le cristal par suite d'une légère oxydation. Il semble bien que le collage du cristal sur l'acier inoxydable ne soit pas affecté par les chocs thermiques. En effet, les décollements même limités entraînant un couplage médiocre n'auraient certainement pas permis d'assurer une telle reproductibilité.

L'augmentation de la sensibilité avec la température peut s'expliquer à la lumière de deux phénomènes mis en évidence lors des essais sur les cristaux de  $\text{Li Nb O}_3$  (paragraphe 7.8, 1ère partie).

On peut constater que le coefficient de couplage électromécanique  $k_c$  augmente avec la température. Pour une même énergie électrique d'excitation, l'énergie acoustique rayonnée est plus importante aux températures élevées.

D'autre part, du fait de la diminution de l'impédance du cristal à la résonance, l'adaptation avec le générateur se rapproche des conditions optimales, l'impédance de ce dernier se situant autour de 50  $\Omega$ .

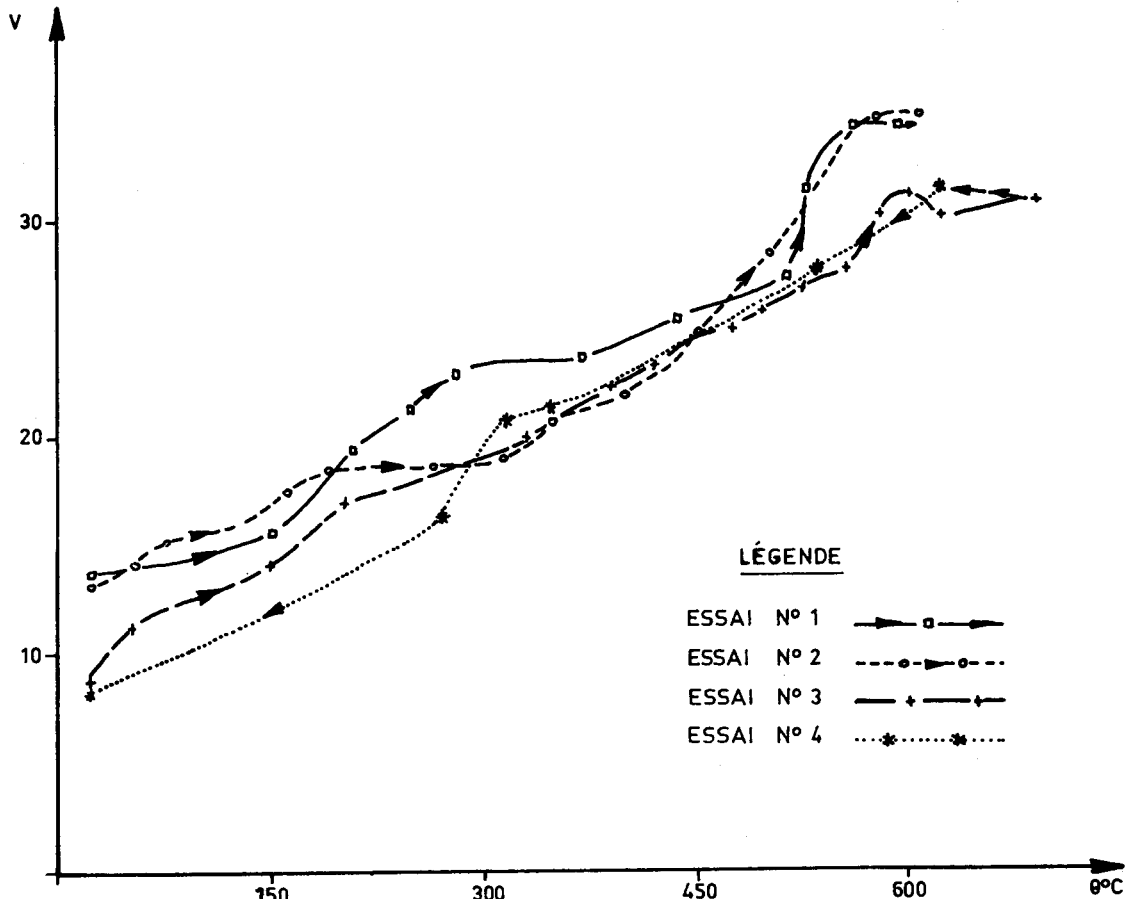


Fig. 57 a . SENSIBILITE EN FONCTION DE  $\theta$

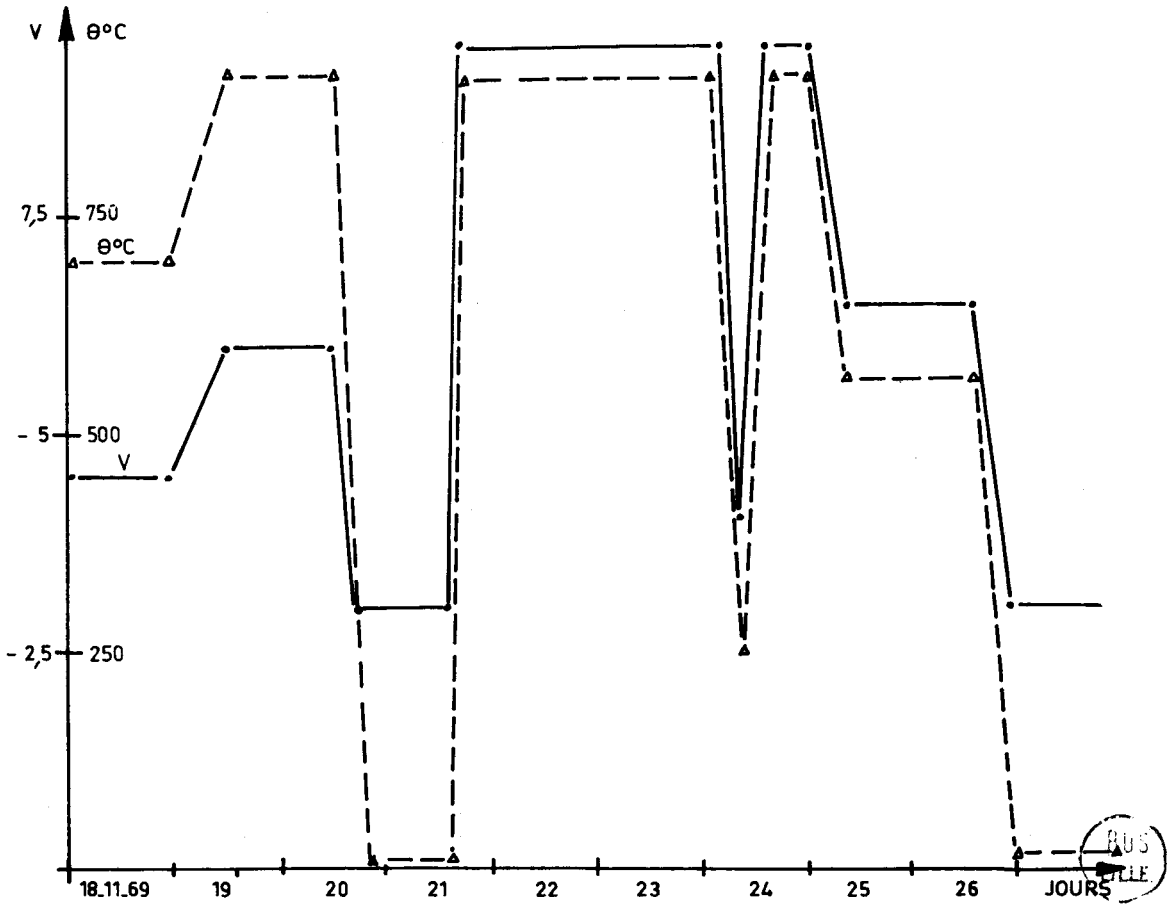


Fig. 57 b . SENSIBILITE A HAUTE TEMPERATURE . ESSAIS DE DUREE.

Fig. 57 . INFLUENCE DE  $\theta$  SUR LA SENSIBILITE . JONCTION ARGENT

Ce dispositif a ensuite été laissé en essai pendant 30 jours.

La température moyenne de fonctionnement était de 800°C. Toutefois, vers la fin de l'essai, un certain nombre de cyclages thermiques ont été effectués, avec des pointes de température de 930°C.

La perte de sensibilité a été inférieure à 2dB, dans laquelle il faut tenir compte de la dérive de l'amplificateur de sortie du générateur.

On trouvera Fig. 57/b un extrait de l'enregistrement correspondant aux onze derniers jours de l'essai. On peut constater que le fait d'avoir soumis le dispositif à une température de 930°C n'a pas modifié les caractéristiques du transducteur.

La technique de liaison métaniobate de lithium/acier inoxydable pouvant être considérée comme satisfaisante, nous avons entrepris la réalisation pratique de quelques transducteurs susceptibles de fonctionner dans le sodium liquide.

#### 7.5. Réalisation pratique d'un transducteur

La réalisation pratique de l'extrémité sensible du transducteur a été faite suivant le schéma décrit au paragraphe 1.3. 2ème partie.

La pastille piezoélectrique est tout d'abord collée sur un disque en acier inoxydable constituant la lame de phase. Cette dernière est ensuite soudée par bombardement électronique au corps du transducteur.

Le raccordement avec le générateur d'excitation est réalisé au moyen d'une liaison souple susceptible de tenir en température - Fig. 58 -

Un tube souple en acier inoxydable assure une liaison étanche entre la bride de raccordement se fixant sur le transducteur et celle permettant de monter l'ensemble sur une cuve d'essai. La liaison électrique est réalisée par un câble en cuivre isolé par des perles céramiques. Cet ensemble, dont une partie peut être immergée dans le sodium est prolongé extérieurement à la cuve d'essais par un coaxial.

Un système d'ailettes de refroidissement usinées sur la bride intermédiaire fait office de radiateur, évitant un échauffement exagéré de la connexion extérieure.

Cette disposition de la connexion souple prévue pour tenir en température a surtout été conçue pour être utilisée sur un dispositif destiné à effectuer des repérages d'objets en température suivant la technique du Sonar. La Fig. 59 montre la réalisation pratique d'un tel transducteur.

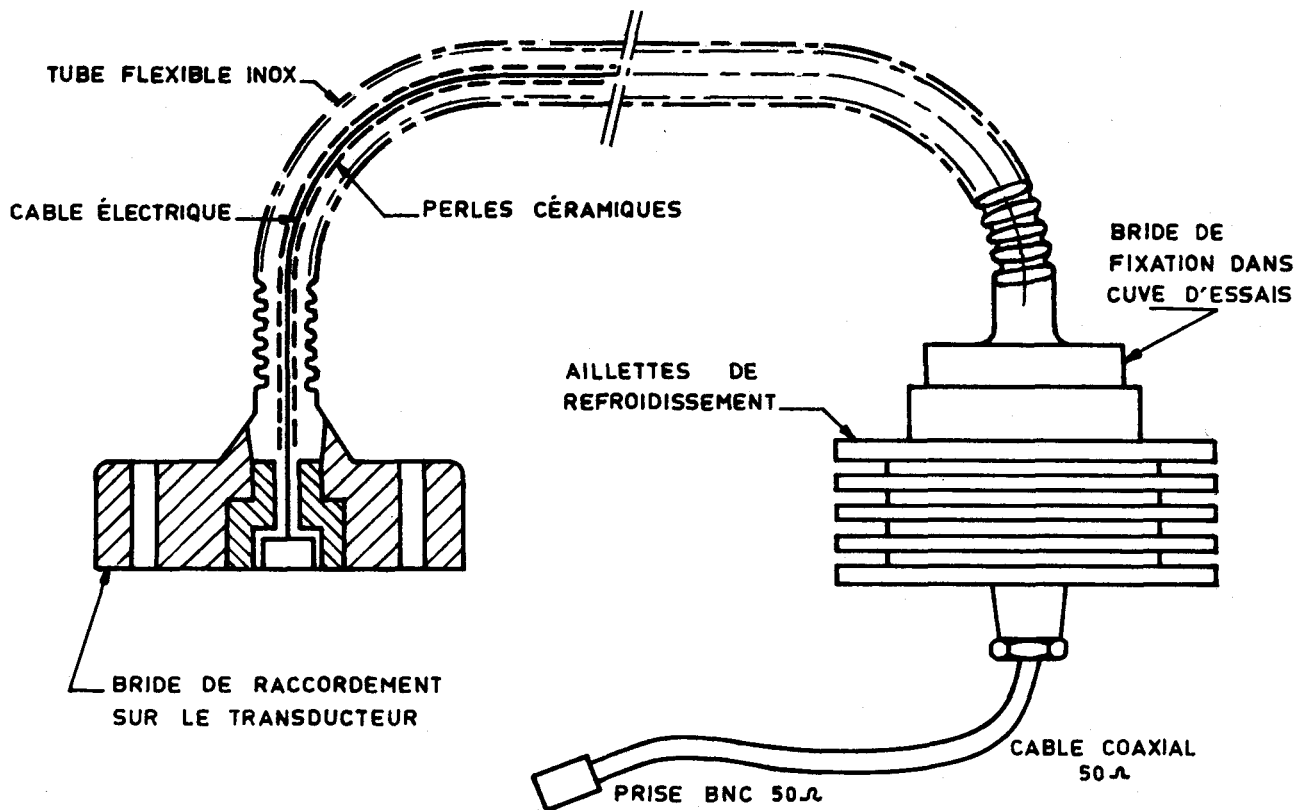


Fig. 58 - LIAISON SOUPLE HAUTE TEMPERATURE

7.6. Essais des transducteurs de la 3ème génération

7.6.1. Champ acoustique à l'ambiante

La méthode utilisée est celle décrite au paragraphe 3.1., 2ème partie. Nous rappellerons qu'elle consiste à enregistrer d'une façon quantifiée, l'énergie acoustique réémise par une bille se déplaçant dans le champ ultrasonore du transducteur en essais.

La Fig. 60 montre les résultats obtenus à l'ambiante sur un transducteur haute température dont les caractéristiques sont les suivantes :

- Transducteur : Cristal  $\text{Li Nb O}_3$   $\varnothing$  15 mm, ép. 0,8 mm  
 $f_0 = 4,300$  MHz  
Lame de phase ép. 1,25 mm  
Liaison intermétallique par argent colloïdal
- Excitation : Générateur KRAUTKRAMER USIP 10 W  
Fréquence de travail 4 MHz
- Enregistrement : Niveau 4 dB par teinte, la plus foncée correspondant au maximum d'intensité

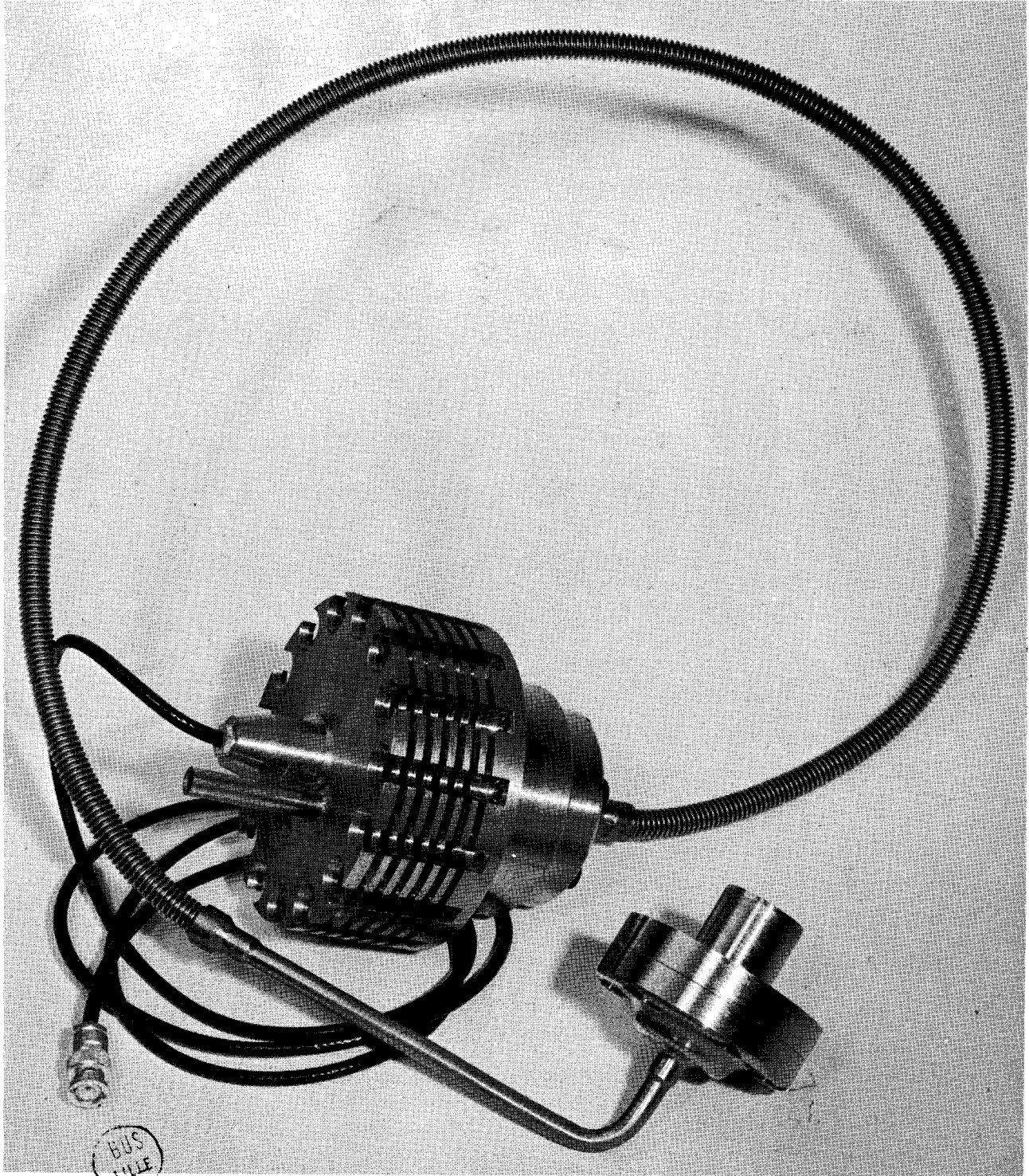
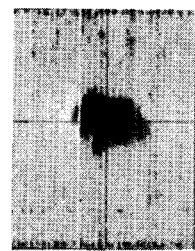
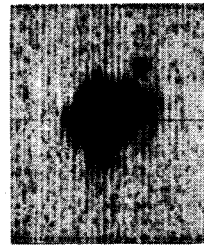


Fig. 59 \_ TRANSDUCTEUR HAUTE TEMPERATURE



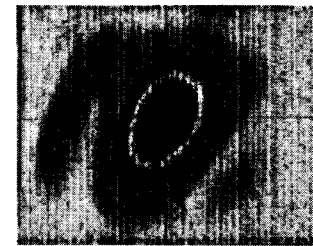
a) GAIN 72 dB  
PUISSANCE 1  
d = 100 mm



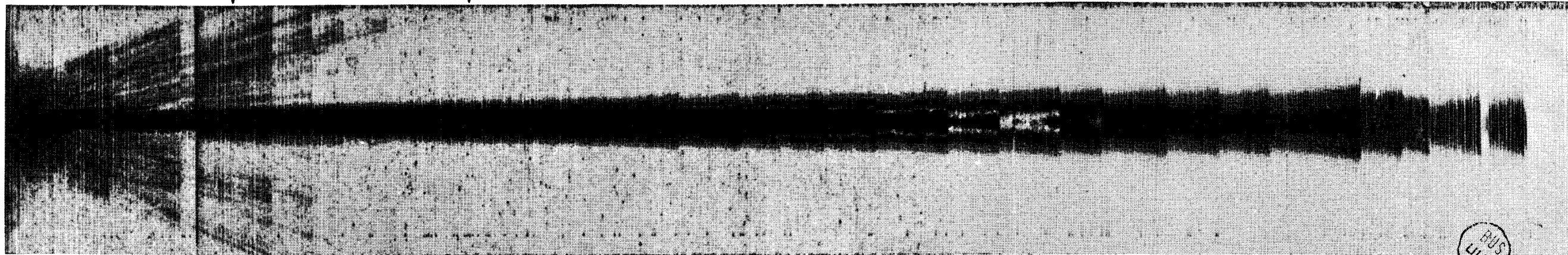
b) GAIN 76 dB  
PUISSANCE 2  
d = 200 mm



c) GAIN 76 dB  
PUISSANCE 4  
d = 400 mm



d) GAIN 76 dB  
PUISSANCE 4  
d = 500 mm



e) GAIN 70 dB PUISSANCE 4

RUS  
LILE

Fig. 60 - CHAMP ACOUSTIQUE D'UN TRANSDUCTEUR HAUTE TEMPERATURE 3<sup>ème</sup> GENERATION



Les Fig. 60a/b/c/d donnent l'image du champ acoustique dans des plans perpendiculaires à l'axe d'émission à différentes distances du transducteur. On peut constater que les relevés montrent une certaine symétrie, traduisant une liaison homogène sur toute la surface du cristal. La Fig. 60/d présente une ovalisation du lobe principal. Cela semble provenir de la méthode utilisée pour assurer la diffusion des couches d'argent. En effet, pour éviter un court-circuit accidentel sur la tranche du cristal lors de la mise en pression nécessaire à la diffusion, la partie périphérique de la pastille n'est pas métallisée sur quelques dixièmes de millimètre. Cette opération se faisant manuellement, il est assez difficile d'obtenir une figure circulaire parfaite. L'élargissement apparent du lobe principal avec la distance provient de l'augmentation progressive de la puissance d'excitation et du gain de l'amplificateur qui compensent l'atténuation due au parcours des ondes acoustiques dans le milieu de propagation.

La Fig. 60/e donne l'image du champ ultrasonore suivant l'axe d'émission à puissance et gain constant. On peut remarquer au voisinage de la surface émissive, un certain nombre de faisceaux secondaires causés par les réflexions multiples dans la lame de phase. Ce résultat sera confirmé par ceux relatifs à la méthode de SCHLIEREN.

On peut voir que l'interposition d'une lame de phase d'épaisseur optimum n'a pas eu d'influence sur la divergence du faisceau principal.

En effet, si l'on se réfère à la formule donnant le demi-angle de divergence  $\gamma$  dans le champ éloigné, soit :

$$\sin \gamma = 1,22 \frac{\lambda}{D}$$

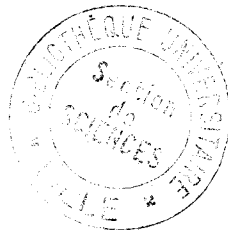
avec D = diamètre de l'émetteur en m

un rapide calcul montre que  $\gamma$  est voisin de  $15^\circ$ , valeur comparable à celle qu'on peut constater sur l'enregistrement.

#### 7.6.2. Résultats de la méthode de SCHLIEREN

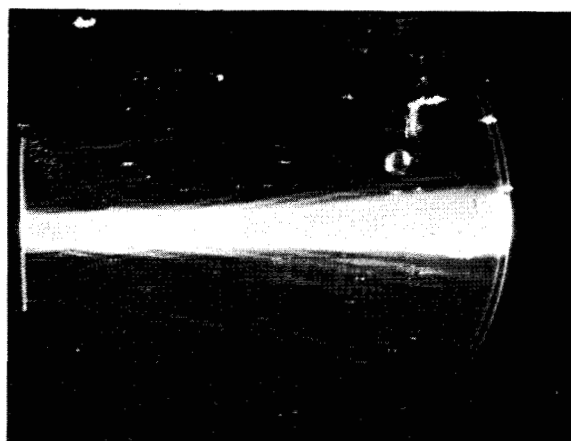
Nous trouvons Fig. 61 les résultats concernant un transducteur dont les caractéristiques sont les suivantes :

Cristal : Li Nb O<sub>3</sub> Ø 15 mm, ép. 0,8 mm  
f<sub>0</sub> = 4,360 MHz

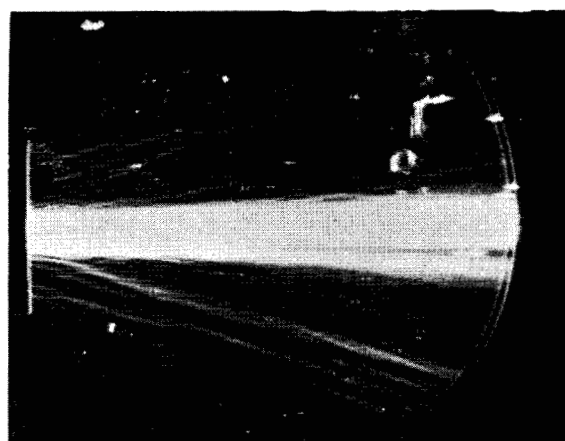


Lame de phase : acier inoxydable ép. 1,25 mm à 20°C  
Collage cristal : liaison intermétallique d'argent colloïdal  
Température d'utilisation prévue : 600°C

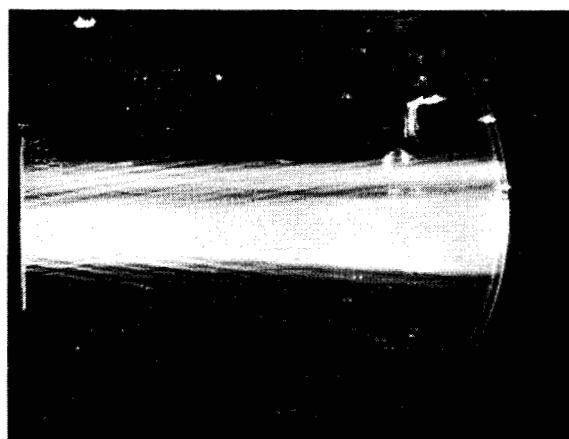
Plusieurs images ont été prises à différentes fréquences.



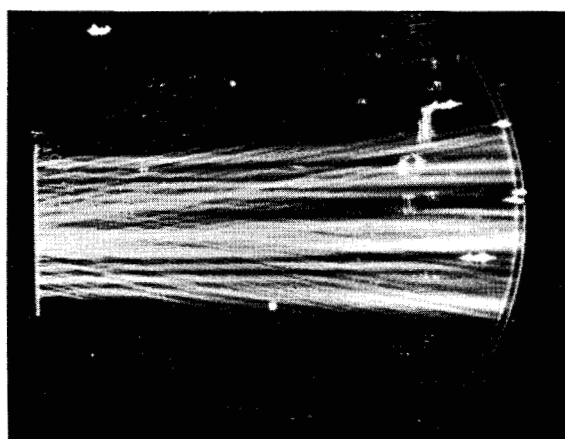
f = 4,360 MHz



f = 4,450 MHz



f = 4,6 MHz



f = 4,800 MHz

Fig.61 VISUALISATION D'UN FAISCEAU D'ULTRASONS PAR LA METHODE DE SCHLIEREN  
TRANSDUCTEUR HAUTE TEMPERATURE 3<sup>ème</sup> GENERATION

On peut voir que le maximum d'énergie est rayonné pour une fréquence de 4,6 MHz.

En effet, si l'on tient compte de la vitesse des ondes acoustiques dans l'acier inoxydable à 20°C (5745 m/s) cette fréquence satisfait à la condition

$$d = k \frac{\lambda}{2} = k \frac{v}{2f} \quad \text{pour } d = 1,25 \text{ mm}$$

Pour la température d'utilisation prévue de 600°C, la vitesse des ondes de compression dans l'acier inoxydable (5450 m/s) donne une fréquence de 4,360 MHz pour une épaisseur de lame de phase de 1,25 mm. Le calcul montre que les effets de la dilatation sont négligeables par rapport à la précision de l'usinage ( $\pm 0,01$  mm). On voit par là, toute l'importance qu'il faut attacher à la température d'utilisation pour déterminer l'épaisseur de cette lame de phase, en fonction de la vitesse des ondes ultrasonores et de la fréquence de résonance du cristal pour une température donnée.

On remarquera autour du faisceau principal une émission acoustique secondaire, due aux réflexions multiples dans la lame de phase.

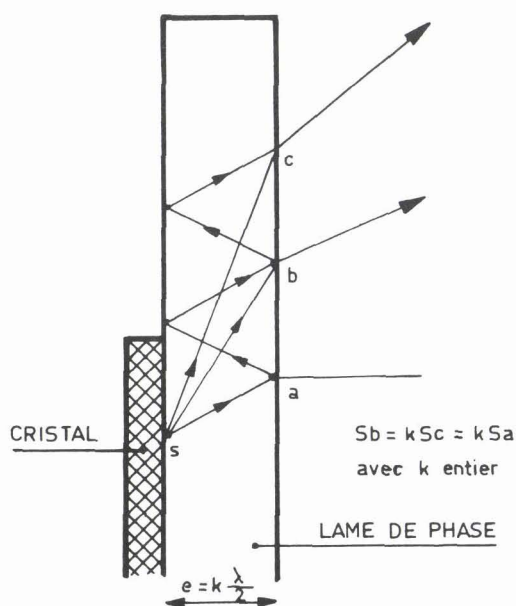


Fig. 62 .EMISSION ACOUSTIQUE SECONDAIRE DUE AUX REFLEXIONS DANS LA LAME MINCE

Chaque élément de surface du cristal se comporte comme une source ponctuelle. Ces sources émettent des ondes sphériques dans la lame de phase. En fonction de la distance parcourue dans cette dernière et de l'angle d'incidence, elles se conjuguent en amplitude et en phase émettant un rayonnement secondaire sur le pourtour de la lame mince - Fig. 62 - Ceci permet de comprendre que la forme du faisceau d'ultrasons dépend considérablement de la fréquence d'excitation et que la lame de phase, tout en produisant des faisceaux secondaires agit à la manière d'un filtre de fréquence. La moindre irrégularité d'épaisseur due à l'usinage introduit des variations très sensibles sur la forme et l'intensité du faisceau émis.

### 7.6.3. Variation de la sensibilité avec la température

Nous avons utilisé pour ces essais l'appareillage destiné aux mesures des propriétés acoustiques du sodium liquide qui sera décrit plus loin (cf. 4<sup>ème</sup> partie). La distance entre le transducteur et l'écran de réflexion est d'environ 100 mm. Nous avons relevé l'amplitude des échos de réflexion au moyen d'un oscilloscope connecté à la sortie de l'amplificateur haute fréquence du générateur d'ultrasons.

Les caractéristiques principales des essais effectués sont les suivantes :

- Transducteur : Cristal Li Nb O<sub>3</sub> Ø 15 mm ; f<sub>0</sub> = 4,310 MHz  
lame de phase : ép. 1,25 mm
- Excitation : Générateur KRAUTKRAMER USIP10W  
Gain 28 dB constant pour tous les essais
- Oscilloscope : RIBET DESJARDIN 241B

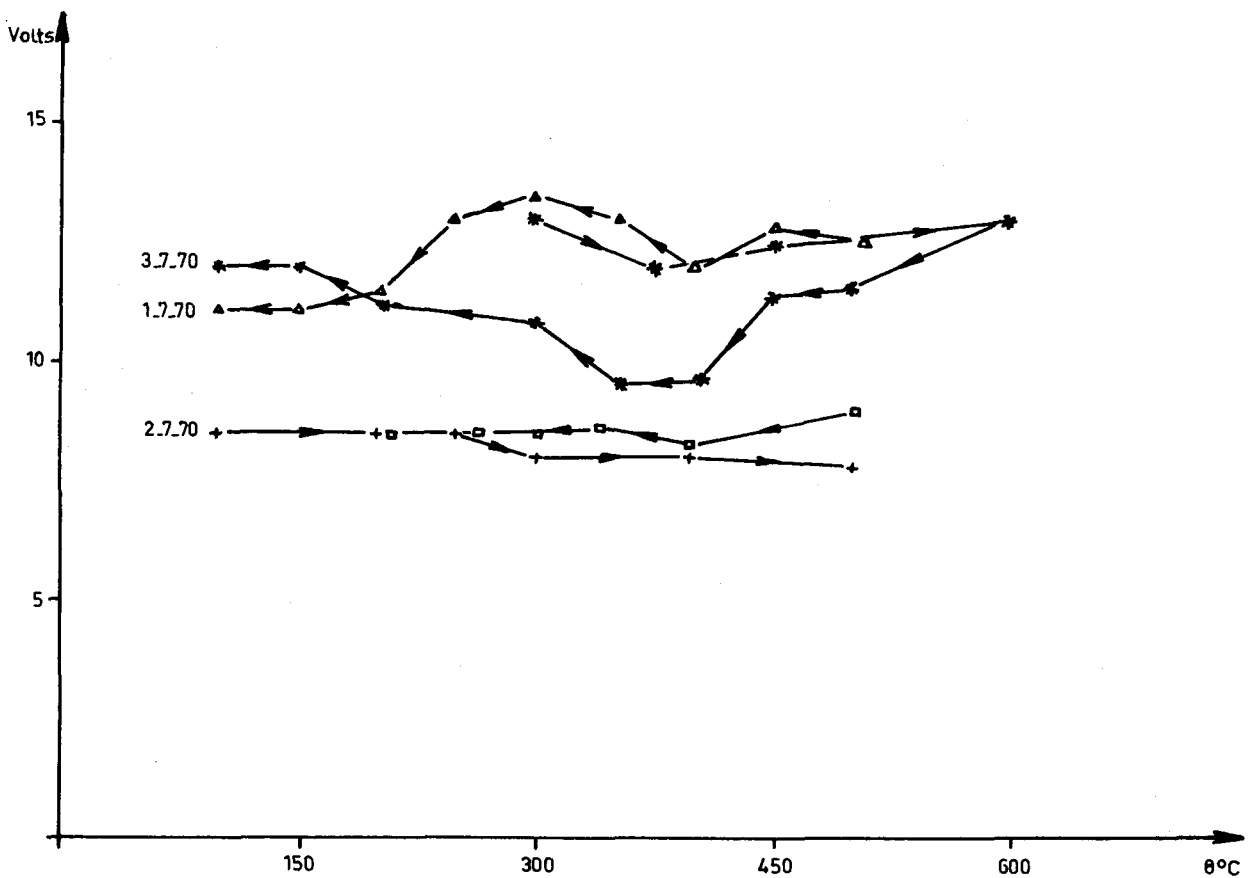


Fig.63 \_SENSIBILITE D'UN TRANSDUCTEUR DE LA 3<sup>ème</sup> GENERATION EN FONCTION DE  $\theta$

On trouvera Fig. 63 les résultats des mesures effectuées aux cours de différents cyclages thermiques. La dispersion des points de mesure a surtout pour cause un léger déplacement de l'écran de réflexion provoqué par les contraintes de dilatation résultant de l'élévation de température. L'angle du plan de réflexion par rapport à l'axe de propagation variant légèrement autour de 90°, l'énergie réfléchie n'est pas toujours renvoyée en totalité sur le transducteur.

On peut voir que dans l'ensemble, l'élévation de température n'a pas affecté la sensibilité qui reste pratiquement constante pour un même essai en température.

Il faut remarquer que l'amplitude mesurée, donne une valeur globale du signal réfléchi, pour laquelle il faut tenir compte d'une part de l'amortissement des ondes acoustiques dans le sodium liquide (qui augmente avec la température), d'autre part, de l'évolution de l'indice de réflexion due à la variation des impédances acoustiques du sodium liquide et de l'acier NS22S, qui constitue l'écran de réflexion.

Pour une température  $\theta$  les valeurs mesurées sont égales à :

$$A_{m_\theta} = A_{r_\theta} \cdot R_\theta \exp[-2\alpha_\theta \cdot x] \quad (48)$$

avec :

- $A_{m_\theta}$  : amplitude mesurée pour  $\theta$  donné
- $A_{r_\theta}$  : amplitude réelle tenant compte de l'amortissement et de l'indice de réflexion
- $R_\theta$  : indice de réflexion acier/Na pour  $\theta$  donné
- $\exp[-2\alpha_\theta \cdot x]$  : atténuation dans le sodium liquide pour  $\theta$  donné
- $x$  : distance transducteur écran soit 100 mm

Le calcul montre que l'indice de réflexion acier/sodium

$$R = \frac{Z_{a_1} - Z_{a_2}}{Z_{a_1} + Z_{a_2}} \quad (49)$$

varie peu avec la température et reste voisin de 0,91 (cf. Fig. 83) ce qui donne pour valeur de l'amplitude réelle corrigée de la perte de sensibilité due à l'atténuation et au coefficient de réflexion, pour une température donnée  $\theta_1$

$$A_{r_{\theta_1}} = \frac{1}{0,91} \cdot A_{m_{\theta_1}} \exp [2\alpha_{\theta_1} \cdot x] \quad (50)$$

Si nous prenons comme référence les valeurs mesurées à 100°C soit  $\theta_0$  nous pouvons écrire pour une température donnée  $\theta_1$

$$A_{r_{\theta_1}} = \frac{1}{0,91} \left[ A_{m_{\theta_1}} \exp[2^{\alpha_{\theta_1}} x] - A_{m_{\theta_0}} \exp[2^{\alpha_{\theta_0}} x - 1] \right] \quad (51)$$

On trouvera Fig. 64 les valeurs corrigées de la sensibilité du transducteur en essais. On peut remarquer qu'elle augmente avec la température. Ceci confirme les résultats obtenus sur les cristaux de  $\text{Li Nb O}_3$  qui montraient une augmentation du coefficient de couplage électromécanique  $k_c$  avec la température. Il faut aussi tenir compte que la lame de phase, du fait de la variation de vitesse du son dans l'acier NS22S, satisfait pratiquement à la condition de la lame demi-onde pour 600°C et quede plus, la diminution de l'impédance du transducteur favorise une meilleure adaptation vis-à-vis de celle du générateur d'excitation.

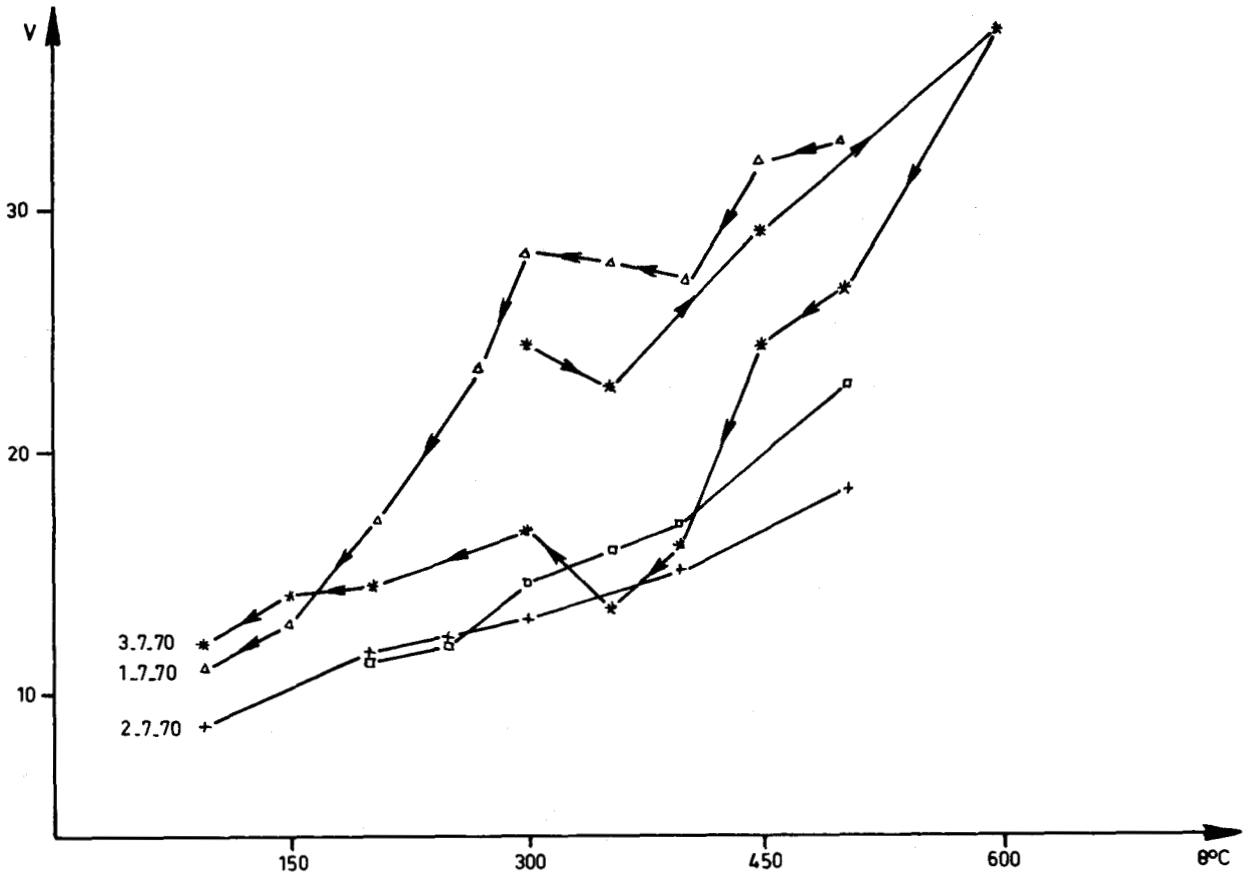
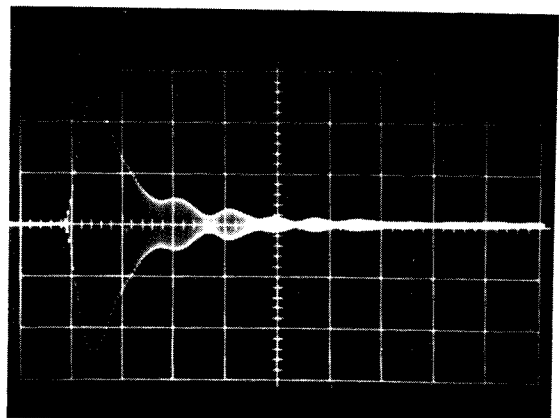
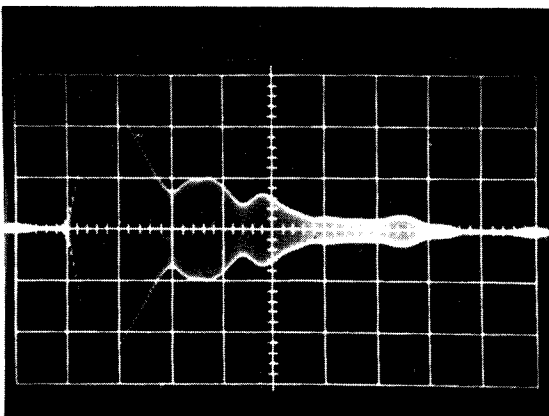


Fig. 64 .VALEURS CORRIGÉES DE LA SENSIBILITE EN FONCTION DE  $\theta$

#### 7.6.4. Influence de la température sur la forme des signaux

Il n'est pas sans intérêt de remarquer l'influence de la température sur la forme des signaux dus aux échos de réflexion. La Fig. 65 montre les signaux obtenus à l'ambiance avant et après essai en température d'un transducteur pour un parcours des ondes acoustiques de 75 mm dans l'eau (cf. Fig. 45). Ils correspondent à l'énergie électrique réémise par le cristal fonctionnant en récepteur, au retour du premier écho de réflexion. On peut voir que l'amplitude n'a pas été affectée par la mise en température. Par contre, la largeur a très nettement diminué, ce qui laisse supposer un amortissement acoustique plus important. Par suite d'un fonctionnement prolongé de ce transducteur, qui a servi entre autre aux mesures acoustiques effectuées sur le sodium liquide, on peut penser que la diffusion entre les différents matériaux constituant la jonction, s'est accentuée améliorant sensiblement le couplage acoustique entre le cristal, l'argent et la lame de phase. La modulation du signal haute fréquence provient du fait qu'à l'ambiance, la lame de phase ne satisfait plus à la condition  $d = k \frac{\lambda}{2}$ . L'épaisseur avait été prévue pour un fonctionnement à 600°C compte tenu de l'influence de la température sur la vitesse des ondes acoustiques dans l'acier (cf. par. 2.5. 4ème partie), et sur la fréquence de résonance  $f_0$  du cristal piézoélectrique (cf. par. 7.9. - 2ème partie)



2 Volts/div .5µs/div

a) AVANT ESSAIS EN TEMPERATURE

b) APRES ESSAIS EN TEMPERATURE

Fig. 65 - INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA FORME DES SIGNAUX

## 8. CONCLUSION

Les divers tests et mesures effectués sur les transducteurs de la 3ème génération confirment leur excellente tenue en température. Les qualités de la jonction obtenue par la diffusion de deux couches d'argent nous permettent d'envisager leur fonctionnement dans le sodium liquide à haute température avec une marge de sécurité suffisante vis-à-vis des températures maximum auxquelles ils ont été soumis (900°C).

La présence d'une lame de phase n'a pas eu d'influence sur le champ acoustique. Ceci ne peut être que favorable pour une utilisation visant à la localisation de pièces métalliques immergées dans le sodium liquide.

Les conditions auxquelles doit satisfaire l'épaisseur de la lame de phase fait que la sensibilité maximum d'un transducteur sera obtenue pour une température donnée, compte tenu de l'influence de la température sur la fréquence de résonance du cristal piézoélectrique et de la longueur d'onde dans l'acier inoxydable.

Les résultats satisfaisants obtenus après ces essais en température nous permettent d'envisager un certain nombre de tests, destinés plus particulièrement à s'assurer du comportement de ce type de transducteur sous flux neutronique.





3<sup>ème</sup> PARTIE

ESSAIS SOUS IRRADIATION NEUTRONIQUE  
DE TRANSDUCTEUR HAUTE TEMPERATURE



## 1. INTRODUCTION

Comme il est possible d'envisager diverses applications des ultrasons pour résoudre des problèmes qui se posent dans les réacteurs nucléaires en cours de fonctionnement [1], nous avons entrepris quelques essais d'irradiation neutronique des transducteurs que nous avons précédemment réalisés.

Il est en effet intéressant de connaître l'évolution des caractéristiques de ces transducteurs sous des flux de différentes valeurs. Les expériences ont porté sur un transducteur de la 2<sup>ème</sup> génération, et sur un transducteur de la 3<sup>ème</sup> génération. Pour le premier, le test a été effectué à la température ambiante. Pour le second, nous avons fait varier à la fois les conditions de rayonnement et la température. Nous exposerons tout d'abord brièvement quelques caractéristiques de la Pile Triton ayant servi aux essais, puis nous décrirons les montages et résultats obtenus sur les deux types de transducteur.




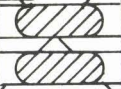
## 2. PILE TRITON

La pile Triton qui fonctionne au Centre d'Etude Nucléaire de Fontenay-aux-Roses depuis Juillet 1959 est destinée principalement aux études de protection contre les rayonnements. C'est une pile du type piscine dont la puissance maximum est voisine de 6 MW. Le coeur est constitué par de l'uranium enrichi à 20 %. L'eau déminéralisée est utilisée comme modérateur. Le rayonnement principal est constitué par un flux thermique d'environ  $10^{13}$  Neutrons/cm<sup>2</sup>.sec auquel s'ajoute une certaine proportion de rapides de l'ordre de  $10^2$  Neutrons/cm<sup>2</sup>.sec. Le flux neutronique exprimé en Neutrons/cm<sup>2</sup>.sec dont il sera fait état dans les résultats d'essais concerne uniquement les neutrons thermiques. Il en est de même pour la puissance rayonnée par le réacteur.

Les valeurs indiquées ne résultent pas d'une métrologie effectuée au cours des essais sur les transducteurs, mais de mesures effectuées par le service des Piles. Nous ne possédons aucune valeur du flux de neutrons rapides pour les canaux dans lesquels ont été effectués les essais. On trouvera toutefois sur la carte de flux de la pile Triton - Fig. 66 - les valeurs concernant des canaux limitrophes. Le coeur du réacteur est situé dans la partie délimitée par un trait gras.

## 3. ESSAI A L'AMBIANTE D'UN TRANSDUCTEUR DE LA 2<sup>ème</sup> GENERATION

L'essai a été effectué pour diverses valeurs du flux neutronique ; par contre, de façon à ne faire varier que le paramètre rayonnement, la température de fonctionnement a été celle de l'eau de refroidissement de la pile, que l'on peut considérer comme constante  $\approx 35^\circ\text{C}$ .

00	01	02	03	04	05	06	07	08	09
10	11 T. 2,00 R. 3,6	12	13 	14	15	16 	17	18	19 T. 1,85 R. 4,8
20 T. 2,00 R. 3,60	21	22	23	24	25	26	27	28 T. 5,5 R. 9,6	29 T. 2,00
30	31 T. 3,50	32	33 	34	35	36 	37	38	39 T. 2,8 R. 5,6
40 T. 2,00 R. 3,80	41	42	43	44	45	46	47	48	49 T. 2,68 R. 6
50 T. 1,65	51 T. 2,8 R. 6,6	52	53	54	55	56	57	58	59 T. 2,10 R. 4,40
60 T. 0,68	61 T. 2,00 R. 3	62 T. 2,30 R. 5,4	63 T. 2,80 R. 6,3	64 T. 3,30 R. 7,8	65 T. 3,64 R. 6,60	66 T. 3,04 R. 5,94	67 T. 3,1 R. 5,1	68 T. 2,20 R. 4,4	69 T. 1,2
70 T. 0,21	71 T. 0,528	72 T. 1,015	73 T. 1,30	74 T. 1,39	75 T. 1,41	76 T. 1,31	77 T. 1,10	78 T. 0,743	79 T. 0,374
80 T. 0,657	81 T. 0,119	82 T. 0,200	83 T. 0,264	84 T. 0,290	85 T. 0,307	86 T. 0,295	87 T. 0,227	88 T. 0,153	89 T. 0,087
90 T. 0,0153	91 T. 0,0267	92 T. 0,434	93 T. 0,0528	94 T. 0,062	95 T. 0,064	96 T. 0,0647	97 T. 0,0486	98 T. 0,0344	99 T. 0,023

T. : FLUX NEUTRONS THERMIQUES  $N/cm^2 \cdot s \cdot 10^{13}$   
R. : " " RAPIDES " "  $10^2$

Fig. 66 TRITON DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX

Ce liquide assurait par ailleurs le couplage entre l'émetteur ultrasonore et l'écran de réflexion. Après la description du montage d'irradiation, nous analyserons les résultats obtenus.

### 3.1. Dispositifs d'essais

#### 3.1.1. Généralités

Considérant les conditions imposées par l'exploitation de la pile Triton, nous avons été amenés à concevoir un ensemble en acier inoxydable totalement étanche, tout en s'attachant en ce qui concernait le corps du transducteur, à garder à quelques détails près la même géométrie que celle qui nous avait servi dans les essais précédents en température.

La fréquence de travail a été fixée à 4 MHz.

Le cristal piézoélectrique était constitué par un disque de céramique frittée de  $\text{Pb Zr Ti O}_3$   $\varnothing$  5 mm ; ép. 46/100 mm.

### 3.1.2. Ensemble mécanique

Le corps du transducteur est constitué par un cylindre en acier inoxydable dont une extrémité est fermée par une lame demi-onde sur laquelle est collé le cristal ; l'autre face de la pastille étant chargée par un amortisseur en acier inoxydable collé par le même procédé.

Le cristal émet au travers de la lame de phase un faisceau d'ultrasons à l'intérieur d'un tube vissé sur le corps du transducteur. Ce faisceau se réfléchit sur un écran constitué par la face interne du cône de centrage terminant ce tube. Des trous percés dans la paroi de ce dernier, permettent à l'eau de refroidissement de la pile-piscine de pénétrer à l'intérieur et d'assurer ainsi la transmission des ultrasons - Fig. 67/b -

Cet ensemble est prolongé jusqu'à une boîte de raccordement comportant les organes de sécurité et de liaisons électriques. Un décrochement biologique est aménagé dans le tube reliant le transducteur à la boîte de raccordement, ceci ayant pour but de réduire l'intensité des radiations pouvant s'échapper par l'intérieur de l'ensemble mécanique, à une valeur compatible avec les normes de sécurité.

L'étanchéité de la liaison des différents éléments situés à proximité du coeur du réacteur est assurée par une soudure circulaire exécutée par bombardement électronique. A partir du décrochement biologique jusqu'à la boîte de raccordement située au-dessus du niveau d'eau de la pile, cette étanchéité est assurée par des joints toriques.

Après mise sous vide de tout l'ensemble, l'enceinte est remplie d'argon sous une pression de 2 bar.

Un manomètre avec contact de sécurité permet de détecter toutes fuites accidentelles qui pourraient se produire en cours de manipulation - Fig. 67/a -

### 3.1.3. Liaisons électriques

La liaison électrique du transducteur jusqu'au décrochement biologique est faite par un tube de cuivre, isolé dans une gaine de quartz et terminé par une embase BNC 50  $\Omega$ . De cette embase jusqu'à la prise étanche type R 908 10 BNC 50  $\Omega$  située sur la boîte de raccordement, la liaison est assurée au moyen d'un coaxial 50  $\Omega$  Réf. KX2.

## 3.2. Dispositif de mesure

### Appareils utilisés

Un générateur d'ultrasons SOFRANEL type USIP 10, alimente le transducteur au travers

d'un dispositif adaptateur d'impédance qui nous permet de compenser les capacités parasites de la ligne de 15 mètres en coaxial 50  $\Omega$  Réf.KX2, reliant le générateur à l'ensemble mécanique, ainsi que celle dû au montage lui-même tout en tenant compte de l'impédance présentée par le cristal.

Un sélecteur d'écho nous permet de sélectionner l'écho à étudier et de sortir une tension continue proportionnelle à son amplitude. Cette tension est injectée dans un enregistreur SEFRAM qui nous permet de visualiser toute fluctuation du signal - Fig. 67/a -

### 3.3. Essais

#### 3.3.1. Mise en pile

L'ensemble décrit au paragraphe 3.1.2. a été immergé dans la pile Triton le 10.7.1969 et placé dans le canal 94 sous un flux de  $6,2 \cdot 10^{11}$  Neutrons/cm<sup>2</sup>.s. Par la suite, nous avons augmenté ce dernier, de façon à soumettre le transducteur à un test plus sévère.

Au préalable, un certain nombre de mesures avait été effectuées hors pile de façon à connaître la réponse du transducteur en dehors de tout flux neutronique, et dans les mêmes conditions quant aux liaisons électriques.

Pendant la montée en puissance de la pile jusqu'à sa valeur maximum de 6 MW, ainsi que pendant le début du palier qui a suivi, un enregistrement continu du signal de sortie du sélecteur d'écho, a été effectué au moyen de l'enregistreur galvanométrique SEFRAM. De plus, les échos observés sur l'écran du générateur d'ultrasons ont été photographiés.

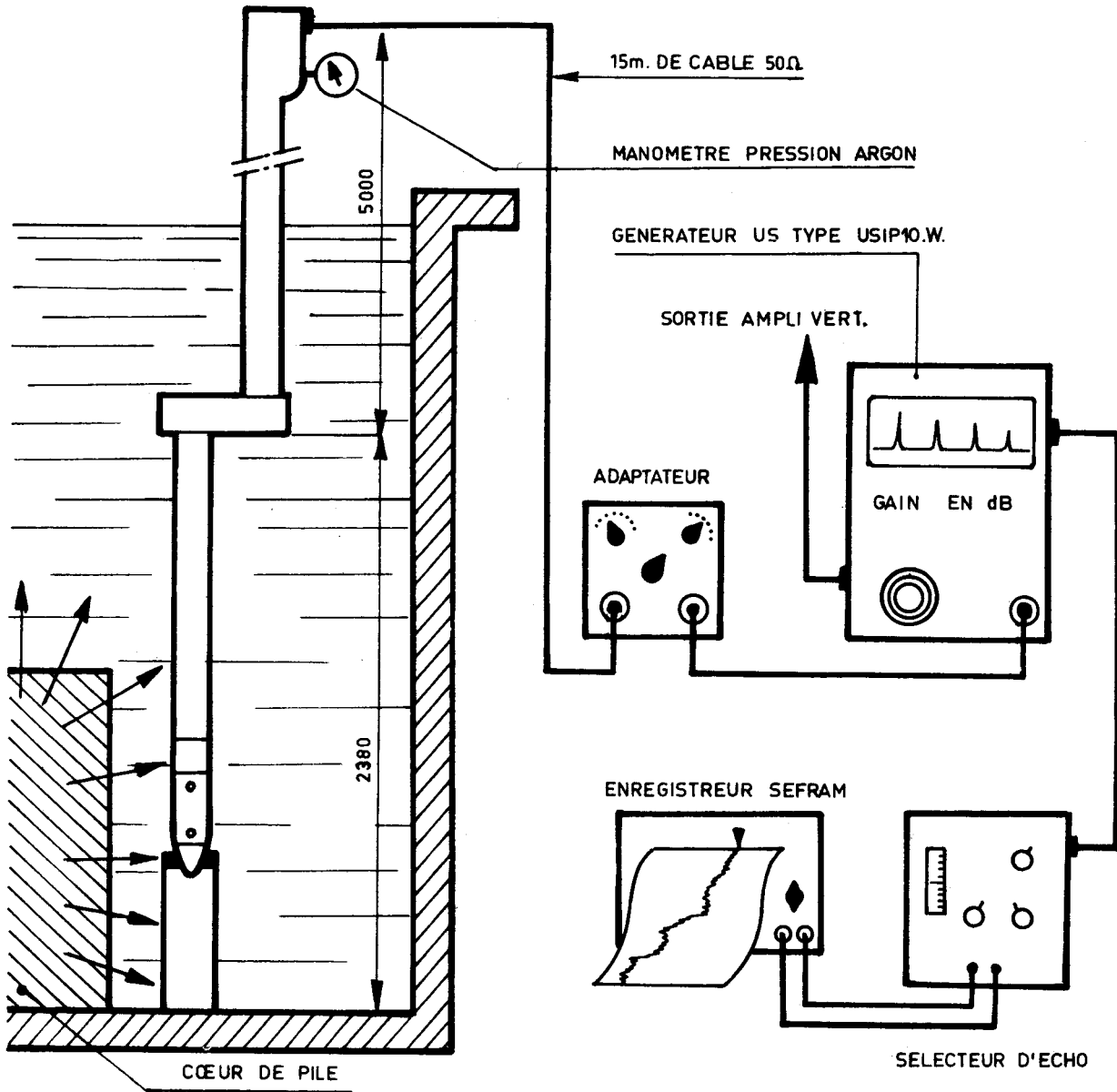
Le 15.7.1969 nous sommes passés dans le canal 84 sous un flux de  $2,9 \cdot 10^{12}$  Neutrons/cm<sup>2</sup>.s ; puis le 24.7.1969 dans le canal 74 sous un flux de  $1,39 \cdot 10^{13}$  Neutrons/cm<sup>2</sup>.s.

Les essais se sont poursuivis normalement jusqu'au 10.8.1969, date à laquelle le générateur d'ultrasons est tombé en panne par suite d'un fonctionnement prolongé de jour comme de nuit (court-circuit de l'alimentation haute tension). L'ensemble de la manipulation a été toutefois laissée en pile. Ce qui nous a permis en remettant en service le 3.9.1969 un autre générateur d'ultrasons de même type, de constater la bonne tenue du transducteur après deux mois environ de fonctionnement sous rayonnement.

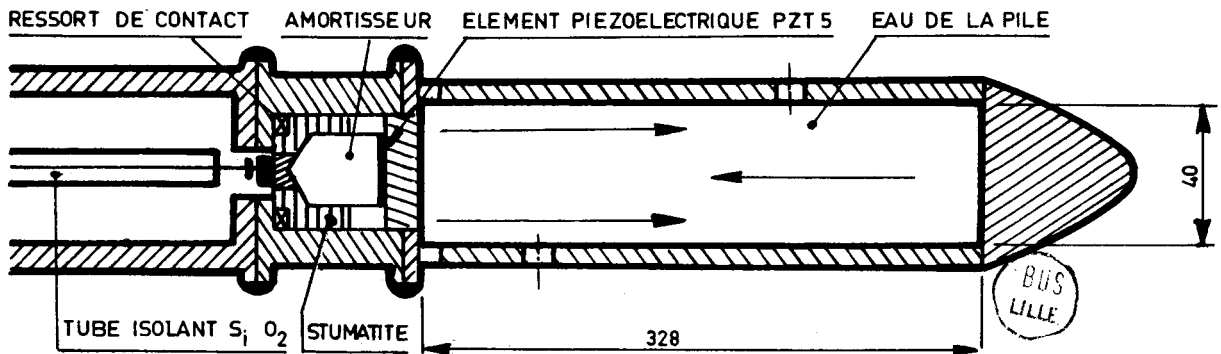
#### 3.3.2. Sortie de pile

Comme aucune évolution défavorable du signal d'écho ne pouvait être observée, l'essai a été arrêté et le transducteur a été sorti de pile le 11.9.1969.

L'analyse de la partie basse de cet ensemble - transducteur, colle - n'ayant pas été prévue dans le cadre de ce test préliminaire, celle-ci a été détruite par les services compétents de la pile Triton.



a) SCHEMA DE PRINCIPE DE L'ESSAI D'IRRADIATION



b) SCHEMA DE PRINCIPE DU TRANSDUCTEUR

Fig. 67 \_ESSAI SOUS FLUX NEUTRONIQUE A L'AMBIANTE D'UN TRANSDUCTEUR DE LA 2ème GENERATION



### 3.4. Résultats

#### 3.4.1. Montée en puissance de la pile

Pendant la montée en puissance de la pile, une légère augmentation de l'amplitude du signal d'écho a pu être observée - Fig. 68/a - Un arrêt de la pile en cours des essais n'ayant pas amené une diminution de cette amplitude, tout porte à croire qu'il s'agit en fait d'une dérive de l'ensemble de l'appareillage de mesure. Ce dernier étant équipé entièrement de tubes électroniques, n'a pu être mis en chauffage suffisamment longtemps à l'avance, pour pouvoir être assuré d'une bonne stabilité en température.

#### 3.4.2. Influence de la valeur du rayonnement sur la sensibilité

La dispersion des points de mesure de la Fig. 68/b - sensibilité en fonction de l'intensité du flux - ne semble pas indiquer une tendance laissant supposer une variation de la sensibilité du transducteur en fonction des variations de l'intensité du flux auxquelles il est soumis.

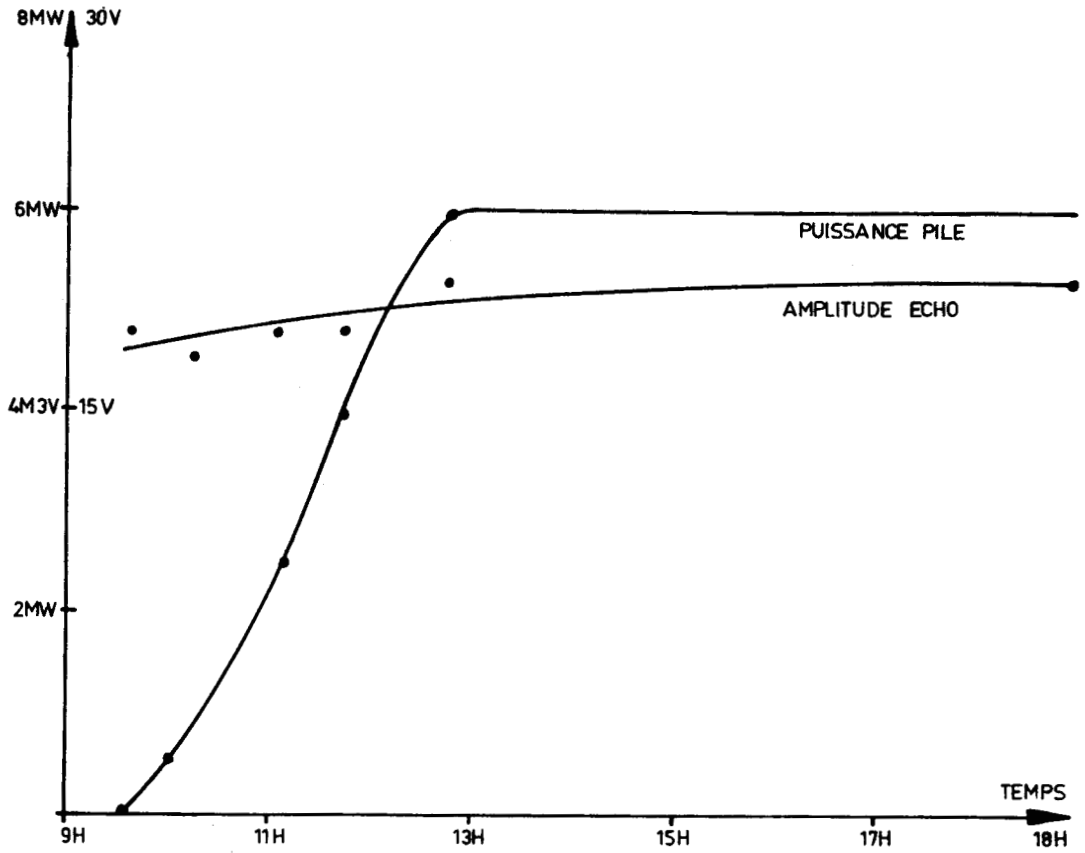
On peut penser que cette dispersion aurait pour cause, d'une part, une légère fluctuation dans la réponse de l'appareillage de mesure, d'autre part, l'importance de l'amplitude du bruit de fond fait que suivant le moment où l'on effectue la mesure de l'amplitude de l'écho étudié, on peut trouver des valeurs qui oscillent autour d'une moyenne.

#### 3.4.3. Bruit de fond

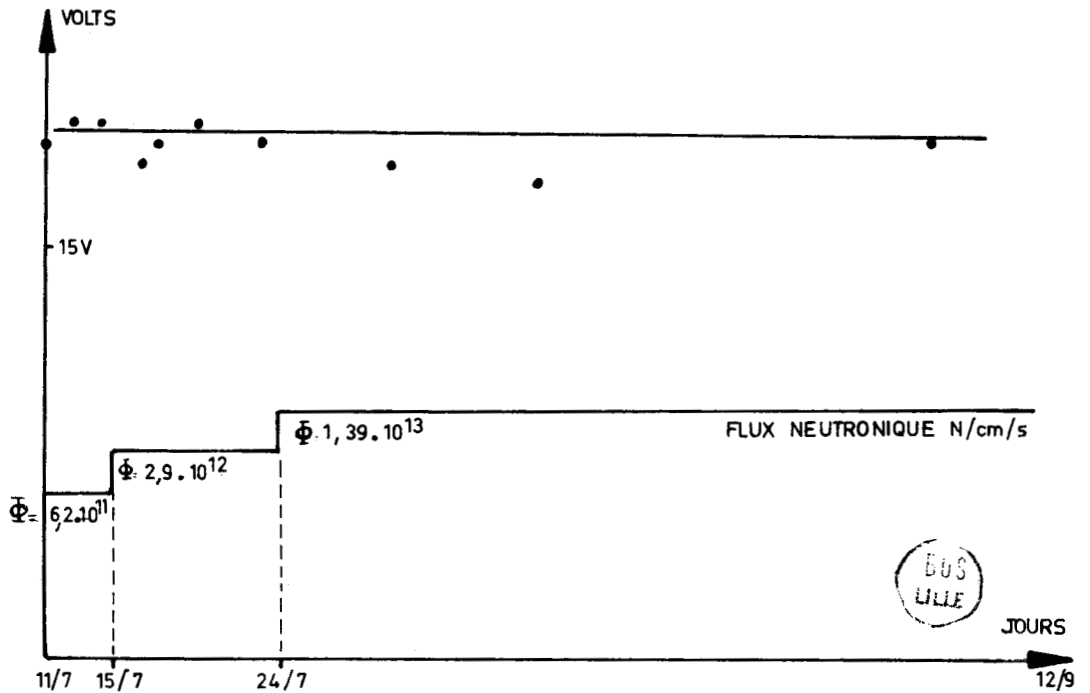
Au fur et à mesure de l'augmentation de puissance délivrée par la pile, et par là même de l'augmentation du flux neutronique traversant le transducteur, on peut observer une augmentation très sensible de l'amplitude du bruit de fond.

Ce phénomène est très bien mis en évidence sur l'enregistrement de la Fig. 69 qui correspond à un arrêt de la divergence du réacteur, dû à une chute des barres de contrôle. Le bruit de fond qui est environ 2,4 % de la valeur moyenne du signal pour une puissance rayonnée voisine de zéro - arrêt de divergence - passe très rapidement à environ 25 % pour une puissance rayonnée de 6 MW.

Ce phénomène semble avoir pour origine le fait que sous rayonnement, il y ait affectation du réseau cristallin de la céramique de  $\text{Pb Zr Ti O}_3$  constituant l'émetteur d'ultrasons.



a ) EVOLUTION AMPLITUDE 1er ECHO PENDANT LA MONTEE EN PUISSANCE.



b ) INFLUENCE DU FLUX SUR LA SENSIBILITE DU TRANSDUCTEUR

Fig. 68 .EVOLUTION DE L'AMPLITUDE DU SIGNAL D'ECHO

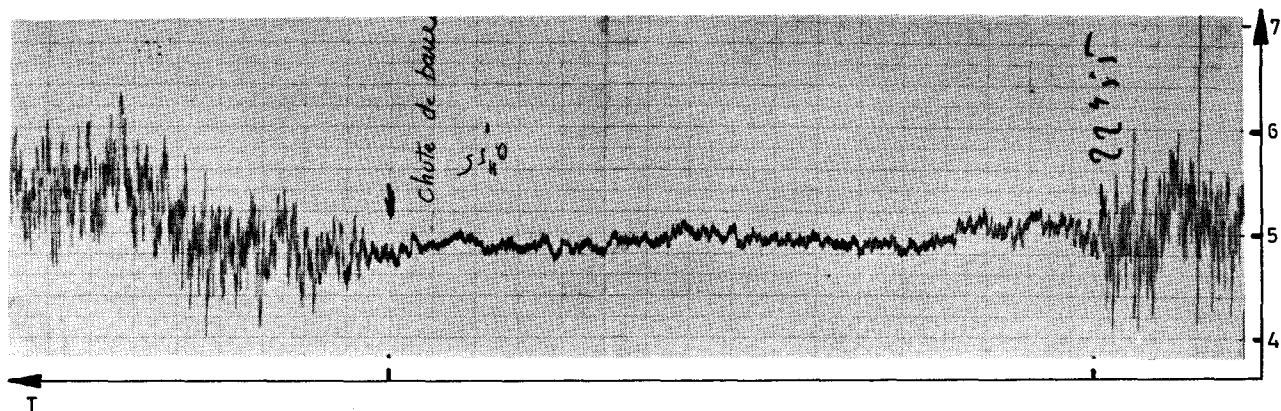


Fig.69\_INFLUENCE DU FLUX NEUTRONIQUE SUR LE BRUIT DE FOND

En effet, on peut supposer que sous les chocs provoqués par le passage des particules issues du réacteur, il y ait :

- a) déplacement des atomes du réseau dû aux chocs créés par les particules lourdes (neutrons,  $\alpha$  etc ...) entraînant la formation de lacunes et d'atomes interstitiels,
- b) perturbation du système électronique par des particules légères ( $\beta$ ,  $\gamma$ , X) provoquant, soit une excitation (déplacement d'électrons) soit une ionisation (arrachement d'électrons).

Si nous tenons compte de la quantité de rayonnement à laquelle le transducteur a été exposé exprimée en unité de dose intégrée (nvt) :

$nvt = \int \Phi(t) dt = nv.t = [\text{flux de Neutrons/cm}^2.s] \cdot \text{temps}$  en fonction des différentes positions du transducteur par rapport au coeur du réacteur :

. 5 jours dans canal 94 flux  $6,2 \times 10^{11}$  Neutrons/cm<sup>2</sup>.s  
soit  $6,2 \cdot 10^{11} \times 8,64 \cdot 10^4 \times 5 = 3,214 \cdot 10^{17}$  (nvt).

. 9 jours dans canal 84 flux  $2,9 \cdot 10^{12}$  Neutrons/cm<sup>2</sup>.s  
soit  $2,9 \cdot 10^{12} \times 8,64 \cdot 10^4 \times 9 = 2,255 \cdot 10^{18}$  (nvt).

. 40 jours dans canal 74 flux  $1,39 \cdot 10^{13}$  Neutrons/cm<sup>2</sup>.s  
soit  $1,39 \cdot 10^{13} \times 8,64 \cdot 10^4 \times 40 = 4,8 \cdot 10^{19}$  (nvt).

Ce qui nous amène à une quantité totale de rayonnement de  
 $5,05 \cdot 10^{19}$  (nvt).

On peut supposer que compte tenu, d'une part de cette valeur de dose intégrée (nvt) et d'autre part, du fait que la sensibilité du transducteur n'ait pas diminuée, comme nous le verrons au paragraphe suivant, les effets destructeurs dus aux rayonnements sont compensés par une guérison spontanée du cristal en cours de bombardement.

On peut remarquer que ces résultats ne sont pas incompatibles avec ceux donnés par la littérature [17] où l'on admet qu'en général, à partir d'un flux total de  $10^{20}$  Neutrons/cm<sup>2</sup>.s, il y a affectation du réseau cristallin des céramiques, comme le montre les diagrammes de diffraction des rayons X.

Remarque :

Pour certaines applications des transducteurs haute température dans les piles refroidies par des métaux liquides, par exemple le repèrage d'objets immergés dans le Na, l'amplitude de ce bruit de fond est sans importance, quant aux résultats que l'on désire obtenir. En effet, si l'on veut uniquement localiser un objet quelconque, on ne tient pas compte de la valeur que prend le signal de réflexion, mais du temps mis par la pulse d'ultrasons pour parcourir la distance entre l'émetteur et l'objet. Ce qui se ramène à une mesure de temps séparant deux pulses et non à une mesure d'amplitude.

3.4.4. Variation de la sensibilité dans le temps

Si l'on admet un certain pourcentage d'erreur de lecture ainsi qu'une dérive électrique des appareils de mesure soumis à un fonctionnement prolongé, on peut dire que l'amplitude des signaux d'écho est restée sensiblement constante. Ces enregistrements ainsi que la comparaison des photos d'échos prises en début et fin d'essai - Fig. 70/a - ne laissent absolument pas supposer une tendance à la diminution de la sensibilité du transducteur.

3.4.5. Comportement de la colle sous rayonnement

L'analyse de la forme du signal correspondant au premier écho de réflexion, en début et en fin d'essai - Fig. 70/b - nous permet de dire que la colle assurant la liaison mécanique et acoustique - Amortisseur/cristal/support - ne s'est pas détériorée sous l'action du rayonnement.

En effet, lors d'essais précédemment effectués en laboratoire en ce qui concernait uniquement la tenue en température, nous avons pu constater qu'un décollement du cristal de son support ou de l'amortisseur, se traduisait par une augmentation de la largeur du signal, fonction de l'importance du décollement. Ceci étant dû au fait que le cristal ne se trouvant plus chargé acoustiquement par les mêmes impédances, l'amortissement mécanique s'en trouve diminué. (cf. paragraphe 6.3 ; 2ème partie)

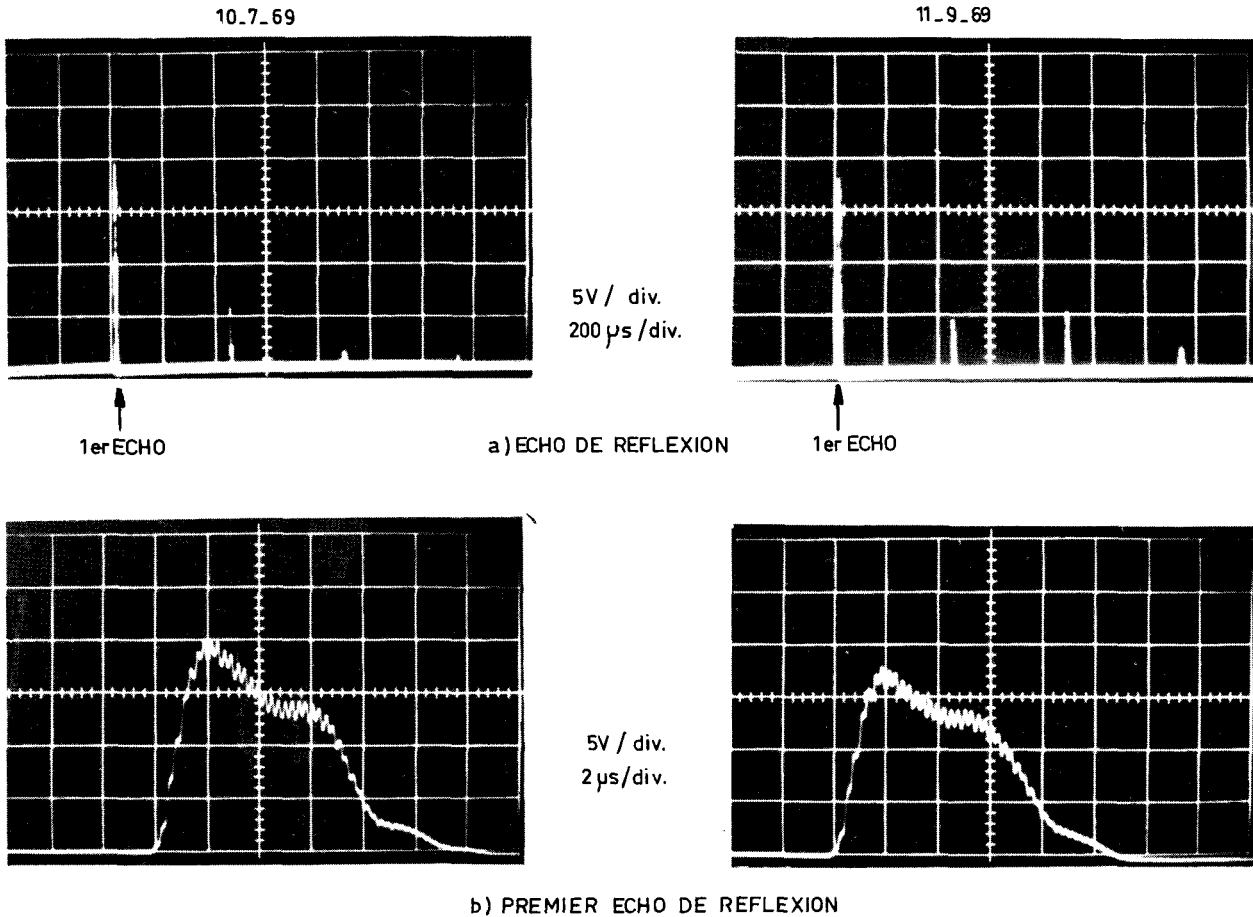


Fig. 70 AMPLITUDE DES ECHOS EN DEBUT ET FIN D'ESSAI D'IRRADIATION.

### 3.5. Conclusions

On peut dire que la sensibilité du transducteur en essai pendant deux mois n'a pas semblé être affectée par un rayonnement total de  $5,05 \cdot 10^{19}$  (nvt), ceci aussi bien en ce qui concerne le matériau piézoélectrique que la colle assurant les liaisons cristal/support/amortisseur.

### 4. ESSAI EN TEMPERATURE ET SOUS IRRADIATION D'UN TRANSDUCTEUR DE LA 3ème GENERATION

Les résultats obtenus avec les transducteurs de la troisième génération, nous ont paru ne pas devoir nécessiter de poursuivre plus avant des essais de fonctionnement sous irradiation des transducteurs de la 2ème génération.

Compte tenu de la limite imposée par la température maximum de ces derniers, nous avons préféré tester des transducteurs dont les performances en température sont nettement supérieures et autorisent une utilisation en immersion dans le sodium liquide (600°C environ).

Les difficultés que présentait la mise en oeuvre de sodium, en fonction des impératifs imposés par l'exploitation du réacteur, nous ont amenés à utiliser comme milieu de propagation des ondes acoustiques, un cylindre d'acier inoxydable sur lequel est collé un cristal piézoélectrique. L'ensemble est mis dans un four

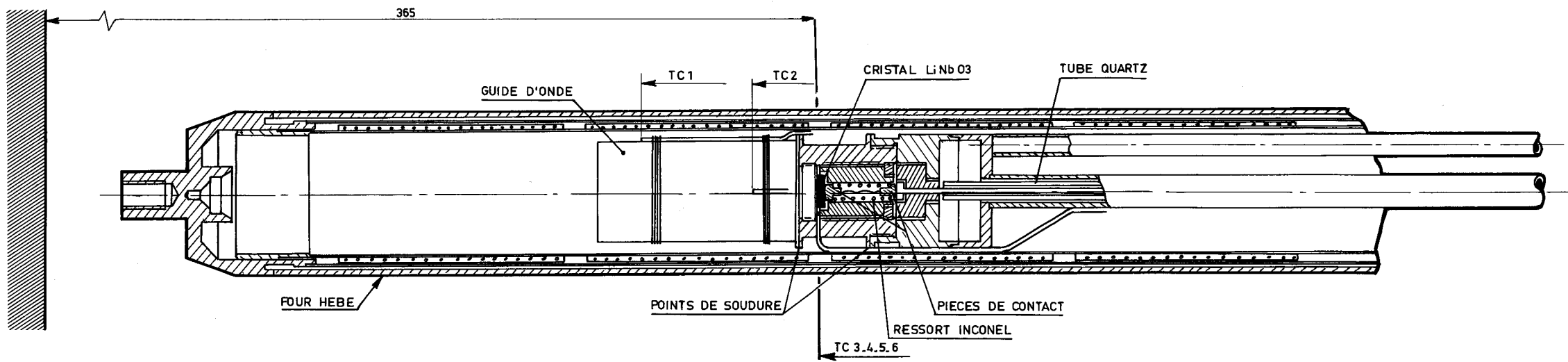


Fig. b. DISPOSITIF EMETTEUR RECEPTEUR

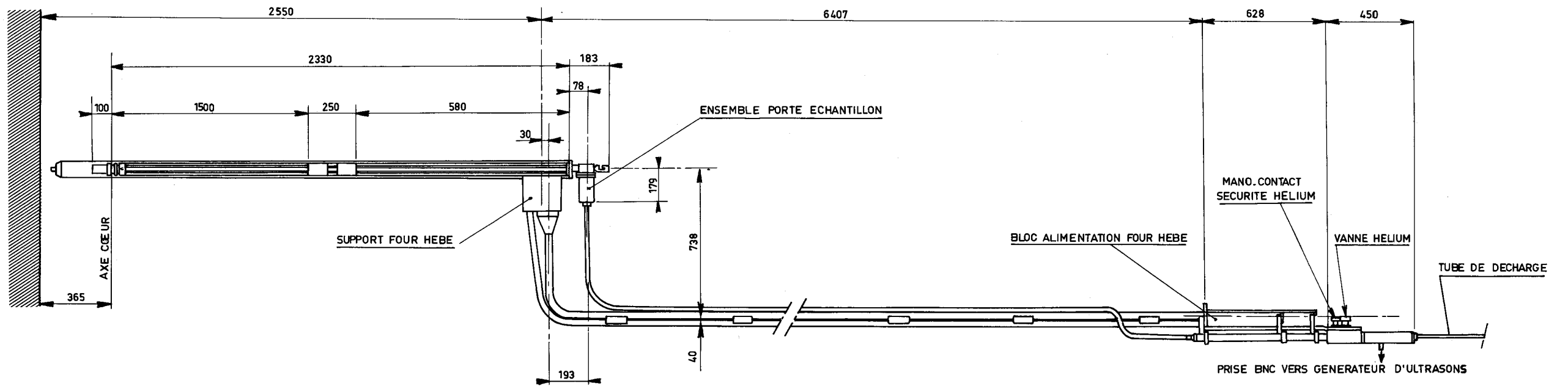


Fig. a. VUE D'ENSEMBLE

BUS  
LILLE

Fig. 71 - MONTAGE POUR IRRADIATION EN TEMPERATURE

spécialement construit pour fonctionner sous irradiation neutronique (four HEBE). Après avoir décrit succinctement le montage qui présente une certaine analogie, avec ceux utilisés pour les essais à haute température et les essais d'irradiation à l'ambiance, nous commenterons les résultats obtenus.

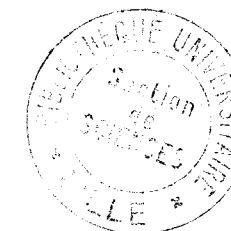
#### 4.1. Dispositif d'essai d'irradiation

Nous n'insisterons pas sur le dispositif émetteur-récepteur d'ultrasons qui est sensiblement identique à celui utilisé pour les essais à haute température (cf. Fig. 55). Une pastille de  $\text{Li Nb O}_3$  de  $\varnothing$  15 mm ; ép. 0,8 mm est collée par diffusion d'argent sur l'extrémité d'un cylindre en acier inoxydable. Les échos de réflexion sont obtenus sur la face opposée. La liaison électrique entre le cristal et les pièces de contact est assurée par un ressort en Inconel. Six thermocouples Chromel-Alumel placés sur le guide d'onde, permettent de détecter la température de l'ensemble. La Fig. 71/b montre la disposition de ce dernier à l'intérieur du four type HEBE dont on distingue les quatre enroulements de chauffage. Une double paroi, remplie d'hélium, assure l'isolement thermique entre l'eau de la piscine et le montage d'irradiation. L'intérieur du four est placé sous atmosphère d'argon.

Des manomètres à contact permettent de détecter toutes fuites accidentelles pouvant survenir au cours des essais.

La Fig. 71/a montre une vue d'ensemble du dispositif d'irradiation en température. Le dispositif de mesure est identique à celui utilisé pour les essais d'irradiation à l'ambiance. Toutefois, l'enregistreur SEFRAM est remplacé par un enregistreur MECI multivoies, qui permet d'enregistrer simultanément l'amplitude du signal d'écho et la température du dispositif. L'asservissement en température des quatre éléments chauffants du four HEBE est assuré à partir d'armoires électriques comprenant des divers appareils de régulation associés au dispositif de sécurité (Hélium-Argon). La Fig. 72 montre la disposition générale de la baie de mesure et des armoires d'alimentation du four.

Une vue d'ensemble du réacteur en cours de fonctionnement est donné sur la Fig. 73. On distingue sur les passerelles situées à la partie supérieure de la piscine, l'extrémité des différents dispositifs en essais.



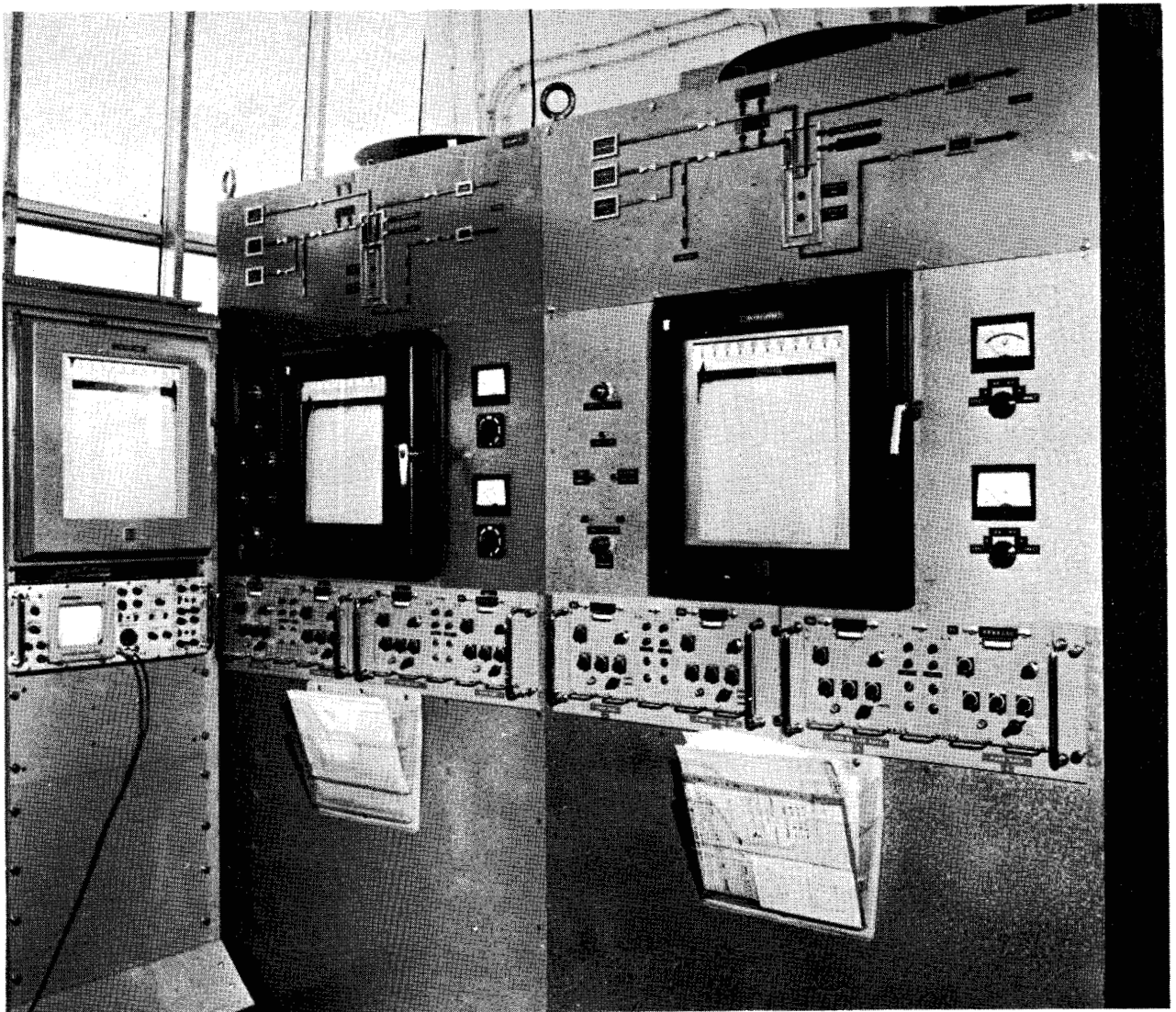


Fig. 72. DISPOSITIF DE MESURE ET DE REGULATION POUR ESSAIS D'IRRADIATION EN TEMPERATURE

#### 4.2. Essais

Le dispositif d'irradiation en température a été placé en pile dans le canal 86 dans les conditions suivantes de fonctionnement :

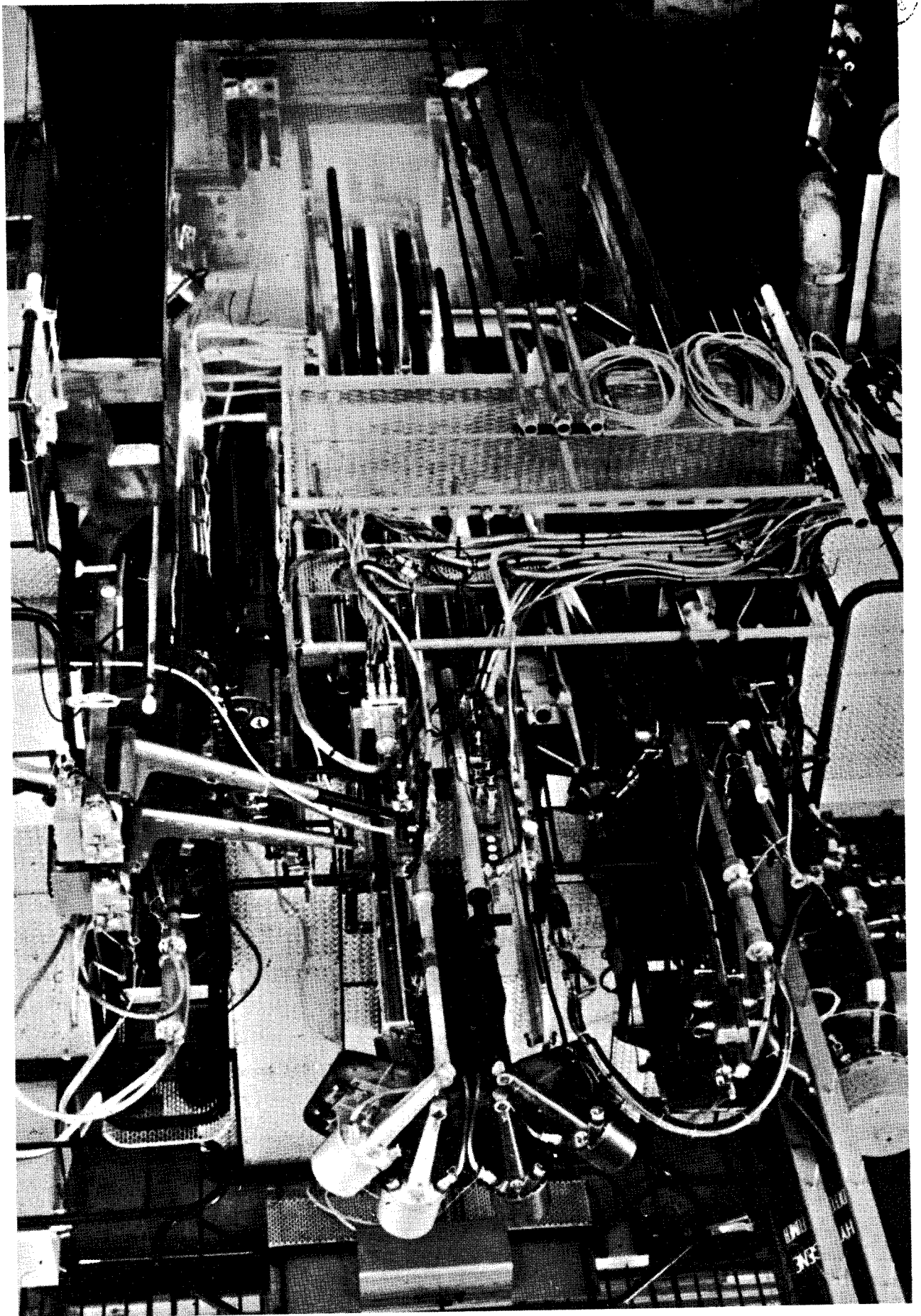
flux neutronique .....  $2,9 \cdot 10^{12}$  Neutrons/cm<sup>2</sup>.s  
température ..... 350°C

Après huit jours de fonctionnement au cours desquels aucune évolution de la sensibilité n'a pu être observée, nous sommes passé dans le canal 76, les conditions de fonctionnement étant alors :

flux neutronique .....  $1,31 \cdot 10^{13}$  Neutrons/cm<sup>2</sup>.s  
température ..... 580°C



Fig. 73-VUE D'ENSEMBLE DES DISPOSITIFS D'ESSAIS DE LA PILE TRITON



Après avoir fonctionné pendant 28 Jours dans ces conditions, un incident dû à un mauvais contact sur le cristal, intervenant au moment du passage dans le canal 66 nous a obligé à interrompre les essais et à sortir le dispositif du réacteur.

Nous ferons les remarques suivantes concernant les paliers de température effectués au cours de cette expérience :

Il ne nous a pas été possible de faire varier séparément les deux paramètres caractérisant cet essai - flux neutronique et température - En effet, compte tenu de la section efficace que présentait le guide d'onde et le four, ces derniers voyaient leur température augmenter sous l'effet du rayonnement nucléaire auquel ils étaient soumis. La température augmentant avec l'intensité du flux neutronique.

On peut dire que dans l'ensemble, le four HEBE n'a pas été utilisé en tant que dispositif de chauffage. Néanmoins, sa conception spéciale rendait son utilisation indispensable comme isolant thermique vis-à-vis de l'eau de refroidissement du réacteur.

#### 4.3. Résultats

##### 4.3.1. Influence du rayonnement sur la sensibilité

Il semble assez difficile à priori, de séparer l'influence du rayonnement et de la température sur la sensibilité. Cependant, si l'on tient compte des résultats obtenus sur les essais à haute température de montages similaires qui montraient une augmentation de la sensibilité avec la température, on peut remarquer que l'intensité du flux neutronique entraîne une diminution de cette dernière - Fig. 74 - Le fait de passer du canal 86 au canal 76 augmente la valeur du flux neutronique dans le rapport 4 et entraîne une perte de sensibilité d'environ 18 dB. Par la suite, cette sensibilité augmente légèrement pour se stabiliser à environ 14 dB en dessous de la valeur existant au début de l'essai. Ce dernier phénomène traduit très certainement une guérison spontanée des effets destructeurs dus aux rayonnements ; ce que confirmerait le fait que par la suite la sensibilité n'a pas varié compte tenu de la quantité de rayonnement auquel le dispositif a été soumis exprimé en unités nvt.

$$8 \text{ jours dans le canal 86} = 2.10^{18} \text{ (nvt)}$$

$$28 \text{ jours dans le canal 76} = 3,1.10^{19} \text{ (nvt)}$$

soit une quantité totale de rayonnement de :

$$3,3.10^{19} \text{ (nvt)}$$

Comme nous l'avons dit, à la suite des essais d'irradiation à l'ambiance, on admet généralement qu'il y a affectation du réseau cristallin des céramiques à partir d'une dose totale de  $10^{20}$  (nvt)

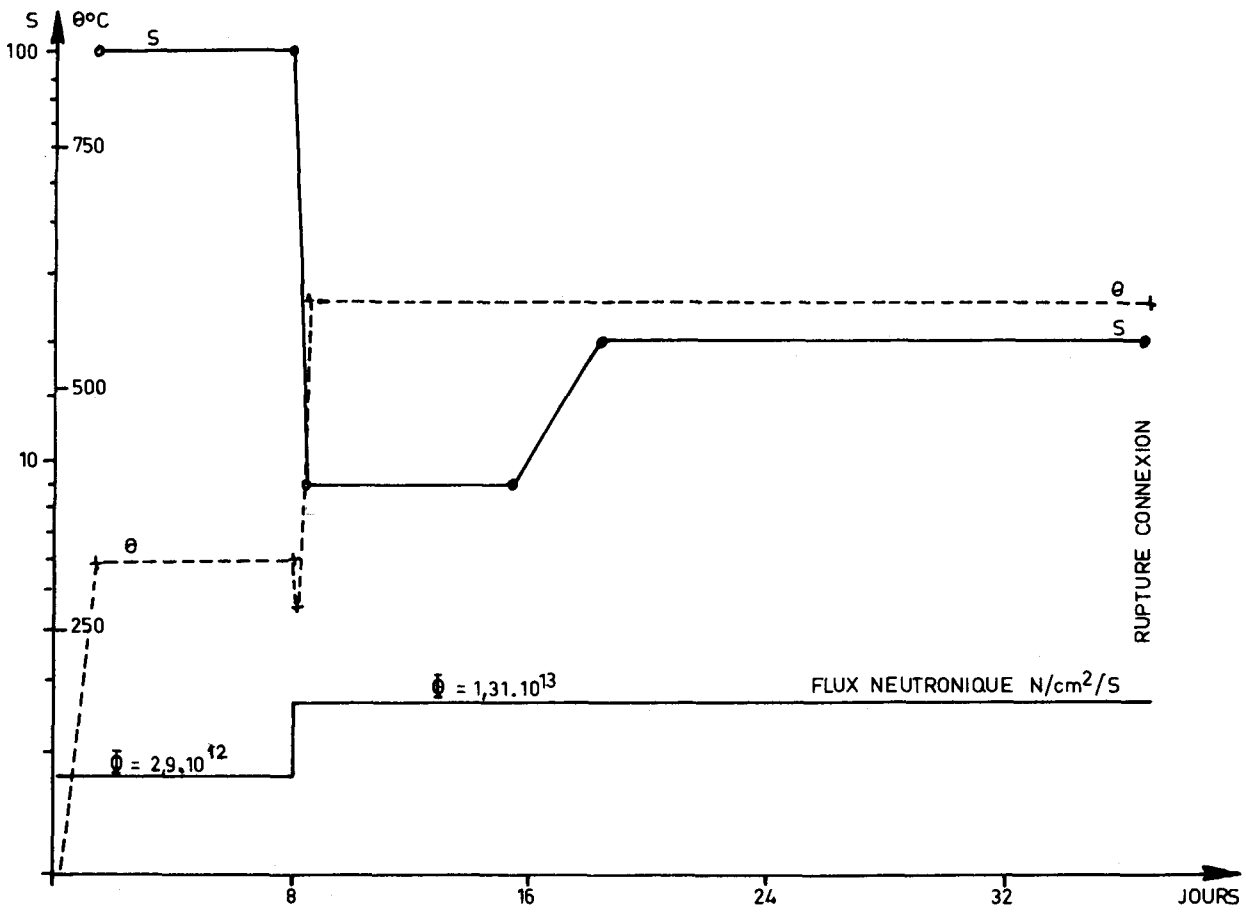


Fig. 74. INFLUENCE DU RAYONNEMENT ET DE LA TEMPERATURE SUR LA SENSIBILITE

Nous n'avons pu mettre en évidence de la même façon que lors des essais d'irradiation à l'ambiance, l'existence d'un bruit de fond lié à l'importance du flux neutronique.

Toutefois, comme le montre la Fig. 75 correspondant à un arrêt du réacteur dû à une chute des barres de contrôle au cours de l'essai dans le canal 86, on peut remarquer une certaine instabilité de l'amplitude du signal d'écho ; la valeur moyenne restant sensiblement constante. Il semble qu'une fluctuation du flux neutronique accompagnée d'une chute de température affecte les propriétés acoustiques du dispositif ultrasonore.

La disparition progressive des fluctuations d'amplitude, apparait à première vue liée à la remontée de température ; la remise en puissance de la pile s'effectuant plus rapidement que cette dernière, compte tenu de l'inertie thermique du guide d'onde et du four. Ceci semble à priori confirmer l'hypothèse avancée d'une guérison spontanée du matériau, guérison favorisée par une agitation thermique plus importante des molécules, due à une élévation de la température.

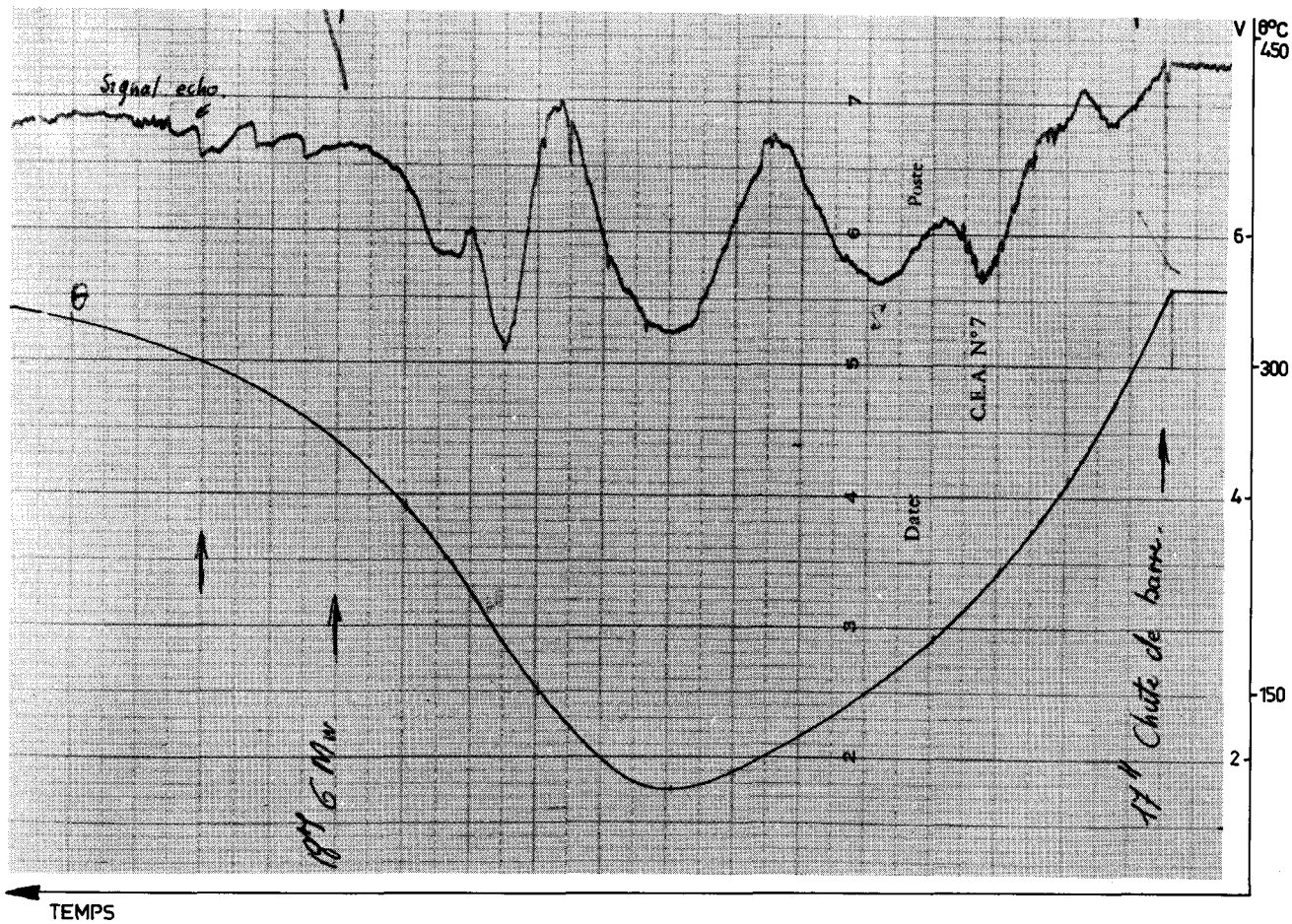


Fig. 75. FLUCTUATION DU SIGNAL D'ECHO DU A UN ARRET DU REACTEUR

#### 4.3.2. Examen du dispositif émetteur-récepteur après irradiation

Après une période de deux mois environ, nécessaire à la désactivation du dispositif ultrasonore et à la décontamination des éléments prévus pour le démontage, la partie basse de l'ensemble d'irradiation a été mise en cellule chaude en vue d'un examen.

Ce dernier avait pour but de s'assurer d'une part des causes ayant entraîné l'arrêt prématuré de l'expérience, d'autre part du comportement de la liaison céramique-métal après irradiation.

En ce qui concerne l'examen de la liaison, nous avons pu constater que le cristal adhérait parfaitement sur la lame de phase. Des efforts mécaniques relativement importants (chocs, essai de décollement) n'aboutissant qu'à arracher des fragments de pastille.

Nous avons pu constater, au cours du démontage, que le ressort de contact avait perdu une partie de son élasticité. Ce phénomène étant lié semble-t-il à l'action conjuguée de la température et du rayonnement.

Par suite de la réduction de sa hauteur libre, il est possible que les chocs causés par le changement de canal d'irradiation, aient définitivement rompu un contact fragilisé par les conditions de fonctionnement.

Ceci serait confirmé par le fait que dès la constatation de l'incident, nous avons pu remarquer que des chocs exercés sur l'ensemble mécanique se traduisaient par l'apparition fugitive d'un signal d'écho.

## 5. CONCLUSION

A la lumière des résultats obtenus au cours des différents essais de fonctionnement sous irradiation neutronique, on peut dire que les transducteurs haute température sont susceptibles d'être utilisés dans un réacteur nucléaire pour résoudre certains problèmes posés par leur exploitation.

L'action conjuguée de la température et du flux neutronique entraîne une légère diminution de la sensibilité, sans pour autant rendre impossible l'exploitation des signaux. Le gain disponible sur l'amplificateur des générateurs d'ultrasons, autorise une diminution plus importante de l'amplitude des échos.

Ceci permet d'envisager des tests plus sévères vis-à-vis du flux neutronique. D'autres essais sont actuellement envisagés dans ce sens.

Nous avons remédié aux problèmes que posait le ressort utilisé pour assurer le contact électrique sur le cristal, par l'emploi d'un autre matériau que l'Inconel.

L'Hastelloy X qui peut supporter une température de fonctionnement de l'ordre de 1 200°C semble convenir.

Indépendamment du prix de revient, la mise au point du montage et le temps nécessaire à la désactivation et à la décontamination du dispositif faisant suite aux essais, font que ces expérimentations s'étalent sur une période d'environ six mois.

Ceci explique le nombre relativement faible des mesures qu'il nous a été possible d'effectuer jusqu'à présent.



4<sup>ème</sup> PARTIE

APPLICATIONS AUX PROBLEMES  
CONCERNANT LE SODIUM LIQUIDE





## 1. INTRODUCTION

Les performances des transducteurs haute température de la 3<sup>ème</sup> génération, nous ont permis de voir dans quelle mesure, il serait possible de résoudre certains problèmes posés par l'utilisation du sodium liquide dans un réacteur nucléaire.

Les caractéristiques acoustiques du sodium et de l'acier n'étant connues que très partiellement, nous avons effectué un certain nombre de mesures destinées à mettre en évidence l'influence de la température sur leurs propriétés acoustiques.

L'évolution de ces paramètres est de plus déterminant pour le calcul de la lame de phase.

Nous nous sommes également assuré des possibilités d'utilisation de ces transducteurs en vue de la localisation de pièces ou ensembles mécaniques immergés dans le sodium liquide. Ces essais nous ont amené à réaliser un dispositif expérimental susceptible d'être utilisé avec du sodium liquide à une température d'environ 300°C.

Nous décrirons les divers appareils utilisés au cours de ces essais, ainsi que les résultats obtenus.

## 2. MESURES ACOUSTIQUES EFFECTUEES SUR LE SODIUM LIQUIDE ET L'ACIER INOXYDABLE NS22S EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

### 2.1. But des mesures

Nous avons vu au paragraphe 2. 2<sup>ème</sup> partie, que l'épaisseur de la lame de phase dépendait uniquement du rapport entre l'impédance du milieu de couplage - sodium - et celle du matériau constituant la lame mince - acier inoxydable -

L'impédance acoustique d'un matériau se définit par  $Z_a = \rho v$  avec :

$$\rho = \text{masse spécifique en Kg/m}^3$$

$$v = \text{vitesse des ondes acoustiques en m/s}$$

Il importe donc de connaître l'influence de la température sur  $\rho$  et  $v$ . La variation de la masse spécifique du sodium avec la température a été mesurée et calculée par MG. ROBIN et L de NUCHEZE [18]. Nous avons entrepris de mesurer l'influence de la température sur la célérité des ondes acoustiques dans le sodium liquide. D'autre part, la mesure du coefficient d'atténuation des ultrasons dans ce matériau, pour une fréquence donnée

et différentes températures, permet de prévoir les limites d'utilisation des transducteurs haute température dans les applications pratiques. Les résultats positifs obtenus à la suite de la réalisation des transducteurs de la 3<sup>ème</sup> génération, nous ont permis d'effectuer valablement ces mesure.

2.2. Principe de la mesure de vitesse des ultrasons en fonction de la température

Il consiste à comparer le temps mis par deux impulsions d'ultrasons synchrones, pour parcourir une distance connue, l'une dans le matériau à étudier, l'autre dans l'eau. Cette dernière étant prise comme référence -Fig.76-

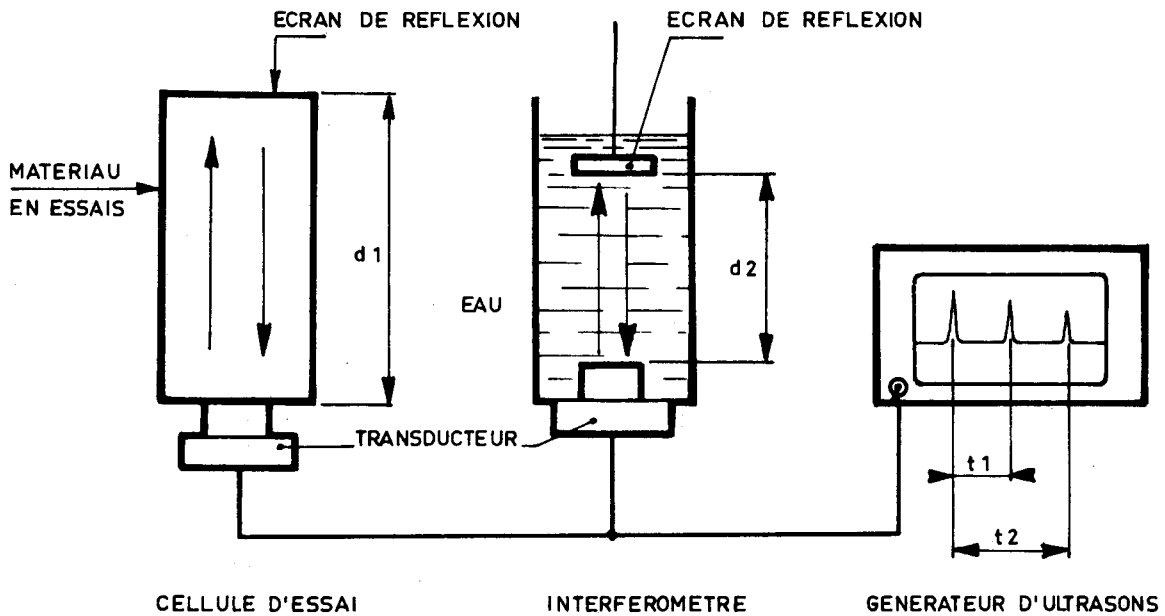


Fig. 76 \_PRINCIPE DE LA MESURE DE LA VITESSE DES ULTRASONS EN FONCTION DE  $\theta$

Si l'on fait coïncider sur l'écran d'un oscilloscope les deux signaux de réception en faisant varier  $d_2$  on peut écrire :

$$t_1 = t_2 \quad t_1 = \frac{d_1}{v_1} \quad t_2 = \frac{d_2}{v_2}$$

$$\frac{d_1}{v_1} = \frac{d_2}{v_2} \quad \Rightarrow \quad v_1 = \frac{d_1 v_2}{d_2} \quad (52)$$

Ce qui nous donne la vitesse des ondes acoustiques dans le matériau en essais ; pour une température donnée ; avec :

- $d_1 ; d_2$  : distance transducteur/écran en m
- $v_2$  : vitesse des ultrasons en m/s dans le matériau pour  $\theta$  donné
- $v_1$  : vitesse des ultrasons en m/s dans l'eau à  $\theta$  donné

Partant des résultats précédents, faisons varier la température de la cellule d'essais. La vitesse des ultrasons va se modifier et  $t_1 \neq t_2$ . Les deux signaux ne seront plus en coïncidence. En faisant varier  $d_2$  nous retrouvons la même figure d'interférence et nous pouvons écrire :

$$\frac{d_1}{v_1 + \Delta v_1} = \frac{d_2 + \Delta d_2}{v_2}$$

ce qui entraîne :

$$v_1 + \Delta v_1 = \frac{v_2 d_1}{d_2 + \Delta d_2} \quad (53)$$

### 2.3. Principe de la mesure du coefficient d'atténuation $\alpha$

L'intensité émise par un transducteur piézoélectrique rayonnant dans un milieu de couplage subit une atténuation de la forme :

$$I = I_0 \cdot e^{-2\alpha x}$$

d'où l'on tire :

$$\alpha = \frac{1}{2x} \text{Log} \frac{I}{I_0} \quad (54)$$

avec :

$x$  : distance transducteur-écran en mètre

$I$  : intensité en watt/m<sup>2</sup>

La mesure consiste à faire le rapport des intensités ultrasonores reçues entre deux positions distantes de  $x$  - Fig. 77 -

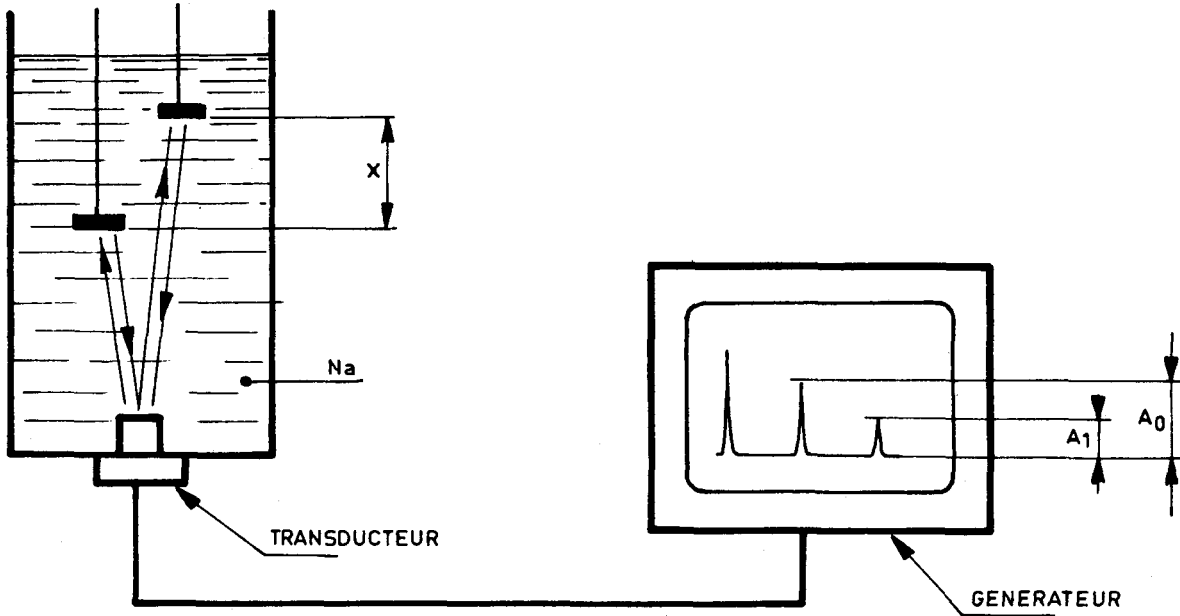


Fig. 77 - PRINCIPE DE MESURE DU COEFFICIENT D'ATTENUATION  $\alpha$

En fait, il est plus simple de mesurer l'amplitude des échos de réflexion A, que de faire une mesure d'intensité acoustique.

On a d'autre part la relation :

$$I = \frac{P^2}{Z_a} \quad (55)$$

I : intensité acoustique en watts/m<sup>2</sup>

P : pression en Newtons/m<sup>2</sup>

Z<sub>a</sub> : impédance acoustique en Kg/m.s

$\alpha$  peut alors s'écrire :

$$\alpha = \frac{I}{2x} \cdot \text{Log} \frac{P}{P_0} = \frac{1}{2x} \cdot \text{Log} \frac{A^2}{A_0^2}$$

d'où :

$$\alpha = \frac{1}{x} \cdot \text{Log} \frac{A}{A_0} \quad (56)$$

## 2.4. Dispositif expérimental de mesure sur le sodium

### 2.4.1. Généralités

Le sodium liquide est particulièrement réactif en présence d'oxygène et d'eau et se combine avec un grand nombre de métaux. Ces impératifs nous ont amené à concevoir une enceinte étanche en acier inoxydable dans laquelle le sodium est fondu sous vide primaire.

Les manipulations préliminaires nous ont convaincu qu'une très grande pureté du produit était nécessaire si l'on désirait avoir à basse température un bon mouillage sur la face émettrice du transducteur. La présence d'impuretés ou d'une couche extrêmement fine d'oxydes, s'opposant à toute propagation des ondes acoustiques.

Pour parfaire ce mouillage, le transducteur subit, avant sa mise en place, un décapage dans un bain acide nitrofluoré, après dégraissage au trichloréthylène et séchage.

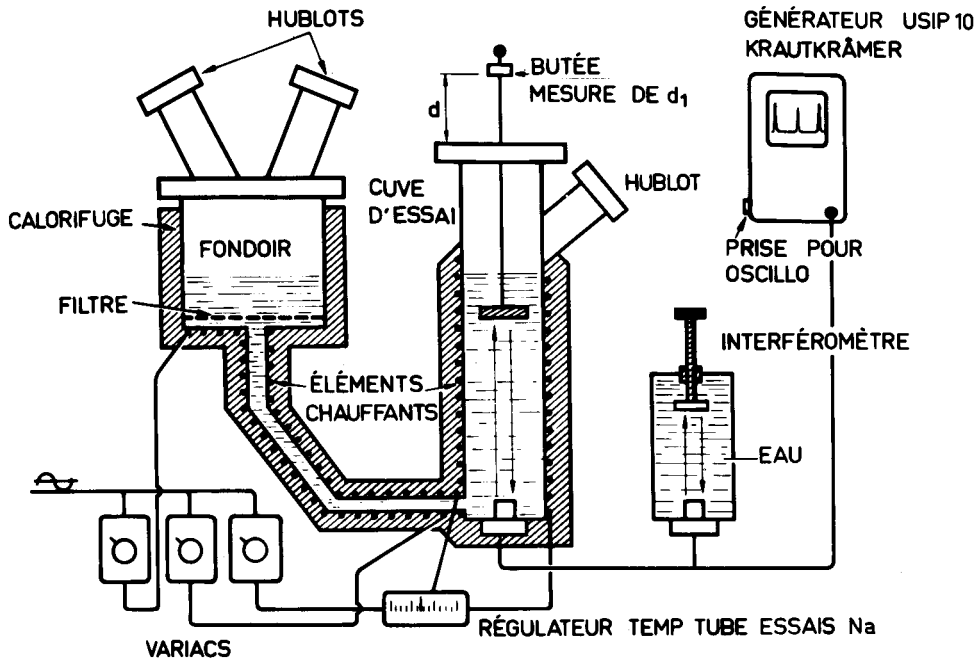
### 2.4.2. Description de l'appareillage

Il se compose essentiellement d'un fondoir comportant un filtre destiné à retenir la pellicule d'oxyde qui recouvre les lingots de sodium. Il est relié par une canalisation à la cellule d'essais dans laquelle le sodium fondu tombe par gravité -Fig.78/a-

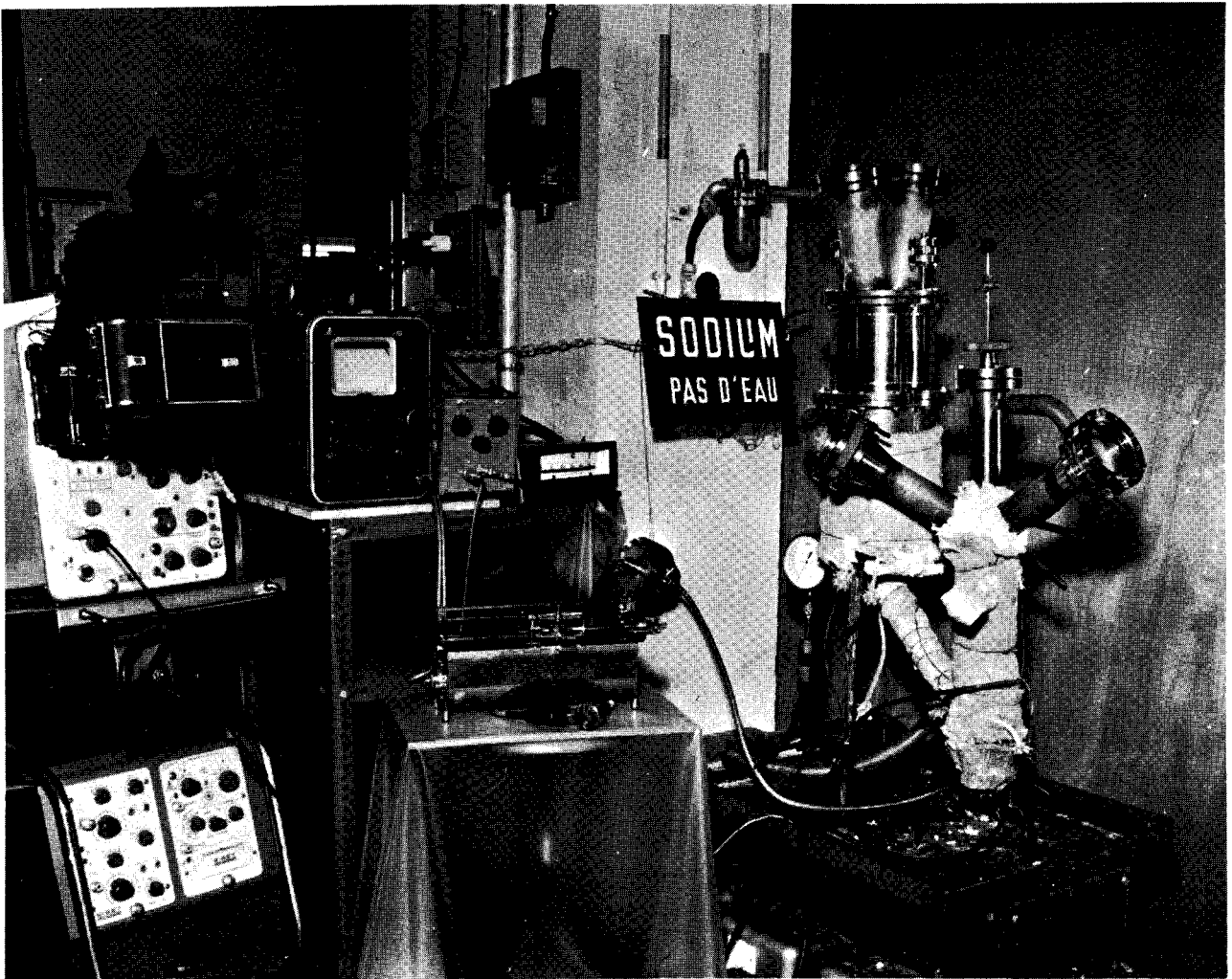
Le transducteur est fixé à la base de la cellule d'essais ; un joint cuivre assure l'étanchéité. Un écran de réflexion mobile par rapport au transducteur permet de faire varier le parcours des ondes acoustiques. Un thermocouple Chromel-Alumel est placé à proximité du transducteur. En liaison avec un régulateur, il nous permet de contrôler la température de travail.

Un générateur KRAUTKRAMER type USIP10 W excite en parallèle le transducteur de la cellule d'essais et celui de l'interféromètre. Sur ce dernier, un vernier nous donne la distance du trajet des ultrasons dans l'eau avec une précision de 1/100 de mm.

On trouvera Fig. 78/b une vue d'ensemble de la manipulation. Lorsque le sodium fondu est passé dans la cellule d'essais, la température de cette dernière est amenée à 600°C puis stabilisée pendant 1/2 heure environ, avant de commencer les mesures. Les essais s'effectuent lors des descentes en température. Il est plus facile de garder un faible gradient thermique dans le sodium lorsque l'ensemble se refroidit.



a) SCHEMA DE LA MANIPULATION



b) VUE D'ENSEMBLE

Fig. 78. DISPOSITIF EXPERIMENTAL DE MESURE SUR LE SODIUM

BUS  
LILLE

## 2.5. Résultats

### 2.5.1. Mesure de la vitesse des ultrasons dans le sodium liquide

Le dispositif actuel ne permet pas de connaître avec précision la distance entre l'écran et le transducteur. Aussi, avons nous préféré effectuer la mesure à partir d'un déplacement relatif.

On règle  $d_1$  et  $d_2$  de façon à avoir coïncidence entre les échos provenant de l'interféromètre et de la cellule d'essais :

$$\frac{d_1}{v_1} = \frac{d_2}{v_2}$$

On déplace l'écran de la cellule d'essais d'une valeur connue  $\Delta d_1$  et la même figure d'interférence est recherchée en déplaçant l'écran de l'interféromètre de  $\Delta d_2$  d'où :

$$v_1 = \frac{v_2 \Delta d_1}{\Delta d_2} \quad \text{pour une température donnée.}$$

Si des changements de température modifient la valeur de  $v_1$  il suffit de faire varier  $\Delta d_2$  de  $\Delta(\Delta d_2)$  pour garder toujours la même figure d'interférence.

Il vient alors :

$$\frac{\Delta d_1}{v_1 + \Delta v_1} = \frac{\Delta d_2 + \Delta(\Delta d_2)}{v_2}$$

soit :

$$v_1 + \Delta v_1 = \frac{v_2 \Delta d_1}{\Delta d_2 + \Delta(\Delta d_2)}$$

On trouvera Fig. 79 le résultat de nos mesures. Nous avons porté sur la même figure (trait pointillé) les résultats obtenus par YING-SHUH-PAN, SCOTT et CLYDE [19] dans la gamme de température 100° à 310°C.

Ces derniers ont proposé une formule empirique permettant de définir la vitesse des ondes acoustiques en fonction de la température.

$$v_{\theta_x} = 2577,25 - 0,524 \theta_x \text{ en m/s}$$

Il semble que la gamme de température réduite, étudiée par ces auteurs puisse expliquer la variation linéaire résultant de l'utilisation de cette formule.



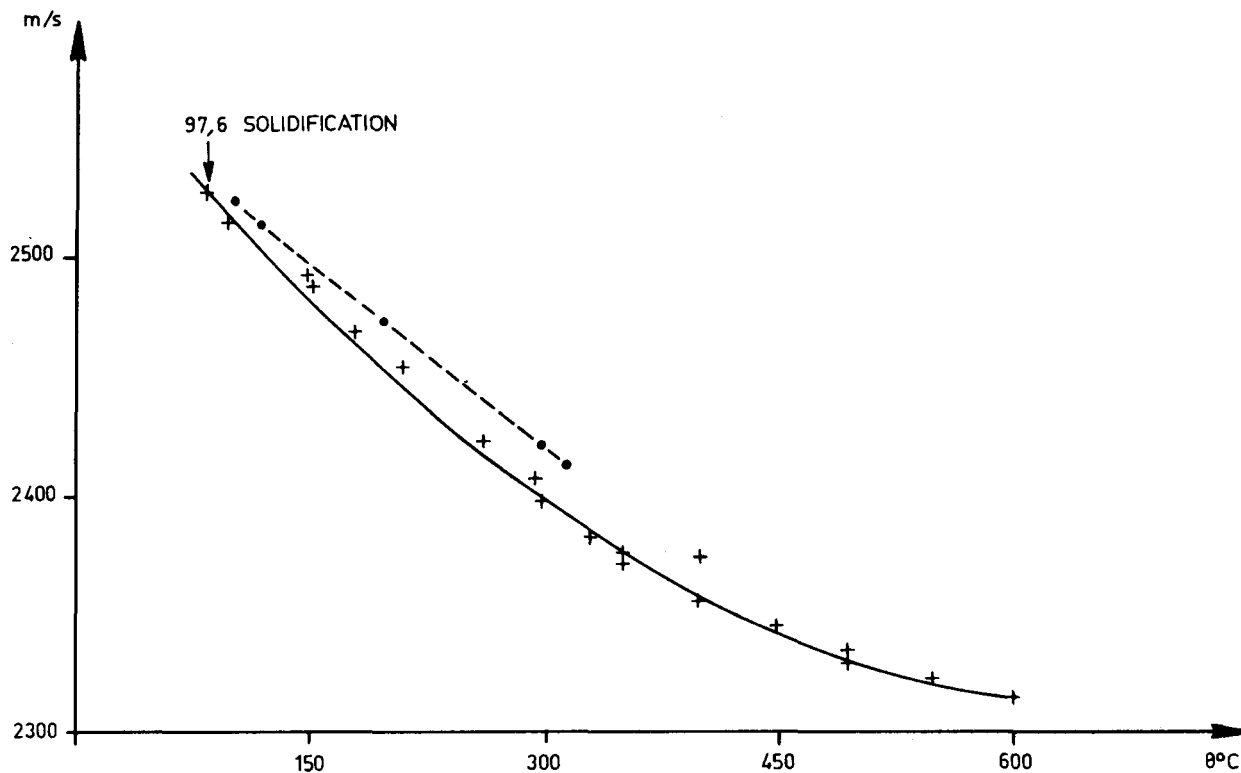


Fig. 79 - VITESSE DES ULTRASONS DANS Na EN FONCTION DE  $\theta$

Nos mesures ayant été effectuées jusqu'à des températures plus élevées, les résultats montrent une variation moins linéaire avec la température. La vitesse des ultrasons pour une température donnée peut être exprimée au moyen de la formule empirique que nous proposons ci-dessous, tenant compte de la température de solidification du sodium 97,6°C.

$$v_{\theta} = 3,3 \cdot 10^2 \exp \left[ (97,6^{\circ}\text{C} - \theta) \cdot 2,35 \cdot 10^{-3} \right] + 2200$$

avec :

$v_{\theta}$  = vitesse des ondes acoustiques en m/s pour une température  $\theta$

$\theta$  = température du sodium en °C

### 2.5.2. Mesure du coefficient d'atténuation $\alpha$ dans le sodium liquide

#### Dispositif expérimental

Nous avons utilisé le même dispositif que celui qui a servi aux mesures de vitesse en fonction de la température (cf. Fig. 78)

L'écran de réflexion est déplacé de façon à mesurer une variation d'amplitude correspondant à une modification du parcours des ondes

acoustiques de 80 mm. Un oscilloscope est connecté au générateur d'excitation pour faciliter la mesure de l'amplitude des échos de réflexion. De même que pour les mesures de vitesse, celles du coefficient d'atténuation  $\alpha$  s'effectuent au cours de la descente en température.

### Résultats des mesures

La Fig. 88 montre les résultats obtenus pour une fréquence de 4 MHz. La dispersion relativement importante des points de mesure provient du dispositif expérimental. En effet, le jeu nécessaire au déplacement de l'écran ne permet pas, au cours des diverses mesures, de ramener la face de réflexion dans un plan absolument normal à l'axe d'émission. L'énergie reçue par le transducteur est d'autant plus faible que l'écart angulaire est important.

Malgré cette imprécision, on peut remarquer que le coefficient  $\alpha$  a tendance à augmenter avec la température. Nous avons porté, en fonction de cette dernière, l'expression  $\frac{\alpha}{f^2}$  en  $\text{sec}^2 \cdot \text{cm}^{-1} \cdot 10^{-17}$ , qui est généralement utilisée.

Le coefficient  $\alpha$  pouvant se mettre sous la forme  $\alpha = k f^2$  on exprime le fait que l'amortissement est proportionnel au carré de la fréquence.

$\frac{\alpha}{f^2}$  augmente sans toutefois présenter des valeurs élevées.

On peut comparer avec l'eau à l'ambiante ou

$$\frac{\alpha}{f^2} = 24 \cdot 10^{-17} \text{ sec}^2 \cdot \text{cm}^{-1} \cdot 10^{-17} \text{ contre environ } 35 \cdot 10^{-17} \text{ sec}^2 \cdot \text{cm}^{-1} \cdot 10^{-17} \text{ pour le sodium à } 85^\circ\text{C}.$$

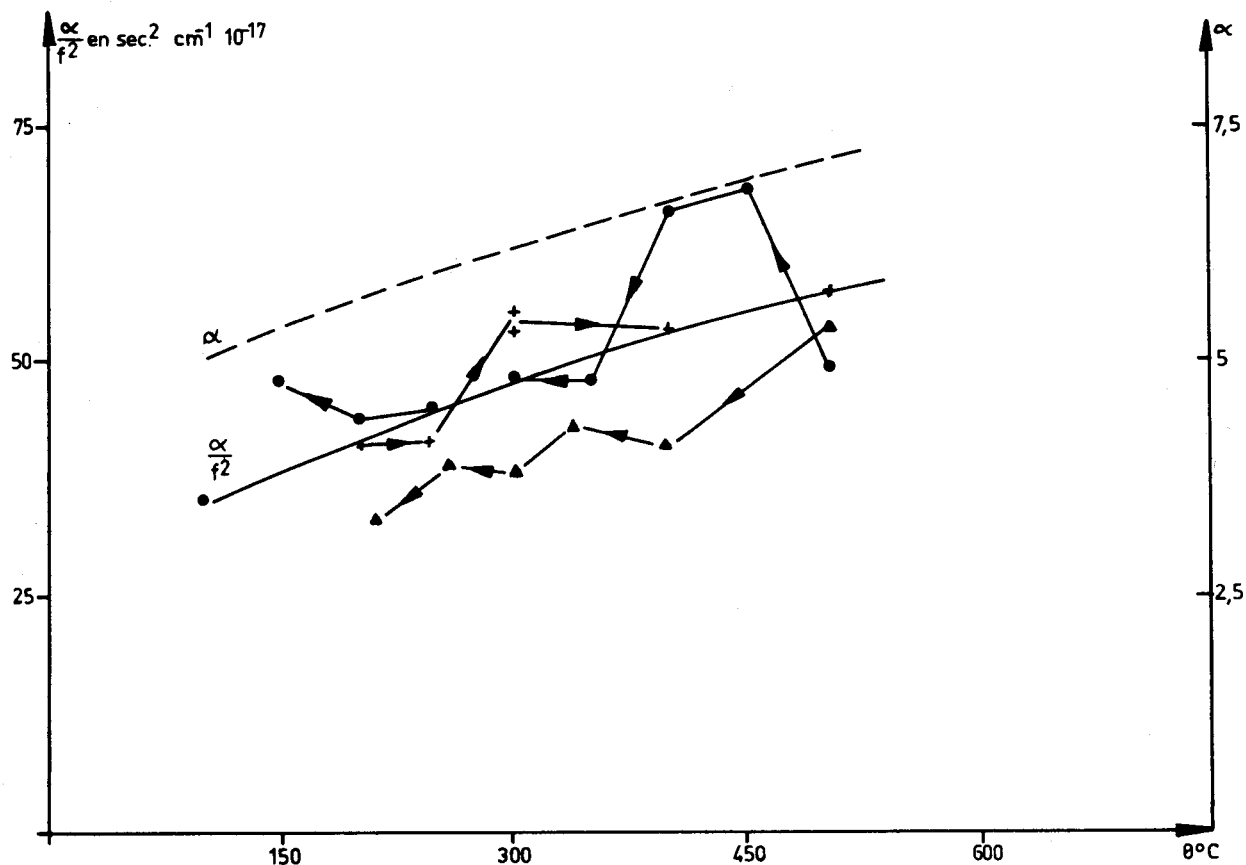


Fig. 80 - COEFFICIENT D'ATTENUATION  $\alpha$  DANS Na EN FONCTION DE  $\theta$  POUR  $F=4\text{MHz}$

Les résultats que nous avons obtenus résultent de l'application de la formule qui donne la valeur du coefficient d'atténuation à partir de la mesure d'amplitude d'écho de réflexion

$$\alpha = \frac{1}{x} \cdot \text{Log} \frac{A}{A_0}$$

Il n'est pas sans intérêt de comparer l'évolution de ce coefficient  $\alpha$  avec la température telle que nous avons pu l'observer, avec celle qui résulterait de l'utilisation de la formule théorique qui donne les valeurs de ce coefficient en fonction de différents paramètres

$$\alpha = \frac{2\pi^2 f^2}{\rho v^3} \left( \frac{4}{3} \eta_s + \eta_B + \frac{\gamma - 1}{c_p} K \right) \quad (57)$$

avec :

- f : fréquence en Hz
- $\rho$  : masse spécifique
- v : célérité des ondes acoustiques
- $\eta_s$  : viscosité transversale
- $\eta_B$  : viscosité volumique
- $\gamma$  :  $C_p / C_v$
- $C_p$  : chaleur spécifique à pression constante
- $C_v$  : chaleur spécifique à volume constant

Généralement, les différents auteurs ne tiennent pas compte des deux derniers termes pour le calcul du coefficient  $\alpha$  dans les liquides ; nous avons :

$$\alpha = \frac{2\pi^2 f^2}{\rho v^3} \cdot \frac{4}{3} \eta_s \quad (58)$$

Un rapide calcul montre que  $\alpha$  diminuerait avec la température, contrairement à ce que nous avons pu observer au cours de nos essais, ou relever dans la littérature [19]

Il semble qu'il soit nécessaire de tenir compte de tous les termes de la formule énoncée plus avant si l'on désire arriver à un résultat en accord avec les mesures. Malheureusement, certains coefficients comme  $\eta_B$  ne sont pas connus pour le sodium liquide.

### 2.5.3. Mesure de la vitesse des ultrasons dans l'acier inoxydable NS22S en fonction de la température

#### Dispositif d'essais

On trouvera Fig. 81 le schéma de principe des mesures. Un cristal de  $\text{Li Nb O}_3$  de  $\varnothing$  15 mm, ép. 0,8 mm est collé sur un guide d'onde en acier inoxydable de  $L = 81,4$  mm à  $20^\circ\text{C}$ ;  $\varnothing$  50 mm. L'ensemble est chauffé dans un four Adamel. La température est contrôlée par un régulateur associé à un thermocouple Chromel-Alumel fixé sur le guide d'onde. Une circulation d'argon est effectuée à l'intérieur du four, de façon à éviter une oxydation exagérée des pièces métalliques. Le principe de la mesure est en tout point identique à celui utilisé pour les mesure sur le sodium.

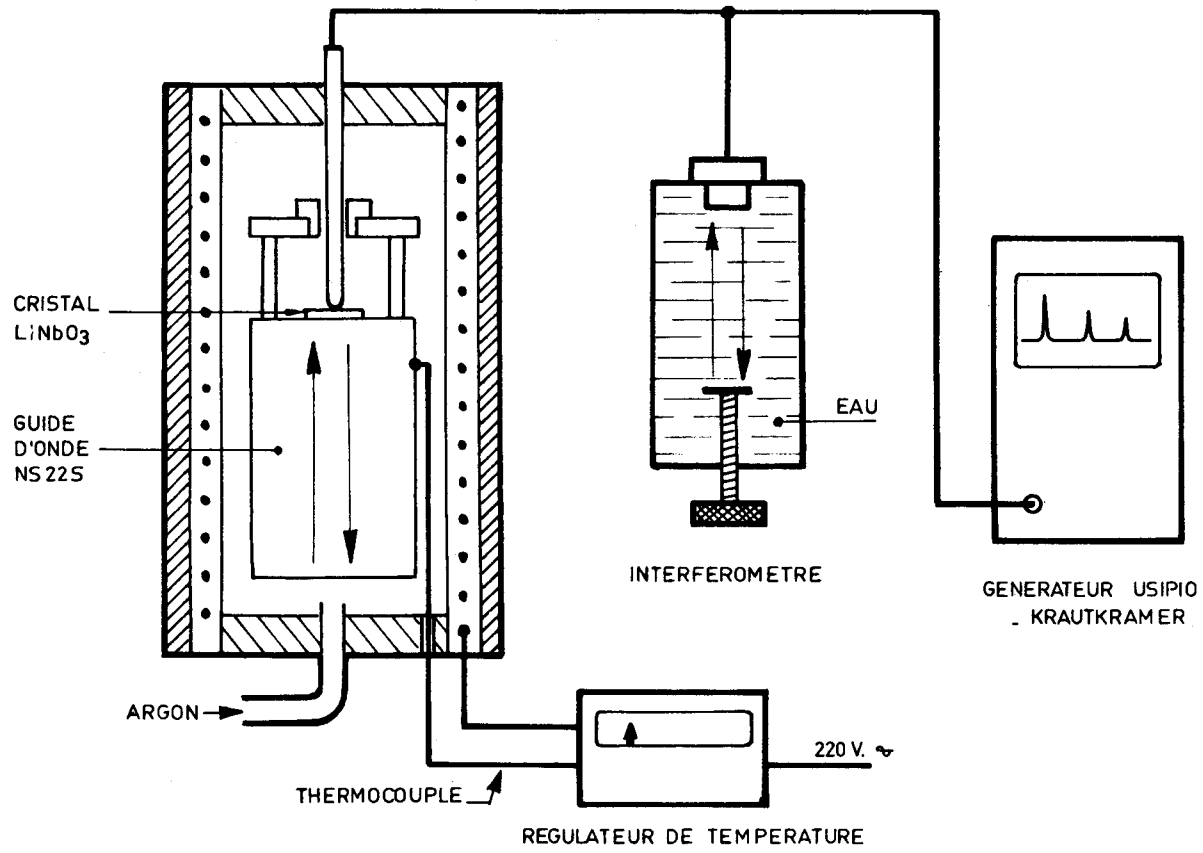


Fig. 81 MESURE DE LA VITESSE DES ULTRASONS DANS L'ACIER INOXYDABLE NS225 EN FONCTION DE  $\theta$

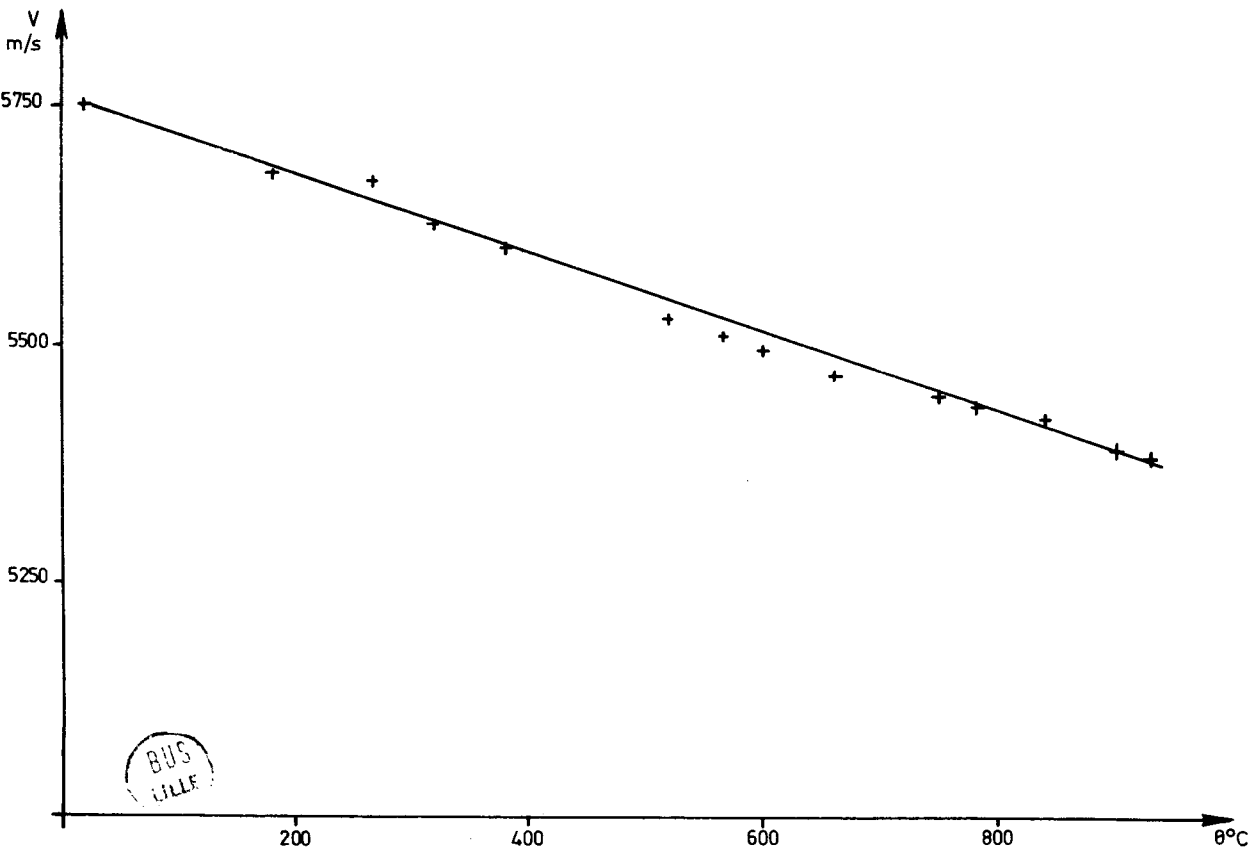


Fig. 82 VITESSE DES ONDES ACOUSTIQUES DANS L'ACIER NS 225 EN FONCTION DE  $\theta$

### Résultats

La Fig. 82 nous montre la variation de vitesse des ondes acoustiques dans l'acier inoxydable NS22S en fonction de la température. Nous avons tenu compte dans le calcul de la dilatation du guide d'onde :  $\alpha = 19.10^{-6}$ .

On peut voir que la vitesse à la température ambiante (5758 m/s) est plus faible que pour l'acier ordinaire (5900 m/s).

La vitesse diminue d'environ 6,5 % entre l'ambiance et 900°C.

Si l'on considère la variation du phénomène comme linéaire, on peut en première approximation évaluer la diminution à 0,40 mètre/°C

### 2.6. Application des résultats aux transducteurs haute température

Les mesures effectuées en vue de définir les propriétés acoustiques du sodium et de l'acier inoxydable NS22S en fonction de la température, nous ont permis de mettre en évidence certaines caractéristiques concernant la construction et le fonctionnement des transducteurs.

La valeur des impédances acoustiques respectives du sodium  $Z_{a_1}$  et de l'acier inoxydable NS22S  $Z_{a_2}$  amène les remarques suivantes :

a)  $Z_{a_2}$  reste toujours supérieure à  $Z_{a_1}$

D'après les conditions énoncées au paragraphe 2, 2ème partie, concernant l'épaisseur de la lame de phase, on voit que celle-ci devra être une lame demi-onde plutôt qu'une lame quart d'onde.

b) Dans la mesure où ces transducteurs seront utilisés pour la détection ou la localisation de pièces en acier inoxydable immergées dans le sodium liquide, nous pouvons voir que l'énergie acoustique réfléchiée R, à l'interface de ces deux matériaux, représente environ 90 % de l'énergie de l'onde incidente. Cette valeur restant sensiblement constante entre 150° et 600°C.

Nous avons porté sur la Fig. 83 les différentes valeurs des impédances acoustiques du sodium et de l'acier, ainsi que le coefficient de réflexion R en fonction de la température.

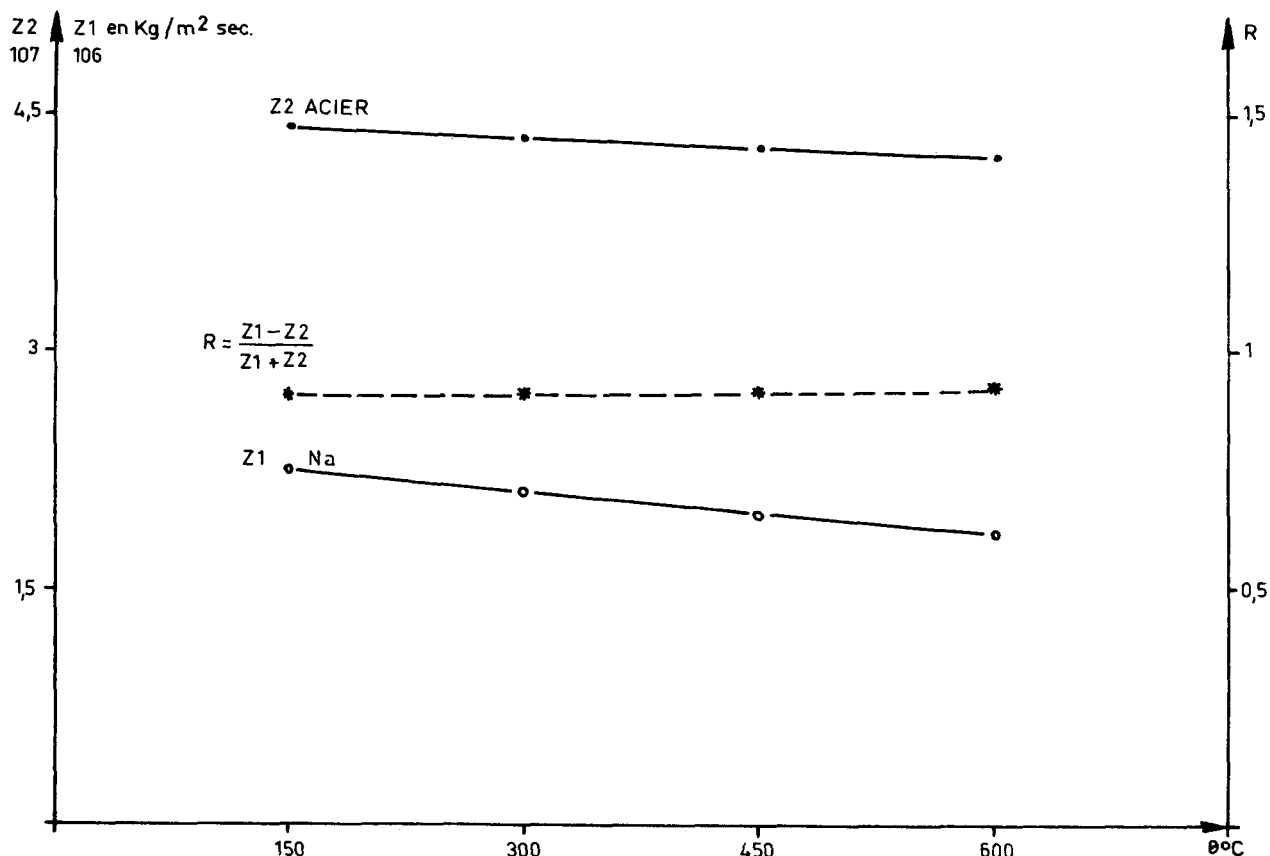


Fig. 83 \_INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR L'IMPEDANCE ACOUSTIQUE DE L'ACIER NS22S ET DU Na .ET SUR LE COEFFICIENT DE REFLEXION R

### 3. DETECTION DE PIÈCES IMMERGEES DANS UN MILIEU LIQUIDE, A UNE TEMPERATURE DE 300°C

#### 3.1. Généralités

La détection de pièces se fait par écho, suivant la technique du Sonar. Il ne nous a pas été possible d'effectuer ces manipulations en utilisant le sodium liquide comme milieu de propagation des ondes acoustiques. En effet, si le dispositif a été prévu et réalisé dans ce but, l'utilisation de quantité relativement importante de ce produit (160 litres) nécessaire à son exploitation n'a pu être envisagé à l'intérieur de nos laboratoires. Nous l'avons remplacé par un produit similaire au terphényl. Il s'agit du Santotherm 190 qui présente l'avantage d'être en phase liquide à l'ambiante, facilitant ainsi sa manipulation. Il peut être utilisé jusqu'à une température de 370°C ; sa tension de vapeur est alors environ de 200 g/cm<sup>2</sup>.

A l'ambiante, la vitesse des ondes acoustiques est inférieure à celle du sodium 1 500 m/s, ce qui donne, compte tenu de sa masse spécifique, une impédance acoustique d'environ  $1,8 \cdot 10^6 \text{ kg.m}^2 \cdot \text{s}$ , soit la moitié de celle du sodium. Cette valeur reste compatible avec les conditions imposant une épaisseur de lame de phase en  $k \frac{\lambda}{2}$  telle qu'elle est prévue pour le sodium. Nous avons pu constater par contre, que l'amortissement acoustique était extrêmement important.

Ceci nous a obligé à effectuer des opérations de détection à une distance relativement faible  $\approx 100 \text{ mm}$ , par rapport à celle qui aurait pu être retenue par l'emploi du sodium.

### 3.2. Description de l'appareillage

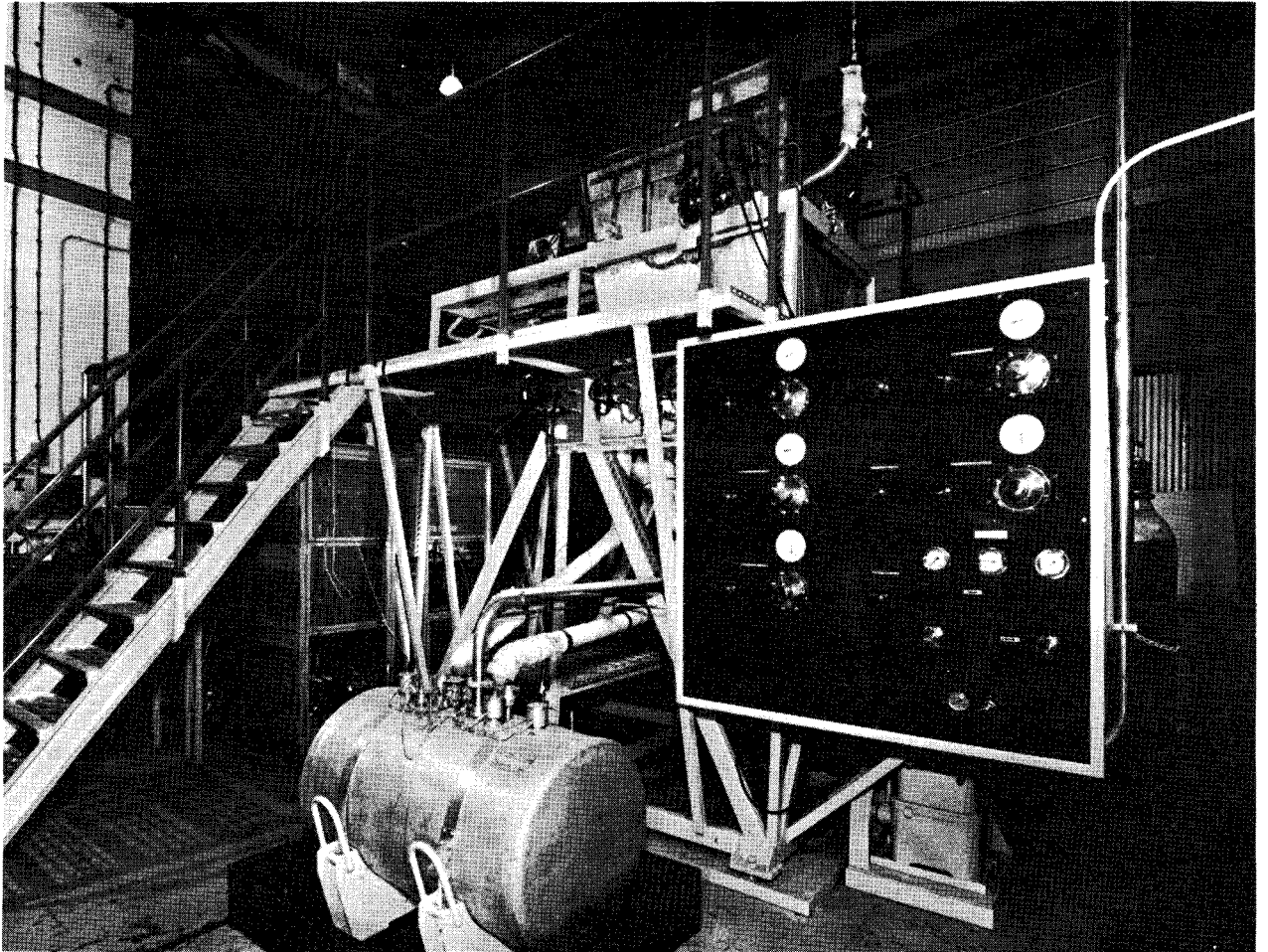
Il se compose essentiellement d'une réserve reliée par des canalisations comportant un certain nombre de vannes, à une cuve d'essais située à la partie supérieure de l'ensemble.

Cette dernière renferme un dispositif mécanique qui permet de déplacer le transducteur fixé à sa base.

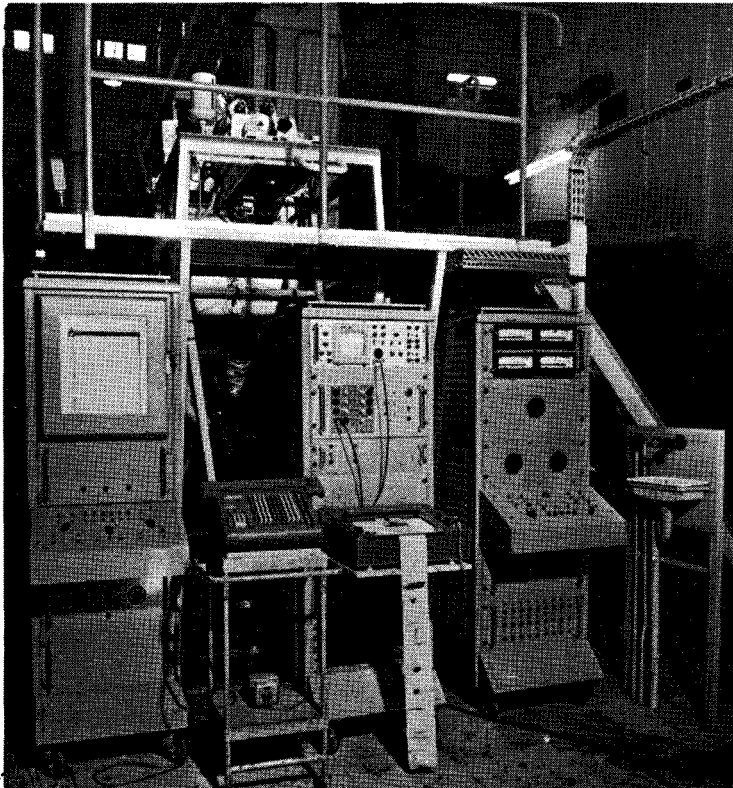
L'ensemble est totalement étanche. L'étanchéité entre les pièces mobiles du dispositif mécanique et la cuve est obtenue par l'emploi de soufflets en acier inoxydable. Ce dernier matériau a été utilisé systématiquement en vue de l'emploi du sodium. Ce dernier se présentant à la température ambiante sous une forme solide, toutes les pièces avec lesquelles il se trouve en contact, comportent un dispositif de préchauffage au moyen d'éléments chauffants, du type thermocoax. La mise en température dans la cuve d'essais est assurée par dix bougies chauffantes étanches immergées dans le sodium. Ces dernières sont solidaires du couvercle situé à la partie supérieure de la cuve. Celui-ci peut être déposé pour permettre les interventions à l'intérieur du récipient. L'ensemble du dispositif est entièrement calorifugé. Après un préchauffage à  $150^\circ \text{ C}$ , le sodium contenu dans la réserve est poussé dans la cuve d'essai par une pression d'argon, qui est maintenue en permanence dans l'ensemble de l'enceinte.

La Fig. 84/a montre une vue d'ensemble du dispositif d'essais.





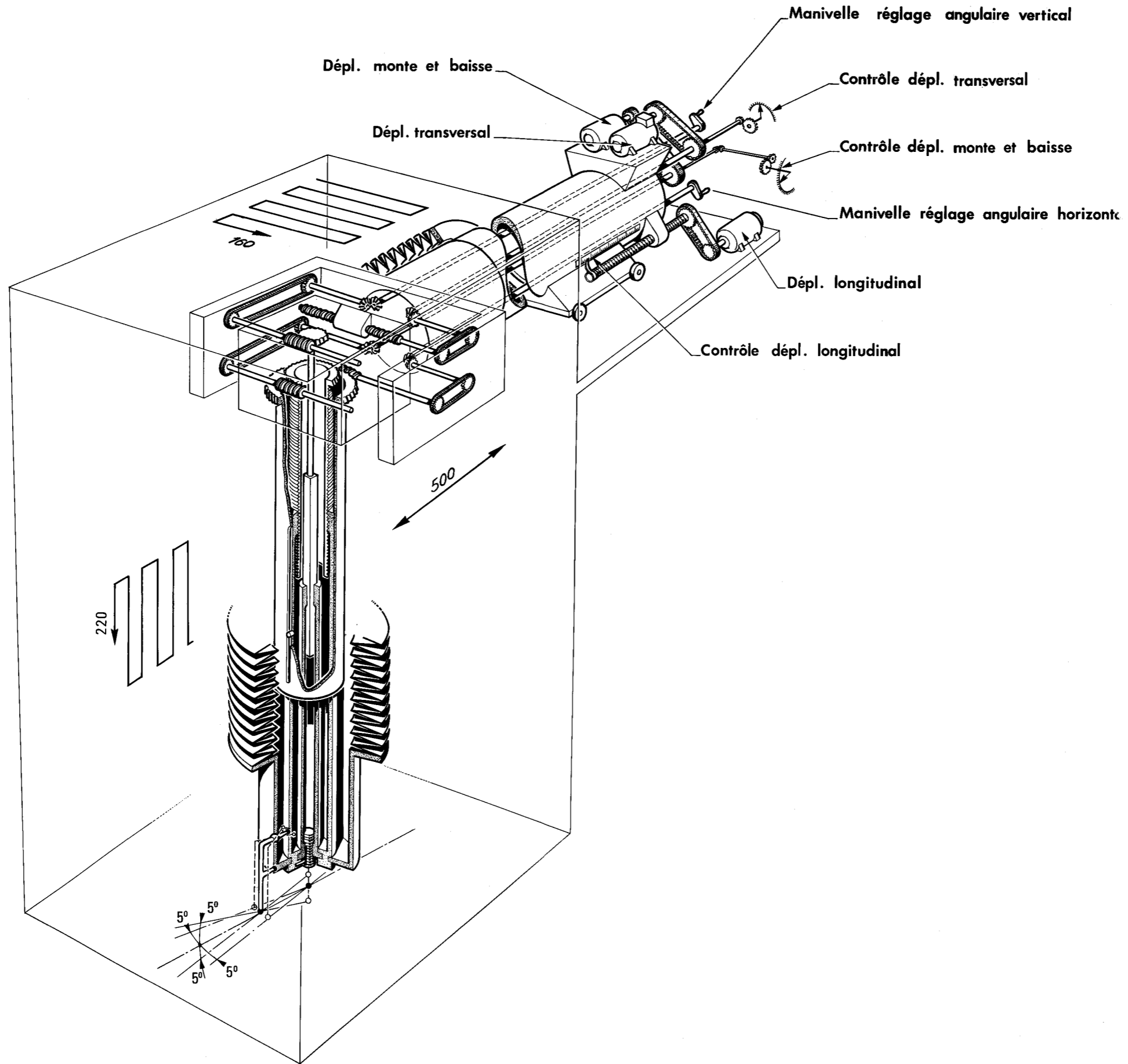
a) RESERVE ET TABLEAU DE  
COMMANDE ARGON



b) BAIES DE MESURE ET DE REGULATION  
EN TEMPERATURE

DU  
LILLE

Fig.84\_VUE D'ENSEMBLE DE LA CUVE POUR ESSAIS ACOUSTIQUES DANS LE SODIUM



BUS  
VILLE

Fig. 85. CUVE POUR ESSAIS ACOUSTIQUES DANS SODIUM  
CHAÎNE CINÉMATIQUE

On peut voir la réserve et le dispositif de mise sous pression d'argon. On distingue à la partie supérieure, la cuve d'essais ceinturée par une passerelle de dégagement. Sous cette dernière, se situent d'une part, la baie de mesure, comportant le générateur d'ultrasons et l'enregistreur sur papier électro-sensible associé à un dispositif quantificateur, d'autre part, les deux baies électroniques destinées à la régulation de température et à la commande des moteurs à vitesse variable assurant les déplacements mécaniques - Fig. 84/b -

La chaîne cinématique reproduisant les différents déplacements et modes de balayage que peut effectuer le transducteur, est représentée Fig. 85.

On remarquera que ce dernier peut être réglé, en outre, en site et en azimut. L'expérience a montré toute l'importance qu'il fallait attacher à l'orientation du faisceau d'ultrasons par rapport au plan de réflexion si l'on désirait utiliser le transducteur avec le maximum d'efficacité. La Fig. 86 montre la disposition des différents appareils associés à la cuve d'essais. Des hublots avec écran de protection permettent d'avoir une vue intérieure de la cuve en cours de fonctionnement.

Des transducteurs peuvent être fixés sur les parois de la cuve, en vue d'augmenter les possibilités d'utilisation (détecteur de niveau, étude de champ acoustique).

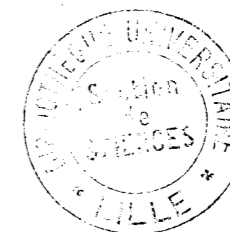
### 3.3. Visualisation de pièces immergées dans un liquide chaud

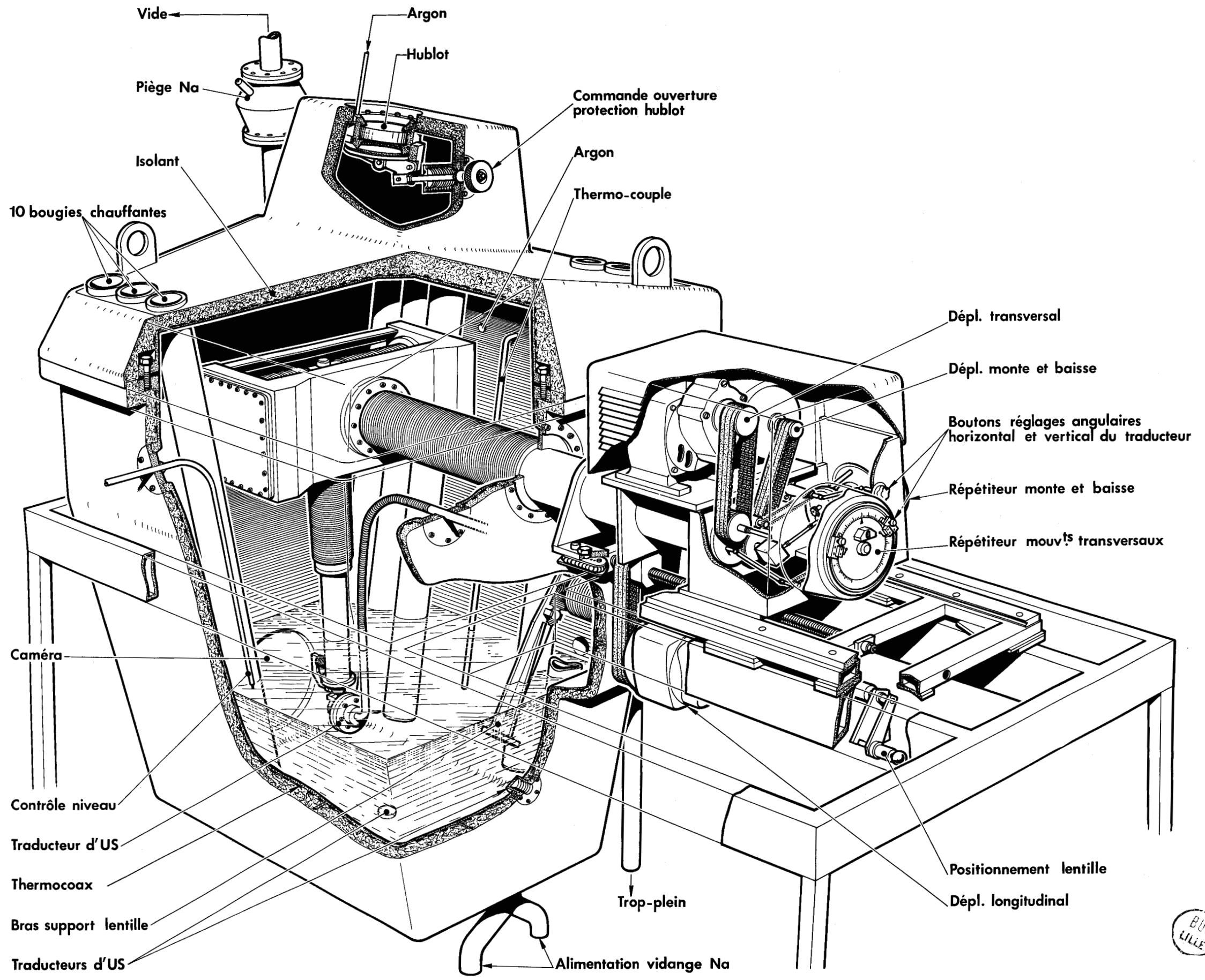
Le dispositif d'enregistrement est identique à celui qui a été utilisé pour le relevé des champs acoustiques. Dans le cas de la visualisation de pièces ou d'assemblages immergés dans un liquide chaud, les signaux d'échos correspondent aux réflexions sur la pièce elle-même.

Nous avons effectué une série de relevés à l'ambiante dans la cuve ayant servi à la visualisation des champs acoustiques, en enregistrant les échos de réflexion engendrés par une pièce sur laquelle était gravée une lettre A.

La Fig. 87 montre quelques enregistrements effectués avec des transducteurs de notre fabrication, destinés à fonctionner à la température ambiante [20]

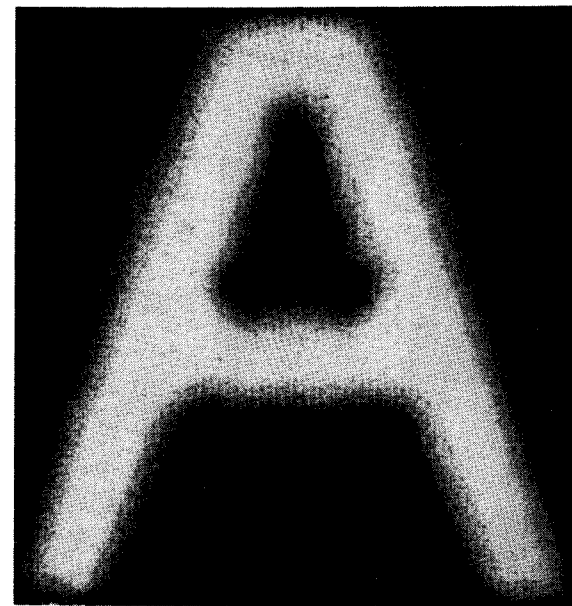
L'enregistrement correspond à l'échelle 1 et montre qu'il est possible d'envisager la détection d'assemblages différents sur lesquels seraient gravées des lettres repères.



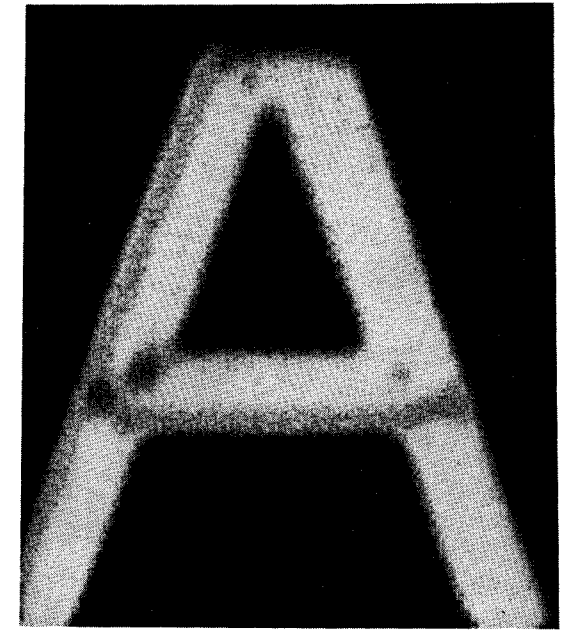


**Fig.86 - CUVE POUR ESSAIS ACOUSTIQUES  
DANS SODIUM VUE ARRIERE CUVE**

BUS  
LILLE

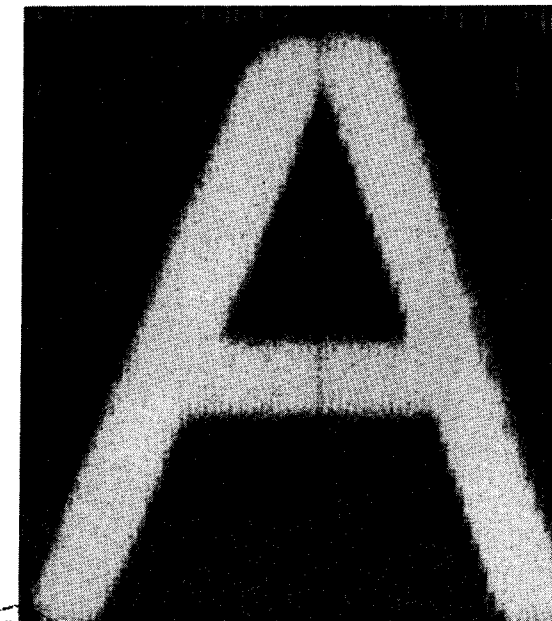
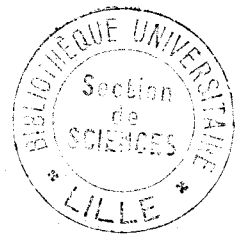


Palpeur droit  $\varnothing$  10 - 4 MHz



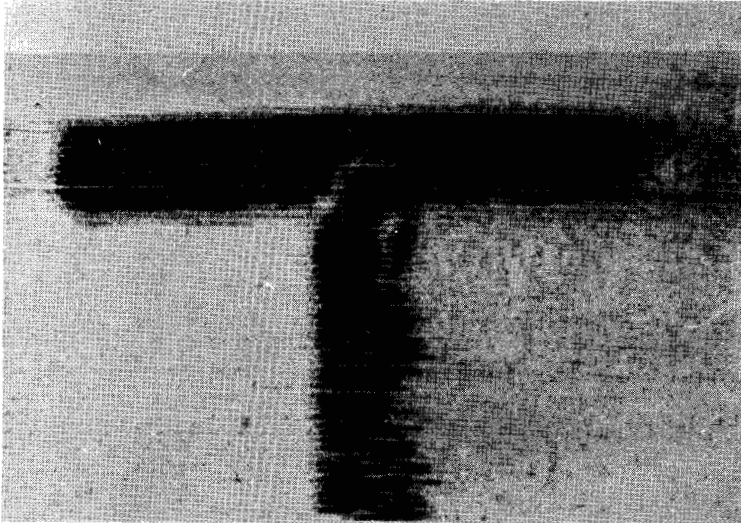
Palpeur focalisant  $\varnothing$  40 - 2 MHz

distance 10 mm d'eau + 50 mm d'acier

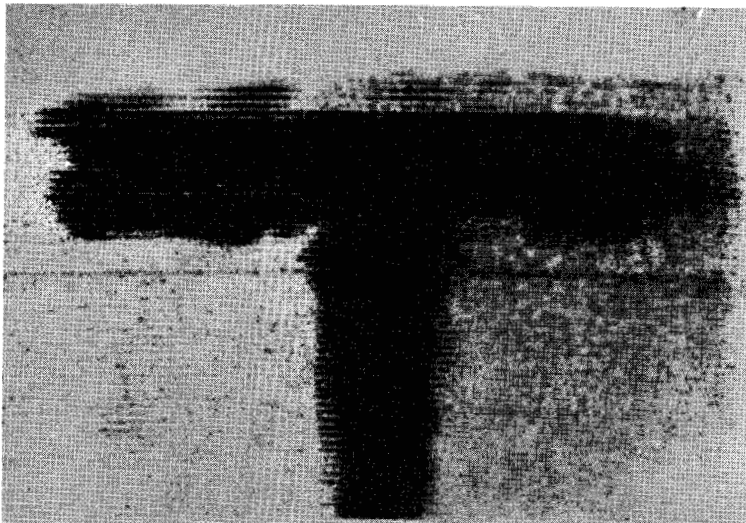


distance 200 mm d'eau + 50 mm d'acier  
Palpeur focalisant  $\varnothing$  60 - 4 MHz

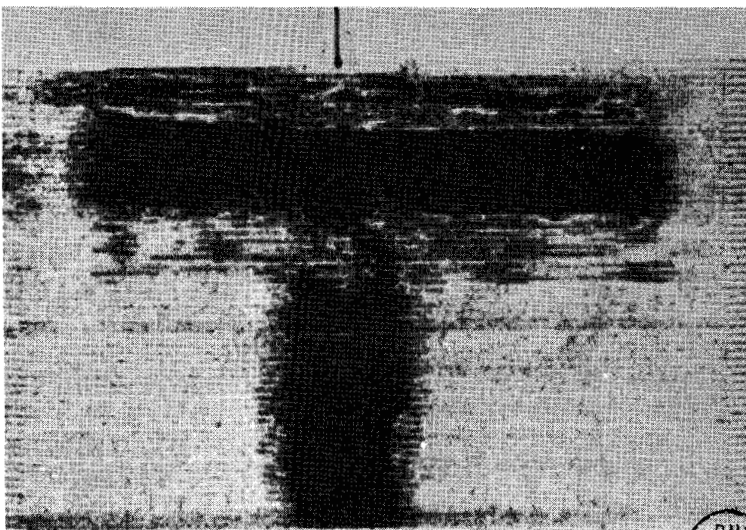
Fig. 87 \_ VISUALISATION D'OBJETS A LA TEMPERATURE AMBIANTE



DISTANCE 160mm @ 40° C



DISTANCE 160mm @ 180° C



DISTANCE 160mm @ 300° C



Fig.88 .VISUALISATION D'UNE PIECE A DIFFERENTES TEMPERATURE  
TRANSDUCTEURS HAUTE TEMPERATURE 3ème GENERATION

De plus, l'utilisation de faisceaux ultrasonores focalisés permet d'augmenter le pouvoir de résolution.

Sur la Fig. 88 on peut voir l'image d'une pièce en forme de T qui a été visualisée à différentes températures au moyen des transducteurs de la 3<sup>ème</sup> génération. Si la définition n'est pas aussi bonne que celle obtenue pour les images visualisées à l'ambiance au moyen des transducteurs ordinaires, il est néanmoins très possible d'effectuer des reconnaissances de formes.

#### 4. CONCLUSION

L'utilisation des transducteurs haute température de la 3<sup>ème</sup> génération nous a permis de mesurer les propriétés acoustiques du sodium liquide jusqu'à une température de 600°C. On remarque surtout que la vitesse des ondes diminue et que l'amortissement augmente avec la température.

La comparaison des résultats de la visualisation des images de pièces immergées obtenues à l'ambiance et en température, montre qu'il est possible d'améliorer encore la technique actuelle de visualisation en température, en adaptant devant le cristal émetteur une lame de phase destinée à focaliser le faisceau.

- CONCLUSION GENERALE -





## CONCLUSION GENERALE

La première partie de cette étude a montré toutes les difficultés que présentaient, d'une part, la mise au point de dispositifs de mesure en température, d'autre part, l'interprétation des résultats des expériences réalisées en vue de définir l'influence de la température sur les différentes constantes qui caractérisent un cristal piézoélectrique.

Malgré l'impossibilité de définir avec précision certaines caractéristiques, les diverses mesures effectuées ont permis de mettre en évidence l'évolution de quelques paramètres importants. A partir de ces derniers, nous avons pu faire un choix valable parmi les différents matériaux piézoélectriques étudiés en vue de réaliser un transducteur ultrasonore susceptible de fonctionner en température.

Si la température de fonctionnement est inférieure à 300°C, on peut valablement penser utiliser des transducteurs réalisés à partir de titanate zirconate de plomb. Par contre, si l'on désire envisager une utilisation à une température plus élevée, comme c'est le cas pour un réacteur à neutrons rapides refroidi par du sodium liquide, dont la température est de l'ordre de 600°C, seul le métaniobate de lithium permet de répondre à ce problème.

Cette utilisation pour le sodium liquide impose de concevoir un transducteur dans lequel le cristal est collé sur une lame mince, assurant l'étanchéité d'un boîtier de protection.

Une étude théorique succincte de la propagation des ondes acoustiques dans une lame mince, a permis de définir a priori les caractéristiques géométriques auxquelles elle devait satisfaire. Dans le cas où l'émission acoustique du cristal s'effectue dans le sodium liquide, à travers une lame mince en acier, on devra utiliser une lame demi-onde.

Les diverses méthodes de collage d'un cristal piézoélectrique sur une lame de phase que nous avons essayées, ont abouti à la réalisation de trois générations de transducteurs, caractérisées par leur température limite de fonctionnement. La troisième génération utilise la jonction métaniobate de lithium/acier inoxydable, au moyen de deux couches d'argent diffusant l'une dans l'autre. Ce type de liaison permet d'absorber les contraintes dues aux différences des coefficients de dilatation ; de plus, elle assure un couplage acoustique satisfaisant entre l'ambiante et 900°C.

Les essais de fonctionnement à l'ambiante sous rayonnement nucléaire des transducteurs de la 2ème génération, ont montré que ce type de capteur, réalisé à partir de titanate zirconate de plomb collé par un adhésif à base de résine époxy conductrice, n'était pas affecté par la valeur du flux neutronique.

Sur un transducteur de la 3ème génération soumis à un essai d'irradiation, conjointement à une mise en température, nous avons pu remarquer une baisse de la sensibilité, consécutive à une augmentation du flux neutronique. Un incident survenu dans une liaison électrique a entraîné un arrêt prématuré de l'expérience. Un examen en cellule chaude a confirmé l'excellent comportement de la jonction. Il semble difficile de tirer des conclusions définitives à la suite de cet essai. D'autres expériences similaires sont actuellement en cours. Elles permettront dans un proche avenir de lever certaines indéterminations.

Les mesures que nous avons effectuées sur le sodium liquide nous ont permis de connaître avec précision la vitesse et l'amortissement des ondes acoustiques dans une gamme de température qui, à notre connaissance, n'avait pas été explorée jusqu'à ce jour.

La visualisation d'assemblages immergés dans un liquide chaud représente une des applications des transducteurs haute température que nous avons fabriqués.

On peut utiliser les techniques ultrasonores pour de nombreux problèmes qui sont résolus à l'heure actuelle à la température ambiante : mesure de niveau, mesure de débit, contrôle non destructif de matériau, etc...

L'emploi des transducteurs que nous avons réalisés permet de trouver un prolongement à toutes les applications imposant une utilisation en température.

## BIBLIOGRAPHIE

- [ 1 ] J. MARINI Communication personnelle.
- [ 2 ] ANDERSON High temperature detector development  
HALVERSON A.N.L. 7581 - Juin 1969.
- [ 3 ] SELNER Development of a hight temperature piezoelectrique  
transducer - A.N.L. 7595 - Juillet 1969.
- [ 4 ] J. MARINI Transducteurs ultrasonores fonctionnant en  
M. ROULE immersion et à température élevée.  
Brevet n° 6931108 - 12 Septembre 1968.
- [ 5 ] J. MARINI Procédé de réalisation d'une jonction entre un  
M. ROULE corps et un métal et assemblage obtenu par  
ledit procédé.  
Brevet n° 7005273 - 13 Février 1970.
- [ 6 ] BANKS La détection ultrasonore des défauts dans les  
OSFIELD matériaux.  
RAWDING Editions Eyrolles.
- [ 7 ] JAFFE Piezoelectrique transducer material.  
BERLINCOURT Proceeding of the IERE - Vol. 53 n° 10  
Octobre 1965.
- [ 8 ] J. MARINI Communication personnelle.
- [ 9 ] W.D. CADY A generalized theorie of the cristal receiver  
for plane waves.  
O.N.R. 262 Task Order 1 - Novembre 1950.
- [10] J. MARINI Communication personnelle.  
G. FARGES
- [11] G. FERENZY Etude du champ sonore de quelques émetteurs  
J. MARINI d'ultrasons.  
CEA N. 895.
- [12] Y. BROUDIN Communication personnelle.  
J. MARINI
- [13] ————— Propriétés thermiques des polyphényles.  
CEN Grenoble - 1964.

- [14] RIVAT Les colles industrielles.  
LAHOUSSE Editeur Dunod.
- [15] L. SHARPE Théorie de l'adhérence.  
A. SHONHORN Bell Laboratories record - Mai 1963.
- [16] H. BORDES Action des irradiations sur les assemblages  
PAGES par adhésifs.  
M. RAPIN Plastiques modernes - Mai 1967.
- [17] P. AGERON Technologie des réacteurs nucléaires.  
A. BONADI Editions Dunod.  
N. GAUZIT  
T. REIS
- [18] M.G. ROBIN Communication personnelle.  
L. de NUCHEZE
- [19] YING-SHUH-PAN Concepts general purpose under sodium  
SCOTT scannings systems.  
CLYDE APDA 179 - Novembre 1965.
- [20] Y. BOURGEOIS Communication personnelle.  
J. MARINI  
M. ROULE

