

50376
1983
5

N° d'ordre : 329

50376
1983
5

THESE

présentée

à

l'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

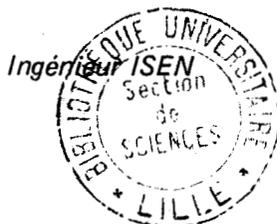
pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR INGENIEUR

Physique des Matériaux

par

Gérard HAW



DISPERSION DE VITESSE D'ONDES

DE RAYLEIGH SUR DES VERRIS TREMPES

soutenu le 14 Septembre 1983 devant la Commission d'examen

Président	M. FOURET
Rapporteur	M. DEFEBVRE
Examineurs	M. DAMIEN
	M. GUILLEMET
	M. POULIQUEN

A mes Parents,

A ma compagne, Lucienne.

Cette thèse a été préparée au Laboratoire d'Ultrasons (section du L.A.253 du CNRS) de la Faculté Libre des Sciences de Lille et de l'Institut Supérieur d'Electronique du Nord sous la direction de Monsieur le Professeur A. Defebvre qui a su guider mon travail efficacement.

Je dois également à Monsieur J. Pouliquen de nombreux conseils et je le remercie de l'intérêt qu'il a manifesté tout au long de ce travail.

J'exprime ma reconnaissance à Monsieur le Professeur R. Fouret qui a accepté la présidence de ce Jury auquel participe Monsieur C. Guillemet, Chef de Service de Recherche à la Société Saint-Gobain qui m'a toujours volontiers accueilli et à qui je dois les échantillons qui m'ont permis d'effectuer ce travail.

Je remercie Messieurs J.N. Decarpigny et J.L. Carton qui m'ont aidé dans le dialogue avec l'ordinateur ainsi que le responsable du Centre Informatique, Monsieur B.Petiprez pour l'accueil amical qu'il m'a réservé.

Que tous les Membres du Laboratoire, et notamment Monsieur Claus, qui m'ont aidé dans mon travail, trouvent ici l'expression de mes remerciements.

Je remercie J.Rousseau de l'aide qu'il m'a apportée pour la compréhension de son modèle et des conseils qu'il m'a prodigués pour la mise en application de la méthode des gradients conjugués.

Enfin, je tiens à féliciter Madame M.T.Leman pour son travail de frappe irréprochable.

SOMMAIRE

	page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 : LA TREMPE DES VERRES SODO-CALCIQUES	3
1. Trempe thermique	3
1.1. Principe	3
1.2. Principales caractéristiques du verre trempé	3
1.3. Modèle d'évolution des contraintes lors d'une trempe	8
1.3.1. Modèle viscoélastique	8
1.3.2. Modèle structural	8
2. Trempe chimique	11
2.1. Principe	11
2.2. L'expansion différentielle	12
2.3. Le "rembourrage ionique"	12
2.4. Propriétés	14
3. Méthodes de caractérisation	14
CHAPITRE 2 : CALCUL DE LA DISPERSION DE VITESSE D'ONDE DE SURFACE SUR DES VERRES TREMPES	18
1. Propagation d'une onde acoustique de surface dans un milieu stratifié	18
2. Extension du modèle	21
3. Programme de recherche automatique de la valeur des paramètres	22
3.1. Méthode de la descente rapide	22
3.2. Méthode des gradients conjugués	24
3.3. Application au problème posé	27
3.4. Discussion et simplification	27

	page
CHAPITRE 3 : CONSTITUTION DU BANC DE MESURES	30
1. Principe de la mesure	30
1.1. Dispositif optique	30
1.2. Principe de la mesure de vitesse	32
2. Etalonnage	36
CHAPITRE 4 : RESULTATS DE MESURES	40
1. Mesures des caractéristiques des échantillons.	40
1.1. Géométrie des échantillons	40
1.2. Mesure de la masse volumique du verre ..	40
1.3. Détermination des coefficients de Lamé ..	42
1.3.1. Principe de mesure de vitesse d'ondes ultrasonores	43
1.3.2. Mesure en ondes longitudinales ...	45
1.3.3. Mesures en ondes transversales ...	46
1.3.4. Calcul des coefficients de Lamé ..	46
2. Mesures en ondes de surface	47
2.1. Contrôle à une fréquence de l'homogénéité de la trempe	47
2.2. Mesures à différentes fréquences	50
CHAPITRE 5 : ANALYSE ET INTERPRETATION DES RESULTATS	52
1. Dispersion de vitesses mesurées et calculées .	52
1.1. Allure générale	52
1.2. Comparaison des distances théoriques et expérimentales	63
2. Dispersion des paramètres	66
2.1. Cas des coefficients de Lamé μ	66
2.2. Cas des épaisseurs des couches E_1	68
3. Conclusion générale sur la détermination des paramètres	70

	page
CONCLUSION GENERALE	73
ANNEXE 1 : Programme de calcul	75
Organisation générale des calculs	76
ANNEXE 2 : Partie électronique du banc de mesures	77
1. Amplification HF et démodulation	77
2. Régulation et filtrage du signal TBF	80
2.1. Problème posé et éléments de solution	80
2.2. Réalisation et filtrage du signal TBF	80
2.3. Le régulateur	82
2.4. Filtrage	82
3. Comptage des périodes TBF	84
4. Aiguillage des impulsions sur le compteur n_2	87
5. Commande du compteur de longueur	87

BIBLIOGRAPHIE

INTRODUCTION

Les contrôles acoustiques non destructifs de matériaux à l'aide d'ondes de volume sont devenus classiques. L'utilisation d'ondes acoustiques de Rayleigh, par ailleurs déjà appliquée à la détection de défauts superficiels [fissure dans les aciers, fatigue des matériaux (1)] pourrait être étendue à l'étude des traitements de surface. J. ROUSSEAU (2) a ainsi modélisé des systèmes à couches discrètes superposées. Quelques tentatives sur matériaux réels à gradient de propriétés variant continûment avec la profondeur ont été effectuées par BUCARO (3) et plus récemment par A. RICHARD (4) sur des verres trempés, et par FLAMBERT (5) sur des aciers cimentés.

Il nous a paru intéressant d'approfondir les études sur les verres trempés afin d'essayer de modéliser leur structure de façon non destructive à partir des courbes de dispersion de vitesses de propagation des ondes acoustiques de surface dans la gamme de fréquence 1 - 17 MHz tant sur des verres non trempés que trempés thermiquement ou chimiquement (par échange d'ions $\text{Na}^+ \rightarrow \text{K}^+$).

Les caractéristiques des verres sodocalciques trempés que nous rappellerons ici nous permettront de proposer un modèle théorique adapté inspiré des travaux de J. ROUSSEAU (2). La production d'ondes de Rayleigh sur verre et le relevé des courbes de dispersion de vitesse nous ont amenés à concevoir un procédé de mesure automatique permettant la détermination des vitesses de façon absolue par interaction des ondes acoustiques de surface et d'un faisceau de lumière cohérente.

Le banc de mesures sera décrit en détail puis une interprétation des résultats expérimentaux sera proposée en accord avec le modèle adopté dont on essaiera de fixer les limites et les perspectives s'ouvrant à de futures études.

CHAPITRE 1

LA TREMPE DES VERRES SODO-CALCIQUES

Le procédé de trempe est employé pour améliorer les propriétés mécaniques de verres et notamment leur résistance aux chocs et aux déformations importantes. Il existe deux types distincts de trempe :

- la trempe thermique analogue au procédé utilisé pour les métaux
- la trempe "chimique" qu'il convient d'appeler plus convenablement trempe par échange d'ions.

1. TREMPE THERMIQUE

1.1. Principe (4)

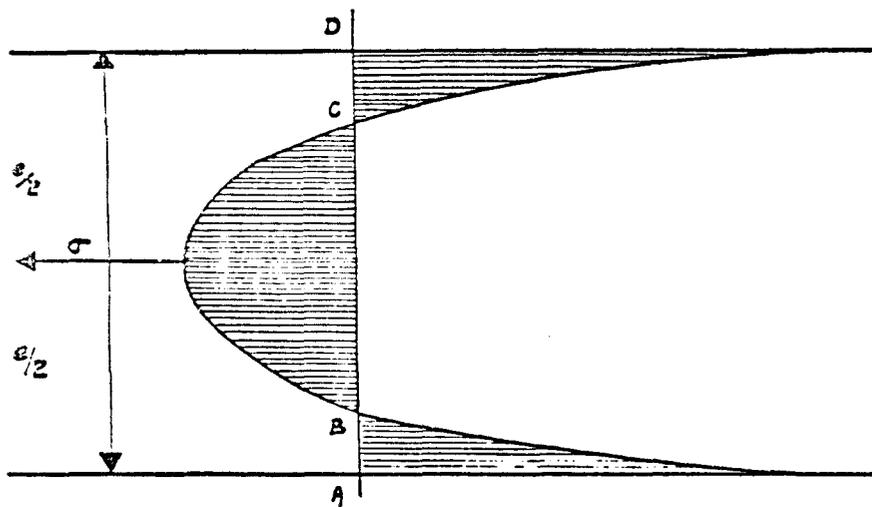
Le procédé est connu depuis le début du siècle. Lorsqu'une plaque de verre est chauffée à une température voisine de celle du ramollissement et qu'on la refroidit brusquement, les surfaces se figent, se contractent et finissent par se solidifier complètement. En raison de la faible conductibilité thermique du verre, l'intérieur reste plus chaud et visqueux ; il ne se refroidit que peu à peu, se contracte alors et exerce une traction sur les faces figées qui subissent de ce fait une forte tension dont l'intensité dépend du degré de refroidissement, de la conductibilité thermique du verre, de sa chaleur spécifique, de son coefficient de dilatation et de ses constantes élastiques.

1.2. Principales caractéristiques du verre trempé

L'épaisseur du verre a ici une grande importance. Le refroidissement brutal a pour but de créer un gradient de température dans celle-ci, ce qui provoque l'apparition de contraintes élevées, mais régulièrement

réparties. Plus le verre sera mince, plus le gradient sera faible et plus il sera difficile, voire impossible de le tremper thermiquement. Sous forme de fibres ou de tiges, on peut espérer de grands écarts structuraux et physico-chimiques car le rapport surface/volume est assez grand pour permettre des vitesses de refroidissement élevées. En revanche dans les pièces massives, les effets structuraux sont très réduits car on ne peut réaliser à coeur des vitesses de refroidissement suffisantes.

Après trempe et retour à la température ambiante, les contraintes de compression en surface sont équilibrées par les contraintes de tension situées au coeur de la plaque de verre. La courbe représentant les contraintes dans l'épaisseur du verre trempé thermiquement a une allure parabolique (fig. 1) dont BARTENIEF (6) puis ACLOQUE (7) ont précisé l'expression mathématique.



$$\int_A^B \sigma(x) dx + \int_B^C \sigma(x) dx + \int_C^D \sigma(x) dx = 0.$$

Equilibre des contraintes

Figure 1

En dehors de ces aspects élastiques, d'autres paramètres physiques sont affectés par la trempe. Ainsi l'indice de réfraction et la densité évoluent également comme l'a précisé R. GARDON (8) en les mesurant à l'aide d'un dispositif expérimental utilisant la technique Schlieren (fig. 2) :

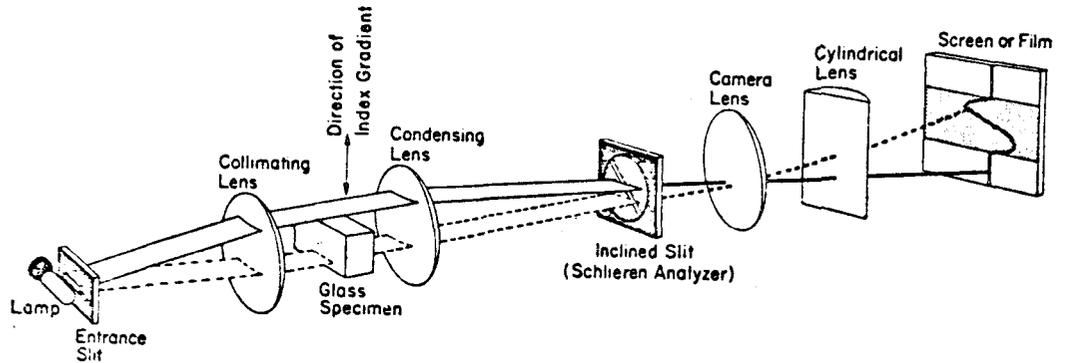


Figure 2

Schéma de principe de la technique schlieren (8)

Un faisceau de lumière parallèle provenant d'une fente horizontale d'entrée traverse un échantillon de telle sorte que la fente soit perpendiculaire à la direction du gradient de l'indice de réfraction ; une plaque ayant un gradient d'indice est optiquement équivalente à un prisme. La lumière passant à travers différentes parties de l'échantillon est donc déviée verticalement d'un petit angle proportionnel à la longueur du chemin optique dans l'échantillon et au gradient de l'indice de réfraction local. On forme l'image de la fente d'entrée sur un diaphragme ayant une fente inclinée. Alors, la seule lumière qui passe au-delà de cette partie du système optique est celle du rayon de chaque faisceau plat qui correspond au point d'intersection entre l'image de la fente d'entrée et la fente inclinée dans le plan du diaphragme. Tout déplacement vertical de l'image de la fente d'entrée causé par le gradient d'indice dans l'échantillon se traduit par un mouvement horizontal de cette intersection.

L'objectif produit une image de l'échantillon sur l'écran, qui est dilatée horizontalement par la lentille cylindrique.

Les résultats essentiels ainsi obtenus sont les suivants : les écarts respectifs par rapport aux valeurs nominales sont de $+8.10^{-4}$ et de $+4,5.10^{-3} \text{ g/cm}^3$ entre le coeur et les faces trempées (figure 3a).

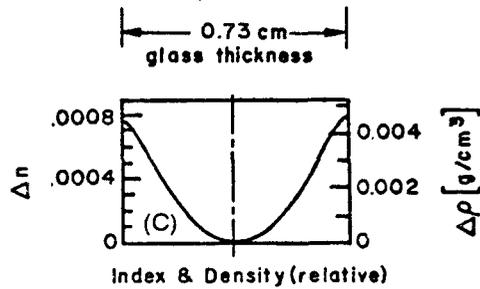


Figure 3a

Variations de n et de ρ dans un verre trempé thermiquement

La surface d'un verre trempé est donc plus dense que le coeur ; on constate en revanche l'effet opposé si l'on analyse les fragments provenant du bris de l'échantillon (figure 3b).

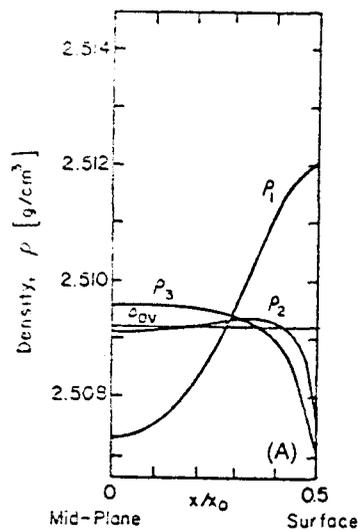


Figure 3b

- ρ_1 : Densité pour l'échantillon non brisé (expérimental)
- ρ_2 : Densité pour un fragment (expérimental)
- ρ_3 : Densité pour un fragment (calculé)
- ρ_{av} : Valeur moyenne de la densité de l'échantillon intact.

La courbe ρ_3 - appelée "distribution de densité libre de contraintes" - est calculée à partir des densités initiales en supposant une relaxation complète des contraintes thermiques.

La figure 3c, enfin, présente l'ensemble des résultats obtenus par R. GARDON pour 5 échantillons dont les caractéristiques sont précisées dans le tableau I.

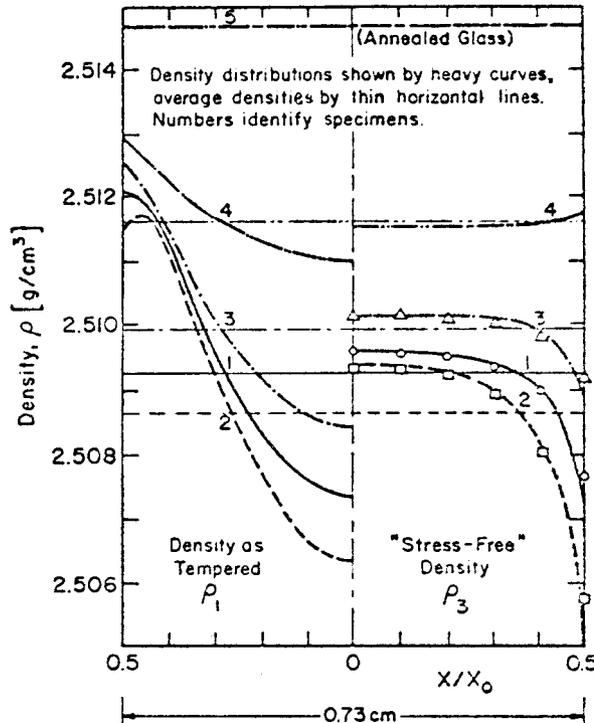


Figure 3c

Distribution de densité dans des verres trempés (8)

Specimen No.	Heat transfer coeff. h (cal/cm ² s °C)	Temper produced*		Ratio. b_s/b_v	Avg density. ρ_{av} (g/cm ³)
		Mid-plane tension. b_v (nm/cm)	Surface compression. b_s (nm/cm)		
1	0.0047	1408	3112	2.21	2.5092
2	0.0089	1886	3998	2.12	2.5086
3	0.0029	1055	2363	2.24	2.5099
4	0.00023 [†]	363	773	2.13	2.5116
5	Annealed [‡]				2.5147

Note (a) *Expressed in terms of stress-induced birefringence. †Natural convection. ‡By cooling at 500 C/h.

TABLEAU I

Caractéristiques des échantillons trempés pour l'étude Schlieren

- (a) A une contrainte est associé un phénomène de biréfringence (exprimée en nm/cm) et les auteurs ont coutume d'exprimer les contraintes en termes de biréfringence induite.

1.3. Modèles d'évolution des contraintes lors d'une trempe

De nombreux chercheurs se sont intéressés au rôle des changements de structure pendant le recuit et la trempe du verre. Le problème fut tout d'abord évoqué par ACLOQUE (7) mais avant 1960, les progrès dans la compréhension des procédés de recuit et de trempe étaient compromis par l'absence d'une trame mathématique et d'une description précise des contraintes et de la relaxation structurale dans le verre ; ces éléments sont maintenant accessibles et c'est à O.S. NARAYANASWAMY (9) que l'on doit la première contribution quantitative globale sur ce sujet.

Son étude présente une théorie de la trempe qui prend en compte la relaxation de structure et de contrainte et démontre l'importance des changements de structure pendant la trempe du verre par comparaison de données expérimentales avec des résultats calculés à l'aide d'un modèle viscoélastique et d'un modèle structural. Voici les principales idées physiques qui les différencient.

1.3.1. Modèle viscoélastique

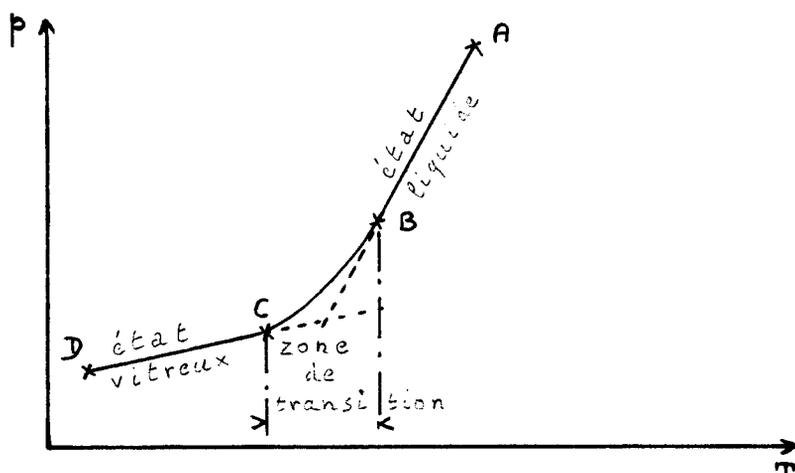
Il est basé sur des données de relaxation de contrainte obtenues de manière isotherme à différentes températures et l'on considère alors que le verre se comporte comme un matériau simple d'un point de vue thermorhéologique. En conséquence le modèle ne dépend que de l'évolution de la température réelle du verre.

L'intégration numérique des équations dont dépend le modèle fait alors apparaître une différence avec les résultats expérimentaux : la distribution de contrainte résiduelle possède un maximum de compression non pas à la surface mais légèrement en-dessous, ce qui ne se vérifie pas expérimentalement. (cf. fig. 6)

C'est pour résoudre ce problème que NARAYANASWAMY a développé un modèle plus évolué qu'il dénomme "modèle structural".

1.3.2. Modèle structural

En fait l'évolution d'une propriété physique p quelconque (le volume spécifique, par exemple) en fonction de la température présente trois régions :

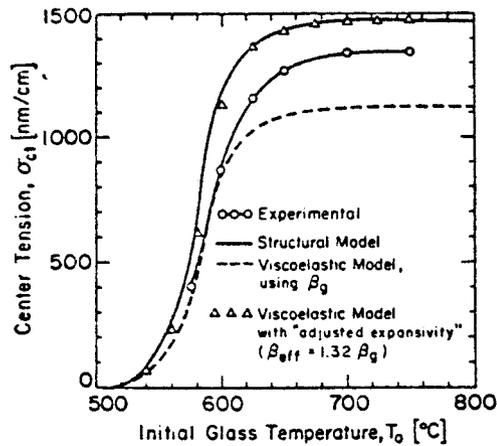


Les régions AB et CD correspondent respectivement aux états liquide et vitreux : la grandeur p y varie linéairement avec la température T et ne dépend que de celle-ci. En revanche la région BC, appelée zone de transition est beaucoup plus complexe. Au fur et à mesure que le liquide se refroidit, sa viscosité s'accroît ce qui inhibe la cristallisation et la structure "liquide" est maintenue bien en-dessous du point de congélation. En d'autres termes quand la température s'abaisse graduellement la viscosité du liquide croît ce qui augmente la constante de relaxation au bout de laquelle un nouvel état d'équilibre de structure serait atteint : ce dernier met de plus en plus de temps à s'établir. En particulier lorsque la viscosité atteint 10^{13} P les changements de structure sont en retard par rapport aux changements de température et les propriétés physiques du verre dépendent alors des vitesses d'évolution des températures mais également du temps - et même de l'"histoire" du matériau (trempe, recuit ...). Une augmentation supplémentaire de la viscosité accroît tellement la constante de relaxation que la verre n'évolue pratiquement plus et qu'il se trouve figé dans un certain état, qui n'est pas un état d'équilibre thermodynamique, ce que postulait précisément la théorie du modèle viscoélastique.

C'est pour prendre en compte ce non-équilibre figé que le modèle structural a été conçu. On est amené à introduire une température fictive T_f dans les équations qui le régissent - concept introduit par TOOL (10). Celle-ci peut être regardée comme la température à laquelle la structure du verre se retrouverait en équilibre : pour un verre stabilisé, $T_f = T$ (température réelle), pour un verre non stabilisé $T_f \neq T$.

Le modèle structural caractérise les propriétés du verre comme étant dépendantes de la température réelle et de la température fictive. L'établissement et la discussion des équations qui le régissent ont été effectués par de nombreux auteurs (11-12-13-14) ; ces équations permettent à NARAYANASWAMY de calculer théoriquement l'évolution des contraintes thermiques ainsi que la répartition des contraintes mécaniques résiduelles dans le verre.

On peut alors comparer le modèle structural au modèle viscoélastique. Les résultats sont présentés dans les figures(4, 5, 6).



Figuré 4 - Comparaison des contraintes de trempe prévues par les modèles structural et viscoélastique avec des données expérimentales $L = 0.61$ cm, $h = 0.0045$ cal/cm² °C (9)

On constate qu'il y a identité entre le modèle structural (ligne continue) et le modèle viscoélastique modifié de façon arbitraire, en ajustant le coefficient β_g d'expansivité à l'état vitreux, tel que $\beta_{eff} = 1,32 \beta_g$ (points représentés par des triangles Δ).

On remarque également que le modèle structural est plus proche de l'expérience que le modèle que le modèle viscoélastique simple, surtout pour les hautes températures.

Les figures (5) et (6) quant à elles, représentent l'évolution des contraintes transitoires dans différents échantillons de verre durant la trempe.

Il apparaît qu'il existe un bon accord entre les valeurs mesurées et celles calculées par le modèle structural alors que le modèle viscoélastique traduit mal la distribution des contraintes (fig. 6).

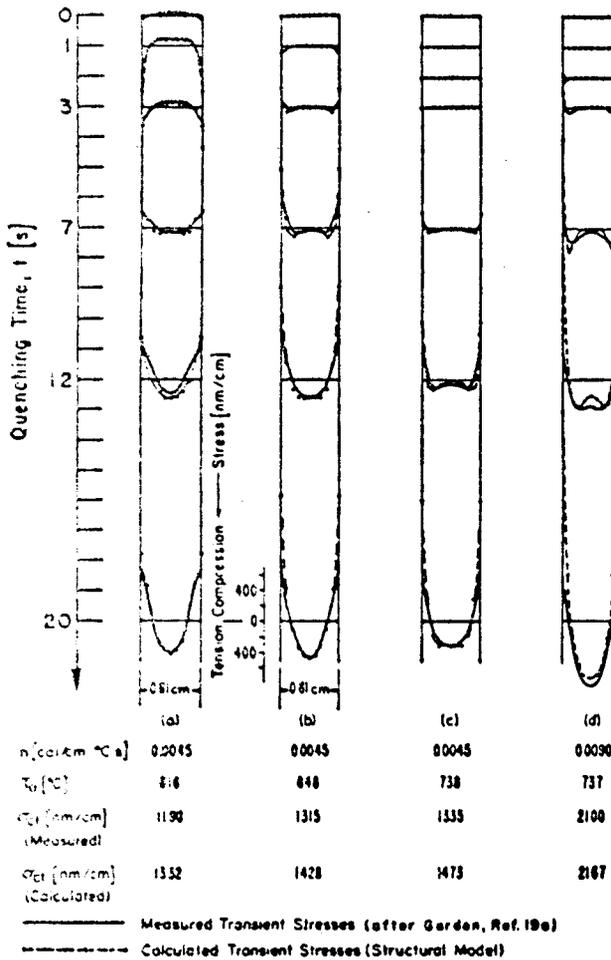


Figure 5 - Contraintes transitoires dans le verre pendant la trempe (9)

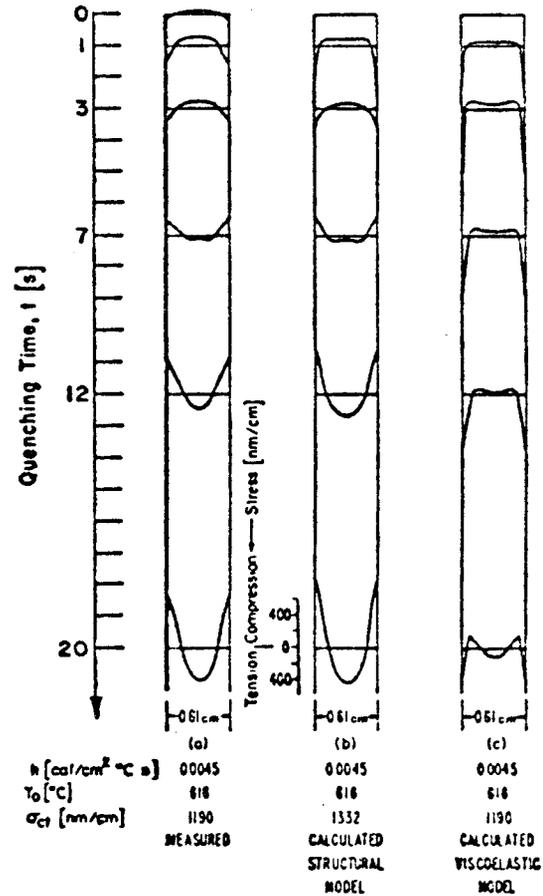


Figure 6 - Comparaison des distributions de contrainte transitoire mesurées avec celles prédites par les modèles structural et viscoélastique (9)

2. TREMPE CHIMIQUE

2.1. Principe (15)

Ce procédé constitue une approche différente pour obtenir l'établissement de contraintes superficielles dans le verre ; la compression de la surface est amenée par un traitement modifiant les coefficients d'expansion avec la profondeur ou par "rembourrage d'ions".



2.2. L'expansion différentielle

Une différence de coefficients d'expansion thermique entre la surface et l'intérieur peut être obtenue de différentes manières.

Historiquement, la première réalisation non chimique a été effectuée en 1891 par un industriel allemand Otto SCHOTT, qui déposa une couche de verre de faible coefficient d'expansion thermique sur un substrat de forte expansion : c'est l'écart entre ces coefficients qui produisit une compression de surface. Ce procédé est encore utilisé.

On peut également réaliser cet état de choses par d'autres procédés :

- en chauffant le verre en présence de dioxyde ou trioxyde de soufre humide ; il en résulte une désalcalinisation de la surface provoquant une compression quand le verre refroidit. Malheureusement l'effet tend à s'auto-limiter et le film comprimé est trop mince pour résister au polissage.
- en remplaçant l'oxyde de sodium par de l'oxyde de lithium en surface ; ce procédé fut inventé par HOOD et STOOKEY en 1957 et consiste à chauffer un verre sodo-calcique à haute température en présence d'un sel de lithium fondu. Plus rapide que le précédent, ce traitement pénètre plus profondément parce qu'il n'a pas tendance à s'auto-limiter ; néanmoins il n'a jamais reçu d'applications commerciales.
- la cristallisation de la surface.

Cela semble être un procédé "naturel" puisque tous les verres sont thermodynamiquement instables vis-à-vis de la cristallisation qui débute logiquement en surface. Cependant, les verres cristallisés en surface sont habituellement pires qu'inutiles ; la couche cristallisée ou "dévitrifiée" est opaque et friable, plus encline à s'écailler qu'à apporter de la compression au verre.

2.3. Le "rembourrage" ionique (fig. 7)

C'est le procédé qui a connu le plus d'applications pratiques. La compression de surface est obtenue, comme son nom l'indique, en "rembourrant" un ion plus gros dans un site occupé par un plus petit.

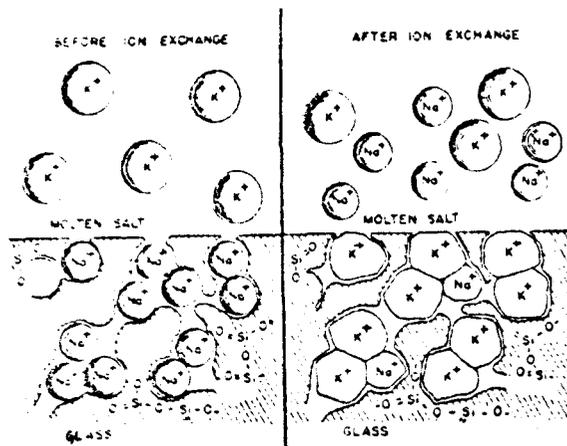


Figure 7

Mécanisme d'échange entre les ions K^+ et les ions Na^+ (15)

Les ions potassium provenant d'un sel fondu remplacent les ions sodium dans le verre.

La cinétique de l'échange d'ions obéit à la loi générale de la diffusion, dite loi de FICK, c'est-à-dire que la quantité de l'échange est proportionnelle à la racine carrée du temps à une température donnée et la distribution des ions entrants présente l'allure de la fonction d'erreur classique. L'aspect quantitatif de ce problème de diffusion n'est cependant pas si simple : il existe deux sortes d'ions (Na^+ , K^+ dans notre exemple) qui diffusent, portant une charge électrique identique mais possédant généralement des coefficients de diffusion différents ce qui ne facilite guère le respect de la neutralité électrique qui doit être vérifiée à tout instant dans chaque élément de volume.

C'est DOREMUS (16) qui a étudié ce problème à la fois théoriquement et expérimentalement. Il devient nécessaire de définir un "coefficient d'interdiffusion" : \bar{D} qui est une fonction des deux coefficients de diffusion propre D_1 et D_2 et des concentrations ioniques locales de chaque espèce N_1 et N_2 :

$$\bar{D} = \frac{D_1 D_2}{N_1 D_1 + N_2 D_2}$$

Le profil expérimental de la concentration s'est avéré bien coïncider avec le profil théorique, lorsque le rapport des coefficients de diffusion propre est choisi comme paramètre disponible.

2.4. Propriétés

Comme dans la trempe thermique, la trempe chimique crée, de la surface au coeur, des alternances de contraintes de compression et de tension, avec toutefois des profils différents (figure 8) (17).

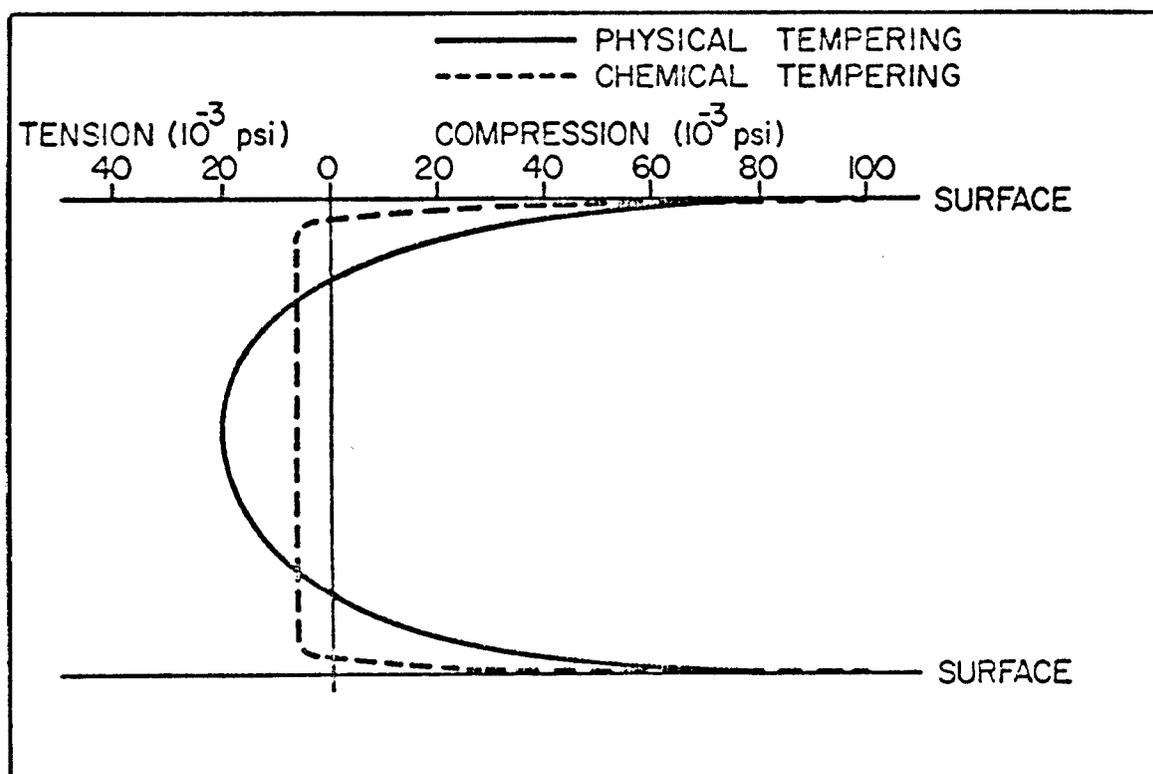


Figure 8 - Représentation schématique des distributions de contraintes selon le type de trempe.

Signalons également que la couche compressée d'un verre trempé chimiquement atteint 0,25 à 0,50 mm d'épaisseur, ce qui est moins que pour un verre trempé thermiquement. En raison de cette différence, la surface ayant subi un échange d'ions est plus résistante aux rayures qu'une surface trempée thermiquement et on préférera cette première méthode qui permet d'obtenir des contraintes de compression élevées dans des verres minces qui se trempent difficilement de manière thermique.

3. METHODES DE CARACTERISATION

Elles utilisent des procédés mécaniques, optiques ou acoustiques.

3.1. Les moyens mécaniques [interprétation statistique des résultats d'essais de rupture, fragmentation visualisée sur papier ozalide (4)] sont le plus souvent à caractère destructif.

3.2. Des méthodes optiques tiennent bien sûr à la qualité de transparence des verres. Elles ont été mises au point notamment par DECLERCK (18) qui mesure la biréfringence superficielle et par GUILLEMET et ACLOQUE (19) qui utilisent des ondes lumineuses normales à la surface. C. GUILLEMET a également étudié la répartition de l'indice de réfraction et la biréfringence dans un milieu stratifié par interférométrie à ondes multiples (20). Le stratoréfractomètre (fig. 9) permet l'observation, en lumière polarisée, des franges d'interférences localisées à l'infini et créées par la lumière réfléchie totalement sur les couches internes du milieu stratifié E.

Les indices $n_{//}$ et n_{\perp} correspondant aux vibrations parallèle et perpendiculaire aux plans des couches peuvent être déterminés et lorsque les constantes photoélastiques sont connues on peut remonter aux variations en épaisseur des contraintes.

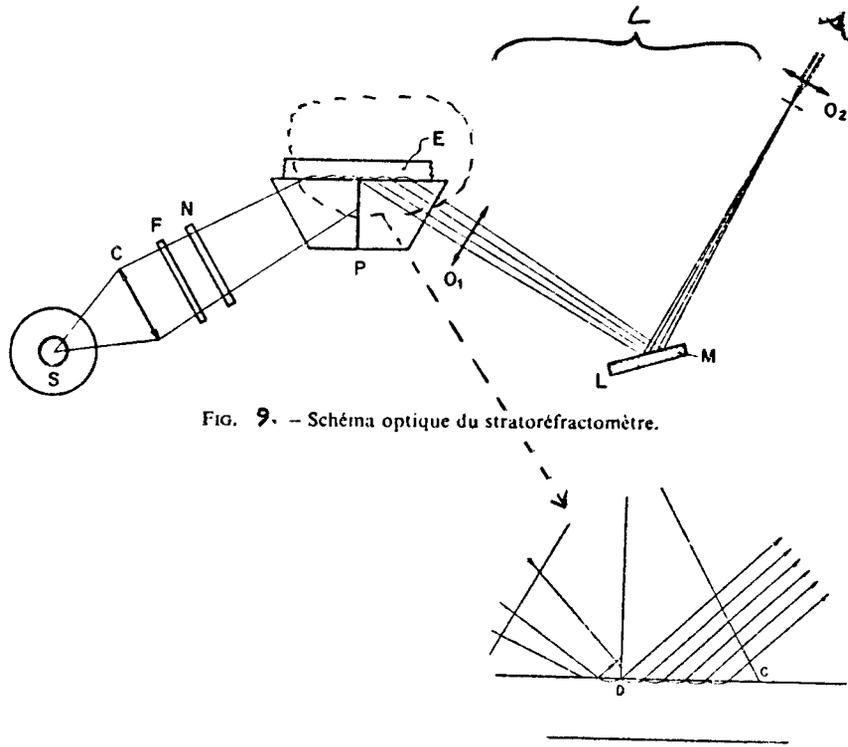


FIG. 9. - Schéma optique du stratoréfractomètre.

- S : source de lumière (lampe à vapeur de Mercure par exemple)
- C : condenseur
- F : filtre monochromatique
- N : polariseur
- FR : fente de largeur réglable (non représentée) située dans le plan de la figure
- P : prisme avec écran central
- E : échantillon posé sur P par l'intermédiaire d'un liquide de contact
- L : lunette coudée de grossissement 10 environ, dont l'axe optique est perpendiculaire aux arêtes du prisme et qui recueille les ondes superficielles, et constituée par : O_1 objectif ; M : miroir plan pouvant tourner autour d'un axe parallèle aux arêtes du prisme P ; O_2 : oculaire à vis micrométrique.

3.3. Les méthodes acoustiques sont plus récentes et sont apparues dès que les ondes acoustiques de surface ont été exploitées. C'est ainsi que BUCARO et DAVIS (3) ont étudié la propagation d'une onde de RAYLEIGH, dans la gamme 3-20 MHz, sur une surface de verre non traité ou trempé tant thermiquement que chimiquement (fig. 10).

Les ondes de surface sont émises au moyen d'un coin de plastique fixé sur l'échantillon de verre et excité par un cristal de quartz de taille X attaqué par un générateur d'impulsion stabilisé en fréquence à l'aide d'un synthétiseur.

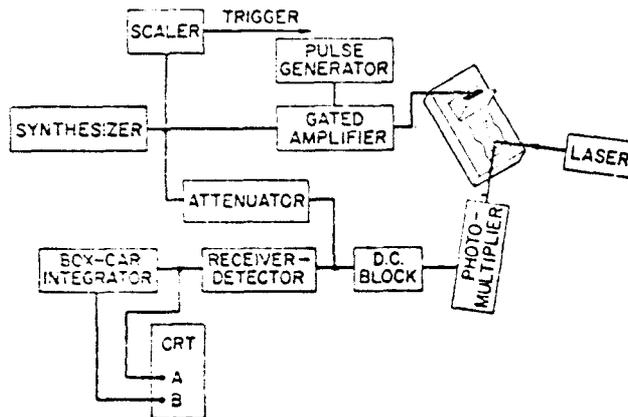


FIG. 10 Schéma du banc de mesure de BUCARO et DAVIS .

L'onde de surface est détectée optiquement en utilisant la méthode du "knife edge" mise au point par WHITMAN et KORPEL (21), sur laquelle nous reviendrons en détail dans la description de notre banc de mesure.

Du traitement du signal optique modulé par l'onde de Rayleigh, on déduit de façon absolue la vitesse de propagation acoustique à chaque fréquence et sa dispersion.

CHAPITRE 2

CALCUL DE LA DISPERSION DE VITESSE D'ONDE DE SURFACE SUR DES VERRES TREMPES

Comme nous l'avons indiqué, notre objectif est la détermination des structures superficielles du verre à partir des relevés de dispersion de vitesse de propagation d'ondes de Rayleigh. A vrai dire, la propagation d'ondes élastiques de surface dans un système ne comprenant qu'une couche déposée sur un substrat isotrope semi-infini a été étudiée par beaucoup d'auteurs (22, 23, 24, 25). La vitesse de cette onde de type Rayleigh est trouvée en annulant le déterminant 6 x 6 des conditions aux limites. Si le calcul numérique seul permet de trouver des solutions précises, dans beaucoup de cas usuels de films minces déposés sur des substrats isotropes (23) ou cristallins (25) d'importantes simplifications, en bon accord avec les expériences, peuvent intervenir dès que l'épaisseur h du film est très inférieure à la longueur d'onde acoustique Λ .

Mais la modélisation d'un gradient de propriétés par une seule couche, quoique suggérée par BUCARO et DAVIS (3) dans le cas des verres, et appliquée aux problèmes de cémentation d'acier par FLAMBART (5) paraît a priori insuffisante. Aussi avons-nous adopté le modèle à couches multiples développé au laboratoire par Jean ROUSSEAU (2).

1. PROPAGATION D'UNE ONDE ACOUSTIQUE DE SURFACE DANS UN MILIEU STRATIFIE (26)

Considérons (fig. 11) un milieu isotrope semi-infini 0 sur lequel sont déposées des couches isotropes i , d'épaisseur E_i , de densité ρ_i , où

$$v_{L_i} = [(\lambda_i + 2\mu_i) / \rho_i]^{1/2} \quad \text{et} \quad v_{T_i} = (\mu_i / \rho_i)^{1/2}$$

sont les vitesses respectives des ondes de volume longitudinales et transversales et λ_i, μ_i les coefficients de Lamé. Nous supposons que les pertes sont nulles dans tous les milieux.

Soit une onde plane de surface, de pulsation ω , de vitesse V_R et de nombre d'onde $f = \frac{\omega}{V_R}$, se propageant suivant l'axe Ox_1 le vecteur vibration $P_i(u_1, u_2, 0)_i$ étant contenu dans le plan sagittal x_1Ox_2 . Le système d'équations d'ondes pour tout milieu i ($i \in \{0, n\}$)

$$\left(\rho \frac{\partial^2 u_p}{\partial t^2} \right)_i = \left(C_{pqrs} \frac{\partial^2 u_s}{\partial x_q \partial x_r} \right)_i$$

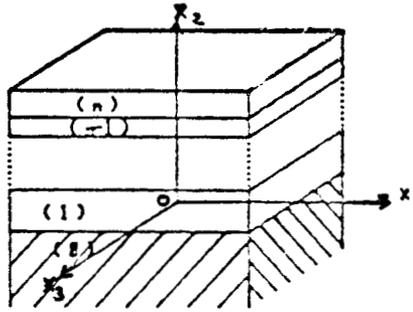


Figure 11
Structure de milieux stratifiés
Structure of layered media

où les u_p sont les composantes du déplacement mesurées suivant les axes cartésiens x_p (Ox_1, x_2, x_3) auxquels se réfèrent les tenseurs de rigidité C_{pqrs} admet pour solution dans chaque milieu :

$$u_i = \{f(A_i e^{r_i y} + B_i e^{-r_i y}) + s_i(-C_i e^{s_i y} + D_i e^{-s_i y})\} \sin(\omega t - fx) \quad (1)$$

$$v_i = \{r_i(A_i e^{r_i y} - B_i e^{-r_i y}) - f(C_i e^{s_i y} + D_i e^{-s_i y})\} \cos(\omega t - fx)$$

avec

$$r_i = \omega(V_R^{-2} - V_{L_i}^{-2})^{1/2} ; \quad s_i = \omega(V_R^{-2} - V_{T_i}^{-2})^{1/2} \quad (2)$$

$$P_i = (v_{Li}/v_R)^2 ; Q_i = (v_{Ti}/v_R)^2 ; R_i = [Q_i(Q_i - 1)]^{1/2} ;$$

$$S_i = [P_i(P_i - 1)]^{1/2}$$

$$T_i = -\lambda_i + 2\mu_i(P_i - 1) ; U_i = -2\mu_i S_i ;$$

$$V_i = 2\mu_i R_i ; W_i = \mu_i(2Q_i - 1) ;$$

$$x_i = 2\pi(1 - 1/P_i)^{1/2} ; y_i = 2\pi(1 - 1/Q_i)^{1/2}$$

La complexité de β n'autorise que l'emploi de méthodes numériques de résolution, sauf dans le cas d'une couche mince unique (23).

La démarche générale pour mener le calcul est la suivante :

- on fixe les épaisseurs E_i de chaque couche
- on fait varier λ_R dans un domaine arbitraire compatible avec la réalité expérimentale
- on en déduit dans chaque cas les hauteurs réduites H_i/λ_R
- on calcule la vitesse V_R qui annule le déterminant β
- λ_R et V_R étant connus, on en déduit la fréquence F .

La valeur de V_R détermine complètement le vecteur vibration dans chaque milieu (i) si l'une des constantes d'intégration A_i , B_i , C_i , D_i est choisie arbitrairement.

2. EXTENSION DU MODELE

J. ROUSSEAU a vérifié la validité de son modèle en effectuant une étude expérimentale sur des échantillons d'aluminium massif où étaient déposées une couche de Nickel ou deux couches (Ni + Al).

Dans les deux cas, les paramètres des couches - coefficients de Lamé λ et μ et densité ρ des matériaux - étaient supposés connus ainsi que les épaisseurs des différents milieux.

Dans le cas des verres trempés, nous ne pouvons connaître a priori que les paramètres λ , μ et ρ du substrat en verre massif à partir de mesures effectuées dans celui-ci en ondes de volume (cf. chapitre 4).

Les paramètres des couches, et principalement leurs épaisseurs, nous sont inconnus : nous verrons en effet qu'il est possible de postuler des valeurs pour ρ et λ . Cependant nous connaissons expérimentalement la courbe de dispersion de la vitesse des ondes de Rayleigh en fonction de la fréquence dans la gamme 1-17 MHz et le problème se ramène à élaborer un algorithme de calcul de recherche automatique de la valeur des paramètres qui fasse coïncider au mieux la courbe de dispersion calculée à partir de ces valeurs avec la courbe expérimentale.

C'est le problème qu'avait très sommairement abordé J. ROUSSEAU pour interpréter à l'aide d'un modèle à cinq couches les résultats expérimentaux de FLAMBERT (5) pour un acier cémenté.

3. PROGRAMME DE RECHERCHE AUTOMATIQUE DE LA VALEUR DES PARAMETRES

Le programme de calcul fait appel à la méthode des gradients conjugués développée à l'origine par HESTENES et STIEFEL (27) et précisée par FLETCHER et REEVES (28).

C'est essentiellement une extension de la méthode de convergence dite de la descente rapide (29)

3.1. Méthode de la descente rapide

La fonction caractéristique de notre courbe de dispersion de vitesse v définie de manière implicite - est en fait connue par la mesure de N points [NPTS - note (a)]. Soient VE_j les vitesses expérimentales pour j variant de 1 à NPTS ; chacune des vitesses expérimentales VE_j dépend de p paramètres de valeurs inconnues, de sorte que la fonction peut être représentée dans un espace de dimension p .

On a défini précédemment un modèle théorique, dépendant de paramètres p_i (λ , μ , ρ et E) pour i variant de 1 à NP, formant un sous-ensemble des paramètres p : en effet il peut exister des paramètres intervenant dans la fonction réelle et dont le modèle ne tient pas compte. On calcule la valeur de la vitesse en chacun des points dans notre modèle, soit VM_j , pour des valeurs initiales $(p_i)_0$ des paramètres choisies arbitrairement,

(a) Pour faciliter l'accès aux programmes par des utilisateurs éventuels, l'exposé reprend certaines notations qui y sont utilisées.

mais néanmoins en rapport avec ce que l'on sait de la réalité des choses.

Il est alors évident que les valeurs de VE_j et VM_j seront différentes et l'on évalue l'écart par le calcul de la "distance" initiale $(D)_0$ que l'on définit généralement par l'écart quadratique :

$$(D)_0 = \sum_{j=1}^{NPTS} (D_j)_0 \quad \text{avec} \quad (D_j)_0 = (VM_j - VE_j)^2$$

Le problème est alors de choisir les nouvelles valeurs $(p_i)_1$ des paramètres qui minimiseront la distance $(D)_1 \dots$

Il faut déterminer d'une part la direction dans laquelle on va rechercher chaque nouvelle valeur de p_i et le pas de variation que l'on va adopter. Pour cela examinons comment se comporte en un point j la distance D_j pour une variation dp_i du paramètre p_i . Développons D_j au second ordre (30) :

$$D_j(p_i + dp_i) = D_j(p_i) + \sum_{i=1}^{NP} \frac{\partial D_j}{\partial p_i} dp_i + \frac{1}{2} \left[\sum_{i=1}^{NP} \frac{\partial^2 D_j}{\partial p_i^2} dp_i^2 + 2 \sum_{\substack{i=1 \\ j \neq i}}^{NP} \frac{\partial^2 D_j}{\partial p_i \cdot \partial p_j} dp_i \cdot dp_j \right]$$

$$\text{et} \quad \frac{\partial D_j}{\partial p_i} = 2(VM_j - VE_j) \frac{\partial VM_j}{\partial p_i} ; \quad \frac{\partial D}{\partial p_i} = 2 \sum_{j=1}^{NPTS} (VM_j - VE_j) \frac{\partial VM_j}{\partial p_i}$$

On montre alors (29) que la direction de paramètres directeurs $u_i = \partial D / \partial p_i$ est la direction de montée la plus rapide : on l'appelle habituellement gradient de la fonction D . La direction de la descente la plus rapide est donc celle du gradient négatif de valeur

$$\text{dir}_i = - \frac{\partial D}{\partial p_i} = - 2 \sum_{j=1}^{NPTS} (VM_j - VE_j) \frac{\partial VM_j}{\partial p_i}$$

où les termes de la forme $\frac{\partial VM_j}{\partial p_i}$ sont appelés coefficients de sensibilité. Chaque nouvelle composante $(p_i)_n$ - à l'itération n - est donc donnée par :

$$(p_i)_n = (p_i)_{n-1} + (k)_n (u_i)_n = (p_i)_{n-1} - (k)_n \left(\frac{\partial D}{\partial p_i} \right)_n$$

et le vecteur paramètre \vec{P} (vecteur colonne de composante p_i) s'écrit :

$$(\vec{P})_n = (\vec{P})_{n-1} + (k)_n (\vec{U})_n = (\vec{P})_{n-1} - (k)_n [(\overrightarrow{\text{Grad}}(D))]_n$$

Dans ces relations $(k)_n$ représente le pas optimal minimisant D dans la direction $(u_i)_n$

$$D(\vec{P})_n = D[(\vec{P})_{n-1} + (k)_n (\vec{U})_n]$$

On voit que dans la direction de recherche considérée $(\vec{U})_n$ D est une fonction de la variable unique $(k)_n$. Pour déterminer la valeur optimale de $(k)_n$ on se livre donc à une recherche mono-dimensionnelle.

La méthode de la descente rapide, appelée également méthode du gradient simple - par opposition à la méthode des gradients conjugués - suscite immédiatement deux questions :

- * quelle garantie a-t-on que les pas choisis ne soient pas trop longs et deviennent des pas de montée ?
- * si les pas choisis sont réellement des pas de descente pourquoi n'est-il pas désirable de prendre des pas plus longs dans la même direction, abandonnant le désir de descendre le plus rapidement possible en faveur du désir de descendre aussi loin que possible avec un petit volume de calcul ?

C'est en partie pour répondre à ces deux questions qu'HESTENES et STIEFEL ont mis au point la méthode des gradients conjugués appliquée à la résolution d'un système de N équations linéaires (27) et étendue par la suite par FLETCHER et REEVES (28) à des fonctions non-quadratiques.

3.2. Méthode des gradients conjugués

Reprenons le développement de D. On peut écrire cette relation sous la forme :

$$D(\vec{P} + \Delta\vec{P}) = D(\vec{P}) + \overrightarrow{\text{Grad}} D(\vec{P}) \cdot \Delta\vec{P} + \frac{1}{2} (\Delta\vec{P})^T \cdot H \cdot \Delta\vec{P}$$

où $\vec{\Delta P}$ est le vecteur colonne variation des paramètres,

$(\vec{\Delta P})^T$ son transposé

H : la matrice carrée (NP, NP) des dérivées secondes (on l'appelle le Hessien).

$$\text{On notera } \Delta D = D(\vec{P} + \vec{\Delta P}) - D(\vec{P})$$

donc

$$\Delta D = \overrightarrow{\text{Grad } D(\vec{P})} \cdot \vec{\Delta P} + \frac{1}{2} (\vec{\Delta P})^T \cdot H \cdot \vec{\Delta P}$$

Si D est minimum, cela veut dire que ΔD est maximum et donc que sa dérivée s'annule.

$$\frac{\delta(\Delta D)}{\vec{\Delta P}} = 0 = \overrightarrow{\text{Grad } D(\vec{P})} + H \cdot \vec{\Delta P}$$

$$\text{soit } \vec{\Delta P} = -H^{-1} \cdot \overrightarrow{\text{Grad } D(\vec{P})}$$

Cela conduit donc à inverser le Hessien qui souvent dans la pratique est mal défini ; pour l'éviter on peut utiliser une matrice arbitraire définie positive, qui modifiée à chaque itération, tendra vers cet inverse.

La méthode est la suivante (30) ; soient $(\vec{P})_0$ et $(\overrightarrow{\text{Grad } D})_0$ les vecteurs paramètre et gradient initiaux.

La première direction de recherche est :

$$(\overrightarrow{\text{dir}})_0 = -(\overrightarrow{\text{Grad } D})_0 \quad (\text{gradient simple})$$

A l'itération (n-1), on suppose connus le vecteur $(\vec{P})_{n-1}$, le gradient $(\overrightarrow{\text{Grad } D})_{n-1}$ et la direction de recherche $(\overrightarrow{\text{dir}})_{n-1}$. Les variations des paramètres seront ensuite imposées par :

$$(\vec{P})_n = (\vec{P})_{n-1} + (k)_n (\overrightarrow{\text{dir}})_{n-1}$$

où $(k)_n$ est la valeur optimale du pas déterminée par une recherche mono-dimensionnelle dans la direction $(\overrightarrow{\text{dir}})_{n-1}$, ce qui permettra de calculer des gradients dans de nouvelles directions :

$$\overrightarrow{(\text{Grad } D)}_n = \left(\frac{\partial D(P)}{\partial p} \right) (p)_n$$

d'en déduire un facteur β tel que

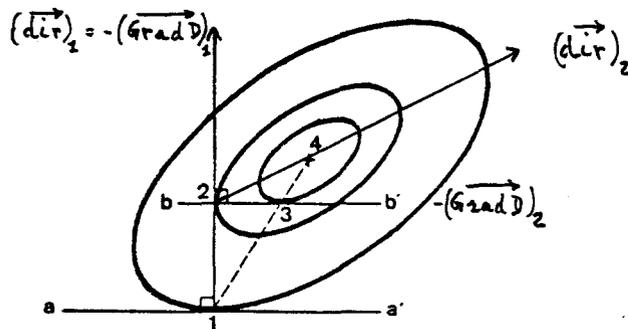
$$\beta_{n-1} = \frac{\overrightarrow{(\text{Grad } D)}_n^2}{\overrightarrow{(\text{Grad } D)}_{n-1}^2}$$

et de définir alors une nouvelle direction de recherche

$$\overrightarrow{(\text{dir})}_n = - \overrightarrow{(\text{Grad } D)}_{n-1} + \beta_{n-1} \overrightarrow{(\text{dir})}_{n-1}$$

On peut établir que les gradients successifs sont orthogonaux et que les directions successives sont conjuguées par rapport à H [note (a)]

Pour fixer les idées, considérons un exemple à deux dimensions en supposant que la fonction distance est quadratique :



les courbes iso-distances sont alors des ellipses centrées au point 4 (qui représente le minimum recherché).

Au point initial, 1, on calcule la direction du gradient, et sur cette direction, le meilleur point 2 par une recherche monodimensionnelle. La direction $\overrightarrow{(\text{dir})}_2$, construite par l'algorithme de FLETCHER et REEVES passe par le centre de l'ellipse car $\overrightarrow{(\text{dir})}_1$ et $\overrightarrow{(\text{dir})}_2$ sont conjugués. La recherche monodimensionnelle sur $\overrightarrow{(\text{dir})}_2$ aboutit au minimum 4.

(a) Rappel - Soient $n-1$ et n deux itérations successives ; les vecteurs gradients sont dits orthogonaux si $\overrightarrow{(\text{Grad } D)}_{n-1} \times \overrightarrow{(\text{Grad } D)}_n = 0$ et les directions sont conjuguées si $\overrightarrow{(\text{dir})}_{n-1}^T \times H \times \overrightarrow{(\text{dir})}_n = 0$

Si la fonction distance n'est pas quadratique $(\overrightarrow{\text{dir}})_2$ ne passe pas exactement par le minimum 4, mais par un point 4', et il faut recommencer les opérations précédentes à partir de 4'.

3.3. Application au problème posé

Dans notre cas, les paramètres sont constitués par la densité, l'épaisseur et les coefficients de Lamé des différentes couches de verre. Un examen rapide des courbes expérimentales nous a conduits compte-tenu des valeurs admissibles de variation des coefficients de Lamé à choisir un modèle comprenant 5 couches, soit 6 milieux avec le substrat (milieu supposé semi-infini en épaisseur). La fonction caractérisant le modèle ainsi que le gradient ne sont pas exprimés analytiquement : seules leurs valeurs numériques peuvent être calculées pour un choix de valeurs de paramètres. On donne une variation de 5.10^{-2} à l'un des paramètres et on calcule la valeur VM_j prise par la vitesse pour le paramètre modifié et la valeur du coefficient de sensibilité $\frac{\partial VM_j}{\partial p_i}$

et alors
$$\frac{\partial VM_j}{\partial p_i} = \frac{VM_j(p_i + \Delta p_i) - VM_j(p_i)}{\Delta p_i}$$

3.4. Discussion et simplification

Pour assurer la convergence du modèle, il faut généralement disposer d'un grand nombre de mesures par rapport au nombre de paramètres à identifier. Le modèle choisi - 5 couches sur un substrat semi-infini - comporte 23 paramètres au total se répartissant comme suit :

- 3 paramètres pour le substrat : λ_0, μ_0 et ρ_0
- 20 paramètres pour les couches: $5 \times (\lambda_i, \mu_i, \rho_i, E_i)$

Les paramètres du substrat sont accessibles à la mesure. λ et μ sont obtenus par vélocimétrie des ondes acoustiques de volume. Il nous a paru intéressant d'essayer de préciser certains paramètres a priori afin de pallier un manque de mesures et de ne laisser comme variables que les paramètres indispensables. Ainsi on a vu précédemment que les auteurs s'accordaient à associer à la trempe une augmentation de la densité entre le coeur et les faces trempées de $4,5 \cdot 10^{-3} \text{ g/cm}^3$ et nous avons adopté les valeurs de ρ conformes à cette hypothèse.

D'autre part nous avons effectué sur un modèle simple à une couche unique des variations relatives arbitraires sur les coefficients λ et μ de la couche de 1%, 5% et 10% par rapport à ceux du substrat afin de savoir leur influence respective.

Les variations de vitesse d'ondes de Rayleigh résultant de ces hypothèses de calcul sont présentées dans les figures 12 et 13.

On constate aisément que le paramètre μ de la couche intervient énormément alors que le paramètre λ n'influe pratiquement pas sur la vitesse de Rayleigh dans la gamme de fréquence qui nous intéresse et nous avons choisi, pour simplifier, de considérer λ comme un paramètre fixe de valeur égale, pour chaque couche, à celle du substrat.

Notre programme de calcul comprendra donc 23 paramètres dont 11 à identifier, c'est-à-dire les 5 épaisseurs E_i et les 6 coefficients de Lamé μ_i des couches et du substrat.

N.B. La ligne générale des programmes de calcul est présentée en annexe 1.

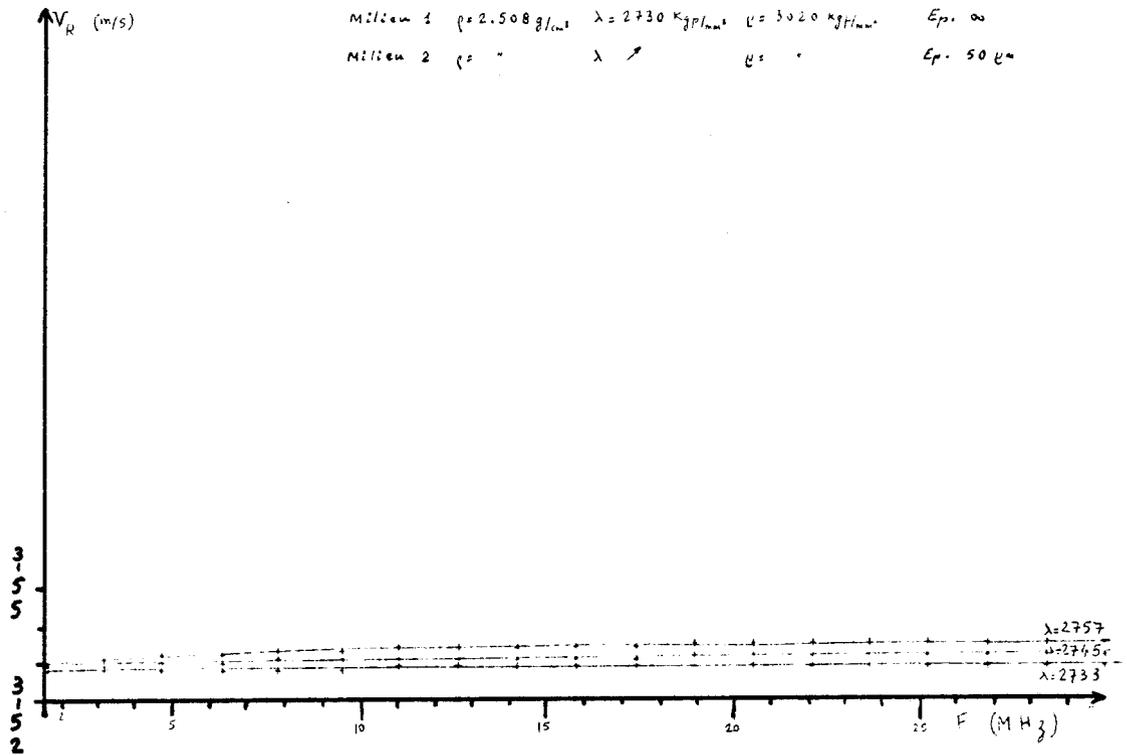


Figure 12

Variations de V_R en fonction de λ dans la gamme 1-30 MHz

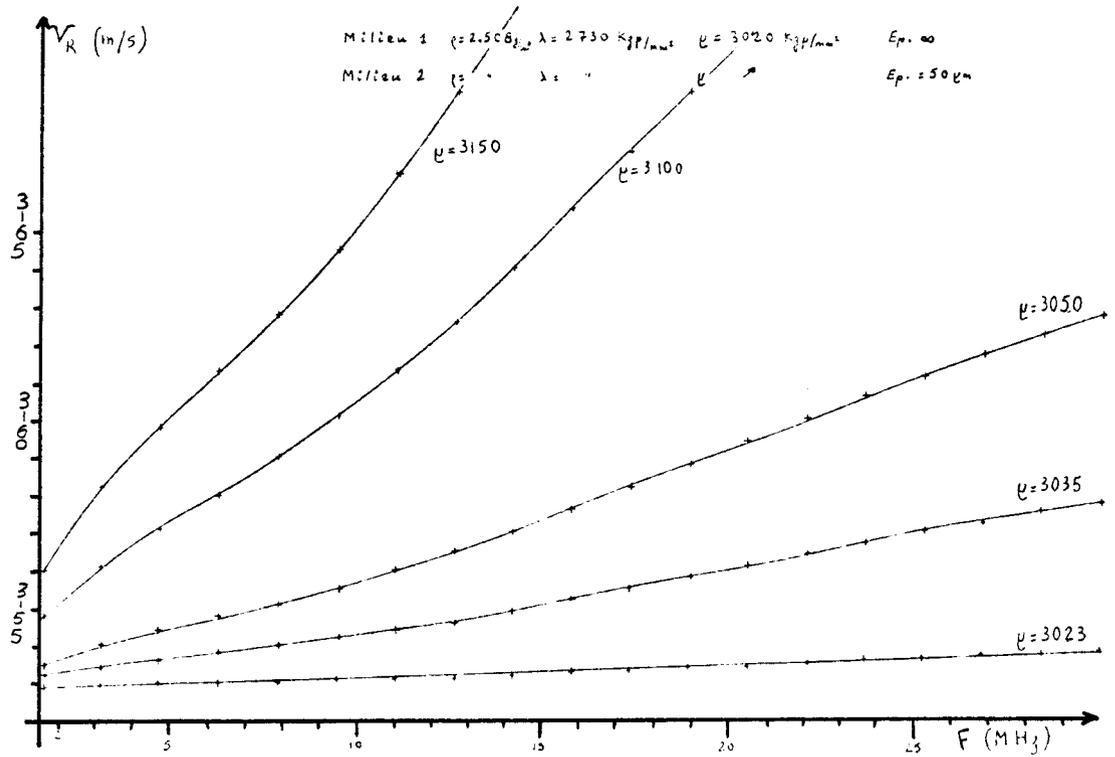


Figure 13

Variations de V_R en fonction de μ dans la gamme 1-30 MHz



CHAPITRE 3

CONSTITUTION DU BANC DE MESURES

1. PRINCIPE DE LA MESURE

Nous adoptons un dispositif de mesure absolue de vitesse d'ondes de surface semblable à celui de BUCARO et DAVIS (3) et utilisant la méthode dite du "knife edge" initialement développée par WHITMAN et KORPEL (21). La mesure de vitesse résulte de l'analyse d'un signal produit par interaction entre un faisceau de lumière cohérente et l'onde de surface.

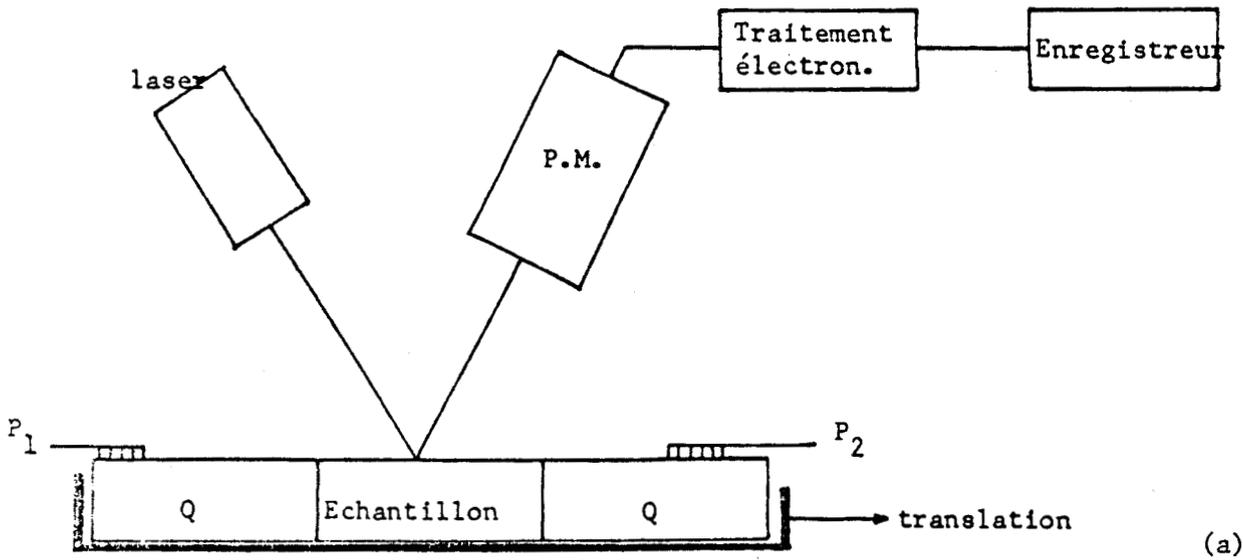
1.1. Dispositif optique (31) (figure 14)

Une onde de surface, de longueur d'onde λ , se propage sur un échantillon animé d'un mouvement de translation, parallèle à la direction de propagation des ondes (fig. 14a).

Un faisceau laser He-Ne ($\lambda = 6328 \text{ \AA}$) est focalisé par la lentille L_1 sur la surface de l'échantillon. Sa largeur D est réglée (expandeur et diaphragme dans le plan focal objet de L_1) de telle sorte que le diamètre de la tache centrale de diffraction soit inférieur à une demi-longueur d'onde acoustique (soit 80 \mu m à 20 MHz) (fig. 14b).

Le faisceau réfléchi est repris par une lentille L_2 , placée à la distance focale f_2 de l'échantillon, puis reçu sur un détecteur (photomultiplicateur) recouvert d'un écran occultant la moitié du champ et situé dans le plan focal-image de L_2 : technique dite du "knife edge".

Avec la disposition adoptée les pupilles d'entrée et de sortie sont dans des plans conjugués, avec un grandissement f_2/f_1 .



(a)

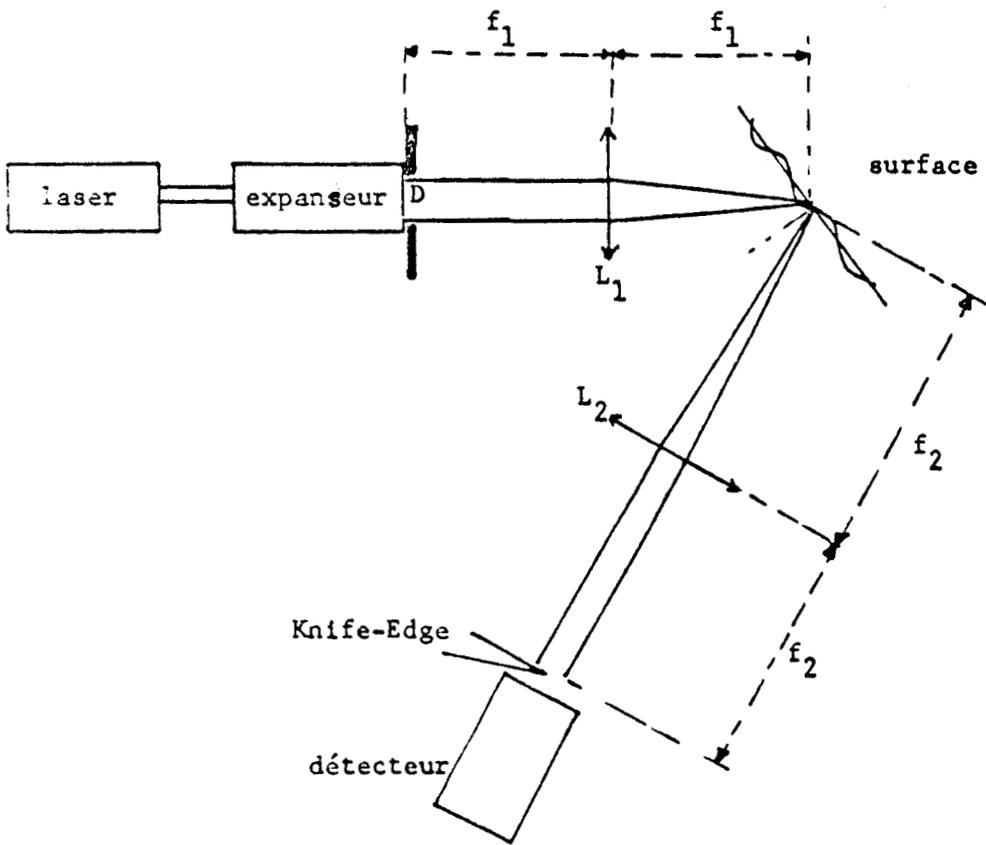


Figure 14

(b)



1.2. Principe de la mesure de vitesse (fig. 15)

L'onde de Rayleigh (O.R.) plisse la surface de l'échantillon qui, agissant comme un miroir tournant, dévie le faisceau lumineux réfléchi, produisant ainsi une modulation du signal du photomultiplicateur de la forme :

$$s_o \cos \left(2\pi Ft - 2\pi \frac{x}{\Lambda} \right)$$

F : fréquence ultrasonore ; x = abscisse du point d'incidence. Après amplification et battement avec un signal HF de référence : $s'_o \cos \omega t$, issu du synthétiseur utilisé comme générateur d'attaque du peigne émetteur P_1 , on obtient un signal électrique TBF représentatif de la phase $\phi = 2\pi x/\Lambda$ de l'O.R. :

$$s_o \cos \left(\omega t - 2\pi \frac{x}{\Lambda} \right) \cdot s'_o \cos \omega t = \frac{1}{2} s_o s'_o \left[\cos \left(2\omega t - 2\pi \frac{x}{\Lambda} \right) + \cos 2\pi \frac{x}{\Lambda} \right]$$

Ce signal T.B.F. est bien entendu "bruité" (fig. 18) mais il peut être régularisé (fig. 19) par une amplification et un filtrage convenables.

Par translation de l'échantillon d'une longueur connue $x = L$, correspondant à un nombre N de longueurs d'ondes Λ , repéré par les passages à zéro positifs de $\cos \phi$, on en déduit la vitesse de phase de l'O.R.

$$V = \Lambda F = \frac{L}{N} F$$

Un dispositif électronique de traitement du signal TBF autorise le comptage automatique du nombre N dont on impose la valeur. La longueur L correspondante est mesurée et affichée au micromètre près grâce à un codeur optique solidaire de la vis micrométrique rectifiée de commande du déplacement. Le schéma bloc général regroupant le système optique précédemment décrit et les fonctions électroniques d'amplification de signal H.F., de démodulation synchrone, de correction de flux lumineux, de filtrage de signal TBF et de comptage de périodes TBF correspondant à la longueur L, est donné fig. 1 (Annexe 2) où nous détaillons l'ensemble des fonctions électroniques.

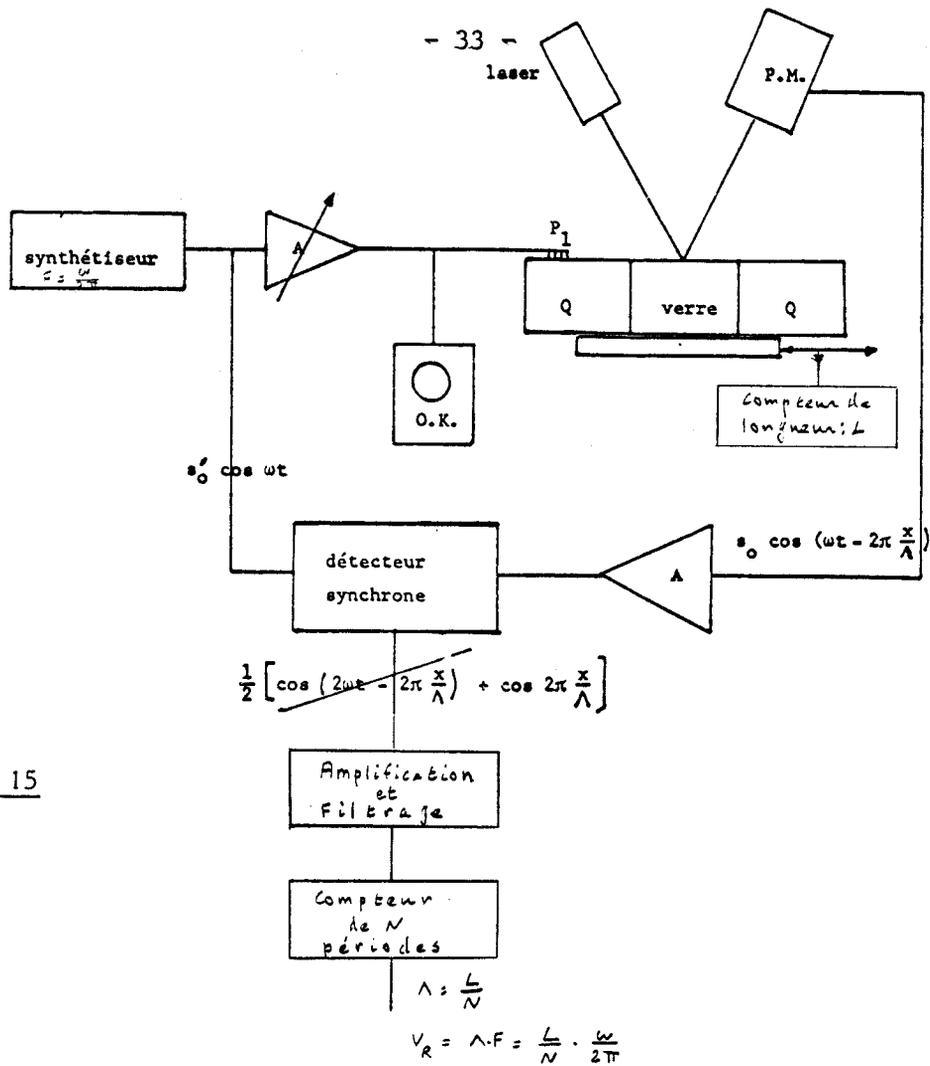


Figure 15

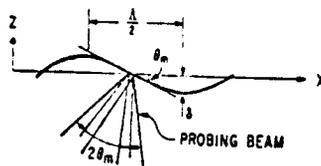


Figure 16 - Faisceau réfléchi par la surface plissée par l'onde de Rayleigh (21)

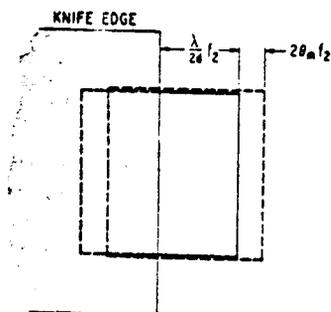


Figure 17 - Tache obturée par le "knife edge" dans le plan focal de L_2 avant (trait plein) et après (trait pointillé) le battement de la surface

Echelle:

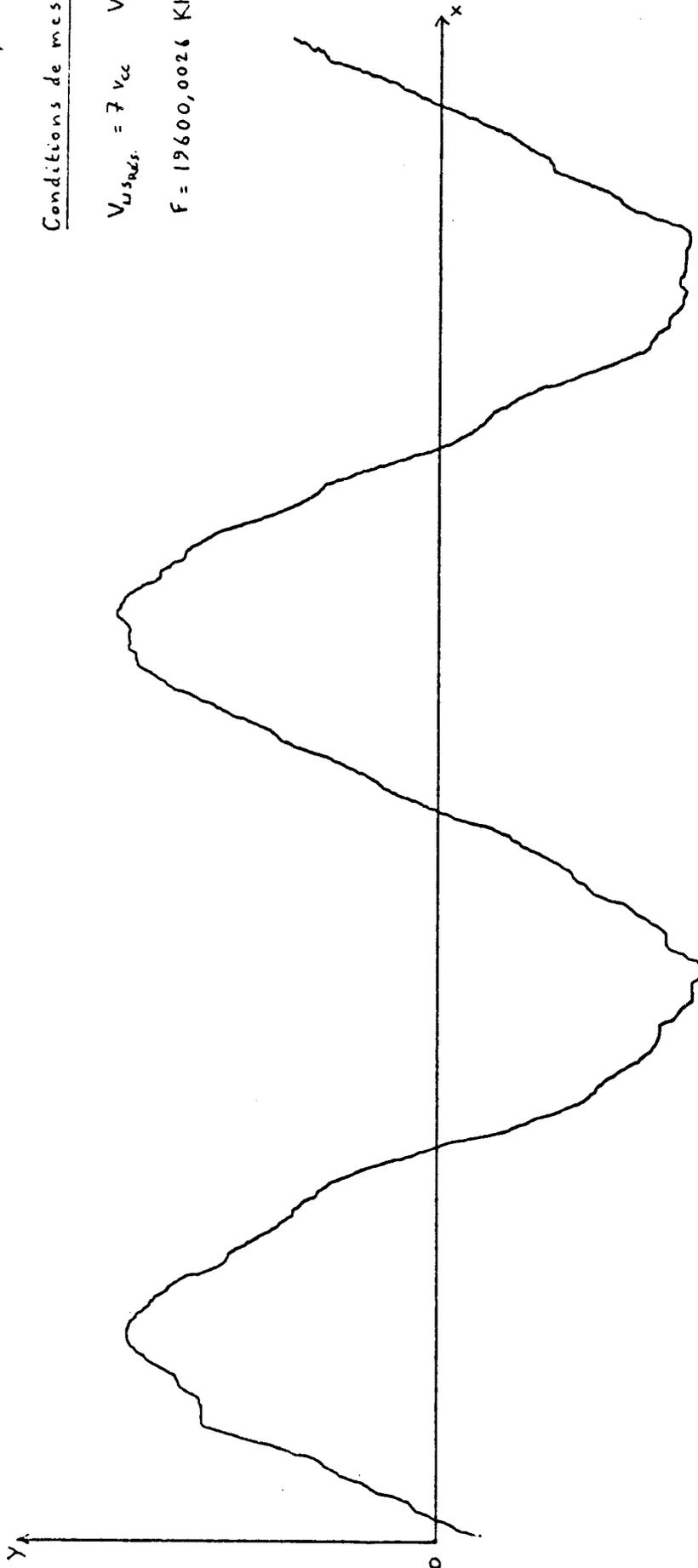
sur OX : 1°, 1/cm

sur OY : 0,5 V/cm

Conditions de mesures:

$V_{USRS} = 7 V_{CC}$ $V_{RF} = 0,45 V_{CC}$

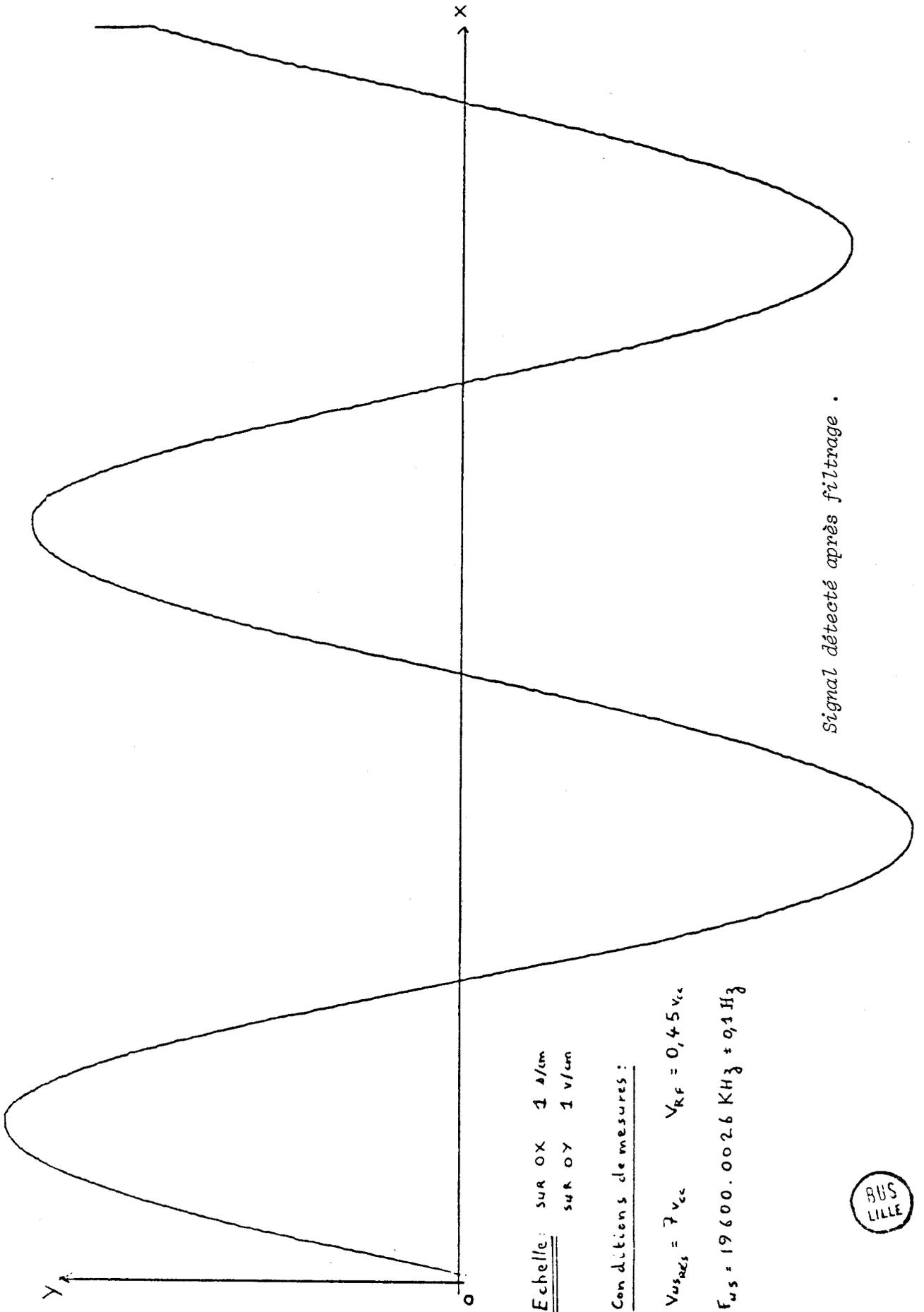
$F = 19600,0026 \text{ KHz} \pm 0,1 \text{ Hz}$



Signal détecté avant filtrage (filtre ôté) .

Figure 18





Echelle: sur OX 1 A/cm
sur OY 1 V/cm

Conditions de mesures:

$V_{\text{mes}} = 7 V_{cc}$ $V_{RF} = 0,45 V_{cc}$

$F_{us} = 19600.0026 \text{ KHz} \pm 0,1 \text{ Hz}$

Signal détecté après filtrage .



Figure 19

2. ETALONNAGE

Afin de se rendre compte de la précision pouvant être obtenue, des mesures ont été effectuées en prenant comme échantillon un quartz unique (de taille Y) portant à chaque extrémité un peigne interdigité, dont le pas de gravure assurait une fréquence $F_0 = 19,6$ MHz pour les ondes de surface. La surface libre entre peignes avait été métallisée afin d'augmenter le pouvoir réflecteur pour assurer une bonne détection optique (l'épaisseur de cette couche d'aluminium, moins de $1\mu\text{m}$ déposé par évaporation sous vide, étant très inférieure à la longueur d'onde acoustique ($\sim 161\mu\text{m}$ à 19,6 MHz) ne pouvait pas avoir d'influence sur la propagation des ondes de surface à la fréquence considérée).

On a ainsi mesuré la longueur de défilement de l'échantillon correspondant à 30 périodes du signal détecté. Les résultats des mesures ont fait apparaître des écarts faibles pour un même sens de déplacement de l'échantillon, dus à une reproductibilité imparfaite, et des différences plus notables lorsqu'on inversait ce sens de défilement.

Initialement le support assurant la translation de l'échantillon (Table Microcontrôle UT 100 fig. 20(a) était vertical et le déplacement s'effectuait de bas en haut (\uparrow) ou de haut en bas (\downarrow).

Les moyennes de 10 mesures de 30 périodes ont donné les résultats suivants :

$$\begin{aligned} \text{sens } \uparrow \quad V_R &= 3160,1 \text{ m/s } \pm 4,7 \text{ m/s} \quad (\text{a}) \\ \text{sens } \downarrow \quad V_R &= 3154,0 \text{ m/s } \pm 1,3 \text{ m/s} \quad (\text{b}) \end{aligned} \quad (\text{Note 1})$$

Tant d'un point de vue de la dispersion qu'en regard des résultats classiques, il est évident que la mesure (b) est la meilleure. Nous avons fait plusieurs hypothèses pour tenter d'expliquer ce phénomène :

(1) Pour une propagation suivant X, sur un Quartz de taille Y, la vitesse des ondes de surface est respectivement de 3156,4 m/s et 3154 m/s selon AULD (32) et selon DIEULESAINT (33).

Emplacement destiné
à recevoir le moteur
d'entraînement

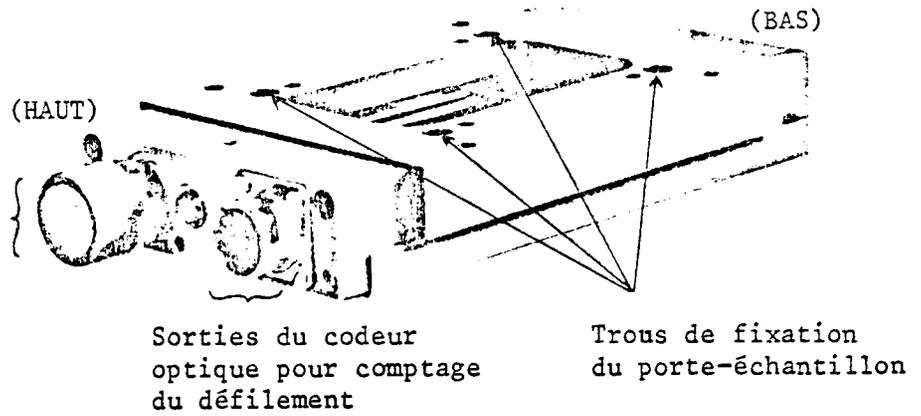


Figure 20 (a)

Table UT 100-25

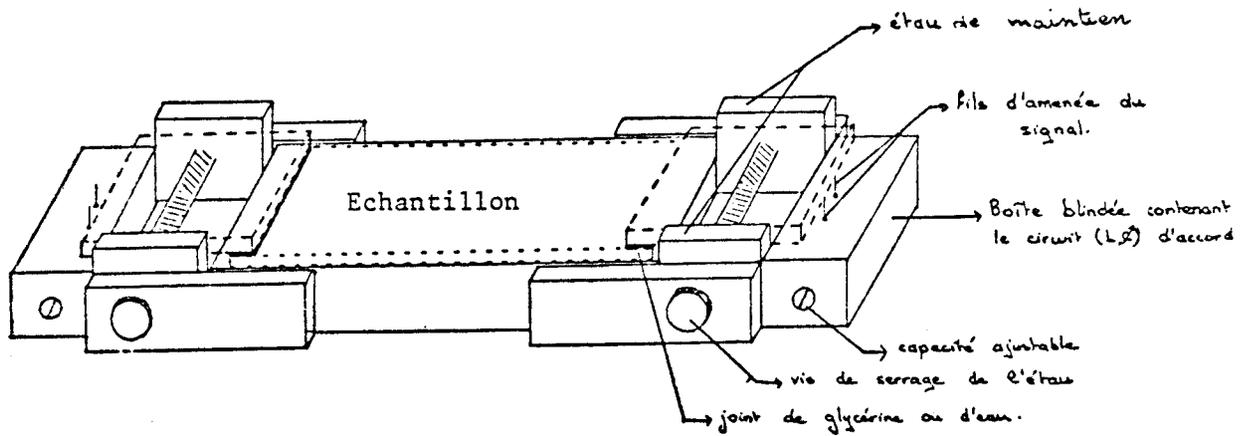


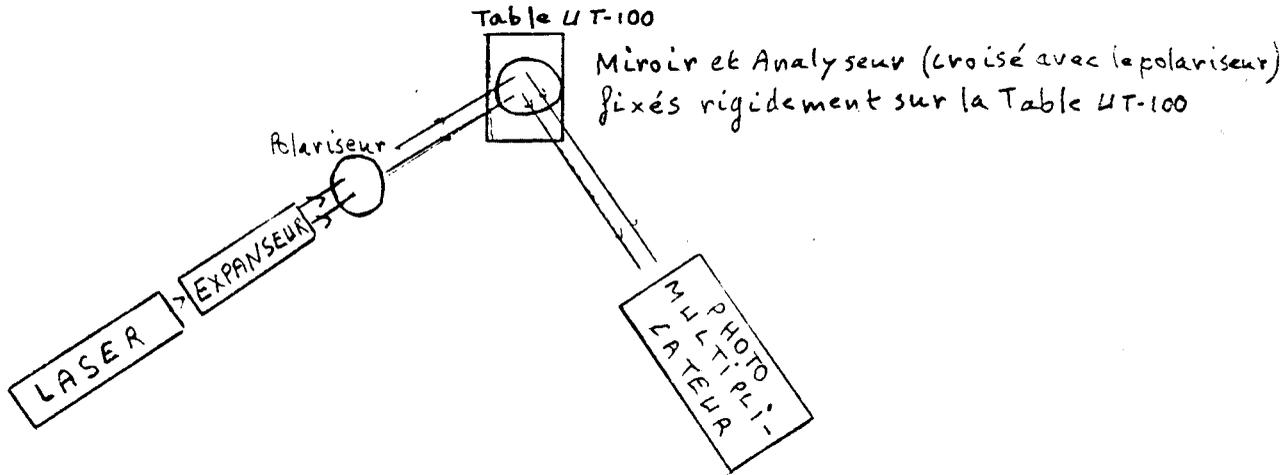
Figure 20 (b)

Porte-échantillon



1) Un effet de rotation de la table pendant le mouvement :

Pour le détecter on a utilisé le dispositif suivant :



Le polariseur et l'analyseur étant croisés, le flux lumineux moyen est nul et s'il se produisait une rotation, même infime, on détecterait une variation de flux au niveau du photomultiplicateur. En fait les variations n'étaient pas différentes suivant le sens du défilement.

Les mêmes essais ont été effectués avec une contrainte supplémentaire à savoir une charge fixée sur le support (jusqu'à 500 g), sans donner plus de résultats.

2) Effet dû aux ultrasons : présence d'ondes stationnaires

On modifie la fréquence des ultrasons (entre 19,5 MHz et 19,7 MHz) ce qui change le coefficient de réflexion. On a constaté que la vitesse de propagation variait :

$$\begin{aligned} F = 19,5 \text{ MHz} \quad & \uparrow V_R = 3\,165,9 \text{ m/s} \pm 1,7 \text{ m/s} \\ & \downarrow V_R = 3\,154,0 \text{ m/s} \pm 1,6 \text{ m/s} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} F = 19,7 \text{ MHz} \quad & \uparrow V_R = 3\,171,6 \text{ m/s} \pm 2,0 \text{ m/s} \\ & \downarrow V_R = 3\,159,4 \text{ m/s} \pm 1,5 \text{ m/s} \end{aligned}$$

mais l'écart dû au sens de défilement se maintient.

3) Effet dû à des vibrations de la table pendant le mouvement

On fixe un accéléromètre (Bruel et Kjaër) sur le support et on mesure l'amplitude du signal délivré par l'accéléromètre au cours du mouvement. Les mesures n'ont pas révélé de différences notables selon le sens de défilement.

4) Effet dû au poids du système mobile

On a changé la position de l'ensemble d'un quart de tour, la table étant maintenant en position horizontale, le sens \uparrow devenant \rightarrow et \downarrow \leftarrow . Les moyennes de 12 mesures de 30 périodes sont respectivement de :

$$\rightarrow V_R = 3\,165,8 \text{ m/s} \pm 4,5 \text{ m/s}$$

$$\leftarrow V_R = 3\,154,0 \text{ m/s} \pm 1,5 \text{ m/s}$$

Les résultats font toujours apparaître un décalage suivant le sens de défilement.

La seule hypothèse restante met en cause le matériel lui-même ; dans le sens \rightarrow on comprime les ressorts placés sur les guides latéraux de la table ; dans le sens inverse (\leftarrow) on les détend.

De toutes manières, la dispersion des mesures étant plus faible dans le sens \leftarrow , c'est ce dernier qui a été adopté pour les mesures valides et les mesures effectuées sur des échantillons de verre n'ont jamais démenti ce choix.

CHAPITRE 4

RESULTATS DE MESURES

1. MESURES DES CARACTERISTIQUES DES ECHANTILLONS

1.1. Géométrie des échantillons

Des essais antérieurs à la présente étude effectués sur un échantillon de verre trempé thermiquement de forme parallélépipédique (49,83x 14,92 x 5,96 mm) nous avaient montré que la section était insuffisante pour obtenir une bonne précision sur la détermination des coefficients de Lamé à partir de mesures en ondes de volume. Cela nous a conduits à demander à la Société Saint-Gobain d'effectuer une trempe thermique ou chimique sur des échantillons parallélépipédiques de longueur 60 mm et de section 20 x 20 mm ou 20 x 40 mm et c'est sur les échantillons de plus grande section que nous avons effectué les mesures des coefficients de Lamé.

1.2. Mesure de la masse volumique du verre

On détermine par double pesée la masse et le volume (par déplacement d'eau) sur un échantillon de verre de même composition que ceux étudiés mais non trempé. La méthode de mesure est explicitée par le schéma de la figure 21.

On réalise successivement chacun des trois équilibres. La masse de l'échantillon est alors :

$$m = m_1 - m_2 = 200,663 - 72,745 = 127,918 \text{ g}$$

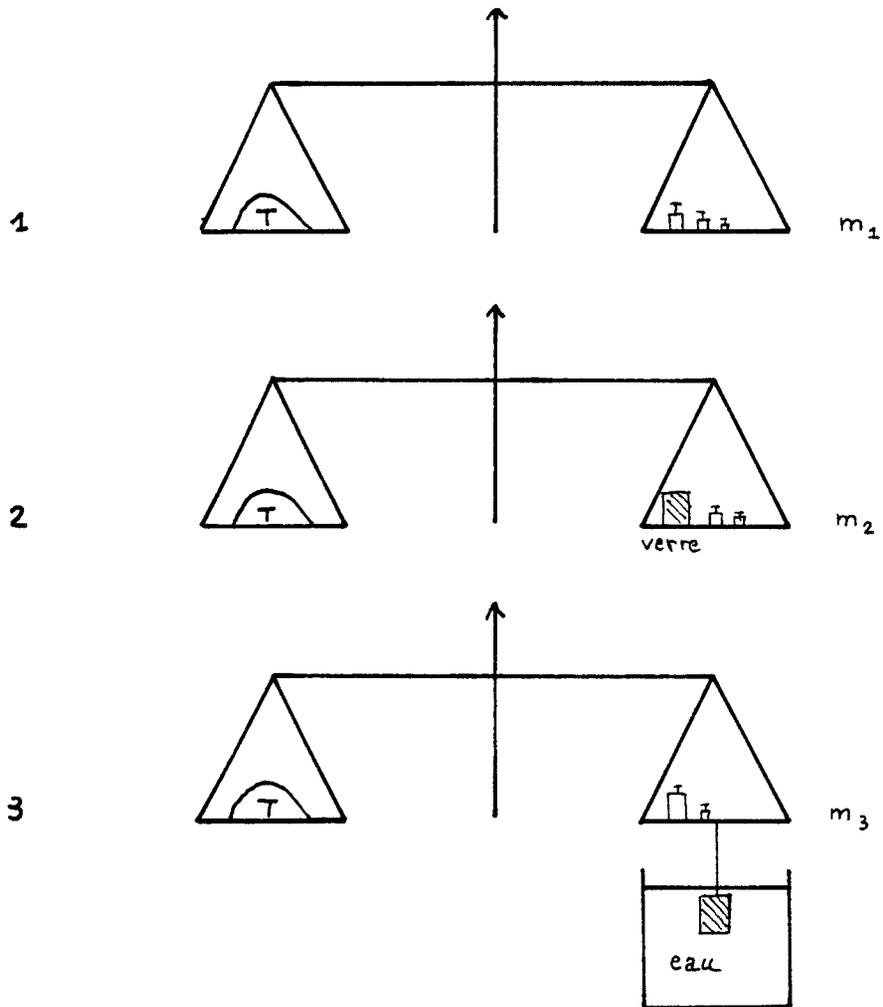


Figure 21

et la différence $m_3 - m_2$ représente le produit du volume de l'échantillon par la masse volumique de l'eau. Il suffit de connaître cette dernière avec précision pour en déduire le volume v de l'échantillon de verre et par conséquent sa densité.

Remarque : L'échantillon est suspendu au plateau de la balance par un fil métallique collé sur le verre à l'araldite et on s'arrange pour ajuster le niveau de l'eau afin de n'avoir qu'une partie minimale de fil immergée. L'eau utilisée est de l'eau permutée et préalablement dégazée par passage dans une cloche à vide.

Les résultats sont présentés dans le Tableau 2 :

m_3 (g)	v_p (g)	T (°C)	ρ_{eau} (g/cm ³)*	v_{verre} (cm ³)	ρ_{verre} (g/cm ³)
123,332	50,587	16,0	0,9989721	50,6390	2,5261
123,318	50,573	18,1	0,9986063	50,6436	2,5258
123,318	50,573	18,4	0,9985501	50,6464	2,5257
123,295	50,550	21,1	0,9980004	50,6513	2,5255

* Handbook

TABLEAU 2

La moyenne des quatre mesures donne :

$$\rho = 2,5258 \text{ g/cm}^3$$

avec un écart type de $2 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$

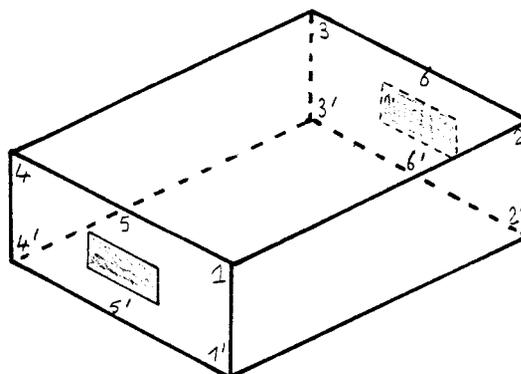
On prendra donc pour la densité à coeur du verre :

$$\rho = 2,526 \text{ g/cm}^3 \text{ à mieux que } 0,001 \text{ g/cm}^3$$

1.3. Détermination des coefficients de Lamé

Afin d'assurer la meilleure précision, il nous fallait déterminer parmi les échantillons celui possédant le meilleur parallélisme.

Considérons le schéma suivant (Figure 22) :



Les numéros représentent les points entre lesquels on a mesuré la longueur

Figure 22

Les mesures ont été effectuées à l'aide d'un palmer de gamme 50-75 mm et de précision 1/100 mm. Les résultats sont présentés dans le Tableau 3.

N° Echantillon	L _{1,2}	L _{1'2'}	L _{3,4}	L _{3'4'}	L _{5,6}	L _{5'6'}
5	60,55	60,74	60,75	60,99	60,63	60,84
7	60,12	60,17	60,04	60,14	60,08	60,12
9	59,98	59,97	60,04	60,05	60,02	59,98

TABLEAU 3

Le meilleur échantillon est le N° 9. L'écart maximum est de 8/100 mm.

Pour déterminer les coefficients de Lamé à coeur de cet échantillon, nous utilisons des ondes de volume dont nous calculons la vitesse de propagation par une méthode de superposition des échos mise en point au Laboratoire par Martine CHASTAGNER (34).

1.3.1. Principe de mesure de vitesse d'ondes ultrasonores

Les mesures de vitesse d'ondes acoustiques dans les matériaux sont généralement effectuées en utilisant des méthodes de superposition de trains d'ondes.

Soit un échantillon de longueur L muni à ses deux extrémités de transducteurs électroacoustiques fonctionnant respectivement en émetteur et récepteur (fig. 23), on applique au transducteur émetteur des trains d'ondes successifs $I_1, I_2 \dots$ séparés par l'intervalle T . Au niveau du transducteur récepteur, on obtient pour chaque train d'ondes émis I_i un signal direct D_i et des échos successifs $E_1^{(i)}, E_2^{(i)}, \dots$ correspondant à 1, 2, ... allers et retours dans l'échantillon.

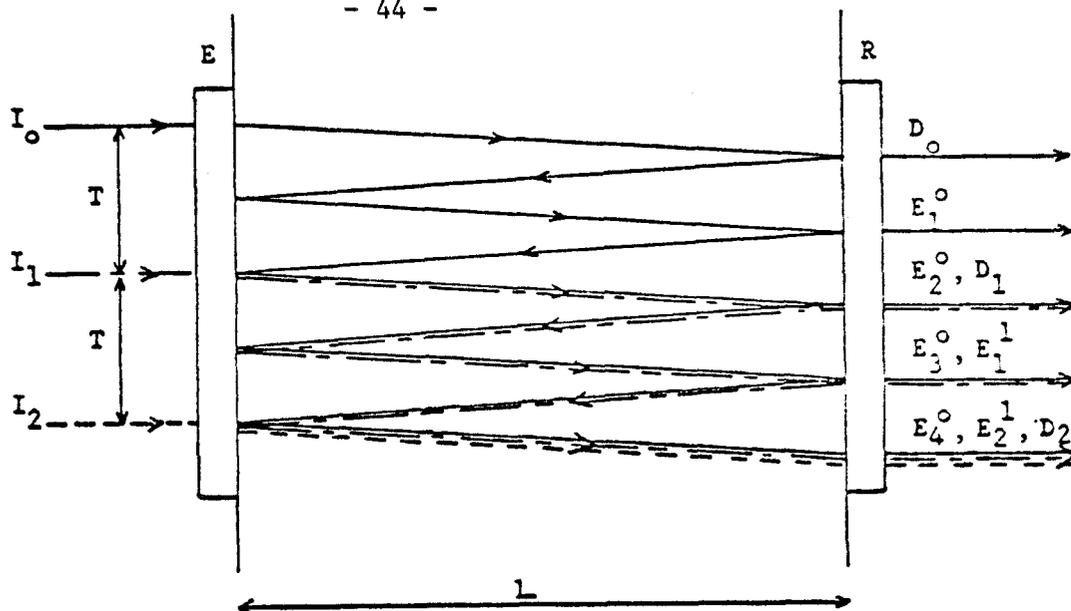


Figure 23 - Schéma de principe

Superposition de D_2 et E_2^1 avec interférence du signal parasite E_4^0
 (Les obliquités de rayons n'ont pour but que de distinguer les réflexions)

On règle la fréquence de répétition $F = \frac{1}{T}$ des trains d'ondes de telle sorte que le signal direct (D_1) dû à l'émission I_1 coïncide avec l'un des échos de rang j (E_j^{i-1}) dû à l'émission I_{i-1} (cf. illustration fig. 23).

On en déduit alors la vitesse de propagation

$$v = \frac{2jL}{T} = 2jLF$$

Cependant si l'absorption U.S. est faible, chaque train d'ondes donne naissance à un grand nombre d'échos successifs et, si l'on cherche à superposer des signaux relatifs à des valeurs de j assez faibles, donc pour des émissions rapprochées, des échos de rang élevé venant d'impulsions antérieures viendront interférer avec les signaux utiles : ex : E_4^0 avec D_2 , E_2^1 . Les divers échos présentent alors des déphasages complexes et il en résulte une instabilité (jitter) gênante au cours de l'observation à l'oscilloscope.

En conséquence, nous avons pallié cette difficulté en n'émettant que des "paires" d'impulsions ($I_1 I_2$) d'écart suffisant pour éliminer toute interférence entre signaux émis de paires successives. Ces trains d'onde seront générés à partir d'un oscillateur bloqué (et non d'un oscillateur à porte) car il est indispensable que la phase de départ de l'onde HF soit calée par rapport à sa modulation BF pour que la superposition ait

un sens : ces deux propriétés sont exprimées par le terme de générateur de "rafales synchrones".

Enfin pour faciliter l'observation à l'oscilloscope de la superposition des signaux, des impulsions de déclenchement convenables permettent de visualiser, au choix de l'opérateur, l'une des combinaisons suivantes :

- signal "somme" constitué de l'addition du signal direct D_2 et de l'écho E_j^1 devenus indiscernables (signal A + B)
- signal "somme", signal direct et écho (A + B, A et B)
- signal direct et écho (A et B)

1.3.2. Mesure en ondes longitudinales

Les céramiques piézoélectriques (Titanate PZT8) étaient fixées au centre de deux faces latérales opposées de l'échantillon N° 9 par un liant (Cyanolite) comme indiqué sur la figure 22.

On prend $L = 60,00 \pm 0,02$ mm (moyenne de $L_{5,6}$ et $L_{5,6'}$ du Tableau 3).

Les résultats sont présentés dans le Tableau 4(a) :

j	F(KHz)	$V_L = 2jLF$ (m/s)
1	48,940	5872.8
2	24,425	5862.0

TABLEAU 4 (a)

Les différences entre les valeurs de V_L proviennent essentiellement de la difficulté à observer à l'oscilloscope la superposition des échos.

On prendra alors :

$$V_L = 5867,4 \pm 5,4 \text{ m/s}$$

1.3.3. Mesure en ondes transversales

Le dispositif expérimental est le même, hormis les céramiques qui sont polarisées de manière à produire des ondes transversales. Les résultats sont présentés dans le tableau 4(b).

j	F(KHz)	$V_T = 2jLF(m/s)$
1	28,738	3448.6
2	14,405	3457.2

TABLEAU 4(b)

On prendra :

$$V_T = 3452,9 \pm 4,3 \text{ m/s}$$

1.3.4. Calcul des coefficients de Lamé λ et μ

En fonction des vitesses de propagation des ondes de volume longitudinales ou transversales, les coefficients de Lamé s'expriment par les formules suivantes :

$$\lambda = \rho (V_L^2 - 2V_T^2)$$

$$\mu = \rho V_T^2$$

et

$$\Delta\lambda = \Delta\rho (V_L^2 - 2V_T^2) + 2\rho (V_L\Delta V_L + 2V_T\Delta V_T)$$

$$\Delta\rho = \Delta\rho V_T^2 + 2\rho V_T\Delta V_T$$

Il en résulte :

$$\lambda = 26,73 \text{ GPa} \pm 0,32 \text{ GPa}$$

$$\mu = 30,12 \text{ GPa} \pm 0,09 \text{ GPa}$$

ou encore puisque λ et μ sont communément exprimés en Kgp/mm^2 :

$$\lambda = 2725 \pm 33 \text{ Kgp/mm}^2$$

$$\mu = 3070 \pm 9 \text{ Kgp/mm}^2$$

2. MESURES EN ONDES DE SURFACE

Les échantillons trempés de forme parallélépipédique ont tout d'abord été métallisés sur les faces trempées afin d'améliorer le coefficient de réflexion (figure 24).

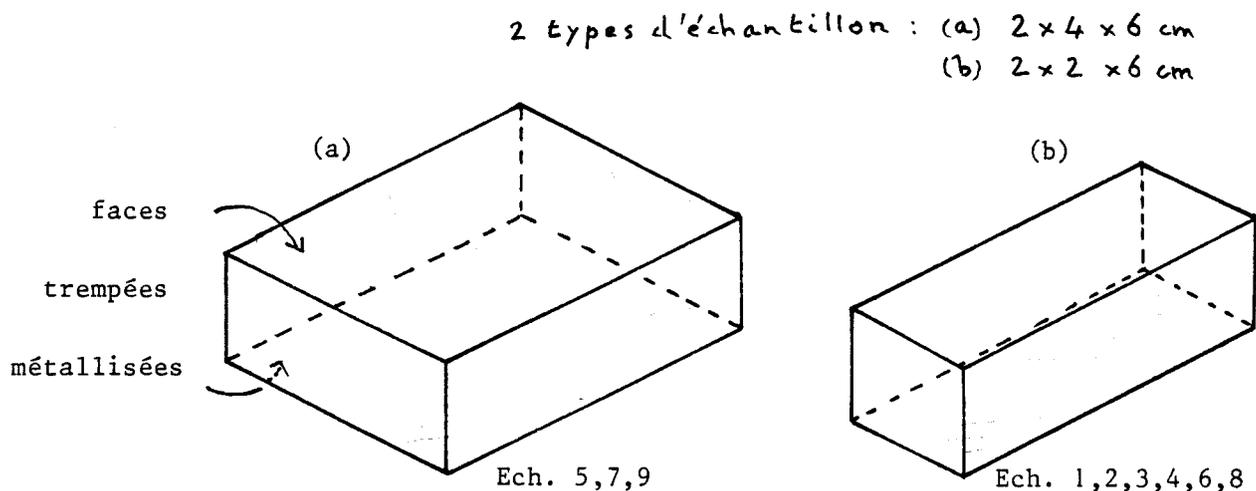


Figure 24

2.1. Contrôle à une fréquence de l'homogénéité de la trempe

Afin de vérifier si la trempe était identique sur les deux faces opposées, nous avons effectué une mesure de vitesse d'onde de surface, à une fréquence (17 MHz) sur chacune des faces des différents échantillons.

La détermination d'une vitesse s'effectue par le calcul de la moyenne de 50 mesures individuelles comme le montrent les Tableaux 5(a) et 5(b) : exemple de l'échantillon N° 2.

Echantillon	Transducteur	Fréquence	Précomptage	Comptage	Tension moteur	Tension PhotoX.	Niveau peigne émetteur	Niveau peigne récepteur			
N° 2 Face A	Quartz	16,97 MHz	17 périodes	30 périodes	9 v	1300 v	12 v	140 mV			
Longueur de défilement - sens de parcours ↑ ou ↓							Flux moyen : $V_{\phi} = 5 \text{ à } 6 \text{ v}$				
↑	5613	5618	5616	5610	5608	5617	5616	5617	5616	5618	Moyennes : + 5623,64 μm + 5600,60 μm Ecarts types : + 7,50 μm + 1,95 μm Vitesses : + 3181,11 m/s = 4,24 m/s + 3168,07 m/s = 1,10 m/s
↓	5602	5606	5602	5604	5603	5602	5600	5605	5604	5600	
↑	5620	5623	5634	5617	5622	5617	5628	5622	5630	5624	
↓	5601	5600	5600	5600	5601	5600	5601	5601	5599	5599	
↑	5627	5629	5531	5625	5628	5624	5627	5619	5619	5631	
↓	5601	5603	5599	5604	5599	5599	5601	5603	5599	5599	
↑	5624	5637	5622	5627	5627	5619	5627	5624	5624	5632	
↓	5603	5599	5599	5599	5600	5599	5599	5598	5600	5600	
↑	5619	5630	5628	5622	5630	5627	5612	5622	5626	5652	
↓	5601	5601	5600	5601	5599	5598	5602	5598	5600	5599	

TABLEAU 5 (a)

Echantillon	Transducteur	Fréquence	Précomptage	Comptage	Tension moteur	Tension PhotoX.	Niveau peigne émetteur	Niveau peigne récepteur			
N° 2 Face B	Quartz	16,97 MHz	17 périodes	30 périodes	9 v	1400 v	16 v	140 mV			
Longueur de défilement - sens de parcours ↑ ou ↓							Flux moyen : $V_{\phi} = 6 \text{ v}$				
↑	5612	5618	5604	5601	5605	5606	5604	5604	5599	5610	Moyennes : + 5607,40 μm + 5599,72 μm Ecarts types : + 4,32 μm + 1,05 μm Vitesses : + 3171,92 m/s ± 2,45 m/s + 3167,57 m/s ± 0,59 m/s
↓	5600	5600	5600	5599	5600	5601	5600	5600	5600	5600	
↑	5603	5603	5604	5603	5609	5610	5603	5612	5610	5609	
↓	5600	5600	5600	5600	5600	5600	5598	5598	5598	5598	
↑	5611	5603	5615	5612	5613	5615	5607	5608	5616	5610	
↓	5602	5601	5600	5597	5597	5601	5599	5598	5598	5600	
↑	5608	5605	5607	5599	5610	5604	5610	5598	5607	5608	
↓	5600	5601	5599	5599	5598	5598	5600	5600	5600	5601	
↑	5607	5607	5607	5609	5606	5605	5609	5608	5606	5609	
↓	5601	5600	5600	5600	5601	5600	5600	5601	5600	5600	

TABLEAU 5 (b)



L'ensemble des valeurs de vitesse des ondes de surface à 17 MHz est par ailleurs présenté dans le Tableau 6.

F R E Q U E N C E : 17 MHz				
N° Echantillon	face	Vitesse (m/s) selon sens de défilement		face retenue
		→	←	
1	A	3158,43 ± 3,16	3154,40 ± 0,70	B
	B	3157,52 ± 4,28	3157,12 ± 2,19	
2	A	3181,11 ± 4,24	3168,07 ± 1,10	B
	B	3171,92 ± 2,45	3167,57 ± 0,59	
3	A	3169,52 ± 3,35	3166,81 ± 2,03	A
	B	3171,13 ± 4,84	3163,78 ± 1,51	
4	A	3168,38 ± 3,42	3159,78 ± 1,17	B
	B	3163,34 ± 3,37	3158,64 ± 1,54	
5	A	3167,48 ± 5,17	3162,76 ± 1,11	B
	B	3160,14 ± 2,97	3156,82 ± 1,30	
6	A	3187,69 ± 6,14	3178,56 ± 6,19	B
	B	3182,43 ± 2,28	3178,49 ± 1,59	
7	A	3186,90 ± 2,20	3186,89 ± 0,96	A
	B	3192,31 ± 3,96	3183,90 ± 0,83	
8	A	3194,03 ± 3,60	3179,17 ± 1,23	B
	B	3190,08 ± 5,04	3180,60 ± 1,99	
9	A	3205,11 ± 4,27	3185,73 ± 1,32	B
	B	3193,73 ± 7,74	3189,43 ± 1,34	



TABLEAU 6

On remarque que les mesures dans le sens \rightarrow sont toujours plus élevées que celles dans le sens \leftarrow (cf. chap. 3). Il en est de même pour la dispersion des mesures, exception faite toutefois pour l'échantillon 6, face A, où la dispersion est semblable (6,14 m/s et 6,19 m/s).

Les mesures effectuées dans le sens \leftarrow donnent par ailleurs des résultats assez semblables pour chacune des faces d'un même échantillon, excepté pour les échantillons 5, 7 et 9 où le recouvrement n'est pas atteint, ce qui montre que la trempe est relativement homogène sur les faces opposées. Pour la suite de l'étude, les échantillons ont donc été testés sur une seule face choisie en fonction du critère suivant : on prend comme face de référence celle qui a donné l'écart minimum entre les vitesses mesurées dans les deux sens de déplacement (cf. Tableau 6), la mesure retenue étant toujours celle effectuée dans le sens \leftarrow puisque c'est la plus précise.

2.2. Mesures à différentes fréquences

Chaque fréquence a nécessité la réalisation de deux peignes interdigités gravés sur quartz ou titanate - on emploie de préférence des quartz en hautes fréquences - par un procédé de photogravure à l'aide d'un masque photographique obtenu par réduction d'un dessin tracé par l'intermédiaire d'un micro calculateur.

Les fréquences obtenues sont : 1,45 ; 2,71 ; 5,00 ; 6,85 ; 11,33 ; 17,00 MHz.

Chaque mesure de vitesse, comme pour le test à 17 MHz, est obtenue par moyenne de 50 mesures individuelles dans le sens \leftarrow . L'ensemble des résultats est présenté dans le Tableau 7.

On constate très facilement que la gamme de variation de la vitesse de propagation des ondes de surface n'est pas la même suivant la nature de la trempe :

- Trempe thermique $3141 \text{ m/s} < V_R < 3184 \text{ m/s}$
- Trempe chimique $3181 \text{ m/s} < V_R < 3225 \text{ m/s}$

ce qui fournit a priori un critère qualitatif pour classer les échantillons.

CHAPITRE 5

ANALYSE ET INTERPRETATION DES RESULTATS

1. DISPERSION DE VITESSES MESUREES ET CALCULEES

1.1. Allure générale

Les résultats théoriques et expérimentaux sont présentés sous forme de graphes (figures 25 à 33) pour les divers échantillons de verre trempé :

:: thermiquement (Ech. 1 à 5, fig. 25 à 29)

:: chimiquement (Ech. 6 à 9, fig. 30 à 33)

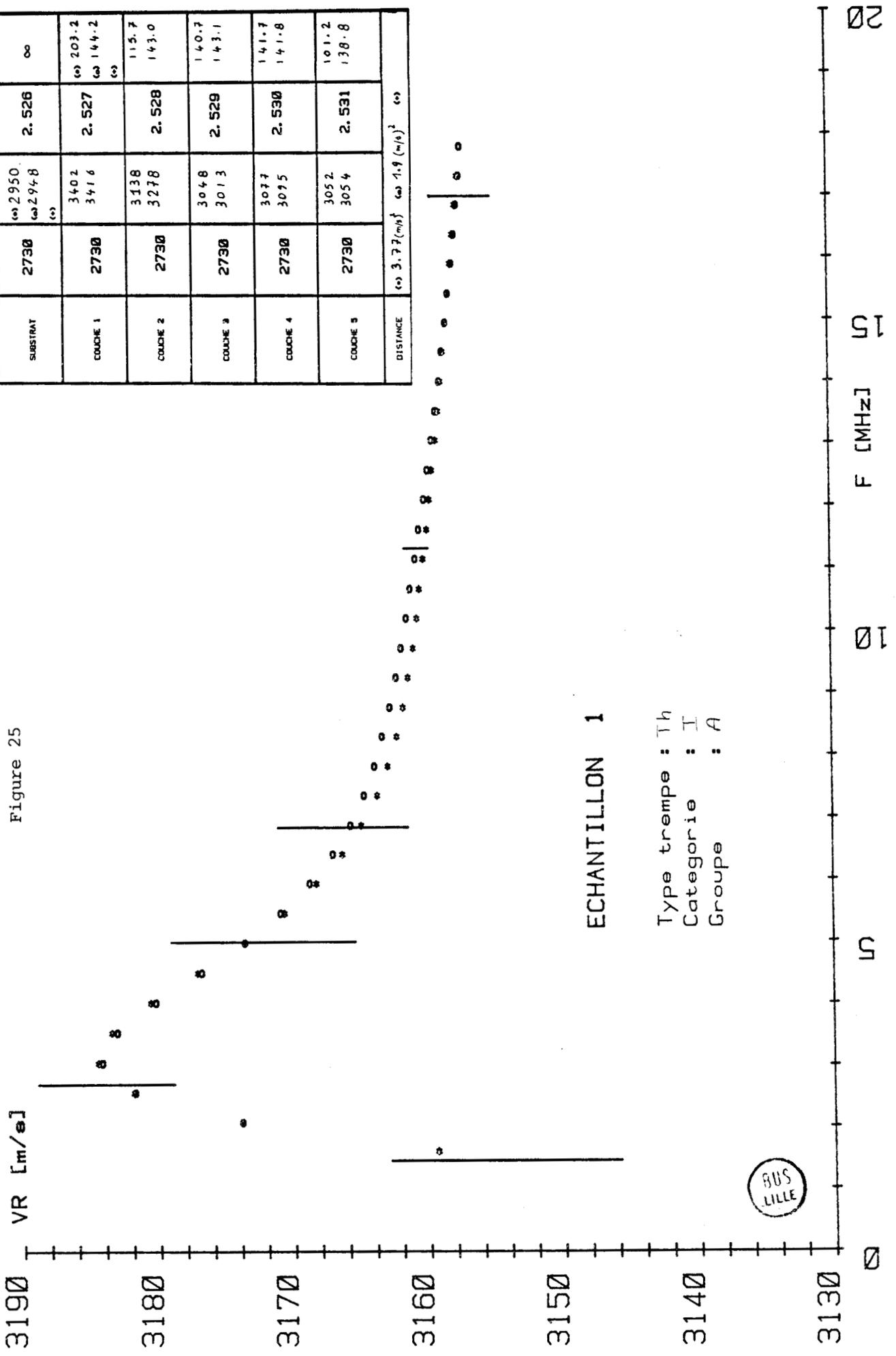
sur chaque figure, les vitesses expérimentales sont représentées avec leurs rectangles d'erreur (réduits à des traits car l'erreur en fréquence est négligeable à l'échelle considérée). Nous avons en général proposé pour chaque échantillon 3 interprétations théoriques correspondant aux solutions du programme pour des distances de convergence voisines définies par la formule (cf. ch. 2)

$$D_{Th} = \sum_{j=1}^{NPTS} (VM_j - VE_j)^2$$

dont les valeurs sont précisées dans un tableau indiquant également les valeurs trouvées des paramètres λ , μ , ρ et E pour les 5 couches et le substrat.

On notera la diversité des résultats obtenus. Un premier classement des échantillons peut ainsi être opéré par l'examen de l'allure des courbes.

Figure 25



ECHANTILLON 1

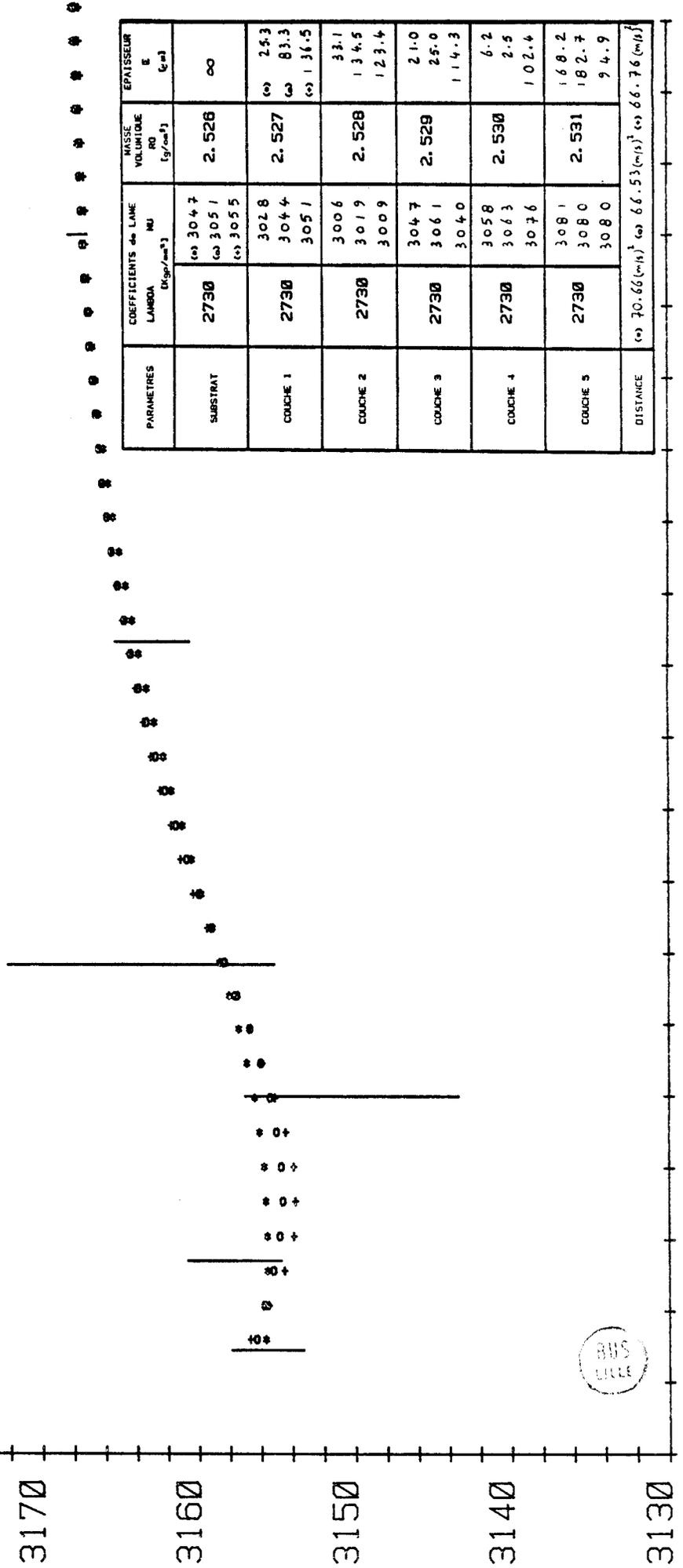
Type trempe : Th
 Catégorie : I
 Groupe : A

PARAMETRES	COEFFICIENTS de LAME LAMBDA (kgp/mm ²)	MU (kgp/mm ²)	MASSE VOLUMIQUE RO (g/cm ³)	EPAISSEUR E (µm)
SUBSTRAT	2730 (*) 2950 (*) 2948 (*)		2.526	∞
COUCHE 1	2730	3402 3416 (*)	2.527	(*) 203.2 (*) 144.2 (*)
COUCHE 2	2730	3138 3278	2.528	115.7 143.0
COUCHE 3	2730	3048 3013	2.529	140.7 143.1
COUCHE 4	2730	3077 3095	2.530	141.7 141.8
COUCHE 5	2730	3052 3054	2.531	101.2 138.8
DISTANCE	(*) 3.72 (cm/s) (*) 1.9 (m/s) ² (*)			

3190 VR [m/s]

ECHANTILLON 2

Type trempe : Th
Categorie : II
Groupe : B



3180
3170
3160
3150
3140
3130

10 15

F [MHz]

20

3190 VR [m/e]

3180

3170

3160

3150

3140

3130

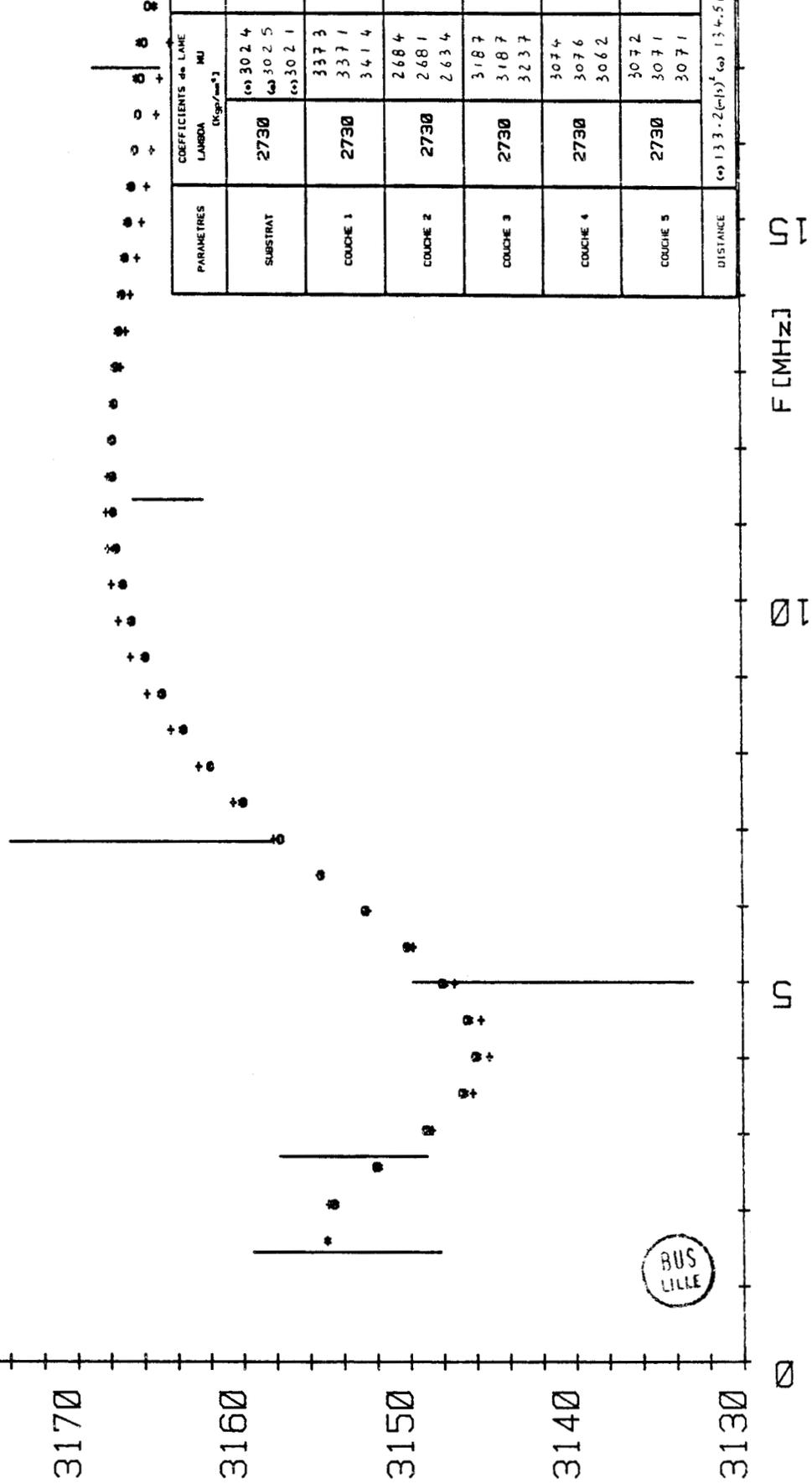
Figure 27

ECHANTILLON 3

Type trempe : Th

Categorie : IV

Groupe : C



PARAMETRES	COEFFICIENTS de LAINE LAMBDA [Kgr/cm ³]	MAISSE VOLUMIQUE RO [g/cm ³]	EPAISSEUR E [cm]
SUBSTRAT	2730 (*) 30 2 4 (*) 30 2 5 (*) 30 2 1	2.526	∞
COUCHE 1	2730 337 3 337 1 341 4	2.527	(*) 201.6 (*) 199.6 (*) 205.5
COUCHE 2	2730 268 4 268 1 263 4	2.528	159.7 156.5 159.2
COUCHE 3	2730 318 7 318 7 323 7	2.529	120.5 118.5 121.1
COUCHE 4	2730 307 4 307 6 306 2	2.530	110.4 106.4 98.6
COUCHE 5	2730 307 2 307 1 307 1	2.531	78.8 84.9 81.7
DISTANCE	(*) 13.3 - 2(*)15) (*) 13.4 - 5(*)15) (*) 12.5 - 8(*)15)		

F [MHz]

10

20

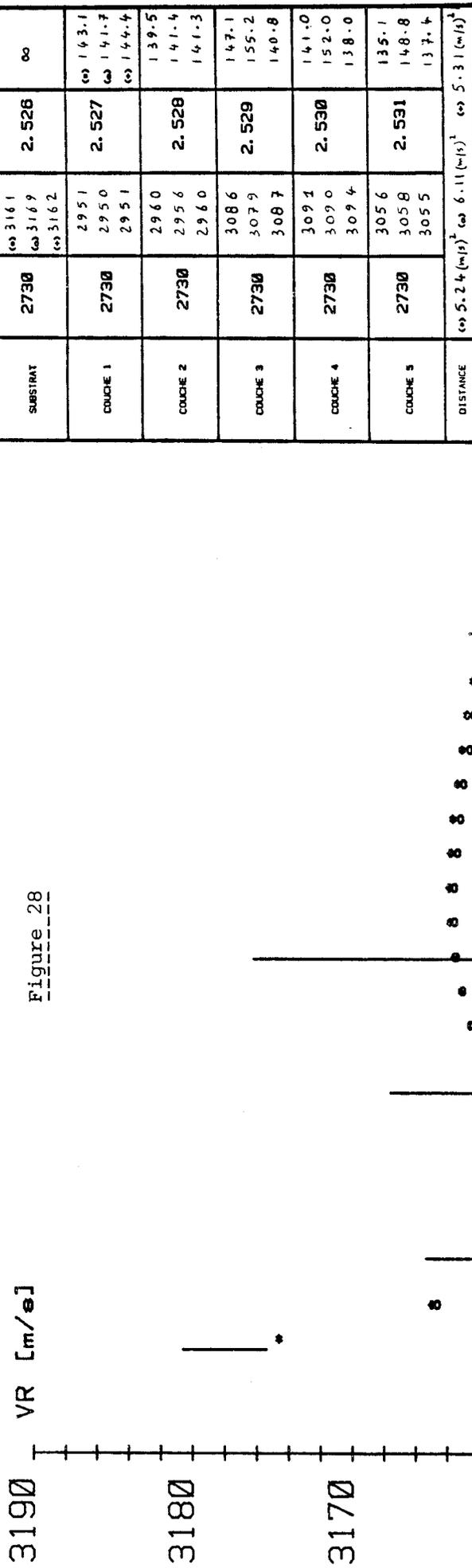
10

20

BUS
LILLE

VR [m/s]

Figure 28



ECHANTILLON 4

Type trempe : Th

Categorie : II

Groupe : A



VR [m/s]

3190

3180

3170

3160

3150

3140

3130

Figure 29

ECHANTILLON 5
 Type trempé : Th
 Catégorie : IV
 Groupe : C

BUS
LILLE

0

5

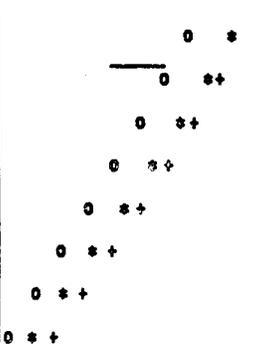
10

15

F [MHz]

20

PARAMETRES	COEFFICIENTS de LAME LAMBDA (kgp/mm ²)		MUSCLE VOLUME MO (g/cm ³)	EPAISSEUR E (μm)
	2730	(*) 2895 (*) 2910 (*) 2905		
SUBSTRAT	2730	4530	2.526	∞
COUCHE 1	2730	4100	2.527	(*) 145.0
		4206		(*) 160.0 (*) 152.4
COUCHE 2	2730	2979	2.528	149.0
		2948		154.0
		3029		148.1
COUCHE 3	2730	2739	2.529	160.0
		2821		146.9
		2765		158.5
COUCHE 4	2730	3259	2.530	151.0
		3241		132.9
		3247		146.3
COUCHE 5	2730	3016	2.531	124.0
		3020		118.9
		3016		123.5
DISTANCE	(*) 343 (m/s) ²	(*) 380 (m/s) ²	(*) 366 (m/s) ²	



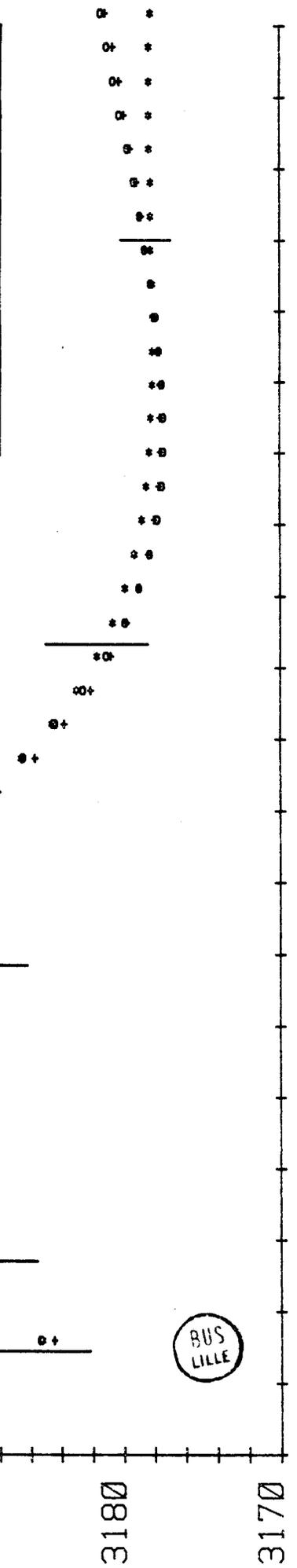
3230
3220
3210
3200
3190
3180
3170

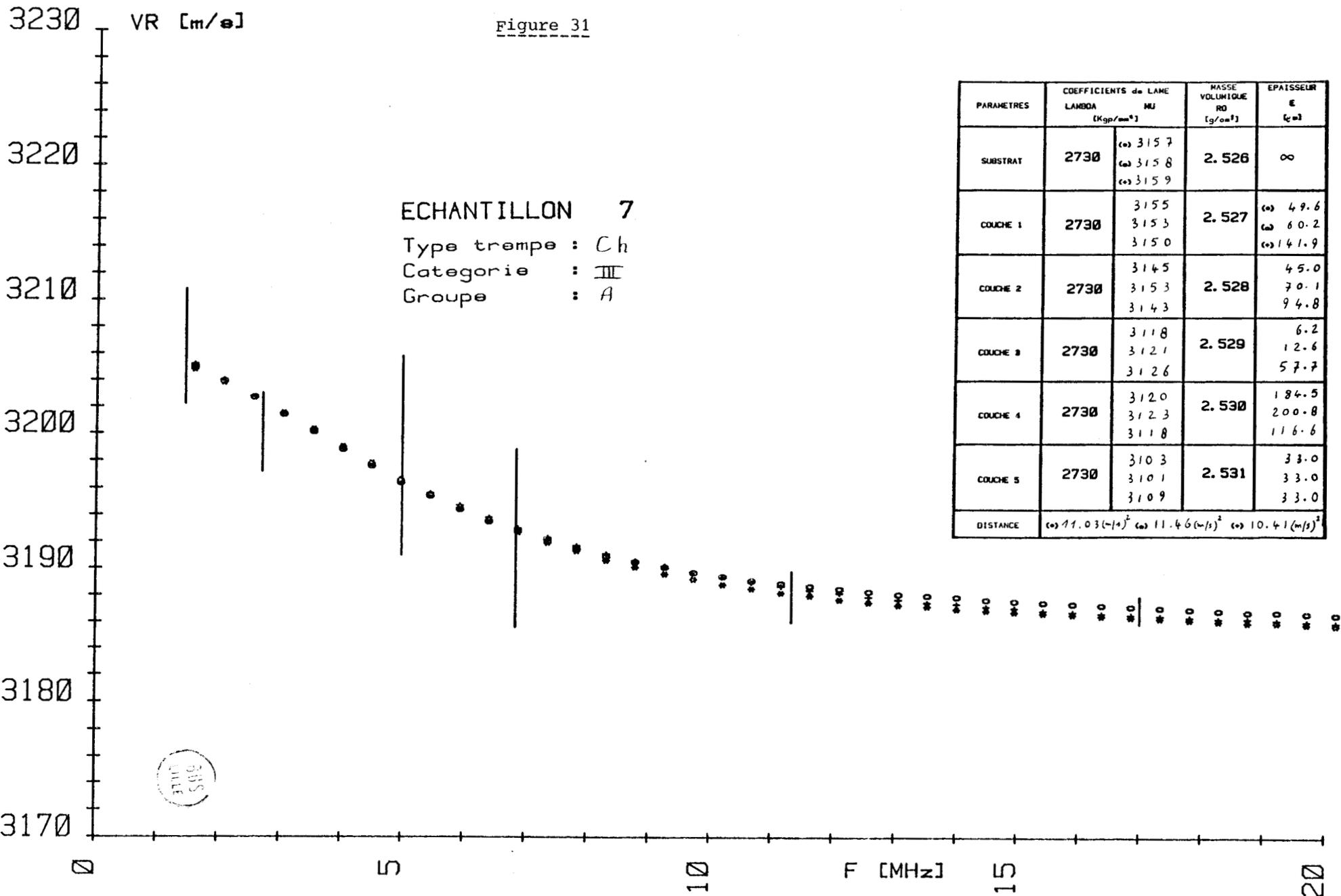
Figure 30

ECHANTILLON 6

Type trempé : Ch
Categorie : I
Groupe : C

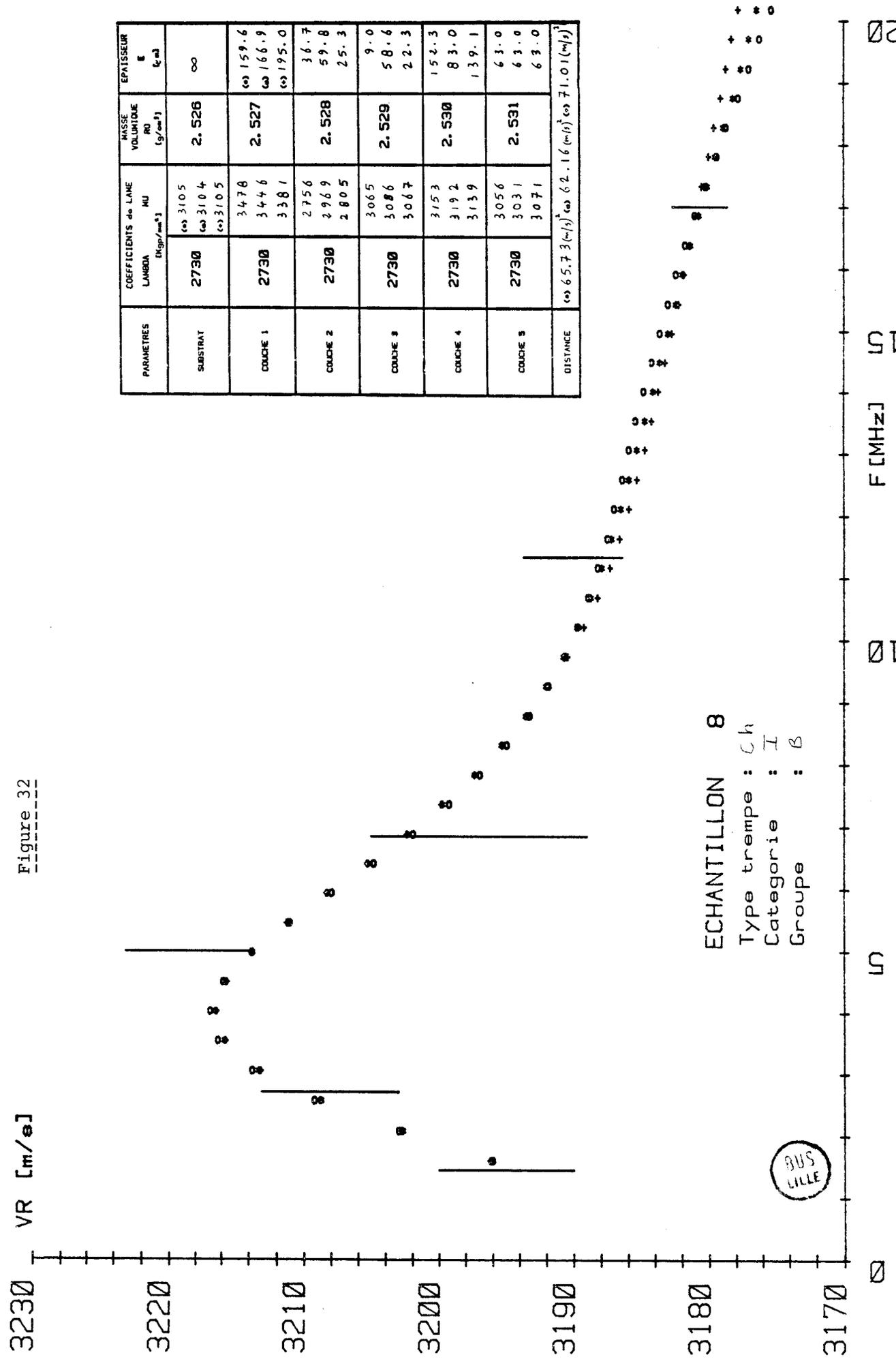
PARAMETRES	COEFFICIENTS de LAME LAMBDA [Kgr/mm ²]	MASSE VOLUMIQUE RO [g/cm ³]	EPAISSEUR E [cm]
SUBSTRAT	2730 (*) 308.5 (*) 308.5 (*) 307.8	2.526	∞
COUCHE 1	3080 3076 3738	2.527 (*) 109.8 (*) 93.7 (*) 95.2	
COUCHE 2	2730 3633 3409 2974	2.528 115.4 180.2 92.3	
COUCHE 3	2730 2883 2781 3170	2.529 67.1 45.0 14.0	
COUCHE 4	2730 3128 3120 3077	2.530 123.8 104.1 110.3	
COUCHE 5	2730 3046 3118 3191	2.531 33.0 33.0 33.0	
DISTANCE	(*) 2.31.7 (m/s) ² (*) 2.37.1 (m/s) ² (*) 2.38.6 (m/s) ²		





PARAMETRES	COEFFICIENTS de LAME		MASSE VOLUMIQUE R0 [g/cm ³]	EPAISSEUR E [μm]
	LAMBDA [Kgp/mm ²]	MU		
SUBSTRAT	2730	(*) 3157 (*) 3158 (*) 3159	2.526	∞
COUCHE 1	2730	3155 3153 3150	2.527	(*) 49.6 (*) 60.2 (*) 141.9
COUCHE 2	2730	3145 3153 3143	2.528	45.0 70.1 94.8
COUCHE 3	2730	3118 3121 3126	2.529	6.2 12.6 57.7
COUCHE 4	2730	3120 3123 3118	2.530	184.5 200.8 116.6
COUCHE 5	2730	3103 3101 3109	2.531	33.0 33.0 33.0
DISTANCE	(*) 11.03 (m/s) ² (*) 11.46 (m/s) ²		(*) 10.41 (m/s) ²	

Figure 32



ECHANTILLON 8
 Type trempé : Ch
 Catégorie : I
 Groupe : B



VR [m/s]

3230

3220

3210

3200

3190

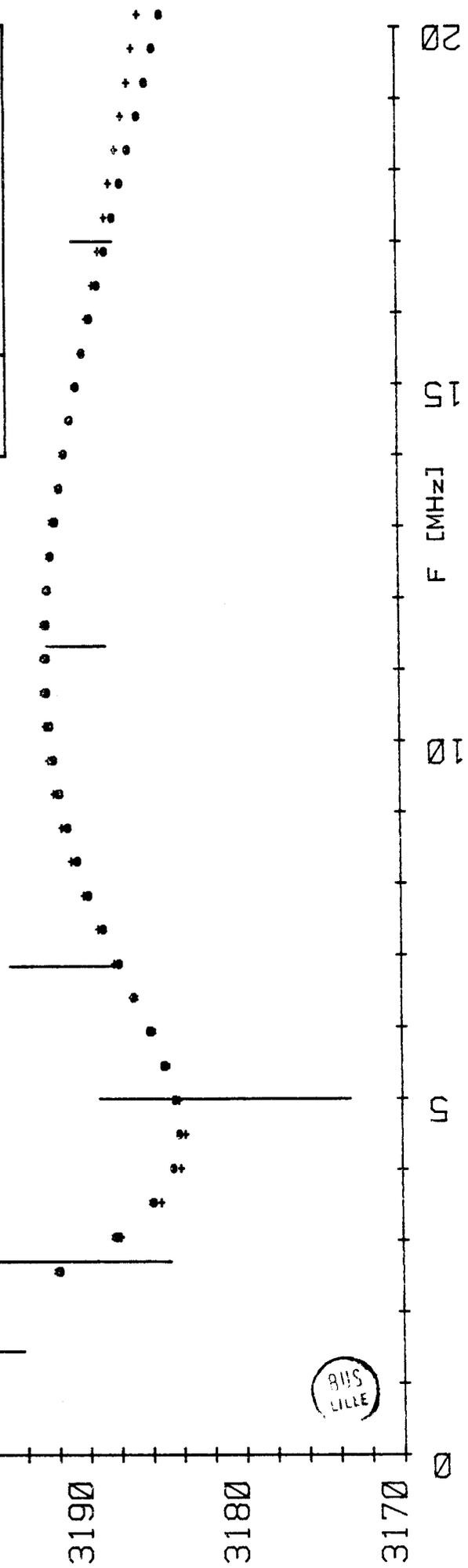
3180

3170

ECHANTILLON 9
 Type trempé : Ch
 Catégorie : II
 Groupe : A

Figure 33

PARAMETRES	COEFFICIENTS de LAINE LAMBDA (kg/m ³)	MU	MASSIC VOLUMIQUE rho (g/cm ³)	EPAISSEUR e (cm)
SUBSTRAT	2730	(*) 3171 (**) 3173 (***) 3173	2.526	∞
COUCHE 1	2730	3079 3078 3116	2.527	(*) 88.0 (**) 99.5 (***) 1.9
COUCHE 2	2730	3038 3040 2998	2.528	140.4 124.2 158.0
COUCHE 3	2730	3152 3133 3154	2.529	103.6 114.2 199.5
COUCHE 4	2730	3159 3161 3120	2.530	94.9 108.1 25.6
COUCHE 5	2730	3081 3080 3101	2.531	63.0 63.0 63.0
DISTANCE	(*) 29.08 (m/s) (**) 29.54 (m/s) (***) 27.03 (m/s)			



Certaines courbes présentent un maximum unique bien marqué (Ech. 1, 6, 8 - catégorie I) ; d'autres, un minimum principal et un minimum secondaire atténué (Ech. 4, 9 - catégorie II) allant jusqu'à une allure de croissance quasi continue (2 - catégorie II). Un échantillon enfin (7 - catégorie III) donne une courbe d'allure continuellement décroissante et deux autres (Ech. 3, 5 - catégorie IV) présentent deux maxima et un minimum très marqués (au moins pour 5, le premier maximum n'étant que suggéré pour 3, vers 2 MHz).

L'allure des courbes ne semble pas liée à la nature de la trempe puisque les catégories I et II contiennent des échantillons des deux types. On notera toutefois que, quoique de forme semblable, les dispersions se situent dans des gammes de vitesses différentes : toutes les vitesses étant comprises dans la bande 3130 m/s - 3190 m/s pour la trempe thermique et 3180 m/s - 3230 m/s pour la trempe chimique. Ces valeurs de vitesse s'accordent avec celles de BUCARO et DAVIS (3) Fig. 34 . Il faut toutefois souligner que ces derniers ne trouvaient pas de variations de vitesse significatives pour une trempe thermique (aucune mesure n'étant effectuée au-dessous de 5 MHz) contrairement à nous et qu'en trempe chimique, ils ne signalent qu'une décroissance continue, peut-être compatible avec nos résultats pour 6 et 8 (au-dessus de 5 MHz) mais pas pour 9.

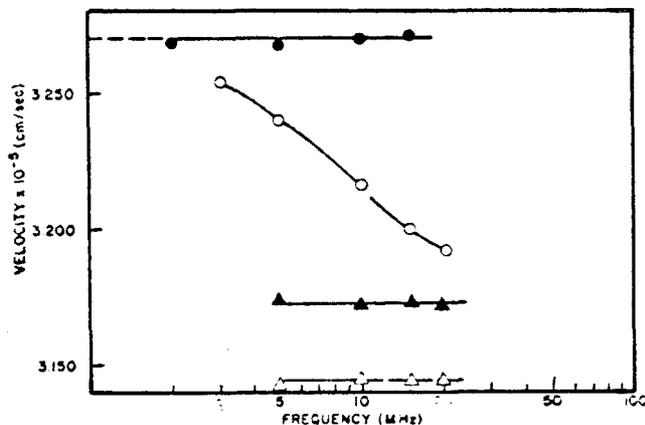


Figure 34 - Vitesse de l'onde de Rayleigh en fonction de la fréquence (3) . Mixed-alkali alumina-silicate glass: ●, untreated; ○, ion exchanged. Soda-lime glass: ▲, untreated; △, thermally quenched.

On peut se demander par ailleurs, en examinant qualitativement l'écart entre les courbes théoriques et les points expérimentaux (par exemple sur 6 ou 8, le maximum mesuré n'est qu'imparfaitement atteint), si le modèle ne peut pas être amélioré en augmentant le nombre de couches. Cet essai réalisé sur l'échantillon N° 8Ch a été effectué à l'aide d'un modèle comprenant 7 couches au lieu de 5.

Les résultats sont présentés sur la figure 35 :

- les ronds (o) représentent la courbe théorique de distance minimale pour le modèle à 5 couches [$D_5 : 62,16 \text{ (m/s)}^2$]
- les points (.) figurent la meilleure solution trouvée pour un modèle à 7 couches [$D_7 = 74,15 \text{ (m/s)}^2$].

On constate que les 2 courbes sont finalement très semblables alors que la distance D_7 est légèrement supérieure à D_5 ce qui signifie que le modèle à 7 couches (en l'absence de points expérimentaux supplémentaires) n'apporte rien de neuf et nous en sommes restés à un modèle à 5 couches pour l'étude des autres échantillons.

Le classement effectué par catégories d'allure étant purement qualitatif, nous proposons maintenant une autre approche basée sur un concept de "distance expérimentale".

1.2. Comparaison des distances théoriques et expérimentales

Par analogie avec la notion de distance théorique D_{Th} précédemment rappelée, nous pouvons définir une distance expérimentale par la formule suivante :

$$D_{ex} = \sum_{j=1}^{NPTS} (\Delta V_E)_j^2$$

où $(\Delta V_E)_j$ est l'incertitude attachée au point expérimental j . et nous comparons pour chaque échantillon (Tableau 8) les fourchettes extrêmes de distances théoriques obtenues à cette distance expérimentale.

Nous pouvons alors classer les échantillons en trois groupes :

- groupe A : le modèle est bien adapté ; la distance théorique est très inférieure à la distance expérimentale : échantillons 1Th, 4Th, 7Ch et 9Ch
- groupe B : le modèle est adapté ; la distance théorique est inférieure à la distance expérimentale mais moins nettement : échantillons 2Th et 8Ch.
- groupe C : le modèle ne semble qu'approché : la distance théorique est de l'ordre de grandeur de la distance expérimentale : échantillon 3Th, 5Th et 6Ch.

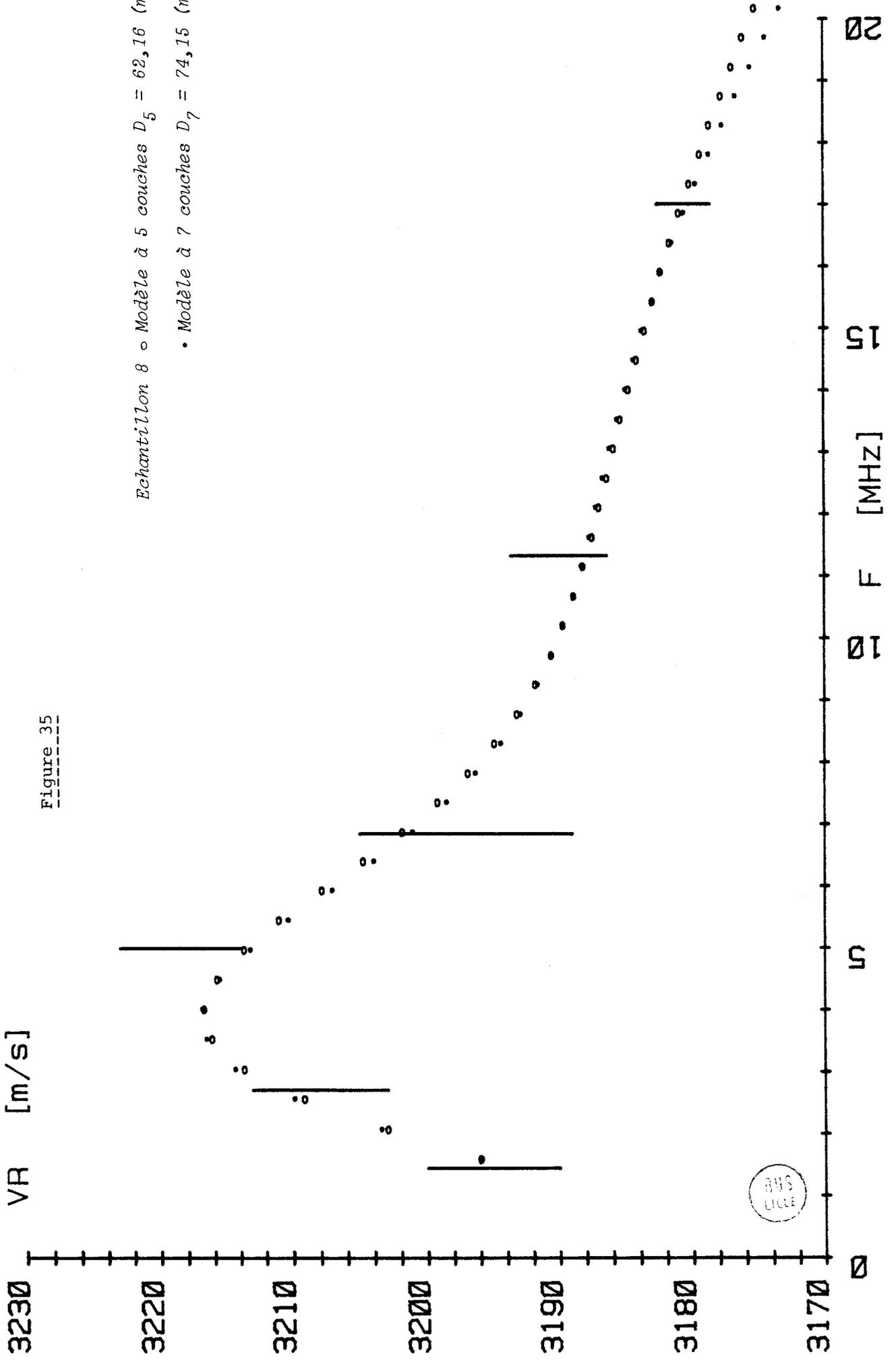


Figure 35

Echantillon 8 • Modèle à 5 couches $D_5 = 62,16 \text{ (m/s)}^2$
 • Modèle à 7 couches $D_7 = 74,15 \text{ (m/s)}^2$

	N° Echantillon	Distances théoriques (valeurs extrêmes) (m/s) ²		Distance expérimentale (m/s) ²	Groupe		
					A	B	C
T H E R M I Q U E	1	1.9	3.77	172.18	X		
	2	66.53	70.66	138.90		X	
	3	125.8	134.5	192.10			X
	4	5.24	6.11	255.76	X		
	5	343.	380.	363.77			X
C H I M I Q U E	6	231.7	238.6	262.03			X
	7	10.41	11.46	129.83	X		
	8	62.16	71.01	151.21		X	
	9	27.03	29.54	221.06	X		

TABLEAU 8



Mais ce critère est néanmoins insuffisant pour conclure réellement. En effet, les résultats montrent qu'il existe en général plusieurs solutions de distances semblables mais dont les paramètres diffèrent notablement : par exemple, pour l'échantillon 1Th, les distances théoriques sont si faibles que l'on peut dire que les courbes calculées passent exactement par les 6 points expérimentaux ; néanmoins le coefficient μ_2 (couche 2) n'est connu qu'à 2,2 % (a) (cf. fig. 25) et les épaisseurs des couches 1, 2 et 5 ne sont pas déterminées à mieux que 10,5 % (a).

Cela ne doit pas nous étonner puisque nous avons cherché à adapter 11 paramètres en ne disposant que de 6 points expérimentaux et dans ce cas il est exclu que la solution soit unique (il en existe d'ailleurs probablement d'autres que nous n'avons pas déterminées).

Maintenant que nous avons procédé à un classement des échantillons, examinons la précision obtenue sur les paramètres à identifier.

2. DISPERSION DES PARAMETRES

2.1. Cas des coefficients de Lamé μ

Nous examinons les dispersions des coefficients de Lamé μ_i (calculées à partir des 2 ou 3 solutions théoriques obtenues). Les indices sont numérotés de 0 pour le substrat à 5 pour la couche superficielle. Les résultats sont regroupés au Tableau 9 où l'on a encadré les écarts relatifs les plus importants : les types de trempe thermique ou chimique sont rappelés pour les lettres Th ou Ch, ainsi que les catégories (I, II, III, IV) d'allure de courbe et le groupe d'appartenance A, B ou C d'après les critères de distance.

Il apparaît très nettement que μ_0 est bien défini quel que soit l'échantillon, à 2.6% près, au plus. D'ailleurs si l'on effectue la moyenne de toutes les valeurs de μ_0 , on trouve :

$$\mu_0 = 3067.4 \text{ Kgp/mm}^2$$

Note (a) Ces valeurs seront explicitées dans les tableaux 9 et 10

Groupe	A					B					C							
	1Th I	4Th II	7Ch III	9Ch II	2Th II	8Ch I	3Th IV	5Th IV	6Ch I	1Th I	4Th II	7Ch III	9Ch II	2Th II	8Ch I	3Th IV	5Th IV	6Ch I
N° Catég.	2949 ± 1	3165 ± 4	3158 ± 1	3172 ± 1	3051 ± 4	3104,5 ± 0,5	3023 ± 2	2902,5 ± 7,5	3081,5 ± 3,5	3030,5 ± 17,5	3083 ± 4	3122 ± 4	3143,5 ± 10,5	3050,5 ± 10,5	3075,5 ± 10,5	3212 ± 25	2780 ± 41	2975,5 ± 194,5
μ_0 Kgp/mm ²	0,3 ‰	1,2 ‰	0,3 ‰	0,3 ‰	1,3 ‰	0,2 ‰	0,3 ‰	0,7 ‰	1,1 ‰	0,2 ‰	0,7 ‰	0,3 ‰	0,3 ‰	1,3 ‰	0,2 ‰	0,7 ‰	2,6 ‰	1,1 ‰
μ_1	3409 ± 7	2950,5 ± 0,5	3152,5 ± 2,5	3097 ± 19	3039,5 ± 11,5	3429,5 ± 48,5	3392,5 ± 21,5	4315 ± 215	3407 ± 331	3429,5 ± 48,5	3392,5 ± 21,5	4315 ± 215	3407 ± 331	3429,5 ± 48,5	3392,5 ± 21,5	4315 ± 215	3407 ± 331	3407 ± 331
$\frac{\Delta\mu_1}{\mu_1}$	2 ‰	0,2 ‰	0,8 ‰	6,1 ‰	3,8 ‰	1,4 ‰	6,3 ‰	5 ‰	9,8 ‰	1,4 ‰	6,3 ‰	5 ‰	9,8 ‰	1,4 ‰	6,3 ‰	5 ‰	9,8 ‰	9,8 ‰
μ_2	3208 ± 70	2958 ± 2	3148 ± 5	3019 ± 21	3012,5 ± 6,5	2862,5 ± 106,5	2659 ± 25	2988,5 ± 40,5	3303,5 ± 329,5	2862,5 ± 106,5	2659 ± 25	2988,5 ± 40,5	3303,5 ± 329,5	2862,5 ± 106,5	2659 ± 25	2988,5 ± 40,5	3303,5 ± 329,5	3303,5 ± 329,5
$\frac{\Delta\mu_2}{\mu_2}$	2,2 ‰	0,7 ‰	1,6 ‰	7 ‰	2,1 ‰	3,7 ‰	9,4 ‰	1,4 ‰	10 ‰	3,7 ‰	9,4 ‰	1,4 ‰	10 ‰	3,7 ‰	9,4 ‰	1,4 ‰	10 ‰	10 ‰
μ_3	3030,5 ± 17,5	3083 ± 4	3122 ± 4	3143,5 ± 10,5	3050,5 ± 10,5	3075,5 ± 10,5	3212 ± 25	2780 ± 41	2975,5 ± 194,5	3075,5 ± 10,5	3212 ± 25	2780 ± 41	2975,5 ± 194,5	3075,5 ± 10,5	3212 ± 25	2780 ± 41	2975,5 ± 194,5	2975,5 ± 194,5
$\frac{\Delta\mu_3}{\mu_3}$	5,8 ‰	1,3 ‰	1,3 ‰	3,3 ‰	3,4 ‰	3,4 ‰	7,8 ‰	1,5 ‰	6,5 ‰	3,4 ‰	7,8 ‰	1,5 ‰	6,5 ‰	3,4 ‰	7,8 ‰	1,5 ‰	6,5 ‰	6,5 ‰
μ_4	3086 ± 9	3092 ± 2	3120,5 ± 2,5	3140,5 ± 20,5	3067 ± 9	3165,5 ± 26,5	3069 ± 7	3250 ± 9	3102,5 ± 25,5	3165,5 ± 26,5	3069 ± 7	3250 ± 9	3102,5 ± 25,5	3165,5 ± 26,5	3069 ± 7	3250 ± 9	3102,5 ± 25,5	3102,5 ± 25,5
$\frac{\Delta\mu_4}{\mu_4}$	3 ‰	0,6 ‰	0,8 ‰	6,5 ‰	3 ‰	8,4 ‰	2,3 ‰	2,8 ‰	8,2 ‰	8,4 ‰	2,3 ‰	2,8 ‰	8,2 ‰	8,4 ‰	2,3 ‰	2,8 ‰	8,2 ‰	8,2 ‰
μ_5	3053 ± 1	3056,5 ± 1,5	3105 ± 4	3090,5 ± 10,5	3080,5 ± 0,5	3051 ± 20	3071,5 ± 0,5	3018 ± 2	3118,5 ± 72,5	3051 ± 20	3071,5 ± 0,5	3018 ± 2	3118,5 ± 72,5	3051 ± 20	3071,5 ± 0,5	3018 ± 2	3118,5 ± 72,5	3118,5 ± 72,5
$\frac{\Delta\mu_5}{\mu_5}$	0,3 ‰	0,5 ‰	1,3 ‰	3,4 ‰	0,2 ‰	6,5 ‰	0,2 ‰	0,7 ‰	2,3 ‰	6,5 ‰	0,2 ‰	0,7 ‰	2,3 ‰	6,5 ‰	0,2 ‰	0,7 ‰	2,3 ‰	2,3 ‰

TABLEAU 9



avec un écart type de 96 Kgp/mm^2 (3 %) valeur tout à fait comparable à la valeur mesurée (cf. chap. 4) :

$$\mu = 3070 \pm 9 \text{ Kgp/mm}^2$$

μ_3 , μ_4 et μ_5 sont également bien définis sauf pour les échantillons 5Th et 6Ch du groupe C. Ces derniers apparaissent d'ailleurs comme ayant le plus grand nombre de coefficients μ_i mal définis. μ_2 est de tous les coefficients celui qui est le plus mal connu (son imprécision atteint 10 % pour 6Ch).

De plus, le critère de distance est imparfait ; en effet l'échantillon 6Ch apparaît comme celui ayant la plus forte dispersion sur les coefficients μ_i bien que sa distance soit inférieure à celle de l'échantillon 5Th. Enfin, au vu de la dispersion des μ_i , on pourrait inclure l'échantillon 2Th dans le groupe A.

Les échantillons 2Th, 4Th, 7Ch et 9Ch dont tous les coefficients sont très bien définis ont des courbes à minimum (2Th, 4Th, 9Ch - cat. II) ou décroissante continuellement (7Th - cat. III). De la catégorie I à maximum seul l'échantillon 1Th a des résultats satisfaisants pour les μ_i (sauf μ_2).

2.2. Cas des épaisseurs des couches E_i

Nous effectuons la même démarche envers les épaisseurs des couches que celle précédemment définie pour les coefficients μ_i . Les résultats sont regroupés au Tableau 10 où les valeurs encadrées sont cette fois-ci les écarts relatifs les moins importants ($\leq 6,4$ %) : c'est assez dire que la tendance générale est médiocre ; les épaisseurs sont en effet nettement moins bien définies que les coefficients μ_i . Les écarts relatifs dépassent souvent 10 % et il apparaît une différence notable suivant le type d'échantillons : les épaisseurs des couches des échantillons trempés thermiquement sont en général mieux déterminées que celles des échantillons trempés chimiquement - exception faite toutefois pour l'échantillon 2. Il est probable que ceci est lié au profil des contraintes (fig. 8 chap. 1) : une allure du genre parabolique (trempe thermique) était plus facilement modélisable en couches qu'une allure abrupte (trempe chimique).

Examinons alors les résultats par type de trempe :

Groupe	A					B			C		
	1Th I	4Th II	7Ch III	9Ch II	2Th II	8Ch I	3Th IV	5Th IV	6Ch I		
N° Catégorie											
E ₁ (μm)	173,7 ± 28,5	143,05 ± 1,35	95,75 ± 46,15	50,7 ± 48,8	80,9 ± 55,6	177,3 ± 17,7	202,55 ± 2,95	152,5 ± 7,5	102,5 ± 7,3		
$\frac{\Delta E_1}{E_1}$	17 %	9,4 ‰	48 %	96 %	69 %	10 %	1,5 %	5 %	7,1 %		
E ₂	129,35 ± 13,65	140,45 ± 0,95	69,9 ± 24,9	141,1 ± 16,9	83,8 ± 50,7	42,55 ± 17,25	158,1 ± 1,6	151,05 ± 2,95	136,25 ± 43,95		
$\frac{\Delta E_2}{E_2}$	10,5 %	6,8 ‰	36 %	12 %	60 %	40 %	1 %	2 %	32 %		
E ₃	141,9 ± 1,2	148 ± 7,2	31,95 ± 25,75	151,55 ± 47,75	67,65 ± 46,65	33,8 ± 24,8	119,8 ± 1,3	153,45 ± 6,55	40,55 ± 26,55		
$\frac{\Delta E_3}{E_3}$	8,5 ‰	4,9 %	80 %	32 %	69 %	73 %	1,1 %	4,3 %	65,5 %		
E ₄	141,75 ± 0,05	145 ± 7	158,7 ± 42,1	66,85 ± 41,25	52,45 ± 49,95	117,65 ± 34,65	104,5 ± 5,9	141,95 ± 9,05	113,95 ± 9,85		
$\frac{\Delta E_4}{E_4}$	0,3 ‰	4,8 %	26 %	62 %	95 %	30 %	5,6 %	6,4 %	8,6 %		
E ₅	120 ± 18,8	141,95 ± 6,85	(*) 33	(*) 63	138,8 ± 43,9	(*) 63	81,85 ± 3,05	121,45 ± 2,55	(*) 33		
$\frac{\Delta E_5}{E_5}$	16 %	4,8 %			32 %		3,7 %	2,1 %			

* Les épaisseurs ont été fixées à partir des données fournies par la Société Saint Gobain.

TABLEAU 10



Trempe thermique : en excluant l'échantillon 2 pour lequel aucune épaisseur n'est bien définie, on constate pour les échantillons 1Th, 3Th, 4Th, 5Th que les écarts ne dépassent pas 17 %. D'autre part les valeurs absolues des épaisseurs des couches équivalentes pour 3Th, 5Th sont du même ordre de grandeur ce qui peut être lié à l'allure de leurs courbes de dispersion respectives (cat. IV).

Trempe chimique : Echantillon 6Ch à 9Ch. La précision est ici plus mauvaise et il est difficile dans ces conditions d'en déduire des conclusions valides.

- . E_1 n'est précis que pour 6Ch et 8Ch
- . E_2 est toujours défini à 40 % au plus
- . E_3 est l'épaisseur la plus mal définie
- . E_4 est bien défini sauf pour l'échantillon 9Ch (30 % au plus).

On peut remarquer que E_1 est déterminée précisément pour 6Ch et 8Ch (7,1 % et 10 % respectivement) alors que le coefficient μ_2 pour ces mêmes échantillons ne l'est pas comparativement aux autres.

3. CONCLUSION GENERALE SUR LA DETERMINATION DES PARAMETRES

Si nous comparons les Tableaux 9 et 10, on constate :

- un seul échantillon a tous ses paramètres correctement définis : le n°4Th
- aux plus mal définis des coefficients μ_i correspondent parfois les meilleures valeurs des épaisseurs : c'est très net pour l'échantillon 5Th et un peu moins pour 3Th.
- l'échantillon 6Ch a en revanche très peu de coefficients définis précisément qu'il s'agisse des μ_i ou des E_i .

La méthode de calcul utilisée, dite des gradients conjugués, pourrait permettre de préciser certains aspects sur la précision obtenue dans la détermination des paramètres du modèle, en effectuant une étude des coefficients de sensibilité, mais ces calculs sont généralement très longs et nécessitent une connaissance de la réalité expérimentale que nous n'avons pas (nombre insuffisant de points expérimentaux).

Néanmoins il est évident que si un paramètre a peu d'importance dans le modèle, soit en d'autres termes si la distance est peu sensible aux

variations de ce paramètre, il sera très difficile d'obtenir de la précision sur la valeur de ce dernier.

Au regard de cette proposition on peut alors dire que les coefficients de Lamé μ sont des paramètres importants pour le modèle et ceci quel que soit le type de trempe ; d'ailleurs ils sont déterminés précisément.

Au contraire, les épaisseurs des couches sont plus imprécises et principalement dans le cas des échantillons trempés chimiquement.

Par ailleurs nous avons effectué des calculs supplémentaires afin de justifier a posteriori les choix arbitraires faits dans l'élaboration du modèle : nous avons fixé a priori les valeurs de certains paramètres - les λ et ρ des couches - et il nous a semblé intéressant d'essayer de les faire varier à partir des solutions déjà trouvées. Cet essai a été effectué sur l'échantillon N° 8Ch.

Les résultats sont résumés dans le Tableau 11 où figurent d'une part les valeurs initiales des λ_i , ρ_i et des distances associées aux diverses solutions (cf. fig. 32) et d'autre part les valeurs finales de ces mêmes paramètres (les μ_i et E_i restant fixés aux valeurs trouvées précédemment, cf. fig. 32).

On s'aperçoit que la dispersion des λ_i ne dépasse pas 2.2 %, celle de ρ_i , 0.16 % alors que les distances finales sont très peu différentes des distances initiales (l'une d'elles étant même en accroissement (+ 5.2 %) montrant par là que la solution trouvée est plus mauvaise que celle de départ.

Nous avons également vérifié cette hypothèse sur un échantillon trempé thermiquement (N° 2 Th). Les résultats ont confirmé la proposition ci-dessus.

PARAMETRES	COEFFICIENT de LAME		MASSE VOLUMIQUE	
	LAMBDA Valeurs initiales [Kgp/mm ²]	Valeurs finales	Valeurs initiales [g/cm ³]	Valeurs finales
SUBSTRAT	2730	(*) 2730 (o) 2771 (↔) 2731	2.526	2.524 2.525 2.526
COUCHE 1	2730	2730 2737 2730	2.527	(*) 2.526 (o) 2.528 (↔) 2.527
COUCHE 2	2730	2730 2721 2730	2.528	2.528 2.529 2.528
COUCHE 3	2730	2730 2717 2729	2.529	2.529 2.531 2.529
COUCHE 4	2730	2730 2672 2727	2.530	2.527 2.531 2.530
COUCHE 5	2730	2733 2744 2742	2.531	2.527 2.530 2.530
DISTANCE initiale	65.73	62.16	71.01	
DISTANCE finale	/λ	(*) 65.62 (-0.1%) (o) 61.43 (-1.1%) (↔) 70.45 (-0.8%)		
	/ρ	(*) 69.15 (+5.2%) (o) 61.44 (-1.2%) (↔) 70.17 (-1.2%)		

TABLEAU 11



CONCLUSION GENERALE

Notre étude montre qu'il est possible, à partir d'une courbe expérimentale de dispersion de vitesse d'onde de Rayleigh et d'un modèle théorique de déterminer les caractéristiques d'un verre trempé soit thermiquement, soit chimiquement.

Si la précision atteinte est satisfaisante en ce qui concerne les caractéristiques mécaniques (coefficient de Lamé), il n'en est pas actuellement de même pour les épaisseurs des différentes couches du modèle. De plus la solution calculée numériquement n'est pas unique ; ceci est probablement dû à une connaissance expérimentale insuffisante : il faudrait de nombreux points expérimentaux régulièrement répartis dans la gamme de fréquence qui semble intéressante (1-20 MHz) mais l'obtention d'une mesure de vitesse nécessite à chaque fréquence, dans l'état actuel du banc de mesures, la fabrication de peignes interdigités gravés sur des transducteurs piézoélectriques (différents pour chaque fréquence) et la précision de cette mesure dépend étroitement du nombre de mesures individuelles (50 présentement). L'amélioration passe obligatoirement par une automatisation du banc de mesures : on peut concevoir que l'échantillon soit monté entre deux transducteurs portant chacun plusieurs peignes interdigités autorisant des fréquences d'émission différentes et que l'ensemble du dispositif électronique appréhendant la mesure de vitesse soit piloté par un microcalculateur qui réaliserait la saisie de données, éventuellement en l'absence d'un manipulateur.

Ce point étant acquis, on pourrait penser ensuite à améliorer le modèle théorique :

- en augmentant le nombre de couches pour mieux s'approcher d'une variation continue des paramètres car il est certain que les contraintes mécaniques varient continûment entre l'état de compression de surface et l'état d'extension du coeur. Par ailleurs compte-tenu des grandes différences d'allure du profil des contraintes entre une trempe thermique et une trempe chimique, il n'est pas impensable de choisir a priori des modèles différents pour chacun des types de trempe.
- en proposant un modèle non plus à couches discrètes, mais à gradient de propriétés (les lois physiques régissant les coefficients λ et μ étant alors à définir).

Enfin pour discuter plus pleinement des variations d'allure des résultats pour un type de trempe donné, des contrôles complémentaires, par voie optique utilisant la méthode de C. GUILLEMET (20) par exemple, seraient souhaitables.

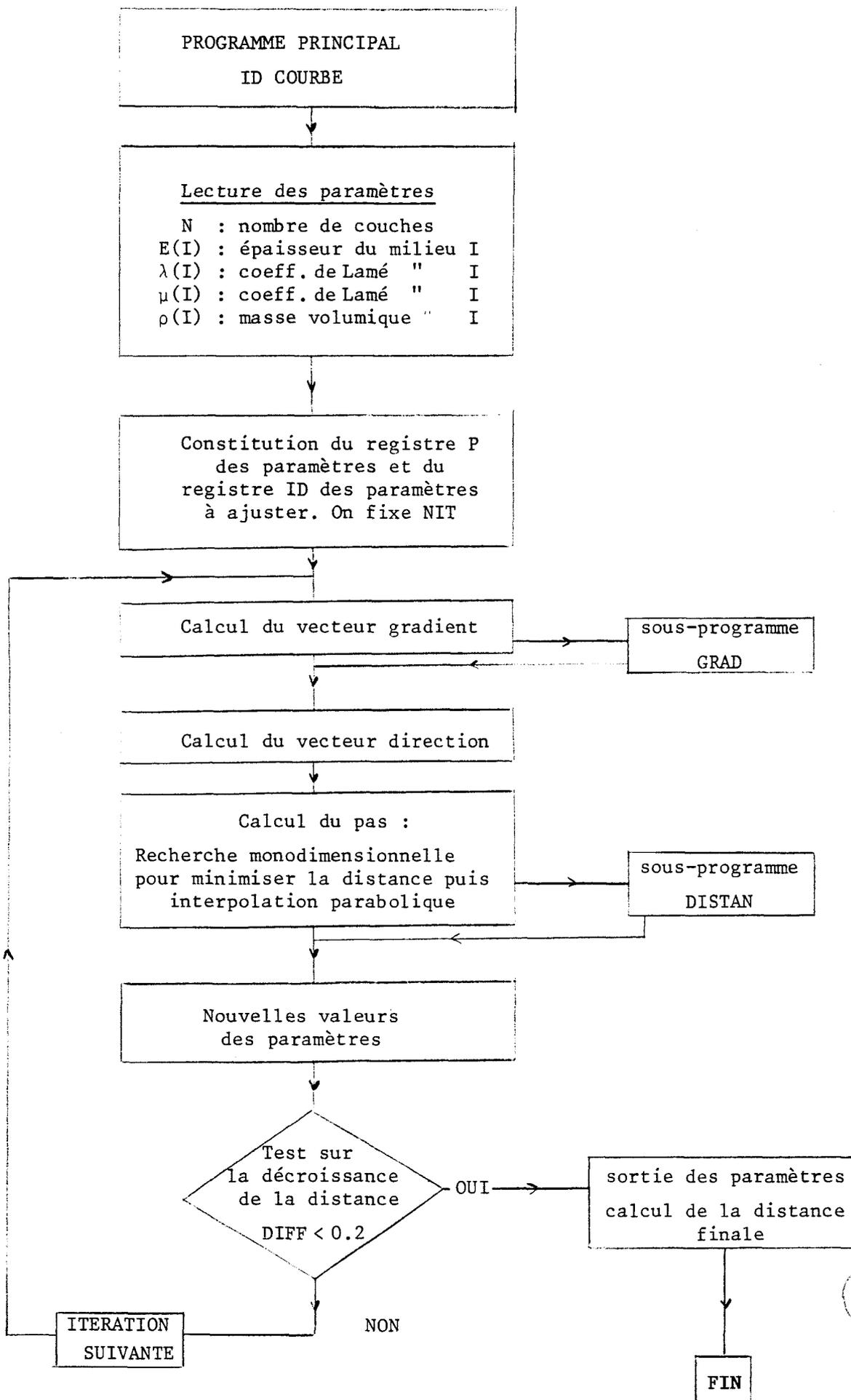
ANNEXE 1

PROGRAMME DE CALCUL

Le programme principal intitulé ID COURBE s'organise comme suit :

- On définit le nombre de couches N et le nombre de milieux $M = N + 1$
- On constitue le registre des paramètres P(I) et le registre des paramètres à ajuster ID(I).
- On fixe le nombre maximum d'itération NIT afin d'éviter des divergences éventuelles ou que le programme tourne en rond.
- On calcule successivement à chaque itération
 - . le vecteur gradient à l'aide du sous-programme GRAD
 - . le vecteur direction
 - à la première itération $J = 1$, la direction est l'opposé du gradient
 - aux itérations suivantes $J \neq 1$, on prend la direction conjuguée.
- On évalue le PAS optimal dans la direction choisie par une série de tests sur la décroissance de la distance (évaluée par le sous-programme DISTAN) et par une recherche monodimensionnelle. Le pas définitif est enfin calculé par interpolation parabolique.
- On calcule alors les nouvelles valeurs des paramètres à ajuster et on passe à l'itération suivante.

Le programme s'arrête, soit si l'on a atteint le nombre maximum d'itération NIT, soit si la décroissance de la distance n'est plus significative par le test : $DIFF = || DISTO - DIST1 || + || DIST1 - DIST2 || < 0.2$; on imprime alors les valeurs finales des paramètres, ainsi que la distance finale.



BUS
LITE

ANNEXE 2

PARTIE ELECTRONIQUE DU BANC DE MESURE

Le dispositif électronique réalise successivement les fonctions d'amplification du signal HF et de démodulation synchrone, la correction des variations de flux lumineux et le filtrage du signal TBF puis le comptage des périodes TBF correspondant à la longueur L. Le schéma bloc général regroupant le système optique précédemment décrit et ses fonctions électroniques, est donné à la figure 1.

1. Amplification HF et démodulation (figure 2)

Le signal HF : $s_0 \cos(\omega t - 2\pi \frac{x}{\lambda})$, provenant du photomultiplicateur de charge $R = 47 \text{ K}\Omega$, attaque par l'intermédiaire d'un étage à transistor adaptateur d'impédance un amplificateur à large bande (10 à 50 MHz) composé de deux étages en cascade $A_1 A_2$ (MC 1590 G) de gain global $\geq 30 \text{ db}$ fixé par les résistances de charge de 100Ω .

Deux diodes tête bêche assurent une protection des entrées contre d'éventuelles pointes de bruit. Un système de filtres, inséré dans l'anode du photomultiplicateur délivre successivement, avec des constantes de temps différentes, une tension de correction proportionnelle au flux lumineux moyen dont l'usage sera précisé plus bas et un signal de disjonction de l'alimentation du PM lorsque l'intensité anodique dépasse la valeur permise.

Un démodulateur en anneau (ANZAC MD 108) attaqué sur son entrée LO par le signal amplifié précédent et auquel parvient en outre un signal de référence $s'_0 \cos \omega t$ fourni par le synthétiseur (entrée RF 8), en phase avec le signal d'attaque du peigne émetteur d'O.R., délivre en IF 3.7 un

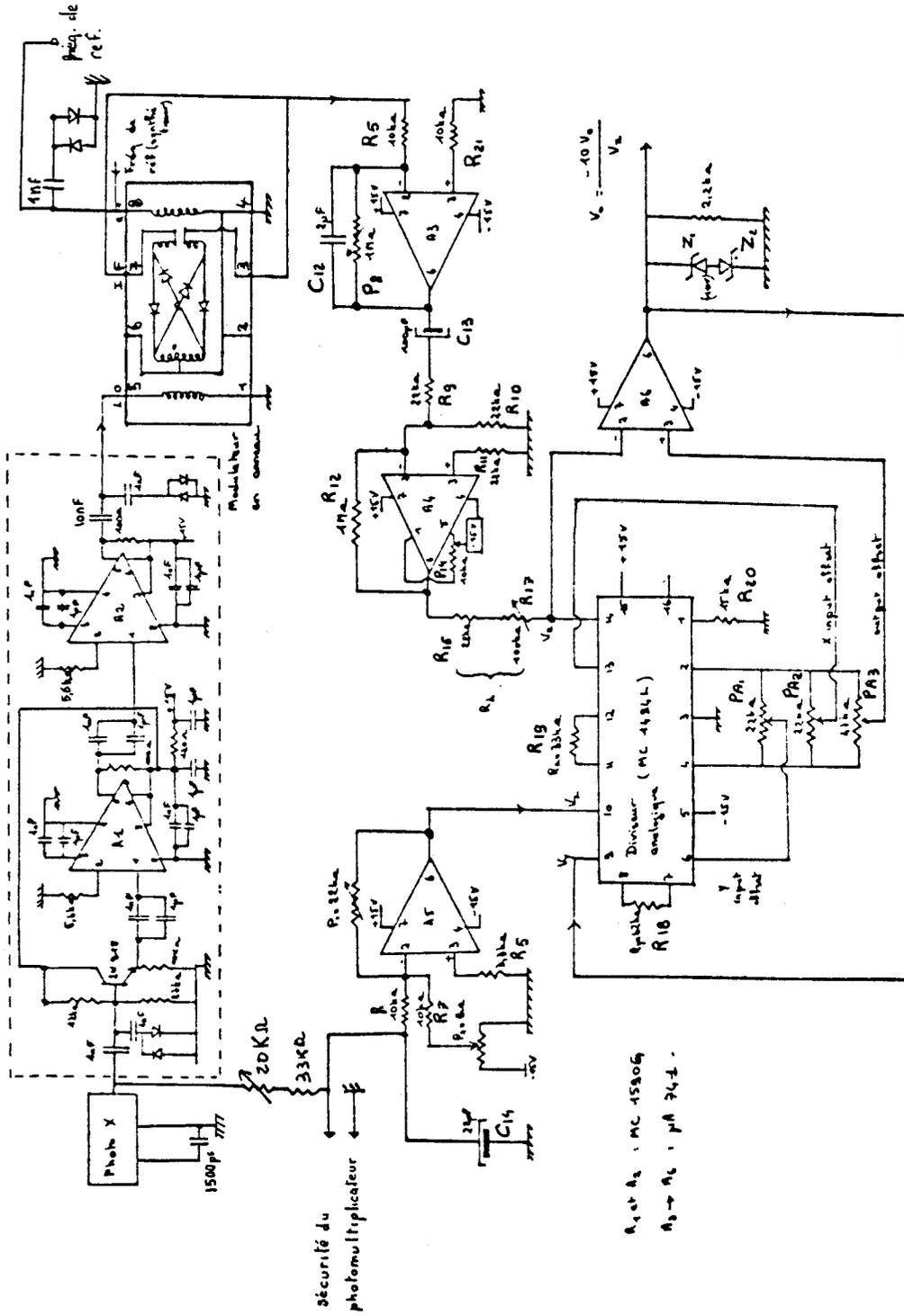


FIGURE 2

Circuit de détection et de traitement du signal



signal de battement TBF $e = \cos 2\pi \frac{x}{\lambda}$ qui contient la phase à l'origine $\phi = 2\pi \frac{x}{\lambda}$ de l'onde de Rayleigh.

Suivent alors deux étages d'amplification TBF ($A_3, A_4: \mu A 741$) : le premier à gain réglable de 0 à 40 db réalise un premier filtrage ($R = 1M\Omega$ et $C = 2 \mu F$), le second à gain fixe de 33 db, permettant d'obtenir un niveau de sortie d'environ 10V pour l'attaque du circuit de régulation.

2. Régulation et filtrage du signal TBF

2.1. Problème posé et principe de solution

Le signal TBF amplifié V_z contient l'information utile, c'est-à-dire la phase de l'onde de Rayleigh au point éclairé par le faisceau laser. Ce signal n'est pas parfait : il contient un niveau continu ($\approx 0,5$ v) qui, comme l'amplitude TBF (sortie IF 3.7), varient en raison des fluctuations du flux lumineux causées par l'instabilité du laser ou par les variations de réflectance de l'échantillon, variations liées ou non aux fluctuations locales du champ acoustique.

Le relevé des caractéristiques $V_z = f(\bar{V}_1)$, où \bar{V}_1 est une tension proportionnelle au flux lumineux moyen, montre que dans les zones linéaires de travail $V_z = V_o + m\bar{V}_1$, l'ordonnée à l'origine V_o et la pente m dépendant de la tension d'attaque V_{us} des peignes et de la tension de référence V_{ref} délivrée par le synthétiseur.

On réalisera donc une tension de correction V_x , proportionnelle à V_z : $V_x = \alpha V_z$ de telle sorte que dans une opération de division analogique on obtienne un signal de sortie V_y d'amplitude constante.

$$V_y = \frac{1}{k} \frac{V_z}{V_x} = \frac{1}{k} \frac{V_o + m\bar{V}_1}{\alpha(V_o + m\bar{V}_1)} = \frac{1}{\alpha k}$$

2.2. Réalisation et filtrage du signal TBF

L'amplificateur A5(A 741) monté en additionneur inverseur de gain variable ($0 < g < 1,1$) réalise la synthèse de la tension de correction V_x .

La tension continue V_o destinée à compenser le niveau continu du signal TBF est fournie par l'alimentation négative -15 v du circuit général à travers le potentiomètre P_2 . On l'additionne à la tension mV_1 prélevée dans l'anode du PM.

Pour une tension de référence V_{ref} et une tension d'attaque des peignes V_{us} données, le réglage de V_x s'opère en deux temps :

- à niveau continu nul (P_2 court-circuité) on ajuste le gain α de A_4 par le potentiomètre P_1 .
- le photomultiplicateur étant disjoncté ($\bar{V}_1 = 0$) on ajuste P_2 de manière à réaliser αV_o .

Les valeurs de V_x dans diverses conditions d'expérience sont données au tableau I.

V_{ref} (Vcc)	V_{us} (Vcc)	$\bar{V}_1 = k\bar{\Phi}$	$V_x = \alpha V_o + \alpha_m \bar{V}_1$
0,35	30	3 à 8 V	$2,4 + 3/4 \bar{V}_1$
0,5	27	1 à 5 V	$0,8 + \bar{V}_1$
0,65	30	2 à 7 V	$1,2 + 3/4 \bar{V}_1$
0,65	9	3 à 8 V	$1,94 + 2/3 \bar{V}_1$
0,65	5	2 à 8 V	$2,7 + 3/4 \bar{V}_1$
0,8	8	3 à 8 V	$2,5 + 1/2 \bar{V}_1$
0,8	4	2 à 8 V	$1 + \bar{V}_1$

TABLEAU I

2.3. Le régulateur (fig. 2)

On utilise un circuit MC 1494 L, monté en diviseur analogique, attaqué par les tensions: V_x issue de A_5 et V_Z délivrée par A_4 , par l'intermédiaire de la résistance de liaison ajustable R_L .

Le diviseur analogique est bouclé à l'aide du circuit A_6 (μA 741) monté en amplificateur différentiel (V_Z sur l'entrée inversée, offset de sortie sur l'entrée non inversée) fournissant une tension de réaction V_y . Les potentiomètres montés entre les entrées 2 et 4 du diviseur permettent le réglage des différentes tensions d'offset suivant une procédure précisée par le constructeur.

Les diodes Zéner (10 V) placées en sortie de l'ampli A_6 sur la résistance de charge (2,2 k) ne servent qu'à écrêter le signal au cas où celui-ci dépasserait les valeurs ± 10 V afin de protéger le diviseur. La tension de sortie V_o après tous les réglages est de la forme :

$$V_o = \frac{-10 V_z}{V_x}$$

2.4. Filtrage

Le signal de sortie du diviseur a l'allure présentée fig. 18, chapitre 3. Il est approximativement régulé en amplitude et de niveau moyen constant mais, trop bruité, il ne saurait être utilisé tel quel pour déclencher un compteur de périodes.

On met donc en oeuvre un système de filtres dont le détail est donné fig. 3. Il comporte tout d'abord un filtre de Butterworth de fréquence de coupure 1,6 Hz et d'ordre 8 constitué par la mise en cascade de 4 cellules d'ordre 2. Un additionneur recentre ensuite le signal pour que son niveau moyen soit effectivement le niveau 0. Un filtre de Chebyshev d'ordre 4 complète la mise en forme : le signal amplifié est du type indiqué fig. 19, chap. 3.

3. Comptage des périodes TBF

Le schéma bloc est donné à la figure 4 et le chronogramme des principaux signaux, à la figure 5.

Un amplificateur à grand gain (LM 301), monté en boucle ouverte, réalise l'écrêtage, imposé par une diode zéner à 3,9 V, afin de limiter le signal à l'état logique 1 ($3,5 \text{ V} < V < 5 \text{ V}$) avec des temps de montée relativement faibles (quelques $\mu\text{s/V}$).

Le monostable (circuit SN 74121) fournit à chaque front de montée une impulsion D de durée :

$$t \approx C_T R_T (\text{Log } 2) \approx 0,5 \text{ ms} \quad \text{avec} \quad C_T = 28 \text{ nF}, \quad R_T = 27 \text{ K}\Omega$$

On trouve à la suite de ce monostable un compteur de nombres de périodes à deux étages prépositionnés par l'intermédiaire d'afficheurs numériques réalisant une conversion décimal-binaire en code BCD. Chaque chiffre ainsi codé est envoyé sur les entrées (A \rightarrow 15, B \rightarrow 1, C \rightarrow 10, D \rightarrow 9) de la décade correspondante.

Le premier compteur permet de laisser défilier un nombre de périodes n_1 ($0 < n_1 < 99$) suffisant pour atteindre l'état stationnaire (à cause des filtres).

Le second sert à fixer le nombre n_2 de périodes sur lesquelles portera la mesure : $1 < n_2 < 999$.

Les opérations de comptage se déroulent comme suit. Une commande manuelle "Load" (0 ou 1) appliquée aux diverses décades [entrée 11] agit en deux temps successifs :

- placée à l'état 0, elle autorise le chargement de toutes les données affichées (soit 2 et 3 sur les compteurs successifs dans le chronogramme d'illustration de la figure 5.
- revenue à l'état 1, elle autorise le départ du décompte de périodes n_1 qui commencera au passage de la 1ère impulsion Q suivante appliquée à

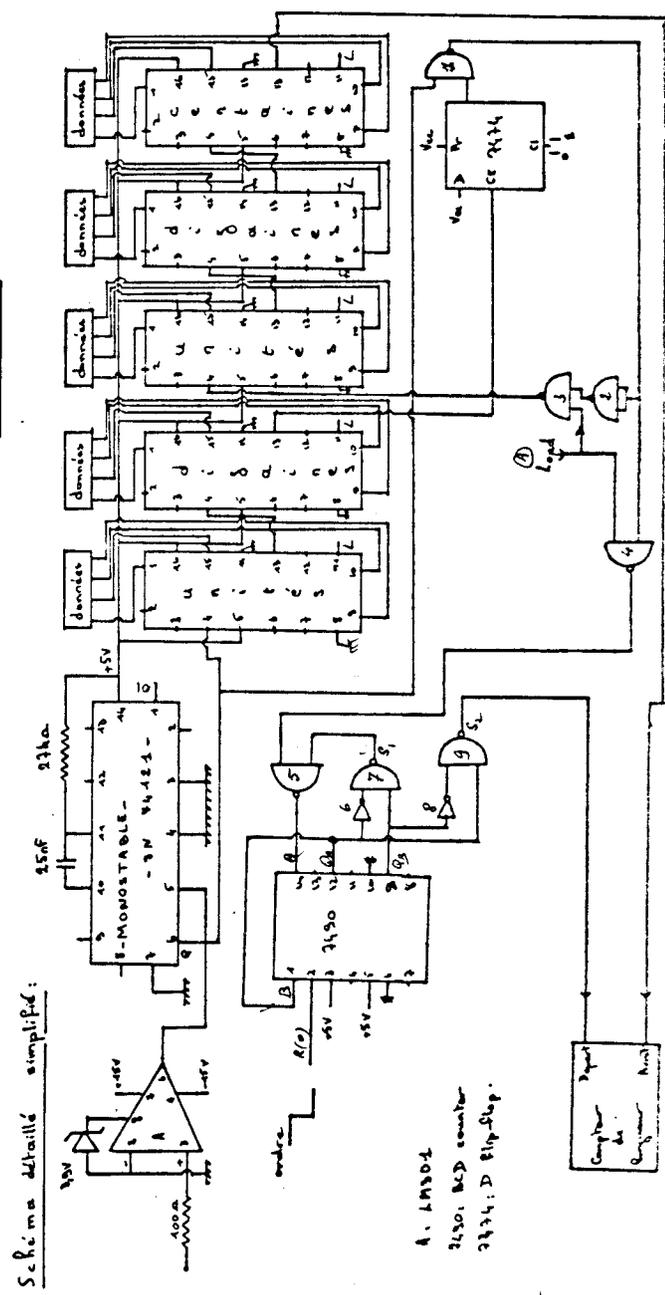
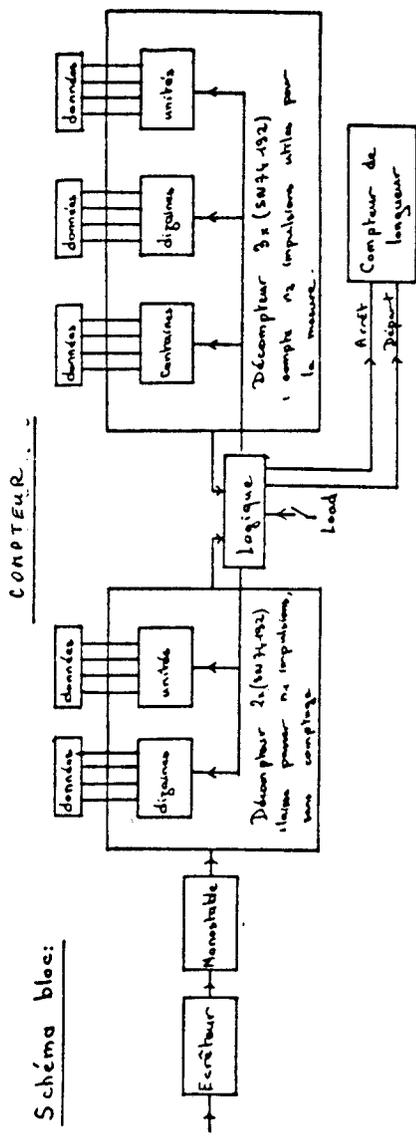


FIGURE 4



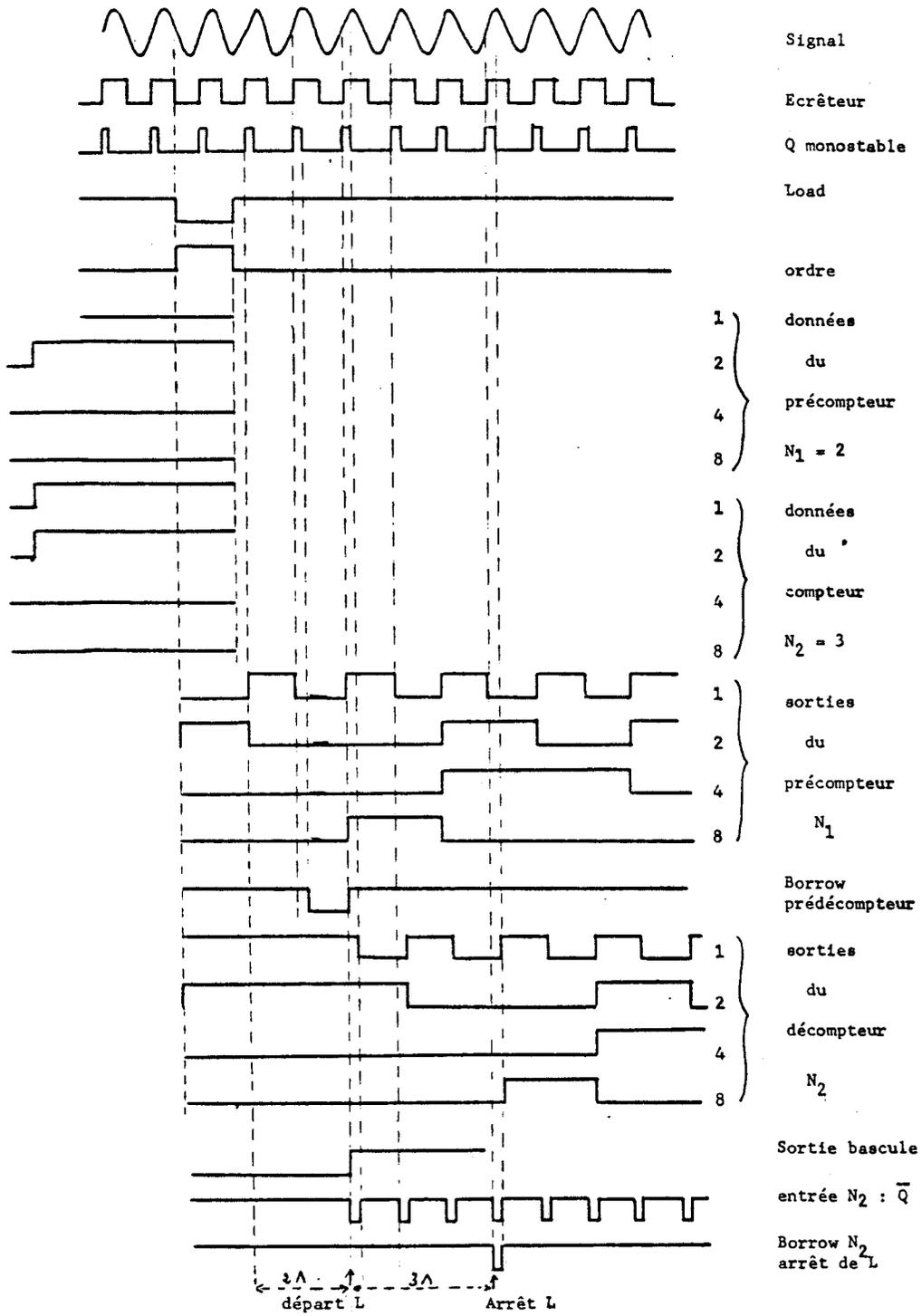


FIGURE 5

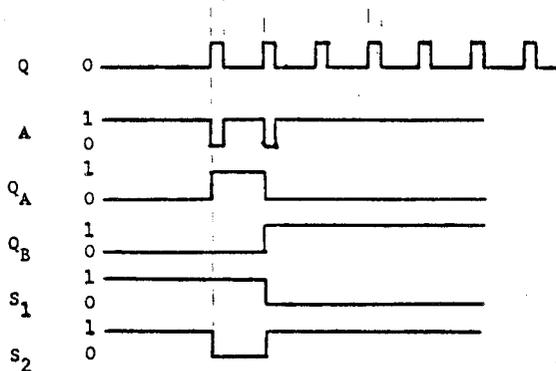


FIGURE 6

l'entrée "COUNT DOWN" (4) de la décade unités du 1er décompteur.

La décade des dizaines est, quant à elle, commandée sur son entrée 4 par la retenue (borrow 13) de la décade précédente qui apparaît sur un front descendant entre 0 et 9 et "disparaît" sur le front montant suivant.

Le précompte n_1 une fois achevé, à partir du signal de retenue (borrow 13 de la seconde décade) :

- on aiguille, par action sur la bascule D à front positif 7474, le passage des impulsions du monostable vers le compteur de sinusoïdes n_2 qui fournit à la fin le signal d'arrêt du compteur de longueur.
- on élabore un signal unique de départ du compteur des longueurs, par l'intermédiaire d'un compteur BCD 7490 qui bloque toutes les impulsions suivantes émises par n_1 qui continue de fonctionner.

Le détail de fonctionnement des compteurs de sinusoïdes et de longueur est le suivant.

4. Aiguillage des impulsions sur le compteur n_2

- Dans l'état initial (bascule 7474 état 0, load état 0), la succession de 3 circuits "Nand" dont un, monté en inverseur, amène sur l'entrée du compteur n_2 un niveau 1 constant : comptage impossible.
- Dans l'état comptage (bascule 7474 état 1, load état 1) un signal \bar{Q} arrive sur l'entrée n_2 et déclenche le comptage sur les fronts montants arrières de \bar{Q} (fronts descendants de Q).

5. Commande du compteur de longueur (fig. 6)

Celui-ci comporte des entrées séparées pour la mise en route et l'arrêt. Ces fonctions se réalisent par passage de l'entrée correspondante de l'état 1 à l'état 0, l'autre entrée étant maintenue à l'état 1.

La commande de départ est élaborée grâce à 1 compteur 7490 basculant, sur les fronts descendants des signaux appliqués aux entrées A et

B et initialement mis à zéro par un signal load inversé appliqué en [2, R(0)].

Grâce aux circuits Nand : (5) qui reçoit les impulsions Q de (4), (6) monté en inverseur de Q_A et (7), on autorise le passage vers l'entrée A du compteur 7490 de deux impulsions \bar{Q} seulement.

Grâce aux circuits Nand : (8) monté en inverseur sur Q_B et (9) attaqué par \bar{Q}_B et Q_A :

- la première impulsion Q crée en S_2 le signal de départ du compteur de longueur
- la seconde impulsion Q ramène S_2 au niveau 1 de sorte que la présentation du borrow du compteur n_2 puisse stopper le compteur de longueur.

On notera que le départ et l'arrêt du compte L se font sur des fronts montants de Q tandis que le comptage de période N_2 se fait sur les fronts descendants de Q.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) A. DEFEBVRE, J. POULIQUEN, Application des ondes de surface à l'étude de la fatigue des matériaux
Rev. d'Ac., 46, (1978) 3/4, pp. 156-163
- (2) J. ROUSSEAU, Etude d'ondes de type Rayleigh sur des milieux stratifiés.
Thèse de 3ème Cycle, Lille I (1979)
- (3) J.A. BUCARO and C.M. DAVIS, Rayleigh Wave Dispersion on Surface-Treated Glass
J. Appl. Phys., Vol. 43, n° 5, May 1972
- (4) A. RICHARD, Applications des ultrasons à l'étude du verre. Contribution au contrôle non destructif de l'intensité de trempe.
Mémoire CNAM (1974)
- (5) FLAMBART, Rapport interne du CETIM, Juin 1972,
Congrès MESUCORA, 7, 37 (1973)
- (6) BARTENIEF 1950 Etude mathématique de la technique de trempe du verre
Stiekklo iKeramika, Fev. p. 7-13, Mars p. 7-12
- (7) ACLOQUE 1951 Considérations sur quelques progrès des théories de recuit et de la trempe
Verres et réfractaires N° 5
- (8) R. GARDON, Variation of densities and refractive indices in tempered glass
J.A.C.S., 61 (3-4), Mars-Avril 1978
- (9) O.S. NARAYANASWAMY, Stress and structural relaxation in tempering glass.
J.A.C.S. 61 (3-4), Mars-Avril 1978, pp. 146-156.
- (10) A.Q. TOOL, Relation between inelastic deformation and thermal expansion of glass in its annealing range
J.A.C.S., 29 (9) 240-53 (1946)
- (11) R. GARDON and O.S. NARAYANASWAMY, Stress and Volume Relaxation in Annealing Flat Glass.
J.A.C.S., 53 (7), pp. 380-85 (1970)
- (12) E.H. LEE, T.G. ROGERS and T.C. WOO, Residual Stresses in a Glass Plate Cooled Symmetrically from both Surfaces.
J.A.C.S., 48 (9) pp. 480-87 (1965)

- (13) O.S. NARAYANASWAMY, A model of structural relaxation in Glass
J.A.C.S., 54 (10), pp. 491-98 (1971)
- (14) R. GARDON, Calculation of Temperature Distributions in Glass Plates
undergoing heat treatment
J.A.C.S., 41 (6), pp. 200-209 (1958)
- (15) F.M. ERNSBERGER, Lectures on Glass and Technology , Strengthening of Glass
The Glass Industry Oct. 1966, pp. 542-546
- (16) R.H. DOREMUS, J. Phys. Chem., 68, 2212 (1961)
- (17) H. GARFINKEL, Strengthening glass by Ion Exchange
The Glass Industry, Feb. 1969, pp. 74-76
- (18) DE CLERCK, Mesure de la biréfringence superficielle des verres auto-
contraints
Institut Polytechnique de Charleroi (1971)
- (19) C. GUILLEMET et P. ACLOQUE, Etude des couches superficielles par ondes
lumineuses normales à la surface
Union Scientifique du Verre, C.D.U. 666.11.01, 620.17/05, 666.11.019,
535.319/32
- (20) C. GUILLEMET, L'interférométrie à ondes multiples appliquée à la déter-
mination de la répartition de l'indice de réfraction dans un milieu
stratifié.
Thèse de Docteur-Ingénieur, Paris (1968).
- (21) R.L. WHITMAN and A. KORPEL, Probing of Acoustic Surface Perturbations by
Coherent Light
Appl. Opt. Vol. 8, N° 8, 1567-1576, Aug. 1969.
- (22) FARNELL and al. Phys. Acous., Vol. 9 (1972) Masson Editeur.
- (23) BOGDANOV and al, Soviet Phys. Acoust., 15, 10 (1969)
- (24) TIERSTEN, J. Appl. Phys., 40, 2, 770 (1969)
- (25) B. J. ERKAN et al., J. Phys. D, 10, 925 (1977)
- (26) J. ROUSSEAU, J. POULIQUEN, A. DEFEBVRE, Vitesse de propagation et loca-
lisation de l'énergie d'ondes acoustiques de surface dans des milieux
stratifiés
Revue d'Acoustique, N° 56, pp. 11-15 (1981)
- (27) H.R. HESTENES and E. STIEFEL, Methods of conjugate gradients for solving
linear systems.
J. Res. Nat. Bur. Standards, 49, pp. 409-430, (1952)

- (28) R. FLETCHER and C.M. REEVES, Function minimization by conjugate gradients
Computers Journal, Vol. 7, 2 (1964)
- (29) E.F. BECKENBACH, Mathématiques modernes pour l'Ingénieur, Tome 1 (1965)
Dunod, Ed.
- (30) J. RICHALET, A. RAULT et R. POULIQUEN, Identification des processus par
la méthode du modèle.
Th. des Systèmes, tome 4, Gordon and Breach Ed. (1971)
- (31) A. DEFEBVRE, J. POULIQUEN, G. HAW, Banc de mesures absolue de vitesse
d'ondes de surface par sonde optique.
9th International Congress on Acoustics, Madrid (1977), Contributed Papers,
Vol. 2, p. 584.
- (32) B.A. AULD, Acoustic fields and waves in solids, Vol. II, J. Wiley & S. Ed.
(1973)
- (33) E. DIEULESAINT et D. ROYER, Ondes élastiques dans les solides, chap. 6 (2),
p. 245, Masson Ed. (1974)
- (34) A. DEFEBVRE, J. POULIQUEN, M. CHASTAGNER, Générateur de rafales synchrones
pour vélocimétrie acoustique de précision.
Revue d'Acoustique, N° 45 (1978), pp. 71-76.



RESUME

Après avoir rappelé les propriétés essentielles des verres trempés thermiquement ou chimiquement, nous présentons une étude de caractérisation non destructive de ces traitements par une méthode acoustique. Celle-ci s'appuie sur un calcul théorique de dispersion de vitesse d'Ondes de Rayleigh sur des milieux stratifiés. Les courbes expérimentales de dispersion sont relevées par une méthode de vélocimétrie absolue utilisant la réflexion extérieure d'une onde laser focalisée sur la surface traitée parcourue par l'onde de Rayleigh. La détermination des paramètres du modèle à couches (coefficients de Lamé, épaisseurs, densités) est réalisée par l'application à notre problème de la méthode numérique des gradients conjugués.

En dépit de la diversité observée dans les résultats expérimentaux, la faisabilité de notre méthode peut être considérée comme établie.

MOTS CLES : - VERRE TREMPE
- ONDE RAYLEIGH
- MODELE COUCHE
- IDENTIFICATION
- METHODE GRADIENT CONJUGUE