

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE CONSTANTINE 1
Faculté des Sciences de la Technologie
DEPARTEMENT D'ELECTRONIQUE

N° d'ordre :
Série:

THÈSE

Présentée pour obtenir le diplôme de
Doctorat en Sciences en Électronique

Option
Électronique

Présenté par

HAMDI FARAH

Titre

**Etude des Propriétés Mécaniques et de L'atténuation
des Ondes de Surface dans le Si Poreux en Utilisant
un Capteur à Lentilles Annulaires**

Soutenue le : 08 /06 / 2014

Devant le jury :

<u>Président</u>	Mme. S. LATRECHE	Prof. Univ. Constantine 1
<u>Directeur de Thèse</u>	Mme. S. BOUHEDJA	Prof. Univ. Constantine 3
	Mme. T. BOUCHEMAT	Prof. Univ. Constantine 1
<u>Examineurs</u>	Mr. R. MAHAMDI	Prof. Univ. Batna
	Mr. M. ZAABAT	Prof. Univ. O. E. Bouaghi



Je dédie humblement cette thèse à :

Mes Chères Parents,

Mes Frères et mes sœurs,

Les plus proches de mon cœur,

*Mon Défunt Professeur Berrabeh Meriem
qui a été le premier à m'encourager à aller si loin dans les études.*

HAMDI FARAH



Ce travail a été effectué au sein du Laboratoire Hyperfréquence et semi-conducteurs LHS institut d'électronique, UNIVERSITE MENTOURI DE CONSTANTINE1, sous la direction scientifique du Professeur BOUHEDJA SAMIA.

*Avant tout, mes remerciements à mon **Dieu** tout puissant qui m'a aidé à faire ce travail, en me donnant le courage, la patience et la santé durant toutes ces longues années d'étude, ce qui ma permet d'arrivé à ce niveau.*

Je tiens particulièrement à exprimer mes plus sincères remerciements à ma directrice de thèse Madame BOUHEDJA SAMIA, Professeur à l'université Constantine3, d'avoir assurée l'encadrement de cette thèse durant ces années de recherche. Je la remercie pour ses qualités scientifiques et humaines qui ont contribué à l'aboutissement de cette thèse.

Ma sincère gratitude s'adresse également à Madame LATRECHE SAIDA professeur à l'université Constantine1, qui m'a fait l'honneur de présider le jury de cette thèse. Je lui exprime toute ma gratitude pour l'intérêt qu'elle a porté à ce travail.

Egalement mon grand remerciement à Madame THOURAYA BOUCHEMAT, Professeur à l'université Constantine 1, d'avoir honoré de sa présence en temps que membre de jury. Je la remercie très respectueusement d'avoir accepté de juger ce travail.

Tous mes remerciement, à Messieurs les Professeurs RAMDANE MAHAMDI (université de Batna) et NOUREDINE ZAABAT (université d'Oum El Bouaghi) pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant la lourde tâche de rapporter ce travail de thèse. Qu'ils trouvent ici le témoignage de ma sincère gratitude pour leur participation au jury.

Je clos enfin avec ces remerciements aux amis que j'ai eu la chance d'avoir à mes côtés (particulièrement Soraya), qui m'ont soutenu tout au long de ce travail.

Liste des figures et des tableaux.....	I
Liste des Notations.....	VI
Introduction Générale	1
CHAPITRE I : Propagation ultrasonore par utilisation de la microscopie acoustique	05
I. Introduction.....	06
II. Microscopie acoustique.....	06
<i>II.1 Historique et Etat de l'art.....</i>	<i>06</i>
<i>II.2 Principe de fonctionnement.....</i>	<i>08</i>
<i>II.3. Composantes du microscope acoustique à balayage.....</i>	<i>08</i>
<i>II.3.1. Unité acoustique.....</i>	<i>08</i>
<i>II.3.2. Dispositif électronique.....</i>	<i>11</i>
<i>II.3.3. Dispositif d'affichage</i>	<i>12</i>
III. Microscopie acoustique qualitative.....	12
<i>III.1. Imagerie de surface.....</i>	<i>12</i>
<i>III.2. Imagerie de volume.....</i>	<i>12</i>
<i>III.3. Mode de mesure.....</i>	<i>13</i>
<i>III.3.1. A-Scan et ses applications</i>	<i>13</i>
<i>III.3.2. B-Scan et ses applications.....</i>	<i>13</i>
<i>III.3.3. C-Scan et ses applications</i>	<i>14</i>
IV. Analyses théoriques de l'élasticité des matériaux.....	15
<i>IV.1. Propagation des ondes élastiques.....</i>	<i>15</i>
<i>IV.2. Génération des ondes élastiques.....</i>	<i>15</i>
<i>IV.2.1. Ondes de volume : Solide homogène illimité.....</i>	<i>15</i>
<i>IV.2.2. Ondes guidées : Solide limité</i>	<i>16</i>
<i>IV.3. Modes de propagation.....</i>	<i>17</i>
<i>IV.3.1. Onde de Lamb</i>	<i>17</i>
<i>IV.3.2. Ondes de Rayleigh</i>	<i>17</i>
<i>IV.3.3. Ondes de Stoneley.....</i>	<i>18</i>
<i>IV.3.4. Onde de Love.....</i>	<i>18</i>
<i>IV.3.5. Autres modes.....</i>	<i>19</i>
V. Constantes élastiques.....	19
<i>V.1. Module de Young.....</i>	<i>19</i>

V.2. <i>Module de Cisaillement</i>	20
V.3. <i>Module de Compressibilité</i>	21
V.4. <i>Coefficient de Poisson</i>	21
VI. Relations entre les propriétés élastiques	21
VII. Détermination des modules élastiques	23
VII.1. <i>Méthodes statiques</i>	23
VII.2. <i>Méthodes dynamiques</i>	23
VIII. Coefficient de réflexion des ondes acoustiques à l'interface liquide-solide	23
VIII.1.1. <i>Lois de Snell-Descartes</i>	24
VIII.1.2. <i>Impédance acoustique</i>	25
VIII.1.3. <i>Coefficient de Réflexion</i>	26
IX. Microscopie acoustique quantitative	26
IX.1. <i>La technique V(z)</i>	26
IX.2. <i>La technique V(f)</i>	27
IX.3. Les modèles théoriques de la signature acoustique	27
IX.3.1. <i>Le modèle de rayon acoustique</i>	28
IX.3.2. <i>Le modèle de Bertoni et Parmon</i>	28
IX.4. Modèle de la théorie d'onde acoustique	30
IX.4.1. <i>Le modèle de Wilson et Sheppard</i>	31
X. Les applications du microscope acoustique	33
X.1. <i>En microélectronique</i>	33
X.2. <i>En Métallurgie</i>	33
X.3. <i>En Polymère</i>	34
X.4. <i>En Médecine et biologie</i>	34
X.5. <i>Matériaux poreux</i>	35
XI. Conclusion	35
Références bibliographiques.....	36
CHAPITRE II : MATERIAUX POREUX : EFFET DE LA POROSITE SUR LA	
PROPAGATION ULTRASONORE DANS LE SILICIUM POREUX	42
I. Introduction	43
II. Généralités sur les matériaux poreux	43
II.1. <i>Description qualitative des matériaux poreux</i>	43

II.2. Paramètres décrivant les matériaux poreux.....	43
II.2.1. La porosité.....	43
II.2.2. La densité.....	45
II.2.3. La résistivité.....	45
II.2.4. La tortuosité.....	46
II.2.5. Les longueurs visqueuse et thermique (m).....	46
III. Le Silicium poreux (PSi).....	47
III.1. Fabrication du Silicium Poreux (PSi).....	48
III.1.1. Nanoporeux.....	49
III.1.2. Mésoporeux.....	50
III.1.3. Macroporeux	50
III.2. Propriétés du Silicium poreux.....	51
III.3. Les applications de silicium poreux.....	51
IV. Détermination des constantes élastiques.....	52
IV.1. Procédure de simulation.....	53
IV.2. Coefficient de réflexion	55
IV.3. Discussion.....	56
IV.4. La signature acoustique.....	59
IV.5. Comparaison avec le modèle de Biot Allard.....	63
IV.5.1. Les équations Fundamentales.....	63
IV.5.2. Comparaison des paramètres élastiques.....	67
VII. Conclusion.....	69
Références bibliographiques.....	70
CHAPITRE III : ATTENUATION DES ONDES DE SURFACE DANS LE SILICIUM	76
POREUX.....	
I. Introduction.....	77
II. Généralités et définition de l'atténuation.....	77
II.1. Absorption.....	77
II.2. Diffusion	78
III. Conditions de simulation.....	79
IV. Méthodes de calcul de l'atténuation.....	79
IV.1. Méthode analytique.....	81
IV.2. Méthode d'analyse spectrale.....	80
IV.3. Méthode de Champ Noir (Dark field Method).....	84

IV.3.1. Systèmes de visualisation en champ noir.....	84
IV.3.2. Méthodologie.....	84
IV.3.3. Résultats et discussion.....	87
IV.3.4. Influence de l'intensité d'éclairage sur les signatures acoustiques.....	88
V. Coefficients d'atténuation.....	89
VI. Conclusion.....	94
Références bibliographiques.....	95
CHAPITRE IV : propagation ultrasonore en présence d'un crack.....	97
I. Introduction.....	98
II. Influence d'une fissure sur le coefficient de réflexion.....	99
II.1. Surface avec une fissure.....	99
II.2. Procédure de calcul.....	101
II.3. Résultats et discussions.....	104
II. 3. 1. Cas d'un matériau massif.....	104
II. 3. 2. Cas d'un matériau poreux.....	106
III. CONCLUSION.....	110
Références bibliographiques.....	111
CHAPITRE V : Application aux Biomatériaux : Alumine poreuse ...	112
I. Introduction.....	113
II. Conditions de simulation.....	113
III. Résultats et discussion.....	114
III.1. Coefficient de réflexion.....	114
III.2. La signature acoustique et l'analyse spectral.....	115
III.2.1. Effet de la porosité sur $V(z)$	115
III.2.2. Analyse de la vitesse de Rayleigh.....	117
IV. Détermination des modules élastiques.....	118
IV.1. Dépendance des modules de Young et de cisaillement.....	121
V. Effet de la fréquence.....	122
VI. Détermination de l'atténuation.....	124
VII. Conclusion.....	126
Références bibliographiques.....	128

LISTE DES NOTATIONS

Grandeurs	Description
G	Module du cisaillement
τ	Accroissement de contrainte
γ	Angles de cisaillement
K	Module de compressibilité
V	Volume du matériau
V_0	Volume initial
P	Pression
ρ	Densité volumique
V_L	Vitesse longitudinale
V_T	Vitesse Transversale
E	Module d'Young
ν	Coefficient de Poisson
θ_i	Angle incidence
θ_T	Angle critique transversale
θ_L	Angle critique longitudinale
θ_R	Angle critique Rayleigh
θ_c	Angle critique
P	Porosité.
α_∞	Tortuosité.
c_0	Vitesse du son dans l'air
Λ	Longueur caractéristique visqueuse
Λ'	Longueur caractéristique thermique
δ	L'épaisseur de la couche visqueuse.
δ'	L'épaisseur de la couche thermique.
δ	La résistivité.
Q	flux
k_0	Perméabilité visqueuse.
ϕ	Porosité. (modèle de Biot)
Δp	La différence de pression

dV	volume
dS	surface
η	La viscosité dynamique
α_{∞}	Tortuosité.
P, N, Q, R	Coefficients d'élasticités de la théorie de Biot
K_b	Module de compressibilité du squelette.
K_f	Module de compressibilité de l'air.
ρ_{11} ρ_{12} ρ_{22}	Facteurs de couplages massiques.
k_{lsaw}	composante du nombre d'onde des ondes de fuites de surface
k_z	vecteur d'onde dans la direction de défocalisation z
k_R	vecteur d'onde dans la direction de l'onde de Rayleigh
$V_l(z)$	réponse de la lentille
V_R	vitesse de l'onde de fuite de RAYLEIGH
V_{liq}	vitesse de l'onde ultrasonore dans le liquide
V_{lsaw}	vitesse de phase
z	distance de défocalisation
Z_L	impédance acoustique longitudinale dans le solide
Z_T	impédance acoustique transversale dans le solide
Z_{liq}	impédance acoustique dans le liquide
Z_{sol}	impédance dans le solide
α_{liq}	atténuation dans le liquide
α_N	atténuation normalisée
α_R	atténuation de l'onde de Rayleigh
Z	Impédance
$R(\theta)$	Coefficient de Réflexion
$V(z)$	Signature acoustique
$P(\theta)$	Fonction pupille
ΔZ	Période de $V(z)$
V_{liq}	Vitesse de liquide
f	Fréquence
K	Nombre d'onde
α_{∞}	Tortuosité.
φ_a	phase du rayon
λ_w	longueur d'onde longitudinale
U	vitesse d'un fluide
K_t	vecteurs d'onde transversale
K_l	vecteurs d'onde longitudinale
K_{liq}	vecteurs d'onde de liquide de couplage
ω	la fréquence angulaire
k_L	Nombre d'onde longitudinal
k_x	composante tangentielle du vecteur d'onde
ρ_0	densité du liquide
ρ_1	densité du solide
k_T	Nombre d'onde transversal

Liste des tableaux et Figures

CHAPITRE I

Figure 1.1.: La géométrie de la lentille d'un Microscope acoustique en transmission	6
Figure 1.2. : La géométrie de la lentille d'un Microscope acoustique en réflexion	7
Figure 1.3: schéma du microscope acoustique à balayage en mode de réflexion	9
Figure 1.4 : Configuration schématique Composants du microscope acoustique à balayage	10
Figure 1.5 : a) L'image de la lentille d'un microscope acoustique à balayage, b) schéma de la lentille acoustique	11
Figure 1.6: modes d'imagerie acoustique	13
Figure 1.7 : Types d'analyses obtenus à partir de l'imagerie acoustique	14
Figure 1.8 : Schéma d'un solide traversé par une onde longitudinale	16
Figure 1.9 : Schéma d'un solide traversé par une onde transversale	16
Figure 1.10 : onde de Lamb : a) Symétriques ; b) Asymétriques	17
Figure 1.11 : Onde de Rayleigh	18
Figure 1.12: onde de Love	18
Figure 1.13 : diagramme contrainte-déformation et le module de Young	20
Figure 1.14 : Schéma de principe du cisaillement G.	20
Figure 1.15 : Schéma de principe de la compressibilité K.	21
Figure 1.16 : Illustration du phénomène de réflexion/transmission à l'interface liquide-solide	24
Figure 1.17 : le trajet des rayons acoustiques pour générer $V(z)$	28
Figure 1.18 : l'onde axiale Spéculaire réfléchi et l'onde de fuite de surface	29
Tableau 1.1: La dépendance des termes dans l'équation de $V(z)$ et leurs significations physiques.	32

CHAPITRE II

Figure 2.1. : Différents types de porosité.....	44
Figure 2.2: Définition de la tortuosité.....	46
Figure 2.3 : Représentations schématiques des longueurs caractéristiques visqueuse Λ et thermique Λ'	47
Figure 2.4 : Représentation d'un bloc élémentaire d'une surface de Si poreux : (a) image AFM, (b) image MEB, (c) vue artistique 3D	48
Figure 2.5. : a) schéma d'une cellule d'anodisation électrochimique. b) Nomenclatures relatives à la taille des pores c) Certains des morphologies typiques de silicium poreux.....	49
Figure 2.6 : Silicium nanoporeux.....	49
Figure 2.7 : Silicium mésoporeux.....	50
Figure 2.8 : Silicium macroporeux.....	50
Tableau 2.1 : Applications du silicium poreux	52
Figure 2.9 : Procédure d'analyse la courbe $V(z)$	54
Figure 2.10 : Coefficient de réflexion en fonction de l'angle d'incidence (Structure eau/silicium).....	56
Figure 2.11 : variation du module de coefficient de réflexion avec l'angle incidence et la porosité pour la structure eau / Silicium poreux : a) en 3D, b) pour différentes taux de porosité.....	57
Figure 2.12 : Impédance acoustique du silicium poreux.....	58
Tableau 2.2 : la relation entre les impédances et la porosité	59
Figure 2.13: la signature acoustique, $V(z)$, du P _{Si} pour différentes taux de porosité avec les spectres FFT.....	60
Tableau 2.3 : Le la vitesse de Rayleigh et Module de Young en fonction de la porosité de P _{Si}	61
Figure 2.14 : Variation de module de Young en fonction de la porosité.....	62
Tableau 2.4 : Paramètres acoustiques et structurelles.....	65
Figure 2.15 : Variation de la vitesse longitudinale lente et rapide en fonction de la porosité pour P _{Si} saturé d'air.....	66
Figure 2.16: Variation de la vitesse longitudinale lente en fonction de la porosité pour un silicium poreux saturé d'air et l'eau.....	67

Figure 2.17 : Evolution du module de Young en fonction de la porosité.....	68
Figure 2.18 : Evolution du module de cisaillement en fonction de la porosité.....	68

CHAPITRE III

Tableau 3.1 : Définition les domaines de diffusion.....	79
Figure 3.1 : Schémas des formes d'onde en analyse spectrale de $V(z)$	82
Figure 3.2 : Procédure d'analyse les courbes $V_{PSi}(z)$ par la méthode d'analyse spectrale....	83
Figure 3.3 : Procédure d'analyse les courbes $V_{PSi}(z)$ par la méthode de champ noir.....	86
Figure 3.4: le coefficient de réflexion en fonction de l'angle d'incidence pour l'interface eau/ PSi : l'amplitude (---) et la phase (—).....	87
Figure 3.5: Effet de l'angle d'occultation sur la signature acoustique, $V(z)$, pour la structure eau/PSi a l'absence de la porosité avec les spectres FFT.....	88
Figure 3.6 : Evolution des signatures acoustiques en fonction de la défocalisation et de leurs spectres FFT pour la Structure eau/PSi à différentes occultations et 20% de porosité.....	89
Tableau 3.2: les valeurs de l'atténuation normalisé obtenue par 3 méthodes	90
Figure 3.7 : Variation du coefficient d'atténuation normalisée en fonction de la porosité pour les trois méthodes.....	90
Figure 3.8 : Variation de l'atténuation de Rayleigh en fonction de la porosité pour les 3 méthodes.....	91
Figure 3.9 : Variation de l'atténuation de Rayleigh en fonction de la fréquence.....	92
Figure 3.10 : variation de l'atténuation de Rayleigh en fonction de la porosité et de la fréquence dans le cas de la structure eau/PSi avec Présentation 3D.....	93
Figure 3.11 : variation du facteur A en fonction de la porosité.....	94

CHAPITRE IV

Figure 4.1 : Représentation de deux rayons principaux qui interfèrent de manière constructive lorsque l'objectif est focalisé à la surface.....	99
Figure 4.2 : Lorsque l'objectif est déplacé vers l'échantillon, les rayons à l'angle de Rayleigh se transforme en onde de Rayleigh qui fuit.....	100
Figure 4.3 : Lorsque la fissure est présente, il ya interférence supplémentaire entre onde de Rayleigh réfléchi de la fissure et les deux autres rayons.....	100
Figure 4.4 : Evolution du module du coefficient de réflexion en fonction de l'angle incidence pour la structure eau/Silicium : (- - -) en l'absence du crack, (—) en présence du crack.....	105
Figure 4.5 : Evolution de la signature acoustique en fonction de la distance de défocalisation pour la structure eau/Silicium; (- - -) en présence du crack, (—) en l'absence du crack.....	105
Figure 5.5 : Evolution des spectres de FFT en fonction du nombre de raies en présence et en absence du crack.....	106
Figure 4.6 : les modules de coefficient de réflexion pour de différent taux de porosité (avec et sans crack).....	107
Figure 4.7 : variation de module K_p pour différents taux de porosité.....	108
Figure 4.8: La signature acoustique, $V(z)$, a différentes taux de porosité (sans crack et avec crack).....	108
Figure 4.9 : La signature acoustique, $V(z)$, et leur spectre F.F.T à 32% de porosité (sans crack et avec crack).....	109
Figure. 4.10 : La signature acoustique, $V(z)$, a 32% de porosité (30 μ m et 10 μ m loin de crack).....	109

CHAPITRE V

Figure 5.1 : Coefficient de réflexion en fonction de l'angle d'incidence (Structure eau/Alumine).....	115
Figure 5.2 : La signature acoustique, pour L'Al ₂ O ₃ , 12% PAI ₂ O ₃ et 32% PAI ₂ O ₃	116
Figure 5.3 : analyse par F.F.T la signature acoustique V(z).....	116
Figure 5.4 : la vitesse de Rayleigh en fonction de la porosité.....	117
Tableau 5.1 : les propriétés élastique de Alumine polycrystalline.	118
Tableau 5.2 : analytiques équations est déterminées par le fittage des résultats expérimentaux.....	118
Figure 5.5 : Fittage de module de Young en fonction de la porosité par différents formules empiriques.....	119
Figure 5.6 : Variation de Module de Compressibilité en fonction de la porosité par différents formules empiriques.....	119
Figure 5.7: relations entre les modules élastiques et la porosité.....	120
Figure 5.8: la dépendance de module de Young et de module de cisaillement.....	121
Figure 5.9 : La signature acoustique(z) (avec ces spectres F.F.T), obtenue à différente fréquences, pour P=12%, 25%et 32% respectivement.....	123
Figure 5.10 : Effets des angles d'occultation sur les signatures acoustique and leurs spectres F.F.T pour H ₂ O/PAI ₂ O ₃ à P=12% and P=32%.....	125
Figure 5.11: Variation du coefficient d'atténuation normalisée en fonction de la porosité	126

INTRODUCTION GENERALE

Le Silicium est du moins l'un des matériaux les plus étudiés en science des matériaux. Ses caractéristiques structurales, optiques et électroniques sont aujourd'hui bien connues en physico-chimie [1]. Cependant, bien que très utilisé dans la fabrication de dispositifs électroniques, l'opto-acoustique reste un domaine qui échappe totalement à ce matériau. Ceci a fait appel à l'utilisation du silicium poreux (PSi). Depuis sa découverte [2], son champ d'application s'est fortement élargi. Un nouvel engouement pour le silicium poreux est né de la découverte de sa photoluminescence à température ambiante [3-6]. L'origine de cette propriété optique est sans doute liée à la nouvelle structure du matériau qui passe de l'état monocristallin à l'état poreux. Ces matériaux sont caractérisés par un grand rapport surface-volume. Cela les rend très intéressants pour des utilisations scientifiques et technologiques.

La détermination des paramètres fondamentaux caractérisant les propriétés mécaniques de ce matériau (PSi), par des méthodes dynamiques, est basée sur la propagation des ondes élastiques dans les solides. Une variété de microscopes sont disponibles ; microscopes : optiques, électroniques et à sonde....etc, ce qui implique diverses formes modifiées permettant la visualisation des données dans la gamme microscopique, nanoscopique et jusqu'à des échelles moléculaires et atomiques. En microscopie acoustique, la micro-caractérisation des matériaux clés utilisés dans les applications de la fabrication des composants électroniques, étudie les paramètres fondamentaux caractérisant les propriétés mécaniques de ces matériaux.

Le microscope acoustique à balayage (SAM) [7] représente une technique incontournable non seulement dans les enquêtes qualitatives, mais également dans les mesures quantitatives [7,8]. En micro-analyse, il peut être utilisé pour déterminer directement les propriétés mécaniques des matériaux via la signature acoustique du matériau (AMS), $V(z)$, cette signature est obtenue par l'enregistrement de la variation du signal acoustique réfléchi en fonction de la défocalisation z de l'échantillon [9]. De ce fait, elle reste une méthode d'investigation particulièrement bien adaptée à la détection des microstructures en surface et à

l'intérieur des objets. Les applications de la microscopie acoustique sont nombreuses dans la recherche et l'industrie, notamment pour les matériaux poreux, où la vitesse des ondes est fonction de la porosité par rapport à la longueur d'onde utilisée.

Notre objectif consiste à étudier la structure et calculer les paramètres acoustiques du silicium poreux (PSi) en utilisant la méthode quantitative de la microscopie acoustique. Pour cela nous simulons les courbes du signal de sortie appelé signature acoustique $V(z)$ afin d'étudier l'évolution des différents paramètres en fonction de la porosité. Ce calcul nous permet d'illustrer d'une part, la variation de l'impédance acoustique, du coefficient de réflexion, de la vitesse de propagation du mode considéré et des constantes élastiques (module de Young, module de cisaillement...) en fonction de la porosité et de calculer d'autre part le coefficient d'atténuation des ondes de surface dans le PSi dans le but d'établir des lois empiriques en fonction de la porosité.

Après une introduction générale, le premier chapitre donne l'état de l'art de la microscopie acoustique. Cette dernière est une méthode de caractérisation et d'imagerie utilisant des ondes mécaniques suffisamment élevées. Après un bref historique, nous abordons son principe de fonctionnement et les différents composants de son outil principal (SAM). Nous présentons les différents modèles et l'aspect mathématique de la signature acoustique $V(z)$. Nous citons enfin les différents domaines d'application de microscopie acoustique.

Dans le second chapitre, nous décrivons les différents paramètres qui jouent un rôle dans la propagation du son à travers des matériaux poreux (la porosité, résistivité, la tortuosité, longueurs visqueuses et thermiques caractéristiques et les constantes élastiques). Nous nous concentrons sur les propriétés morphologiques et les différentes applications du silicium poreux (PSi). Enfin, une investigation quantitative, en champ noir, nous permet d'étudier le glissement des courbes de $V(z)$ et calculer les constantes élastiques. Une comparaison avec le modèle de Biot montre une bonne concordance entre les valeurs de ces constantes.

Dans le troisième chapitre, nous nous intéressons à l'atténuation de la propagation des ondes de surface dans PSi en utilisant trois méthodes différentes. La première méthode est la méthode analytique, qui est obtenue en résolvant l'équation de Viktorov. La deuxième méthode est celle de l'analyse spectrale, où la transformée de Fourier rapide (F.F.T) est appliquée aux courbes $V(z)$. La dernière méthode utilise le champ noir. La comparaison des résultats nous permet d'établir une relation entre le coefficient d'atténuation et la porosité.

Le quatrième chapitre consiste à étudier l'influence du crack sur la propagation des ondes acoustiques. La présence de la fissure à la surface du matériau (crack) perturbe la propagation de l'onde puisqu'elle modifie l'amplitude du coefficient de réflexion. Pour étudier ce dernier nous avons utilisé le modèle de Schoch. Ensuite nous considérons l'approximation de Rayleigh pour pouvoir modéliser la signature acoustique $V(z)$.

Dans le dernier chapitre, nous appliquons nos calculs précédents à l'alumine poreuse (PAI_2O_3) pour pouvoir montrer que la technique de la microscopie acoustique est une méthode non destructive très puissante pour caractériser ce type de biomatériaux. Les courbes de $V(z)$ représentent la clé pour les investigations microstructurales de PAI_2O_3 dans le but d'établir des relations empiriques entre les paramètres acoustiques et les comparer à ceux rapportés dans la littérature.

Ce manuscrit est clôturé par une conclusion générale.

Références

- [1] Sossé Ndiaye, « Étude Par Microscopie Électronique à Balayage et Spectroscopie de diffusion Raman de matériaux semiconducteurs poreux obtenus par oxydation anodique », these de doctorat, Université Cheikh Anta DIOP de Dakar, pp.85, 2000.
- [2] A.Uhlir, « Electrolytic shaping of germanium and silicon ». Bell System Tech J. Vol. 35, 1956, pp. 333-47.
- [3] L. Canham, « Silicon quantum wire array fabrication by electrochemical and chemical dissolution of wafers ». Applied Physics Letters, Vol. 57, 1990, pp.1046–1048
- [4] D. R. Turner, « Electropolishing silicon in hydrofluoric acid solutions », J. Electrochem. Soc. 105,402 (1958).
- [5] L. T. Canham, « Silicon at various stages of electrochemical etching », App. Phys. Leu. Vol. 57, 1990, pp.1046.
- [6] L. T. Canham, « in Properties of Porous Silicon », Inst, of Eng. Tech. 1997.
- [7] A. Briggs, « Acoustic Microscopy », second ed., Plenum Press, New York, 2010.
- [8] P. V. Zinin, « Handbook of Elastic Properties of Solids, Liquids and Gases », edited by: Levy, Bass and Stern (Academic Press) vol. 1, 2001, pp.187
- [9] J. D. Achenbach, « Evaluation of Materials and Structures by Quantitative Ultrasonis », (Springer,-Verlag), 1993.

- [10] K. Yamanaka, Y. Enomoto, « Observation of Surface Cracks with Scanning Acoustic Microscope », J. Appl. Phys., Vol. 53, 1982, pp. 846
- [11] P. Reinholdtsen, B. T. Khuri-Yakub, « Removing the Effects of Surface roughness in Acoustic Microscopy », Proc. Ultrason. Symp., IEEE, New York, 1986, pp. 759
- [12] J. Attal, G. Cambon, M. Rouzeyre, « Acoustic Microscopy: Recent Applications in Semiconducting Devices », Ultrason. Symp. IEEE, New York, 1981, pp. 557.

CHAPITRE I

PROPAGATION ULTRASONORE PAR UTILISATION DE LA MICROSCOPIE ACOUSTIQUE

I. Introduction

La microscopie acoustique est une méthode de caractérisation et d'imagerie utilisant des ondes mécaniques suffisamment élevées. Ses résolutions sont comparables à celles données par les méthodes optiques. Après un aperçu historique, nous aborderons dans un premier temps le principe de fonctionnement et les différentes composantes de son principal outil, le microscope acoustique à balayage. Dans un second temps, nous décrirons les différents modèles de la signature acoustique (AMS, en anglais : Acoustic Material Signature), $V(z)$. Enfin nous citerons les différentes applications de la microscopie acoustique.

II. Microscopie acoustique

II.1. Historique et état de l'art

La microscopie acoustique est la seule méthode de visualisation qui fournit des images en profondeur de la matière, à l'échelle du micromètre. Sokolov fut le premier à découvrir son concept en 1949 [1, 2] qui se base sur l'utilisation des ultrasons de fréquences suffisamment élevées (de quelques MHz à plusieurs GHz) [3].

Malheureusement, la réalisation du microscope acoustique de balayage n'a été mis au point qu'après le développement de la représentation électronique du traitement à haute fréquence, ainsi que la réalisation de la lentille acoustique. En 1973, que R.A. Lemons et C.F. Quate [4, 5,6] ont introduit la microscopie acoustique en mode de transmission. Ces microscopes permettent de réaliser des images ultrasonores avec une très grande résolution (jusqu'à 200 Å). Ce type de microscopes fonctionne avec deux lentilles disposées de façon confocales. Un capteur agit comme émetteur, et un second utilisé comme un récepteur de signaux (figure (1.1)) [7,8].

Peu de temps après, les mêmes auteurs [5, 9, 10] développèrent le premier microscope acoustique fonctionnant en mode de réflexion dans lequel une seule lentille assure la réflexion et la réception à la fois (figure (1.2)). Depuis lors, le microscope acoustique à balayage (Scanning Acoustic Microscope : SAM) est devenu un outil important d'évaluation non destructive impliquant l'imagerie, la micro-caractérisation et la détection des défauts dans la structure des matériaux.

Au cours des dernières années, différents types de microscopies acoustiques ont été mises en œuvre pour la caractérisation des matériaux poreux, particulièrement le Silicium poreux, citons : la microscopie électronique à balayage, la microscopie à laser à balayage, et la microscopie à force atomique [11, 12, 13].

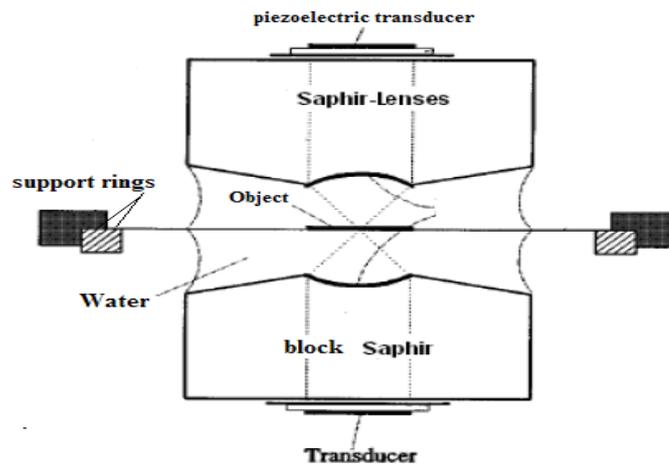


Figure 1.1: Microscope acoustique en transmission [14]

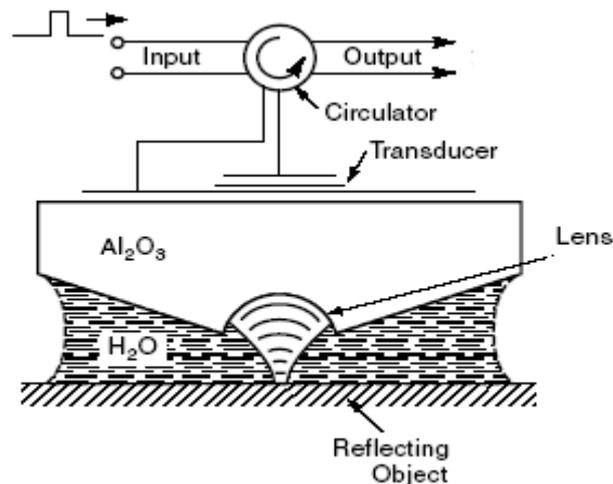


Figure 1.2 : Microscope acoustique en mode de réflexion [15]

L'amélioration et le progrès de la numérisation des techniques de microscopie acoustique ont conduit à la commercialisation de ce type de microscopes qui fonctionnent en général avec de l'eau et en mode de réflexion [16].

Les avantages significatifs du SAM (en micro caractérisation quantitative ou qualitative) sont :

- (i) sa capacité de caractériser les différents types de matériaux pour des observations à la surface et au sein de la matière, y compris ceux qui sont opaques [2, 17].
- (ii) le contraste détecté est lié aux propriétés mécaniques de l'échantillon.

II.2. Principe de fonctionnement

Le principe de fonctionnement du microscope acoustique est basé sur la propagation et la réflexion des ondes acoustiques aux interfaces où un changement d'impédance acoustique se produit (figure (1.3)).

C'est un système séquentiel de représentation dans le quelle transducteur piézoélectrique émet un faisceau focalisé d'ultrasons qui se propage à travers un liquide de couplage.

Le faisceau est dispersé par l'échantillon et le signal de sortie est juste une tension simple. Pendant que l'échantillon est balayé, sa tension est enregistrée en chaque position de balayage à la focale et une image est produite. Les vitesses de balayage typiques sont de 20 à 30 s pour fonctionner dans la gamme de fréquences de 0.1 à 2 GHz, et pour un champ en vue d'un maximum de 0.5 x 0.5mm. A basses fréquences (inferieures a 200MHz), un champ de 5 x 5 cm est représenté en quelques minutes [18]. L'image résultante de la mesure de l'énergie acoustique réfléchié correspond directement à l'impédance acoustique de l'échantillon et par conséquent aux propriétés mécaniques de ce même échantillon.

II.3. Composantes du microscope acoustique à balayage

Un microscope acoustique de balayage (SAM) se compose de trois principales unités fonctionnelles, à savoir : l'unité acoustique, le dispositif électronique et le dispositif d'affichage (figure (1.4)).

II.3.1. L'unité acoustique

a) Transducteur

Le transducteur convertit les impulsions électriques en ondes acoustiques à haute fréquence et les ondes acoustiques reçues en signaux électriques.

Le matériau polarisé de façon permanente tel que le quartz (SiO_2) produit un champ électrique après une application d'une force mécanique qui change les dimensions du matériau. Ce phénomène est connu sous le nom de piézoélectricité [19, 20].

Pour des fréquences inferieures à 100 MHz, le transducteur est constitué de Niobate de Lithium (LiNbO_3), du Quartz, du Saphir, ou de la céramique [21].

De nos jours, l'élément actif de la plupart des transducteurs acoustiques utilisés est un piézo-électrique en céramique, celui-ci peut être coupé dans des orientations différentes pour produire les formes d'ondes souhaitées.

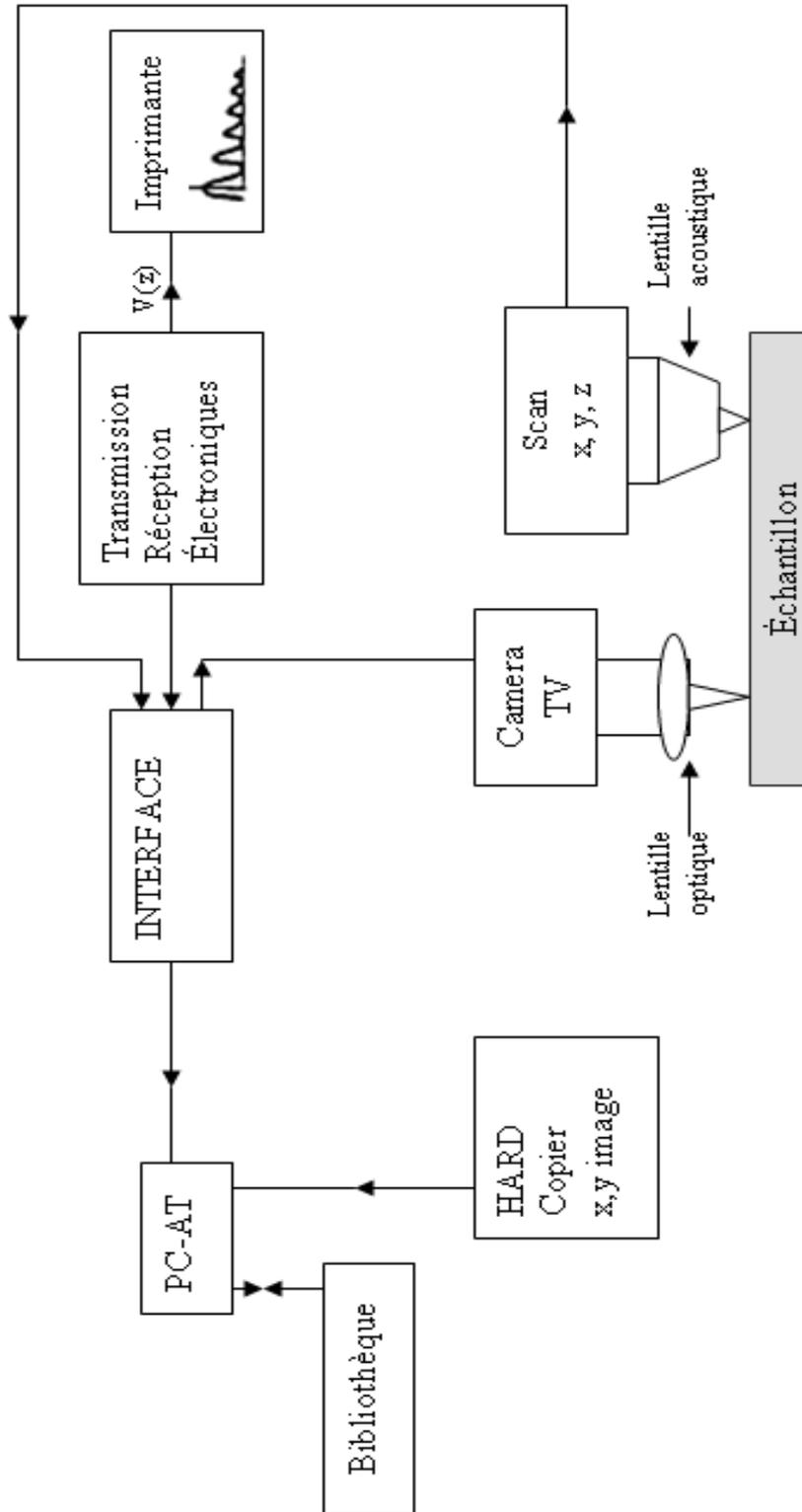


Figure 1.3 : Schéma du microscope acoustique à balayage en mode de réflexion

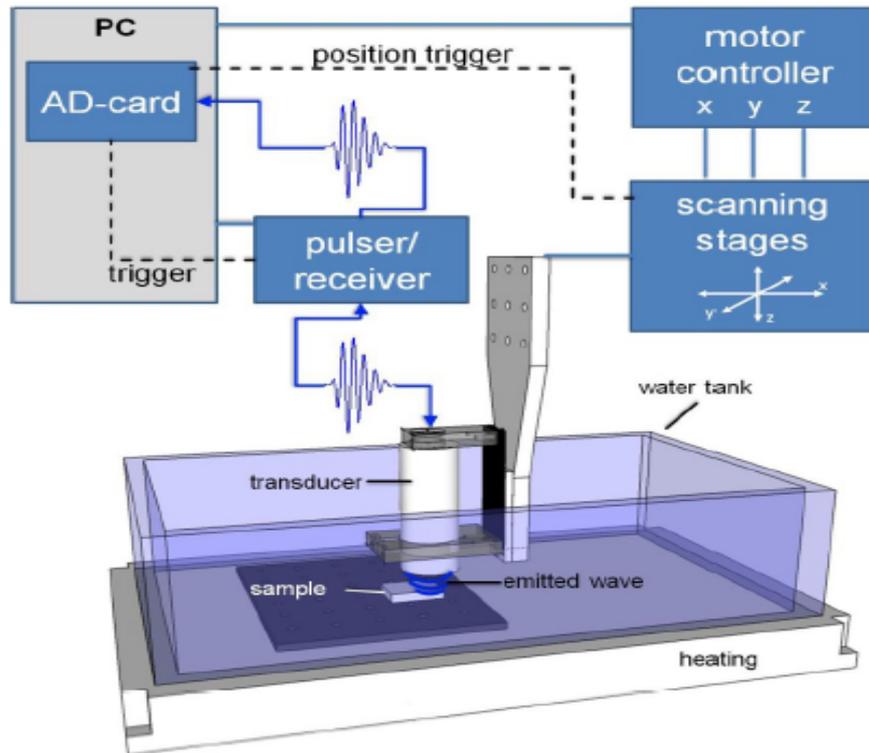


Figure 1.4 : Configuration schématique du microscope acoustique à balayage [22].

b) Lentille acoustique

Elle demeure la base pour le microscope acoustique et doit être taillée avec soin pour assurer une meilleure qualité d'image. Elle agit comme un guide pour les ondes acoustiques. Elle est utilisée pour la génération et la réception des ondes acoustiques à hautes fréquences. Un schéma de la lentille acoustique est présenté par la figure (1.5). La lentille acoustique fabriquée en saphir, est caractérisée par :

- Une faible atténuation acoustique, ce qui permet aux ondes acoustiques de se propager à l'intérieur de la lentille à haute fréquence et sans perdre trop d'énergie.
- une impédance acoustique
- une vitesse élevée ((11 000 m / s) par rapport à l'eau (1500 m / s)) [23].



Figure 1.5 : Lentille acoustique [24]

Notons que les lentilles les plus utilisées dans le SAM sont de type sphérique et cylindrique. D'autres modèles de lentilles [25, 26, 27] (concave, Lamb, Fresnel....) ont été proposées à plusieurs reprises pour des applications particulières.

c) Milieu de couplage

Parce que les ondes acoustiques sont des ondes élastiques, un milieu de couplage adéquat est nécessaire pour le balayage en microscopie acoustique. L'air n'est pas un bon moyen pour la propagation des ondes acoustiques de hautes fréquences en raison de sa forte atténuation, ainsi que les milieux solides qui à leur tour ne peuvent pas assumer une analyse mécanique aisée du faisceau acoustique. Par contre, il s'avère que le fluide peut être considéré comme le meilleur milieu de couplage pour la numérisation microscopie acoustique.

Jusqu'à présent, le milieu de couplage le plus largement utilisée est l'eau, car, il peut offrir une bonne mouillabilité, une atténuation acoustique relativement faible, et une bonne inertie chimique [15].

II.3.2. Dispositif électronique

Le dispositif électronique est un générateur émetteur-récepteur qui se compose :

- d'un générateur d'impulsion à hautes fréquences émettant des impulsions éclectiques courtes pour exciter le transducteur
- et d'un récepteur amplifiant et enregistrant les signaux réfléchis par ce même transducteur.

Il y a également un dispositif de commutation qui joue le rôle d'un séparateur entre les signaux transmis et reçus.

II.3.3. Dispositif d'affichage

Appelé aussi l'unité d'affichage, ou de stockage d'images et de commande. Cette unité reçoit les signaux électriques provenant du transducteur et les affiche en images grises ou de couleur dans la direction X, Y.

III. Microscopie acoustique qualitative

Deux axes principaux de recherches se sont développés à partir des images de la microscopie acoustique. Ils sont liés à l'interaction des ultrasons avec des structures situées à moins ou à plus d'une longueur d'onde de la surface. La microscopie acoustique en mode qualitative permet d'isoler approximativement les modes de surface et de volume responsables de l'imagerie acoustique.

III.1. Imagerie de surface

L'imagerie de surface s'avère l'une des plus importantes applications de l'imagerie acoustique, du fait de sa sensibilité à l'état de surface (topographie) de l'échantillon. Le principe de l'imagerie de surface consiste en la focalisation du faisceau acoustique incident sur la surface ainsi que toutes les structures se trouvant à moins d'une longueur d'onde acoustique de l'interface liquide/solide. Elle est le résultat d'interférence entre les ondes incidentes se répandant vers le point focal (ondes longitudinales) et les ondes de surface (généralement les ondes de Rayleigh) se propageant à l'interface [28]. Dans ce cas, on peut constater que :

- Les contrastes sont meilleurs à de faible défocalisations et non pas à la focale
- les images des échantillons inhomogènes ou polycristallins dévoilent d'importants contrastes, et ce lorsque les coefficients de réflexion des solides monocristallins d'impédances voisines sont à peu près identiques en incidence normale.
- De bonnes résolutions sont atteintes pour cause la fréquence de travail qui peut dépasser quelques GHz.

III.2. Imagerie de volume

Une autre application de la microscopie acoustique est l'imagerie en volume, celle-ci permet de visualiser les structures internes des matériaux même s'ils sont opaques aux ondes lumineuses et aux faisceaux électroniques. Etant donné que l'atténuation des ondes acoustiques

est assez faible dans les solides, le faisceau peut être focalisé à l'intérieur du matériau à une profondeur de plusieurs longueurs d'onde [29].

III.3. Modes de mesure

Une grande variété des modes d'imagerie sont possibles au SAM. Il y'a plusieurs type de scan comme le montre la figure (1.6). Chaque type de scan est une technique d'interprétation qui offre un moyen unique pour observer et évaluer la région du matériau se trouvant sous l'inspection. Les trois types de scan les plus communs du microscope lié à une image acoustique sont A-scan, B-scan et C-scan.

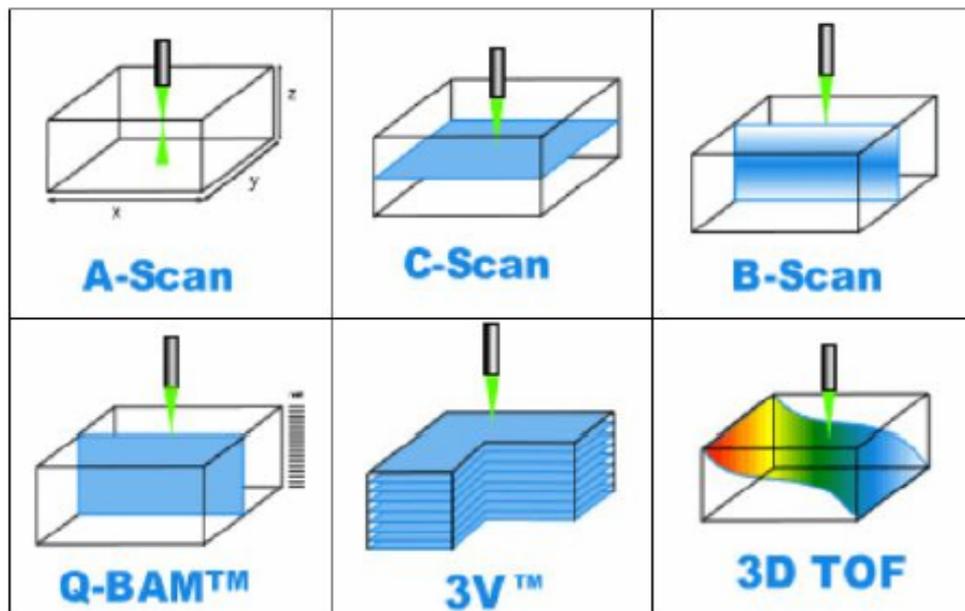


Figure 1.6: modes d'imagerie acoustique (<http://www.sonoscan.com>)

Q-BAM: Quantitative B-scan analysis mode; TOF: Time-of-flight

III.3.1. A-Scan et ses applications

Le mode A-Scan (A : Amplitude) est utilisé pour caractériser un seul point d'intérêt dans un échantillon. C'est un signal monodimensionnel illustrant en temps réel, les différentes réflexions de l'onde ultrasonore sur les interfaces de l'échantillon à analyser, comme le fait un oscilloscope [30]. Le traçage d'A-scan affiche la quantité d'énergie ultrasonore reçue au niveau du capteur en termes de tension en fonction du temps [31,32].

III.3.2. B-Scan et ses applications

Le mode B-scan (B : Brightness) fournit une vue de côté de l'échantillon. En ce mode, une image de l'échantillon en coupe verticale est produite le long d'une ligne, comme si l'échantillon a été coupé avec une scie. La profondeur des différentes structures peut être mesurée [33].

Les échos d'amplitude positive et négative sont représentés sous forme de taches lumineuses et de taches sombres respectivement. Cette méthode est très efficace pour déterminer les défauts dans une couche, tels que les vides et les décollements [34, 35].

Notons que B-scan est analogue à la technologie employée par les échographes médicaux utilisés dans les hôpitaux.

III.3.3. C-Scan et ses applications

Le C-Scan ou impulsion-écho fournit une image vue en plan pour une profondeur, c'est le mode le plus couramment utilisé de la microscopie acoustique. Ce mode fournit une vue de haut en bas comme un A-scan, mais génère une image à partir d'un capteur de numérisation [19]. Le C-scan est littéralement une compilation de A-scan d'amplitude et de données temps de prises à différentes positions le long de l'axe XY (figure (1.7)). Il est utile pour :

- définir la nature exacte, et les informations sur la taille de la profondeur de défauts [35]
- évaluer la porosité des matériaux poreux

Le C-Scan est utilisé généralement dans les industries de transformation des aliments, le paquet d'étanchéité, les soudures et les joints de brasage [36].

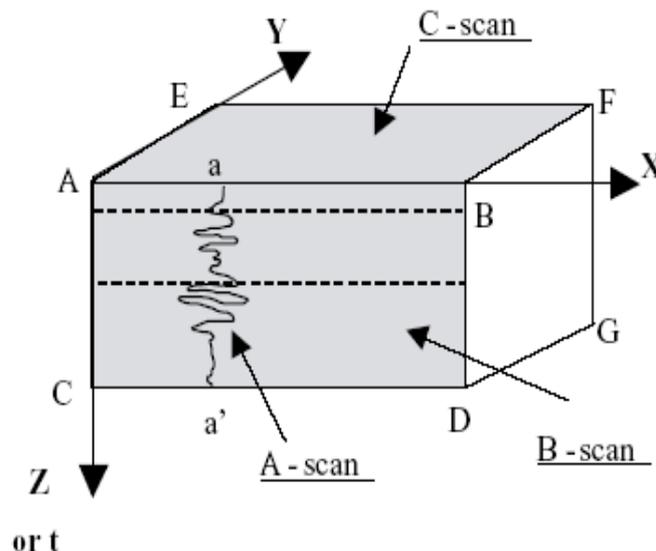


Figure 1.7 : Types d'analyses obtenus à partir de l'imagerie acoustique [37].

IV. Elasticité des matériaux : Analyse théorique

IV.1. Propagation des ondes élastiques

Par définition, les ondes élastiques ou acoustiques de surface appelées (*SAW: Surface Acoustic Wave*) sont des ondes qui se propagent en parallèle de la surface d'un solide (le vecteur d'onde et le vecteur de flux d'énergie sont parallèle à la surface) avec une amplitude, fonction de la longueur d'onde, qui décroît avec la profondeur du solide [38].

Les ondes élastiques ne se propagent pas dans le vide contrairement aux ondes électromagnétiques.

IV.2. Génération des ondes élastiques

Les propriétés piézoélectriques des matériaux permettent de transformer l'énergie électrique en énergie mécanique (et inversement) et offrent la possibilité de générer des ondes acoustiques [39]. L'application d'un potentiel électrique alternatif sur un réseau d'électrodes métalliques va permettre la génération, par effet piézoélectrique inverse, d'une onde dans le matériau. Sous certaines conditions géométriques et selon la nature des matériaux, il est possible de générer différents types d'ondes :

- des ondes de volume (Bulk Acoustic Waves BAW).
- des ondes de surface (Surface Acoustic Waves SAW).
- des ondes de plaques résultant de la superposition d'ondes BAW et SAW,
- et des ondes guidées.

En ce qui concerne les ondes élastiques dans les solides, deux cas se présentent [38]:

IV.2.1. Ondes de volume : Solide homogène illimité

Les ondes qui s'y propagent sont les ondes planes. Au cours de leur propagation, ces ondes ne rencontrent aucune frontière car l'étendue du faisceau des ondes élastiques est plus petite que les dimensions latérales du solide dans lequel elles se propagent.

a) Ondes longitudinales

Dans une onde longitudinale (encore appelée onde de compression, dilatation, irrotationnelle ou onde P), le déplacement des particules est parallèle à la direction de propagation des ondes (figure (1.8)). Ce sont des ondes de volume, elles se propagent

normalement dans les solides, les liquides et les gaz. Cependant, compte tenu des fréquences très élevées utilisées dans le contrôle non destructif, l'atténuation de ces ondes est extrêmement élevée dans les gaz. Ainsi, les ondes longitudinales ne se propagent réellement que dans les solides et les liquides.

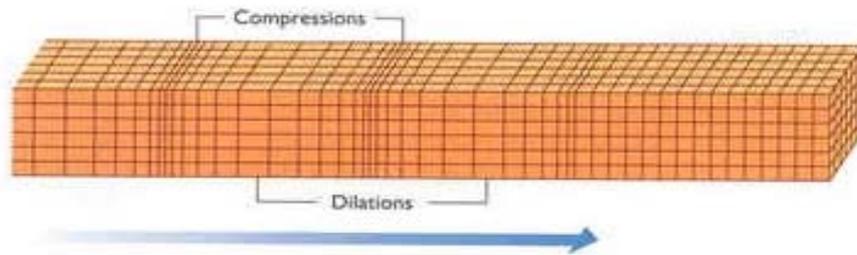


Figure 1.8 : Schéma d'un solide traversé par une onde longitudinale [40]

b) Ondes transversales

Dans une onde transversale (appelées aussi onde de cisaillement, distorsion, rotationnelle ou onde S) le déplacement de la particule est perpendiculaire à la direction de propagation des ondes (Figure (1.9)). Les ondes transversales ne se propagent que dans les solides ou dans les liquides visqueux.

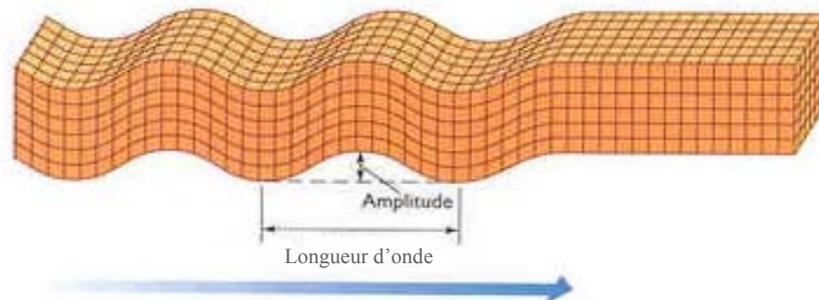


Figure 1.9 : Schéma d'un solide traversé par une onde transversale [40]

IV.2.2. Ondes guidées : Solide limité

Les ondes sont guidées :

- par une surface libre d'un milieu : ondes de surface.
- par deux surfaces parallèles (plaque); les ondes se propagent en se réfléchissant alternativement sur une surface et sur l'autre.
- Ou dans une structure multicouche.

IV.3. Modes de propagation

Il existe plusieurs modes de propagation des ondes acoustiques de surface. Ils se déduisent de la résolution des équations de propagation. Ces modes se divisent principalement en :

IV.3.1. Onde de Lamb

Les modes de Lamb purs se propagent dans une plaque isotrope environnée de vide. Ce sont des combinaisons d'ondes longitudinales et transversales [41, 42]. Lorsque cette plaque est plongée dans un fluide, ces ondes sont appelées "ondes de Lamb généralisées". En milieu isotrope, deux types de modes sont obtenus : les modes de Lamb symétriques pour lesquels la première et la dernière interface du matériau vibrent symétriquement par rapport au plan médian (Figure (1.10 (a))), et les modes de Lamb antisymétriques pour lesquels ces interfaces vibrent parallèlement (Figure (1.10 (b))). Les ondes de Lamb n'existent que pour certains couples (vitesse, fréquence) qui sont déterminés par les relations de dispersion de ces ondes.

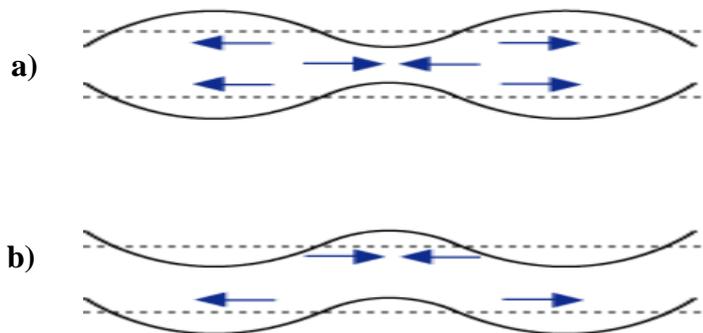


Figure 1.10 : onde de Lamb : a) Symétriques. b) Asymétriques

IV.3.2. Ondes de Rayleigh

Elles ont été découvertes par Lord Rayleigh en 1885. Ces ondes se propagent à la surface d'un milieu isotrope semi-infini dont l'interface est libre (vide du côté opposé). Le passage de l'onde provoque un mouvement elliptique des particules et une ondulation de la surface sur une petite épaisseur [43]. L'amplitude du mouvement diminue à mesure que l'on s'éloigne de l'interface.

Lorsqu'un fluide prend la place du vide, ces ondes prennent le nom " d'ondes de Rayleigh généralisées" ou "leaky Rayleigh waves". Ces ondes peuvent être utilisées en contrôle non

destructif pour détecter des fissures au voisinage d'une interface. Contrairement aux ondes de Lamb, l'onde de Rayleigh est non dispersive en milieu homogène (elle se propage pour un angle d'incidence donné quelle que soit la fréquence) (figure (1.11)).

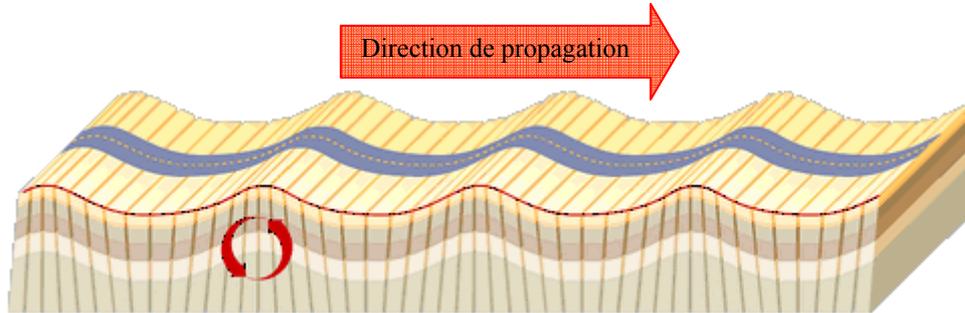


Figure 1.11 : Onde de Rayleigh [44]

IV.3.3. Ondes de Stoneley

Les ondes de Stoneley correspondent à une variante des ondes de Rayleigh. De telles ondes peuvent prendre naissance si le milieu n'est pas homogène ou même si la limite supérieure n'est pas libre. C'est la propagation des perturbations limitées au voisinage d'une surface se produisant non seulement à proximité d'une surface libre mais également à l'interface de deux demi-espaces remplis avec différents matériaux. Ainsi, il peut y avoir des ondes de surface à l'interface d'un solide/fluide et aussi à l'interface de deux solides [45].

IV.3.4. Onde de love

Ces ondes, présentes dans un milieu formé de deux couches de densités et de rigidités différentes, ont des amplitudes qui décroissent exponentiellement avec la profondeur. Elles se propagent avec une perturbation tangentielle perpendiculaire à leur direction de propagation (figure (1.12)).

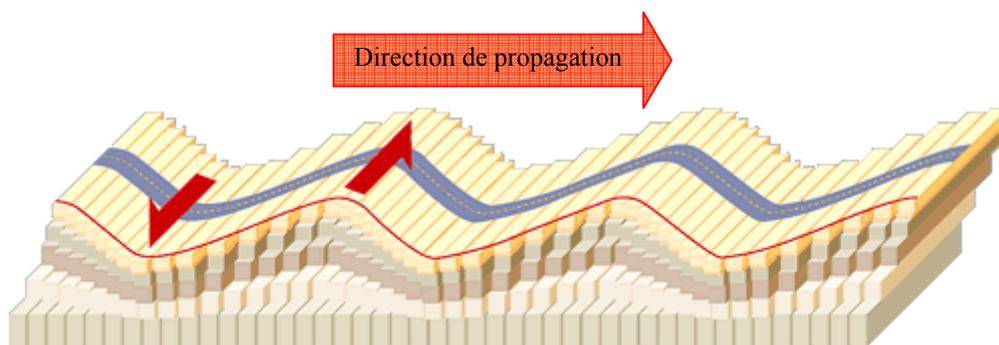


Figure 1.12: onde de Love [44]

IV.3.5. Autres modes

Il existe plusieurs modes d'ondes acoustiques de surface ou des modes pouvant posséder certaines caractéristiques d'ondes de surface sans pour autant en être des modes pures de ce type d'ondes. Nous nous contenterons uniquement de citer quelques-uns de ces modes sans détailler leur principe de génération et leurs caractéristiques. Parmi les modes de propagation des ondes de surface, on peut citer:

- Les ondes de Bleustein-Gulyaev (STW) [46].
- Les ondes Leaky [27].
- Les ondes Sezawa [27].

Le choix de la nature de l'onde acoustique et sa fréquence sont fonction à la fois de la nature du milieu et de l'objectif visé. Chaque mode de contrôle ou de caractérisation impose des caractéristiques acoustiques bien déterminées [47].

V. Constantes élastiques

La constante élastique ou le module élastique est la clé de la propriété du matériau. Par définition c'est la constante qui relie la contrainte au taux de déformation d'un matériau soumis à une compression.

Un certain nombre de paramètres d'élasticité peut être définie comme suit:

V.1. Module de Young

Ce module appelé aussi module d'élasticité longitudinale, E , caractérise la raideur de la matière. A contrainte égale, un matériau ayant un module d'élasticité élevé subira une déformation plus faible qu'un matériau ayant un module d'élasticité petit. La loi d'élasticité donnée par la loi de Hooke [48] s'exprime comme :

$$\sigma = E \varepsilon \quad (1.1)$$

Où :

σ est la contrainte.

ε est l'allongement relatif, ou déformation.

L'unité du module de Young internationale est le Pascal (Pa). Cependant, en raison des valeurs élevées que prend ce module, il est généralement donné en Méga pascal (MPa).

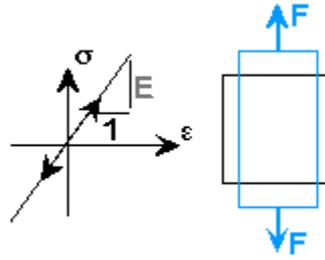


Figure 1.13 : diagramme contrainte-déformation et le module de Young

V.2. Module de Cisaillement

Le module de cisaillement, aussi appelé module de glissement, est une grandeur physique propre à chaque matériau et qui intervient dans la caractérisation des déformations causées par des efforts de cisaillement.

$$\text{Module de cisaillement} = \frac{\text{Contrainte de cisaillement}}{\text{déformation de cisaillement}}$$

On peut donc définir le module de cisaillement, G , par :

$$G = \frac{\tau}{\gamma} \quad (1.2)$$

Où :

τ : Accroissement de contrainte en Pa

γ : Angle de cisaillement.

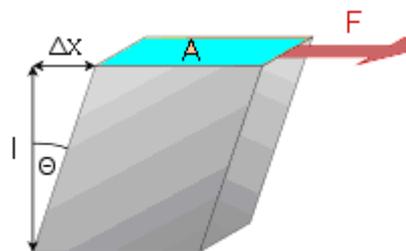


Figure 1.14 : Schéma de principe du cisaillement G [49].

V.3. Module de compressibilité

Il est défini comme étant, le rapport de la contrainte volumique à la déformation volumique:

$$\text{Module de compressibilité} = \frac{\text{Contrainte volumique}}{\text{déformation volumique}}$$

Soit :

$$K = -P \frac{\Delta V}{V_0} \quad (1.3)$$

Où V est le volume du matériau,

V_0 est le volume initial et P la pression exercée uniformément dans les directions, à température constante, durant la compression.

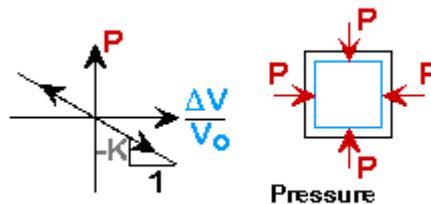


Figure 1.15 : Schéma du principe de la compressibilité K.

V.4. Coefficient de Poisson

Le coefficient principal de Poisson, ν , permet de caractériser la contraction de la matière perpendiculairement à la direction de l'effort appliqué. Il est toujours inférieur ou égal à 1/2. S'il est égal à 1/2, cela veut dire que le matériau est parfaitement incompressible.

VI. Relations entre les propriétés élastiques

L'évaluation de la vitesse de propagation des ondes longitudinales et transversales permet de déterminer les propriétés élastiques du milieu dans lequel ce type d'onde se propage. La vitesse de l'onde longitudinale, V_L , peut être exprimée en fonction du module de compressibilité, K, du module de cisaillement, G, et de la densité du milieu, ρ , par la relation suivante :

$$V_L = \sqrt{\frac{K + \frac{4}{3}G}{\rho}} \quad (1.4)$$

D'autre part, la vitesse de l'onde transversale, V_T , dépend seulement du module de cisaillement et de la densité du milieu, sa formule est donnée par la relation suivante :

$$V_T = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (1.5)$$

Les relations entre les vitesses longitudinale et transversale et les propriétés élastiques sont citées dans la théorie de l'élasticité comme suite :

$$E = \rho V_T^2 \frac{(3V_L^2 - 4V_T^2)}{(V_L^2 - V_T^2)} \quad (1.6)$$

$$K = \rho(V_L^2 - \frac{4}{3}V_T^2) \quad (1.7)$$

$$G = \rho V_T^2 \quad (1.8)$$

$$\nu = \frac{\left(\frac{V_T}{V_L}\right)^2 - \frac{1}{2}}{\left(\frac{V_T}{V_L}\right)^2 - 1} \quad (1.9)$$

Les équations (1.1) et (1.2) indiquent que l'onde de compression se propage plus rapidement que l'onde de cisaillement. Le rapport de vitesse entre l'onde de compression et l'onde de cisaillement dépend uniquement du coefficient de Poisson comme il est montré dans l'équation (1.3).

Le rapport V_L/V_T peut être donc donné par la relation suivante :

$$\frac{V_L}{V_T} = \sqrt{\frac{(1 - \nu)}{(\frac{1}{2} - \nu)}} \quad (1.10)$$

Il est à noter que les ondes transversales et longitudinales peuvent être utilisées pour caractériser un milieu homogène, élastique et isotrope.

VII. Détermination des modules élastiques

Il existe plusieurs moyens techniques pour déterminer directement ou indirectement les modules élastiques des matériaux. Parmi ces méthodes on cite :

VII.1. Méthodes statiques

Ces méthodes consistent à exercer une force de traction sur un barreau de dimension standardisée, jusqu'à sa disjonction, en suivant un processus de mise en charge avec une vitesse de déformation constante. Cette manière demeure destructive et incapable de déterminer tous les modules élastiques [50, 51].

VII.2. Méthodes dynamiques

Ces méthodes consistent à soumettre des échantillons à des vibrations longitudinales et transversales [52]. Les méthodes dynamiques ont l'avantage d'être non destructives et permettent de déterminer tous les modules élastiques.

VIII. Le coefficient de réflexion des ondes acoustiques à l'interface liquide-solide

La réflexion et la transmission des ondes acoustiques à l'interface liquide/ Solide présentent un domaine d'intérêt pratique et théorique. Ainsi la connaissance des propriétés élastiques est essentielle pour mieux estimer l'envergure du domaine d'application.

VIII.1. Interaction onde / interface Liquide-solide

Lorsque deux milieux semi-infinis distincts (fluides, solide isotrope ou anisotrope) sont séparés par une interface, l'interaction d'une onde plane (avec un angle d'incidence θ_i) oblique avec l'interface provoque une onde réfléchie dans le milieu liquide et deux ondes transmises dans le milieu solide : une onde longitudinale L (avec un angle de transmission θ_L), et une onde transversale (avec un angle de transmission θ_T) T (voir figure (1.16)).

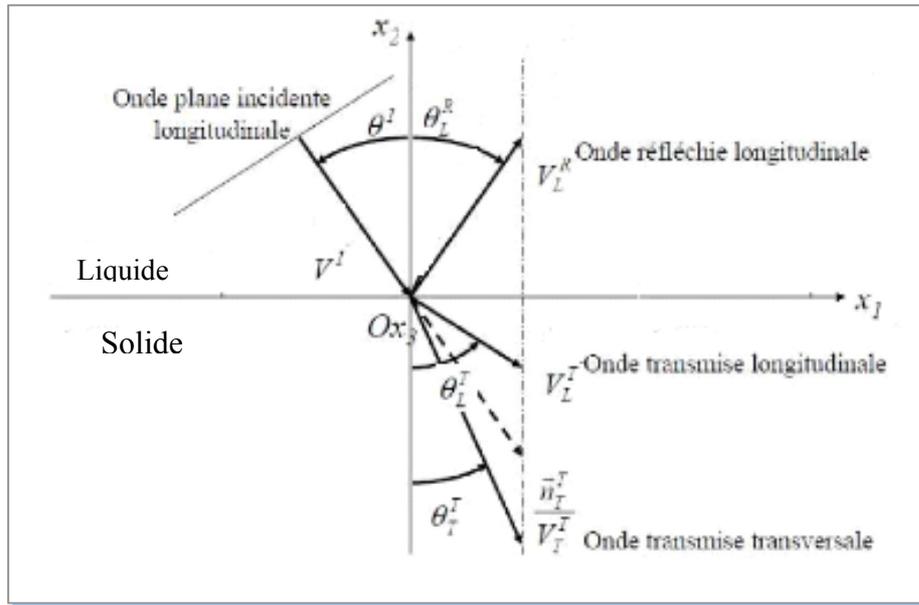


Figure 1.16 : Illustration du phénomène de réflexion/transmission à l'interface liquide-solide

VIII.1.1. Lois de Snell-Descartes

Lorsqu'une onde ultrasonore traverse une interface entre deux milieux à indices de réfraction différents, une partie de son énergie est transmise et l'autre est réfléchie. La loi de Snell [53, 54,55] est décrite par la relation entre les angles et les vitesses des ondes dans les deux milieux. Un raisonnement analogue au précédent donne la loi de Snell-Descartes pour une interface liquide/solide :

$$\frac{\sin \theta_i}{V_{Liq}} = \frac{\sin \theta_L}{V_L} = \frac{\sin \theta_T}{V_T} \quad (1.11)$$

Où :

V_{Liq} , V_L , V_T : sont respectivement les vitesses du liquide, longitudinale et transversale.

En général, la vitesse de propagation V_{Liq} des ondes dans un liquide est inférieure à celle des ondes dans un solide, et donc $V_{Liq} < V_T < V_L$

Dans ce cas, il existe deux angles d'incidence notés respectivement θ_{CL} et θ_{CT} tels que :

$\sin \theta_{CL} = V_{Liq}/V_L$ et $\sin \theta_{CT} = V_{Liq}/V_T$. Ces angles sont appelés respectivement 1er et 2ème angles critiques pour l'interface considérée.

- Lorsque $\theta < \theta_{CL} < \theta_{CT}$, les deux ondes transmises sont propagatrices.

- Lorsque $\theta_{CL} < \theta < \theta_{CT}$, l'onde transmise longitudinale est évanescente et l'onde transmise transversale est propagatrice.
- Lorsque $\theta > \theta_{CT} > \theta_{CL}$, les deux ondes transmises sont évanescentes. Le coefficient de réflexion dans le milieu fluide devient alors égal à 1 en module (réflexion totale), mais il y a toujours présence d'énergie acoustique dans le milieu solide.

VIII.1.2. Impédance acoustique

L'impédance acoustique est importante dans la détermination de la transmission acoustique et la réflexion à la limite de deux milieux ayant des densités différentes. L'impédance acoustique, Z , d'un milieu de densité ρ est le rapport entre un vecteur force par unité de surface et la vitesse, V , du déplacement de la particule. Z est exprimée par :

$$Z = \frac{\rho V}{\cos \theta} \quad (1.12)$$

L'impédance acoustique de l'interface liquide/solide est définie par les relations suivantes :

$$Z_{Liq} = \frac{\rho_{Liq} V_{Liq}}{\cos \theta} \quad (1.13)$$

$$Z_L = \frac{\rho_{Sol} V_L}{\cos \theta_L} \quad (1.14)$$

$$Z_T = \frac{\rho_{Sol} V_T}{\cos \theta_T} \quad (1.15)$$

Où :

Z_{liq} , Z_L , Z_T : sont respectivement les impédances liquide, longitudinale et transversale.

θ_L , θ_T : sont respectivement les angles longitudinal et transversal

ρ_{Liq} , ρ_{Sol} : sont respectivement les densités du liquide et du solide.

Par conséquent, l'impédance caractéristique dans le solide sera donnée par :

$$Z_{sol} = Z_L \cos^2 2\theta_T + Z_T \sin^2 2\theta_T \quad (1.16)$$

VIII.1.3. Coefficient de Réflexion

Le coefficient de réflexion $R(\theta)$ relie l'amplitude de pression de l'onde réfléchie à l'amplitude de pression de l'onde incidente.

Généralement le coefficient de réflexion est souvent considéré comme fonction des impédances acoustiques. $R(\theta)$ s'exprime par :

$$R_{\theta} = \frac{Z_{Sol} - Z_{Liq}}{Z_{Sol} + Z_{Liq}} \quad (1.17)$$

En remplaçant (1.14) dans (1.15), le coefficient de réflexion s'écrit :

$$R(\theta) = \frac{(Z_L \cos^2 2\theta_T + Z_T \sin^2 2\theta_T - \rho_{Liq} V_{Liq} / \cos\theta)}{(Z_L \cos^2 2\theta_T + Z_T \sin^2 2\theta_T + \rho_{Liq} V_{Liq} / \cos\theta)} \quad (1.18)$$

$R(\theta)$ est une fonction complexe qui admet une amplitude et une phase.

La réflexion totale est obtenue pour $|R(\theta)| = 1$. Rappelons que lorsqu'une onde longitudinale rencontre une interface entre deux milieux, une partie de son énergie est réfléchie et l'autre est transmise.

IX. Microscopie acoustique quantitative

Dans les dernières décennies, plusieurs efforts ont été faits pour obtenir les propriétés élastiques d'une variété de matériaux en utilisant la technique de microscopie acoustique. Il est assez difficile d'obtenir des variations d'épaisseur, de la densité, de la vitesse des ondes acoustiques et du coefficient d'atténuation. Dans ce domaine, le microscope acoustique a eu un certain succès dans la mesure de ces propriétés déduites à partir de la signature acoustique du matériau (AMS) connue également sous le nom $V(z)$ ou $V(f)$.

IX.1. La technique $V(z)$

Le microscope acoustique peut également mesurer la vitesse des ondes acoustiques de surface. Certains auteurs comme Atalar et Quate [56] ont tracé la variation de l'amplitude de la tension du transducteur, V , en fonction de la distance de défocalisation z , créant ainsi la courbe $V(z)$. La distance de défocalisation est la distance entre le point focal de la lentille et la surface

réfléchissante. Ils ont trouvé que la courbe $V(z)$ a une réponse caractéristique qui dépend des propriétés élastiques de la surface réfléchissante [57].

Plus tard, Weglein et Wilson [58] ont signalé la périodicité des immersions apparaissant dans les courbes $V(z)$. Ils ont nommé la partie centrale à caractère périodique de la courbe $V(z)$, la signature acoustique du matériau (AMS). Il fut bientôt établi que la périodicité de la courbe $V(z)$ a été liée à la vitesse de propagation d'ondes de surface. Des progrès considérables dans la microscopie acoustique quantitative pour les structures multicouches anisotrope sont été faits depuis son invention.

Une méthode standard d'analyse des courbes $V(z)$ a été développée par Kushibiki et Chubachi [59] en 1985 pour la ligne focale du microscope acoustique (LFAM : Line Focus Acoustic Microscopy) et est aussi couramment appliquée à une lentille de point de focalisation. La méthode est basée sur le modèle de rayon proposé par Parmon et Bertoni [60]. Ils ont conclu que la caractéristique périodique du $V(z)$ est déterminée par l'interférence de deux rayons [61,62]: i) le rayon central, et ii) le rayon de l'onde acoustique de surface (SAW). Le rayon spéculaire est normalement incident sur l'échantillon et est réfléchi au retour par le même chemin.

IX.2. La technique $V(f)$

La vitesse d'onde longitudinale peut être obtenue à partir d'un tracé de tension en fonction de la fréquence, il s'agit de la courbe $V(f)$, qui utilise une phase et une amplitude de modulation sensible d'une microscopie acoustique à balayage (SAM). Les principaux avantages de la technique $V(f)$ en comparaison avec la technique $V(z)$ résident en son court temps et sa plus grande précision, et ce du fait que le contrôle d'un signal en fréquence, f , est plus aisé que de changer la distance de défocalisation, z [63].

Les effets des techniques $V(z)$ et $V(f)$ ont été largement étudiés à travers plusieurs modèles proposés pour expliquer leur relation avec les propriétés acoustiques des matériaux. Dans ce travail, nous nous contentons de rappeler quelques modèles dont certains d'eux seront utilisés dans les simulations théoriques du $V(z)$.

IX.3. Les modèles théoriques de la signature acoustique

Ces modèles peuvent être divisés en deux catégories: le modèle de rayon acoustique et le modèle de la théorie d'onde acoustique.

IX.3.1. Le modèle de rayon acoustique

Le modèle de rayon acoustique est basé sur la théorie d'interférence de rayon, il a été proposé par Weglein [58]. Bien que, le modèle de Weglein soit simple mais non précis, Parmon et Bertoni ont présenté une expression plus précise pour la signature acoustique basée sur le travail de Weglein [60].

Le modèle de Parmon et de Bertoni a apporté un meilleur ajustement aux données expérimentales et convenait mieux aux propriétés de rayon de la lentille acoustique. Plus tard, Bertoni [63] améliora son propre modèle à l'aide d'une approche plus rigoureuse employée non seulement pour calculer l'espacement nul, mais également de prédire la forme de $V(z)$.

IX.3.2. Le modèle de Bertoni et Parmon

Le modèle de Parmon et Bertoni [60] est basé sur l'interférence entre le rayon axial spéculaire et le rayon d'onde de fuite de surface. La figure (1.17) présente trois types de rayons, à savoir :

- i) le rayon **1** ayant un angle d'incidence égal à l'angle d'excitation critique de Rayleigh ; lorsque le matériau se déplace axialement vers la lentille, ce rayon se propage le long de la surface, réémit son énergie dans le liquide de couplage avec un angle critique de Rayleigh (θ_R).
- ii) le rayon axial **2**, généré par le transducteur, traverse la ligne à retard puis le liquide de couplage avant d'être réfléchi par la surface. Notons que ce faisceau, supposé hautement convergent et idéal (on néglige les effets de diffraction dans le liquide de couplage) atteint le transducteur avec une amplitude supposée pratiquement constante.

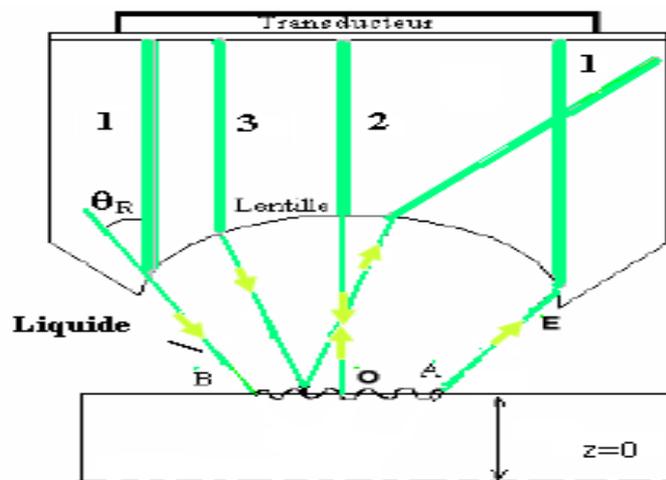


Figure 1.17 : le trajet des rayons acoustiques pour générer $V(z)$

iii) le rayon, **3**, arbitraire. Ce rayon, est réfléchi avec un angle de manière à manquer le transducteur. Par conséquent, il contribue très peu au signal de sortie

Cette figure montre que les rayons **1** et **2** qui sont générés par le transducteur, ensuite focalisés par la lentille, puis réfléchis par l'échantillon, retournent au transducteur leur point de départ.

La Figure (1.18) présente le rayon axiale spéculaire réfléchi et le rayon d'onde de fuite de surface sur un échantillon qui est défocalisé en position (F-z), où F est la distance focale de l'objectif, et z est la distance entre la lentille et la surface d'échantillon.

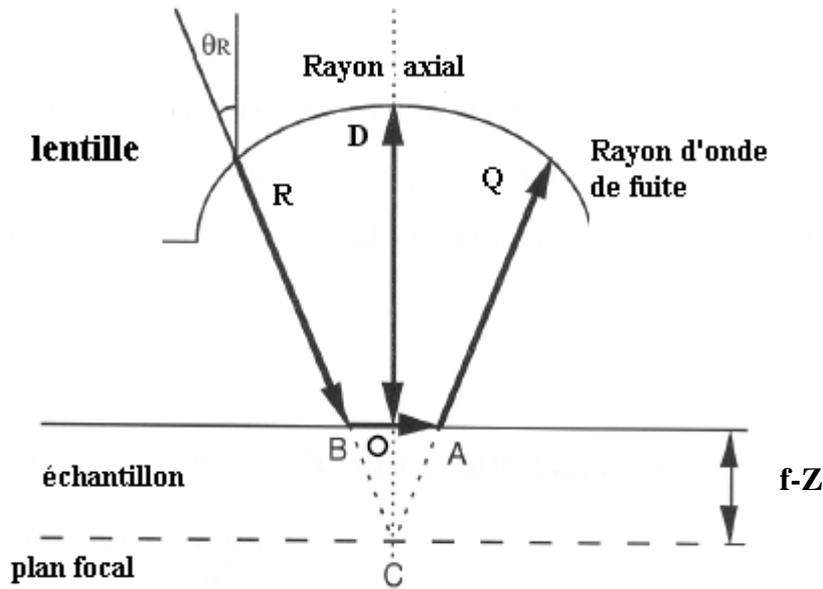


Figure 1.18 : l'onde axiale Spéculaire réfléchi et l'onde de fuite de surface

La phase φ_a du rayon axiale spéculaire réfléchi est donnée par l'équation suivante :

$$\varphi_a = \varphi_f - \frac{4\pi(F - z)}{\lambda_w} \quad (1.17)$$

Où φ_f est la phase, où la surface de l'échantillon est à la distance focale de la lentille

Et λ_w est la longueur d'onde longitudinale dans l'eau.

La phase φ_1 du rayon aux ondes fuyantes de surface est exprimée par l'équation suivante:

$$\varphi_1 = \varphi_{RB} + \varphi_{BA} + \varphi_{AQ} = \varphi_f - \frac{4\pi(F - z)}{\lambda_w \cos \theta_R} + \frac{4\pi(F - z)}{\lambda_R} \tan \theta_R + \pi \quad (1.18)$$

Où λ_R est la longueur d'onde de l'onde de fuite de surface de l'échantillon,

θ_R est l'angle critique à onde de surface,

π est le changement de phase en raison de l'excitation et la reradiation de d'onde de fuite de surface.

D'après la loi de Snell on a :

$$V_{Liq}=V_R \sin\theta_R, \quad \lambda_w=\lambda_R \sin\theta_R \quad (1.19)$$

Où V_R est la vitesse de l'onde de surface

Et V_{Liq} est la vitesse dans l'eau.

La différence de phase $\Delta\phi$ entre le rayon axial spéculaire réfléchi ϕ_a et le rayon de l'onde de fuite de surface ϕ_l , en substituant l'équation (1.17) dans l'équation (1.18) et (1.19), est l'équation :

$$\Delta\phi = \frac{4\pi(f-d)}{\lambda_R} \frac{(1-\cos\theta_R)}{\sin\theta_R} + \pi \quad (1.20)$$

Ensuite, la période des oscillations de $V(z)$, Δz , (la différence entre z lorsque $\Delta\phi=2\pi$ et quand $\Delta\phi=4\pi$) s'écrit:

$$\Delta Z = \frac{\lambda_R \sin\theta_R}{2(1-\cos\theta_R)} \quad (1.21)$$

Ou bien en fonction de la longueur d'onde dans le liquide, λ_{liq} :

$$\Delta Z = \frac{\lambda_{Liq}}{2(1-\cos\theta_R)} \quad (1.22)$$

IX.4. Modèle de la théorie d'onde acoustique

Le modèle de la théorie d'onde a été d'abord développé en premier lieu, par Atalar [64] grâce à l'approche du spectre angulaire, avec laquelle la dispersion de faisceau focalisée par l'échantillon a été décrite. En 1981, Wilson et Sheppard [65] ont développé ce modèle pour des lentilles à large angles d'ouverture.

IX.4.1. Le modèle de Wilson et Sheppard

Le transducteur émet des ondes planes qui traversent la ligne à retard pour atteindre la lentille. Ces ondes sont réfractées au niveau de la lentille caractérisée par sa fonction pupille $P'(\theta)$ où θ est l'angle d'incidence. L'amplitude s'écrit:

$$U'(\theta) = \text{Cos}^{1/2}(\theta) P'(\theta) \quad (1.23)$$

Où $\text{Cos}(\theta)$ est un terme de correction.

Ces ondes seront réfléchies par l'échantillon avec une fonction de réflexion $R(\theta)$, dont l'amplitude s'écrit :

$$U''(\theta) = U'(\theta) R(\theta) \quad (1.24)$$

Ces ondes réfléchies, réfractées par la lentille, arrivent au transducteur, avec une énergie acoustique dont l'expression:

$$U'''(\theta) = P'(\theta) \cdot R(\theta) \cdot P''(\theta) \quad (1.25)$$

Où $P''(\theta)$ est la fonction pupille dans la direction lentille-transducteur.

Ainsi, la fonction pupille de l'ensemble lentille transducteur devient :

$$P(\theta) = P'(\theta) P''(\theta) \quad (1.26)$$

Notons que $P(\theta)$ est une fonction complexe. Donc le signal de la sortie, V , reçu par le transducteur est obtenu par la sommation sur la surface de celui-ci, avec la coordonnée radiale r pour donner :

$$V(\theta) = \int_0^{\infty} P(\theta) \cdot R(\theta) \cdot 2\pi r dr \quad (1.27)$$

En faisant la substitution des valeurs :

$$r = F \sin\theta \quad (1.28)$$

$dr = F \cos\theta d\theta$, où F est la distance focale.

À la focale ($z = 0$) la réponse du système est décrite par :

$$V(0) = 2\pi F^2 \int_0^{\pi/2} P(\theta) \cdot R(\theta) \cdot \sin\theta \cos\theta \, d\theta \quad (1.29)$$

Le déplacement de l'échantillon d'une distance z loin de la focale introduit un déphasage qui dépend de l'angle θ .

Le vecteur d'onde dans le liquide de couplage est :

$$K = \frac{2\pi}{\lambda_{Liq}} \quad (1.30)$$

La composante du vecteur d'onde selon z devient:

$$K_z = K \cos\theta \quad (1.31)$$

Puisque, l'onde incidente ainsi que l'onde réfléchie, subissent un changement dans leur parcours d'une distance z , une défocalisation de z par rapport à la focale introduit un déphasage de :

$$2z k_z = 2z k \cdot \cos\theta \quad (1.32)$$

En exprimant le déphasage sous une forme exponentielle complexe, on obtient la forme finale de la réponse $V(z)$:

$$V(z) = \int P(\theta)^2 \cdot R(\theta) \cdot e^{-i2zk \cos\theta} \sin\theta \cdot \cos\theta \, d\theta. \quad (1.33)$$

La signification physique de chaque terme dans l'équation de $V(z)$ est définie dans le tableau suivant :

Termes dans l'équation de $V(z)$	Signification physique	Dépend de la
P	Fonction pupille	Géométrie de la lentille
R	Fonction de réflexion	Matériaux acoustiques propriétés élastiques
$e^{-i2zk \cos\theta}$	facteur de défocalisation	Géométrie de la lentille et le système mécanique

Tableau 1.1: La dépendance des termes dans l'équation de $V(z)$ et leurs significations physiques [66].

- La période de $V(z)$

A partir de l'expression de $V(z)$, la période Δz entre deux maxima (ou deux minima) successifs peut être déterminée en calculant la transformée de Fourier [67] de l'expression de $V(z)$ par un changement de variables approprié. Le calcul montre que cette période est décrite par la relation suivante :

$$\Delta Z = \frac{V_{Liq}}{2f(1 - \cos\theta_R)} \quad (1.34)$$

Notons que les deux formules (1.22) et (1.28) qui décrivent la périodicité de $V(z)$ déterminées par deux modèles différents sont identiques.

X. Les applications du microscope acoustique

Selon les exigences croissantes dans la recherche et l'industrie, les applications du microscope acoustique sont nombreuses et répandues, notamment, dans la détection des défauts et la caractérisation dans la gamme micromètre (μm). L'analyse en microscopie acoustique se fera de manière quantitative (signature acoustique) ou qualitative (images le plus généralement). La présentation des différentes applications sera faite en fonction du domaine d'appartenance de l'échantillon examiné.

X.1. En microélectronique

Les composants électroniques sont riches en structures géométriques et multicouches, c'est un domaine particulièrement adapté à l'imagerie de surface et de profondeur [68, 69]. L'inspection des microcircuits permet de détecter les nombreuses défaillances nuisibles à la fiabilité des composants (défauts, problèmes d'adhérence dans des zones soumises à de fortes densités de courant électrique, etc.).

X.2. En Métallurgie

C'est un domaine de prédilection pour le test non destructif et notamment l'acoustique. Ici, on rencontre deux grands types d'applications :

- (i) analyse en *profondeur* : pour les problèmes de soudures, fractures, décollements [70];
- (ii) analyse de la *surface* pour les revêtements, l'usure, etc. [71].

X.3. En Polymère

Les polymères sont des matériaux très importants du point de vue technologique, ils possèdent des propriétés chimiques et physiques variées, procurant ainsi des avantages et fonctionnalités spécifiques pour des applications microsystèmes ciblées où ils sont de plus en plus utilisés. La grande variété de matières plastiques permet également de répondre aux nombreux besoins : transparence optique, biocompatibilité, légèreté, etc. Dans cet effet, le SAM vient de répondre à ces besoins, il permet d'étudier une grande variété de matériaux opaques et d'obtenir des informations sur leur structure interne ainsi que pour les matériaux optiquement transparents dans lesquels le contraste entre les différentes structures est pratiquement absent [72, 73].

La méthode de microscopie acoustique est très sensible à tout type d'inhomogénéités ainsi que de divers défauts: microfissures, verse, perturbation de l'adhérence, exfoliation, les inclusions, ...etc. [74, 75, 76].

X.4. En Médecine et biologie

C'est à la fin des années 70, que le SAM a trouvé ses premières applications dans le domaine de la biologie et de la médecine (Katz et al. 1984, Hildebrand et al. 1981, Johnston et al. 1979, Marbre et al. 1977). La microscopie acoustique peut fournir des données sur les propriétés mécaniques des cellules et des tissus [77, 78, 79], telles que la densité, l'élasticité, la vitesse du sang et de l'atténuation, ceci est important pour comprendre le comportement des cellules. Ces études sont particulièrement valables dans des processus d'investigation telle que la cellule motilité.

L'intérêt majeur en biomédical est de pouvoir observer des organes ou des tissus vivants sans les colorer et sans perturber leur fonctionnement (biopsies en salle d'opération) [80]. Les applications médicales les plus courantes de la microscopie acoustique utilisent des fréquences de 5 à 30 MHz, et ce pour étudier par microéchographie les structures situées par exemple sous la peau (vaisseaux sanguins sous-cutanés). A des fréquences de 400 MHz à 1GHz, on peut explorer par microscopie acoustique des échantillons d'os ou de cartilage et étudier des pathologies telles que l'ostéoporose (par la mesure de la densité minérale de l'os).

X.5. Matériaux poreux

Ce domaine est très vaste puisqu'il concerne autant les matériaux poreux naturels (pierre, sol, sable, sédiments, etc.) [81] que synthétiques (semi-conducteurs poreux, verre et métaux frittés, aérogels, ciments, mortiers, béton, brique, etc.). Le contrôle non destructif, CND, intervient pour :

- (i) des utilisations mécaniques,
- (ii) de capteurs à base de matériaux poreux,
- (iii) la protection de ces matériaux.

Les techniques de la microscopie acoustique à basses fréquences permettent de suivre l'évolution de la dégradation des divers matériaux de construction sous l'effet des agents naturels. Les propriétés de surface évoluant de façon notable, ces techniques acoustiques sont plus adaptées que le CND classique du type échographie ultrasonore.

Certains capteurs qui associent matériaux poreux et microélectronique peuvent être également contrôlés par ces techniques avec une optimisation du taux de porosité en fonction de l'application envisagée. Le silicium poreux demeure le matériau phare de cette technologie qui associe capteur et traitement du signal. Comme dans le cas précédent, la microscopie acoustique permet une complète investigation de ce genre de composants qui demande une bonne connaissance de la porosité de surface et de ses prolongements en profondeur ainsi que l'évolution des caractéristiques du matériau en fonction du taux de remplissage des pores [82].

XI. Conclusion

Ce chapitre a mis l'accent sur la technique de la microscopie acoustique, en particulier en mode de réflexion. Nous avons rapporté toutes les notions de base nécessaires à son utilisation et son application

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] S. Y. Sokolov, «The ultrasonic microscope», Academia Nauk SSSR Doklady Vol. 64, 1949, pp.333-335.
- [2] A. Briggs, « Acoustic Microscopy ». Clarendon Press, oxford, 1992.
- [3] H. F. Routh, E.A. Sivers, H.L. Bertoni, B.T. Khuri-Yakubs, and D.D. Waters, « 1 GHz differential phase acoustic lens design For surface and subsurface applications », Ultrasonics Symposium, Proceedings., IEEE, Vol.2, 1990, pp. 931-935.
- [4] R. A. Lemons, and C. F. Quate, «A Scanning Acoustic Microscope», Ultrasonics Symposium Proceedings, 1973, pp. 18-21.
- [5] R. A. Lemons, and C. F. Quate, «Acoustic Microscope-Scanning Version», Applied Physics Letters, Vol. 24, 1974, pp. 163-165.
- [6] Ross Alan. Lemons, « Acoustic microscopy by mechanical scanning », Ph. D. thesis, Stansford University, Proquest Dissertation and thesis, 1975.
- [7] C. F. Quate, «Acoustic microscopy», Physics. today. Vol. 38, 1985, pp.34-42.
- [8] Z. Yu, S. Boseck, « Scanning acoustic microscopy and its applications to material characterization », Reviews of Modern Physics, Vol.67, 1995, pp.863-891.
- [9] R. A. Lemons, and C. F. Quate, « Integrated Circuits as Viewed with an Acoustic Microscope», Applied Physics Letters, Vol.25, 1974, pp. 251-253.
- [10] V. Jipson and C. F. Quate, « Acoustic microscopy at optical wavelengths », Applied Physics Letters, Vol. 32, 1978, pp.789.
- [11] A. G. Khokhlov, R. R. Valiullin, J. Kärger, N. B. Zubareva, M. A. Stepovich, « Estimation of pore sizes in porous silicon by scanning electron microscopy and NMR cryoporometry », Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, Vol. 2, 2008, pp. 919-922.
- [12] A. C. Ribes, S. Damaskinos, A. E. Dixon, G. E. Carver, C. Peng, P. M. Fauchet, T. K. Sham, and I. Coulthard, « Photoluminescence imaging of porous silicon using a confocal scanning laser microscope/microscope », Applied Physics Letters. Vol.66, 1995, pp.2321.
- [13] R. Massami Sasaki, R. A. Douglas, M. U. Kleinke and O. Teschke, « Structure imaging by atomic force microscopy and transmission electron microscopy of different light emitting species of porous silicon », J. Vac. Sci. Technol. B 14, 1996, pp.2432.
- [14] Heiserman. C. F. Quate, « Frontiers in physical acoustics », D. Sette. Ed., International school of physics Enrico Fermi, North-Holland, 1984, pp.343-395

- [15] R. A. Lemons, C. F. Quate, « in Physical Acoustics, Principales and methods », W. P. Mason, R. N. Thurston. Eds. (Academic Press, New York), Vol. 14, 1979, pp. 2-90.
- [16] Jikai Du, « Toward the acoustic evaluation of low modulus thin film structures », A Dissertation in Engineering Science and Mechanics, Proquest Dissertation and thesis, 2008, pp. 185.
- [17] Dris. Jamaliah and T. L. Teoh, « The use of scanning acoustic microscope for flaw detection in metallic materials. JurnalMekanikal », Vol.5, 1998, pp. 48-60.
- [18] B.T. Khuri-Yakub, "Scanning acoustics microscopy," Ultrasonics, vol.31, no.5,1993, p.361-372.
- [19] C. Lee, Mc. Dade, « Scanning acoustic microscopy For gdl water distribution characterization », Thesis of Master of Science in Mechanical Engineering, Proquest Dissertation and thesis, 2010, pp. 221.
- [20] G.A.D. Briggs, O.V. Kolosov, «Acoustic Microscopy», 2nd edition. Oxford University Press, New York, 2010.
- [21] A. Jakob, IBMT. Fraunhofer, M. Bender, T. Knoll, R. Lemor, « Comparison of different piezoelectric materials for GHz acoustic microscopy transducers », Ultrasonics Symposium (IUS), IEEE International, 2009, pp. 1722-1725.
- [22] Daniel Rohrbach, « Quantitative ultrasound in transverse transmission for bone quality assessment and monitoring fracture healing », These de doctorat, Faculty of Mathematics and Natural Sciences I, Humboldt University Berlin, 2013, pp.179.
- [23] G. A. D. Briggs, «An Introduction to Scanning Acoustic Microscopy», RMS Microscopy Handbooks, 12, Oxford University Press, 1985.
- [24] M. Sc. Md. Anowarul Habib, « Ultrasonic Characterization and Defect Detection in Piezoelectric Materials », These de doctocat, total ranges at Faculty of Natural Sciences and Technology, University of Siegen, 2013, pp. 115.
- [25] Y. Sugawara, J. Kushibiki and N. Chubachi, «Theoretical analysis on acoustic fields formed by focusing devices in acoustic microscopy», IEEE UltrasonicsSymp. Proc., 1986, pp.783-788.
- [26] Y. Sugawara, J. Kushibiki and N. Chubachi, «Performance of concave transducers in acoustic microscopy», IEEE UltrasonicsSymp. Proc., 1988, pp.751-756.
- [27] J. David, N. Cheeke, « Fundamentals and Applications of Ultrasonic Waves », CRC Press, 2002, Cahpitre 14 (acoustic microscopy), pp.480.
- [28] S. Bouhedja, « Etude des vitesses des ondes de surface et de l'atténuation du mode de Rayleigh via un capteur fonctionnant en champ noir », thèse de doctorat d'état, université de Constantine, 2005, pp. 122.

- [29] F. Hadjoub, «Optimisation des Performances du SAM pour des Micro-caractérisations Spécifiques », Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Annaba, 1999, pp.130.
- [30] Elodie Martin, « Analyse de signaux ultrasonores, formation d'images de cohérence, application à la microscopie acoustique de circuits électroniques », Thèse de doctorat de physique, université Joseph Fourier Grenoble I, 2010, pp. 170.
- [31] Shankara, Bhanu, « Determination of the elastic properties of cardiac tissue using scanning acoustic microscopy », Master's degree, Proquest Dissertation and theses,2006, pp. 84.
- [32] Jacob Janting, « Reliability of polymer adhesive and coating materials for microsystem packaging », Ph.D. thesis, POEM - Polymer and Engineering Materials Group, 2008, pp. 320.
- [33] H. K. Wickramasinghe, « Mechanically scanned Bscan system for acoustic microscopy of solids », Applied Physics Letters, Vol. 39, 1981, pp. 305.
- [34] P. Martin, « Electronics Failure Analysis Handbook », New York, McGraw-Hill, 1999, pp. 730.
- [35]Haleh Ardebili and Michael Pecht, « Encapsulation Technologies for Electronic Applications », William Andrew edition, 2009, pp. 504.
- [36] Kerry D. Oren, « Acoustic Microimaging in Microelectronics », Technology Publishing Ltd., 1998, pp. 242-245.
- [37] M. Prasad, « Mapping impedance microstructures in rocks with acoustic microscopy », The Leading Edge, 20, 2001, pp. 172–179.
- [38] Bertram Alexander. Auld, « Acoustic fields and waves in solids», Volume 1. Wiley, New York, 1990, pp. 856.
- [39] Michel Brissaud, « Matériaux piézoélectriques: caractérisation, modélisation et vibration », PPUR presses polytechniques 2007, pp.448.
- [40] <http://broughtdowntoearth.blogspot.com/>
- [41] Igor Aleksandrovich Viktorov, « Rayleigh and Lamb waves: physical theory and applications », Plenum Press, 1970, pp. 154.

- [42] C. E. Fitch, « Ultrasonic lamb-wave propagation models for nondestructive testing applications », Hanford Atomic Products Operation, 1962, pp. 39.
- [43] Eric A. Ash, Edward G. S. Paige, « Rayleigh-Wave Theory and Application: Proceedings of an International Symposium » Springer London, Limited, 2011, pp. 376.
- [44] <http://www.sms-tsunami-warning.com/>
- [45] J. D. Achenbach, « Wave Propagation in Elastic Solids », North Holland Series in Applied Mathematics and Mechanics, Elsevier Science, 1987, pp.436.
- [46] Daniel Royer Eugene Dieulesaint, « Elastic Waves in Solids I », Springer, 2000, pp. 374.
- [47] Nadine SAAD, « Caractérisation par ondes acoustiques des surfaces fonctionnalisées », Thèse de Doctorat d'Etat, L'université De Valenciennes Et Du Hainaut-Cambresis, 2012.
- [48] M. Teodor, Atanackovic, Guran. Ardéshir, « Theory of Elasticity for Scientists and Engineers », Springer, 2000, pp. 374.
- [49] <http://www.monografias.com/trabajos81/>
- [50] F. Hadjoub, « Microcharacterisation acoustique des couches minces des heteropolysiloxanes et effet de charge sur les ondes se surfaces », Thèse de Magister, Université de Annaba, 1992.
- [51] Marcel Pichot, « Modules d'élasticité des roches », J. Phys. Radium 8, 1927, pp.422–432.
- [52] Alan Wolfenden, « Dynamic Elastic Modulus Measurements in Materials », ASTM International, 1990, pp.224.
- [53] John Arthur Hudson, « The Excitation and Propagation of Elastic Waves », Cambridge Monographs on Mechanics, 1985, pp. 224.
- [54] S.W. Rienstra & A. Hirschberg, « An Introduction to Acoustics », Eindhoven University of Technology, 2013, pp.296.
- [55] A.D. Pierce, « Acoustics: an Introduction to its Physical Principles and Applications », McGraw-Hill Book Company, Inc., New York, 1981.
- [56] A. Atalar, C. F. Quate, and H. K. Wickramasinghe, «Phase imaging in reflection with the acoustic microscope », Appl. Phys. Lett. Vol.13, 1977, pp.791.
- [57] C. F. Quate, A. Atalar and H. K. Wickramasinghe, «Acoustic Microscopy with Mechanical Scanning-A Review », Proceedings of the IEEE, 67(8), 1979, pp. 1092–1114.
- [58] R. D. Weglein, «A model for predicting acoustic materials signatures », Appl. Phys. Lett. Vol.34, 1979, pp. 179-81.

- [59] J. Kushibiki, and N. Chubachi, «Material Characterization by Line-Focus-Beam Acoustic Microscope», IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics, SU-32(2), 1985, pp.189–212.
- [60] W. Parmon, and H. L. Bertoni, «Ray interpretation of the material signature in the acoustic microscope», Electron. Lett. Vol.15, 1979, pp. 648–686.
- [61] H. L. Bertoni, and T. Tamir, «Unified theory of Rayleigh-angle phenomena for acoustic beams at liquid-solid interfaces», Appl. Phys. Vol.2, 1973, pp.157-172.
- [62] M. A. Breazeale, L. Adler, and G. W. Scott, «Interaction of ultrasonic waves incident at the Rayleigh angle onto a liquid solid interface», J. Appl. Phys. Vol.48, 1977, pp.530–537.
- [63] Joon Pyo Lee, « Ultrasonic transducer modelling for acoustic microscopy & its application in biological material characterization », Ph.D. Thesis, the university of Arizona, 2005, pp 131.
- [64] H. L. Bertoni, «Ray-Optical Evaluation of $V(z)$ in the Reflection Acoustic Microscope», IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics, SU-31(2), 1984, pp. 105–116.
- [65] A. Atalar, «An angular-spectrum approach to contrast in reflection acoustic microscopy», Appl. Phys. Lett. Vol.49, 1978, pp.1530–1539.
- [66] C.J.R. Sheppard, and T. Wilson, « Effects of high angles of convergence on $V(Z)$ in the scanning acoustic microscope », Appl. Phys. Lett., 38, 1981, pp. 858–859.
- [67] Jeong Nyeon Kim, « Multilayer transfer matrix characterization of complex materials with scanning acoustic microscopy », Thesis of Master of Science, The Pennsylvania State University, 2013, pp. 111.
- [68] J. W. Goodman, «Introduction to Fourier Optics», McGraw-Hill, New York, 48, 1968.
- [69] EDFAS Desk, « Microelectronics Failure Analysis: Desk Reference, Vol 1 », ASM International, Ed. EDFAS Desk, 2004, pp. 800.
- [70] Guang-Ming Zhang, David M. Harvey, Derek R. Braden, « Microelectronic package characterisation using scanning acoustic microscopy », NDT & E International, Vol. 40, 2007, pp. 609–617
- [71] J. Attal, R. Caplain, H. Coelho-Mandes, K. Alami, A. Saied, « Paper XIV (i) A survey of research in acoustic microscopy applied to metallurgy », Tribology Series, Vol. 17, 1990, pp. 315–323
- [72] Yukio Kasuga, Tae Sung Park, IkKeun Park, Chiaki Miyasaka, « Characterization of deformation-induced metallurgical change in austenite stainless steel sheet with acoustic microscopy », Metals and Materials International , Vol. 18, Issue 2, 2012, pp. 265–271
- [73] R. G. Wilson, and A. P. Tucker, « Acoustic microscopy of polymer materials », Applied Physics Letters, Vol.35, 1979, pp. 755 – 756

- [74] I. Alig, M. Bargmann, H. Oehler, D. Lellinger, M. Wanner and D. Koch, « Investigation of delamination mechanisms in polymer coatings by scanning acoustic microscopy », *J. Phys. D: Appl. Phys.* Vol.44, 2011.
- [75] R. G. Maev, E. YuMaeva, V.M. Levin, « The application of scanning acoustic microscopy to dielectric polymer composite material study », *Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*, IEEE, 1996, pp. 717 – 720
- [76] VahidSafavi-Ardebili, « Micromechanical characterization of the Interphase zone in adhesive joints », Ph.D. Thesis, department of mechanical and industrial engineering university of Toronto, 1998, pp.225.
- [77] J. A. Hildebrand, D. Rugar, R. N. Johnston, and C. F. Quate, « Acoustic microscopy of living cells », *Proc. National Academy of Science*, Vol.78, 1981, pp.1656
- [78] T. Kundu, « Ultrasonic Nondestructive Evaluation: Engineering and Biological Material Characterization », CRC Press, USA. (Ed.), 2003.
- [79] Ursula Christine Winkler-Budenhofer, « Scanning Acoustic Microscopy for the evaluation of newly formed bone », Thèse de doctorat en médecine, at the Medical Faculty of the University of Munich, 2007, pp. 103.
- [80] O. Saijo, Y. Hagiwara, K. Kobayashi, N. Okada., « Biomedical application of acoustic microscopy - diagnosis, assessing echogenecity and biomechanics », *Ultrasonics Symposium IEEE*, 2008, pp.1983 – 1986.
- [81] L. A. Denisova, R. G. Maev, I. Y. Poyurovskaya, T.V. Grineva, A.F. Denisov, E.Y. Maeva, E.Y. Bakulin, « The use of acoustic microscopy to study the mechanical properties of glass-ionomercement », *Dent Mater.* Vol.20, 2004, pp.358-63.
- [82] Attal Jacques, « La Microscopie acoustique », *La Recherche*, Vol. 14, n° 144, 1983, pp. 664 – 667.

CHAPITRE II

MATERIAUX POREUX : EFFET DE LA POROSITE SUR LA PROPAGATION ULTRASONORE DANS LE SILICIUM POREUX

I. Introduction

Les matériaux poreux suscitent de plus en plus l'intérêt des scientifiques. Utilisés dans un large éventail d'applications industrielles, ils présentent des propriétés optiques et morphologiques intéressantes.

Ce chapitre a pour objectif de présenter de manière générale le matériau servant de base à cette étude : le silicium poreux (PSi). Après une brève présentation des différents paramètres qui jouent un rôle dans la propagation du son à travers les matériaux poreux (la porosité, résistivité, la tortuosité, longueurs caractéristiques visqueuse et thermique et les constantes élastiques), nous nous concentrerons sur les propriétés morphologiques et les différentes applications du silicium poreux (PSi), car ce matériau est largement étudié pour ses propriétés.

Finalement, nous déterminerons les propriétés élastiques du silicium poreux en utilisant la technique de $V(z)$.

II. Généralités sur les matériaux poreux

II.1. Description qualitative des matériaux poreux

Un matériau poreux est constitué d'un squelette (ou matrice) souple ou rigide formé de pores ou de fibres contenant un fluide ou de l'air. La géométrie de ce type de matériau peut être très complexe. Cependant, du fait de leur utilisation de plus en plus répandue dans l'industrie, nous devons connaître les structures des matériaux en question.

II.2. Paramètres décrivant les matériaux poreux

Parmi les paramètres qui définissent les propriétés géométriques d'un matériau poreux, nous citons: la porosité, la densité, la résistivité, la tortuosité, et les longueurs caractéristiques visqueuse et thermique.

II.2.1. La Porosité

La porosité est le premier paramètre qui caractérise la géométrie interne d'un matériau poreux. Elle affecte les caractéristiques physiques citant les propriétés mécaniques, électriques, et thermiques [1].

Par définition, la porosité, P , d'un matériau poreux est le rapport du volume poreux occupé par l'air V_P au volume total du matériau V_t [2]:

$$P = \frac{V_P}{V_t} \quad (2.1)$$

D'où :

$$V_P = V_t - V_S \quad (2.2)$$

V_S est le volume du solide.

Donc la porosité peut être considérée à la fois comme une propriété caractéristique d'un milieu poreux et comme un paramètre qui l'exprime quantitativement (rapport de volumes, sans dimension et inférieur à 1).

Les types de porosités qui peuvent être rencontrées dans ce type de matériaux sont présentés sur la figure (2.1) :

- La porosité ouverte (ou connectée) ; dont les pores sont reliés entre eux et à l'extérieur,
- La porosité occluse qui concerne les pores obstrués dans une matrice poreuse,
- Et, la porosité piégée qui ne rend compte que des pores fermés.

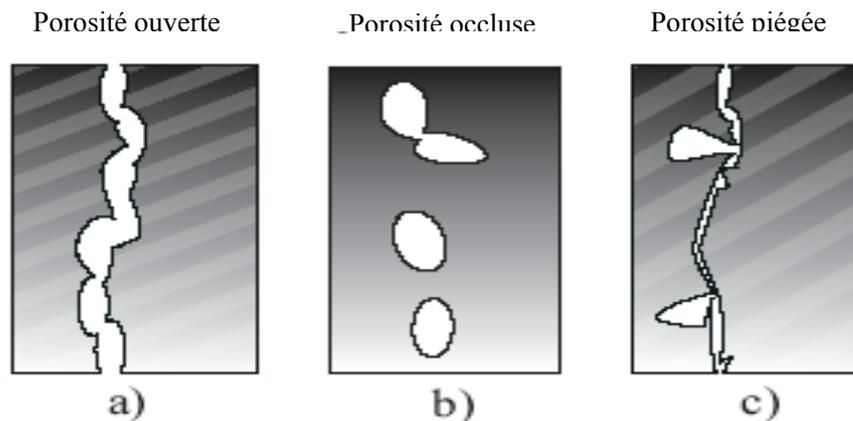


Figure 2.1. : Différents types de porosité [3]

De ces types de porosité, c'est la porosité ouverte qui quantifie le volume relatif occupé par les phases solide et fluide dans un volume unitaire d'un matériau poreux. C'est un paramètre clé dans les théories de la propagation des ondes dans les matériaux poreux [4,5].

II.2.2. La Densité

La densité du matériau poreux est donnée par l'équation suivante :

$$\rho = (1 - P) \rho_s + P \rho_f \quad (2.3)$$

Où

P exprime la porosité du matériau,

ρ_s est la densité du matériau constituant le squelette,

Et ρ_f exprime la densité du fluide contenu dans les pores.

II.2.3. La Résistivité

La résistance au passage de l'air est déterminée par le rapport entre la différence de pression ΔP (pertes de charges) de part et d'autre du matériau testé et le débit Q volumique d'air le traversant [6].

Il existe une relation de proportionnalité entre ΔP et Q donnée par la loi de Darcy [7] :

$$\Delta P = R \cdot Q$$

La résistivité δ d'un matériau poreux peut aussi être exprimée en fonction de Δp , de l'épaisseur e, et du flux Q d'air par unité de surface du matériau toujours par la loi de Darcy [7] :

$$\delta = \frac{\Delta p}{Q e} \quad (2.4)$$

La résistivité s'exprime en Rayls par mètre [8-10] ou $N \cdot m^{-4} \cdot s$. Notons que les matériaux poreux acoustiques ont des résistivités allant de 10 000 à 50 000 $N \cdot m^{-4} \cdot s$ [11].

II.2.4. La tortuosité

La tortuosité α_∞ appelée aussi facteur de forme structurale est un paramètre géométrique, lié à la forme des pores. Elle permet la prédiction des propriétés acoustiques des sons des matériaux absorbants poreux [12].

Lorsqu'une onde se propage dans une des phases du matériau suivant un chemin tortueux en contournant l'autre phase du matériau [13, 14, 15], on parle de tortuosité. De manière plus simple, la tortuosité représente l'allure des chemins fluides à l'intérieur d'un milieu poreux. Elle caractérise ainsi les matériaux présentant des pores quelconques de géométrie complexe et non homogènes. La figure (2.2) présente la tortuosité dans les modèles de propagation des ondes acoustiques à travers un matériau poreux.

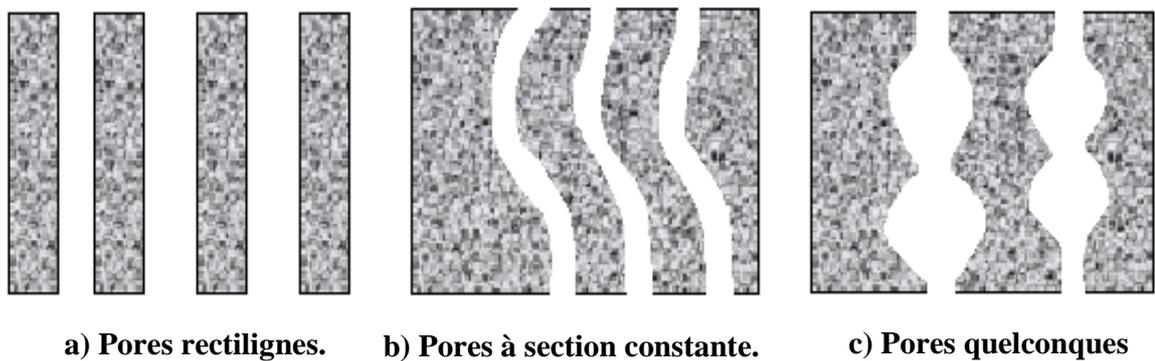


Figure 2.2: Définition de la tortuosité [9]

La tortuosité est sans dimension et possède une valeur égale ou supérieure à 1. Elle est égale à l'unité lorsque le milieu possède des pores cylindriques parallèles à la direction de propagation de l'onde. Elle est aussi responsable de la différence entre la vitesse du son dans l'air et la vitesse du son à travers un matériau poreux.

Ainsi la tortuosité est exprimée par la relation suivante [16] :

$$\alpha_{\infty} = \frac{\int_{V_L} |v|^2 dV}{\left| \int_{V_L} v dV \right|^2}$$

II.2.5. Les longueurs caractéristiques visqueuse et thermique

a) La longueur caractéristique visqueuse (Λ)

La longueur caractéristique visqueuse Λ décrit les effets visqueux entre la phase solide et la phase fluide. Elle a la dimension d'une longueur et est liée à la taille des inter-pores (figure (2.3)).

b) La longueur caractéristique thermique (Λ')

La longueur caractéristique thermique est un indicateur de la taille des pores, lieux privilégiés des échanges thermiques. Cette grandeur varie entre 20 μm et 500 μm pour les matériaux généralement utilisés en acoustique [17,18].

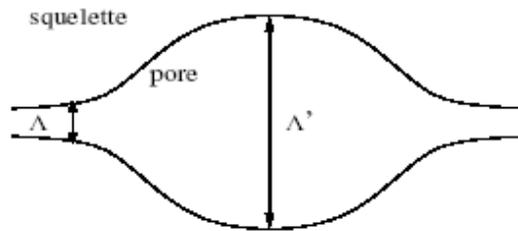


Figure 2.3 : Représentations schématiques des longueurs caractéristiques visqueuse Λ et thermique Λ' [19]

Dans le domaine de l'acoustique, les relations des longueurs visqueuse et thermique ont été déterminées et adaptées par plusieurs auteurs tels que Johnson et al [20]. La longueur visqueuse Λ est donnée par la relation suivante :

$$\Lambda = 2 \frac{\int U^2 dV}{\int_S U^2 dS} \tag{2.5}$$

Où U est la vitesse d'un fluide parfait incompressible,
 S est l'aire de l'interface entre les phases solide et fluide
 et V est le volume du fluide.

Cependant, la longueur visqueuse Λ' a été donnée par Champoux et Allard [21] par :

$$\Lambda' = 2 \frac{\int dV}{\int_S dS} \tag{2.6}$$

III. Le Silicium poreux (PSi)

La découverte du silicium poreux remonte aux années 50. C'est lors d'une expérience d'électropolissage du silicium par une solution d'acide fluorhydrique (HF), qu'Uhlir [22,23]

remarqua la formation d'une couche colorée sombre sur la plaquette de silicium. Il attribua ce phénomène à la formation d'une couche d'oxyde de silicium.

En 1957, Fuller et Ditzenberg [24] furent la même observation. Mais la première utilisation concrète des caractéristiques du silicium poreux a été faite par K. Imaï au NTT labos à Tokyo en 1981 qui réalise une structure isolée électriquement grâce au silicium poreux [25].

Depuis sa découverte, le silicium poreux (figure (2.4)) a été utilisé dans de nombreuses applications en raison de sa grande surface spécifique, et la compatibilité avec les technologies conventionnelles de micro-fabrication de silicium. L'utilisation du silicium poreux pour des applications biomédicales a d'abord été promue par Canham dans les années 1990, quand il a démontré que le silicium poreux est biocompatible et biodégradable [26, 27]. Depuis lors, les matrices du Si ou SiO₂ poreux ont été largement étudiés [28].

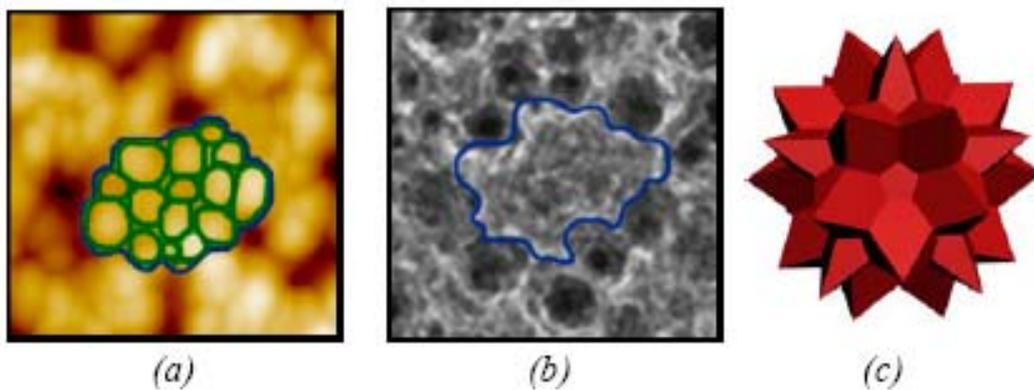


Figure 2.4 : Représentation d'un bloc élémentaire d'une surface de Si poreux : (a) image AFM, (b) image MEB, (c) vue artistique 3D [29].

III.1.Fabrication du Silicium Poreux

Le Silicium poreux se forme par dissolution électrochimique du silicium dans une solution à base d'acide fluorhydrique (HF), placée dans une cuve en téflon (pour résister à l'action corrosive de l'HF) appelée "cellule d'anodisation", montée suivant le schéma de la (Figure (2.5(a))).

Les paramètres de fabrication du silicium poreux jouent un rôle déterminant sur ses propriétés. On peut classer le silicium poreux en trois principales catégories selon la géométrie des pores (figure (2.5(b) et (c))) [30].

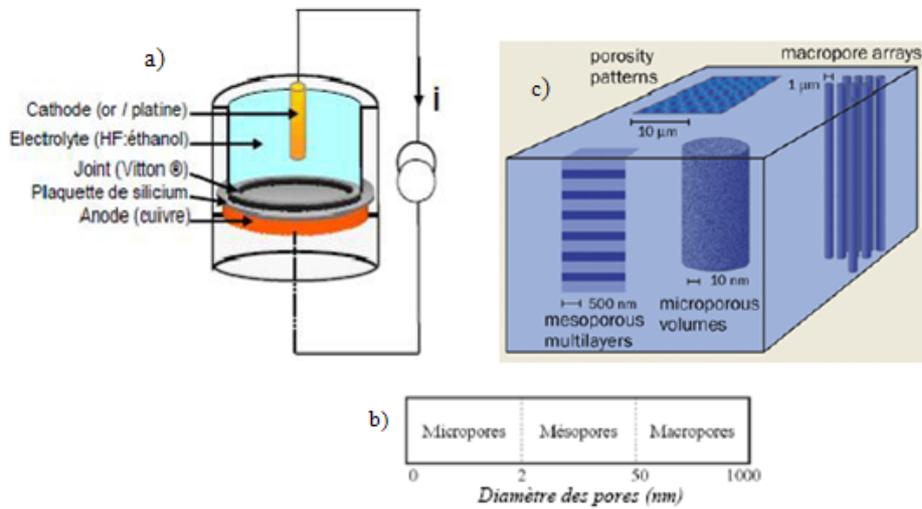


Figure 2.5. : a) schéma d’une cellule d’anodisation électrochimique. b) Nomenclatures relatives à la taille des pores [31]. c) Certaines morphologies typiques de silicium poreux [32].

III.1.1. Nanoporeux

Le silicium nanoporeux (figure (2.6)) est obtenu soit à partir du silicium de *type p* (faiblement dopé), ou à partir du silicium de *type n* (faiblement dopé sous éclaircissement), sa structure est séparée par des pores de même taille. Il est formé d’un empilement aléatoire de cristallites sphériques de silicium, le diamètre des pores et la distance qui les sépare sont inférieurs à 10nm.

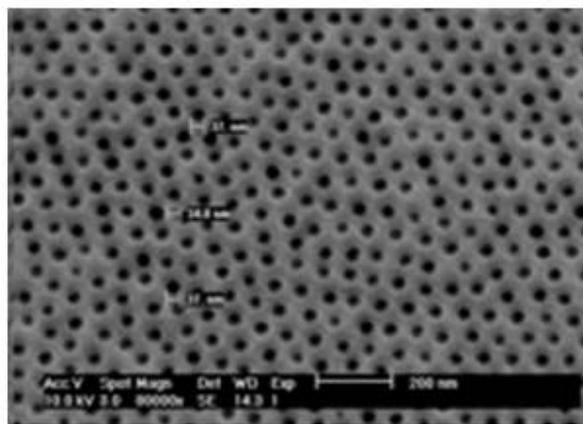


Figure 2.6 : Silicium nanoporeux (d’après [33])

III.1.2. Mésoporeux

Formé d'un empilement pseudo-colonnaire de cristallites, diamètre des pores et distance entre les pores de 10 à 50 nm. Dans ce cas, le silicium mésoporeux (figure (2.7)) est obtenu soit à partir du silicium de *type p* fortement dopé (p^+), soit à partir de silicium de *type n* fortement dopé (n^+).



Figure 2.7 : Silicium mésoporeux (34)

III.1.3. Macroporeux

Formé de colonnes de silicium (figure (2.8)), d'un diamètre de 0.1 à quelques μm est obtenue à partir du silicium poreux de *type n* fortement dopé sous obscurité. Les cristallites sont séparées par des pores qui sont, pour toutes les morphologies, de la même taille que les cristallites

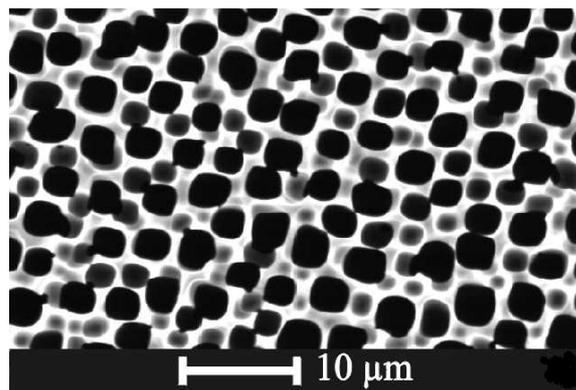


Figure 2.8 : Silicium macroporeux (d'après [35])

Notons qu'il est tout à fait possible d'obtenir plusieurs types de pores dans une même structure poreuse [36,37].

III.2. Propriétés du Silicium poreux

Le silicium poreux a de nombreuses propriétés qui le distinguent du silicium cristallin. Les deux propriétés fondamentales qui permettent d'expliquer la plupart des autres propriétés sont :

- sa surface spécifique élevée (rapport surface/volume), entre 200 et 800 cm²/cm³ [1, 38], qui assure au silicium poreux une forte réactivité physicochimique, vis-à-vis de son environnement et donc sa facilité à s'oxyder. Son oxydation est donc aisée et beaucoup plus rapide que le silicium massif.
- les faibles dimensions des cristallites de silicium (pour les faibles morphologies nano-et mésoporeuses).

Ainsi, parmi les propriétés les plus remarquables du silicium poreux, on peut citer :

- faible conductivité thermique.
- isolation électrique élevée.
- électroluminescence et photoluminescence.
- forte réactivité chimique.

- La porosité du silicium poreux

La couche de silicium poreux se caractérise premièrement par sa porosité (P), définie comme la fraction volumique de l'espace vide de la couche poreuse :

$$P = \frac{\rho_{Si} - \rho_{PSi}}{\rho_{Si}} \quad (2.7)$$

Où ρ_{Si} et ρ_{PSi} sont respectivement la densité de silicium et de silicium poreux.

La porosité est dépendante de la concentration d'acide Fluorhydrique, de la densité de courant et du type et la résistivité du silicium [39].

De nombreuses études théoriques et expérimentales ont été effectuées sur le silicium poreux [39,40, 41]. Ainsi et suivant la propriété considérée, le silicium poreux trouvera des applications dans de nombreux domaines.

III.3. Les applications du silicium poreux

Une grande variété d'applications pour le silicium poreux a émergé depuis qu'il a été découvert. Les domaines d'applications potentiels du silicium poreux ainsi que sa propriété spécifique utilisée pour chaque application sont résumés dans le tableau 2.1.

Domaines d'applications	Utilisations de PSi	Propriétés
Microélectroniques [1, 41].	Matériaux Low-K Couche isolante Micro-condensateur	Propriétés électriques Résistance élevée Une surface spécifique élevée
Micro-optiques [43, [44, 45].	Filtres Fabry-Pérot structure photonique à bande interdite	Modulation d'indice de réfraction Matrice macrospores régulière
Optoélectroniques [46, 47].	LED Guide d'onde Photo détecteur Emission de champ Mémoire optique	électroluminescence efficace Accordabilité d'indice de réfraction Haute sensibilité Emission de porteur chauds Propriétés non-linéaire
Biotechnologie [38,48, 49, 50].	collage de tissus biocapteur	Accordable réactivité chimique l'immobilisation d'enzymes
Micro-usinage [1].	couche sacrificielle épaisse	Gravure hautement contrôlable
surveillance de l'environnement [51,52].	détection de gaz	propriétés ambiant sensibles

Tableau 2.1 : Applications du silicium poreux

IV. Détermination des constantes élastiques

Les propriétés élastiques du silicium poreux ont été déterminées via plusieurs méthodes. Ces dernières déterminent les constantes élastiques du silicium poreux, particulièrement le module de Young, en utilisant :

- i) La diffraction des rayons X [53,54].
- ii) La diffusion Brillouin de la lumière [55].

- iii) La technique de Nanoindentation [56, 57].
- iv) La micro-échographie et la signature acoustique [58].

En microscopie acoustique, on peut mesurer d'une façon plus directe les propriétés élastiques, en utilisant la signature acoustique des matériaux, $V(z)$. L'allure oscillatoire des courbes de cette dernière est due aux phénomènes d'interférences de plusieurs modes de fuite de propagation (longitudinal, Rayleigh....) ; mais, seul le mode le plus important - mode de Rayleigh- apparaît dans le $V(z)$. Principalement, le mode de Rayleigh est déterminé à l'interface matériau/liquide. De plus, lorsque le matériau est poreux, la porosité entre en jeu dans la détermination des constants élastiques. À cet égard, Nous avons réalisé un programme qui simule le coefficient de réflexion et la signature acoustique.

IV.1. Procédure de simulation

La procédure consiste à (Figure (2.9)):

- calculer le coefficient de réflexion $R(\theta)$, $R(\theta, P)$.
- trouver la signature acoustique $V(z)$, $V(z, P)$:

La courbe $V(z)$ est la somme de deux courbes [59] :

- i) La fonction de transfert de la lentille $V_L(z)$.
- ii) et la courbe caractéristique de l'échantillon $V_I(z)$, $V_I(z, P)$

Donc :

$$V(z) = V_I(z) + V_L(z) \text{ ou } V(z, P) = V_I(z, P) + V_L(z).$$

$V_L(z)$ est la réponse de la lentille caractéristique où les effets de fuites de surface d'onde sont exclus.

D'autre part, $V_I(z)$ dépend de la propagation des ondes acoustiques de surface. Elle est calculée à partir de la soustraction $V(z)$ de $V_L(z)$.

- Traitement du signal par l'application de la F.F.T à la courbe de $V_I(z)$ où on obtient une distribution spectrale.
- Détermination des vitesses de propagation à partir du spectre de $V_I(z)$.
- Détermination des constantes élastiques.
-
-

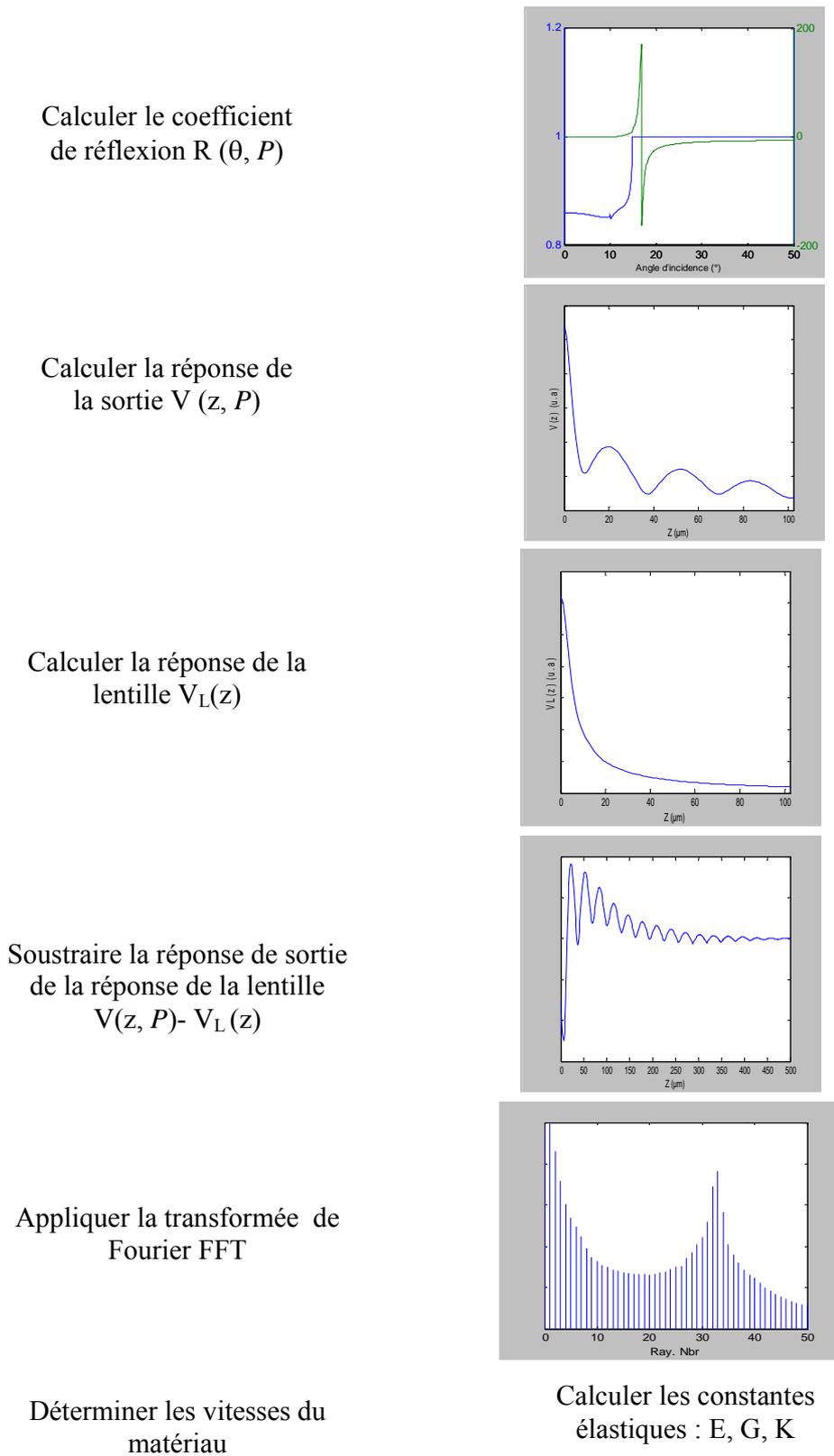


Figure 2.9 : Procédure d'analyse de la courbe $V(z)$

IV.2. Coefficient de réflexion

Dans ce paragraphe, nous calculons toutes les paramètres acoustiques de l'interface liquide/solide, comme l'impédance transversale, l'impédance longitudinale, l'impédance acoustique et le coefficient de réflexion. Des simulations sont effectuées pour obtenir la variation de ces coefficients en fonction de l'angle d'incidence dans le silicium poreux.

Pour les structures eau/Silicium et eau/ Silicium poreux les valeurs des paramètres considérés sont, pour l'eau ($V_{Liq}= 1500\text{m/s}$ et $\rho_{Liq}=1000 \text{ g/cm}^2$) et pour le silicium ($V_L= 8570 \text{ m/s}$, $V_T=5840\text{m/s}$, $\rho_{Si}=2330 \text{ g/cm}^2$).

Il est démontré par la théorie des milieux élastiques que les vitesses de propagation des ondes longitudinales (V_L) et transversales (V_T) en m/s, sont liées à la porosité (P) par les relations suivantes [60,61]

$$V_{LP} = V_L(1 - P)^m \quad (2.8)$$

$$V_{TP} = V_T(1 - P)^n \quad (2.9)$$

Où :

V_{LP}, V_{TP} : sont les vitesses longitudinale et transversale respectivement.

m, n : sont des constantes empiriques ($m=1,095$, $n=1.19$) [58,62].

Aussi la densité du silicium poreux est donnée par la relation suivante :

$$\rho_p = \rho(1 - P) - \rho_f P \quad (2.10)$$

Où ρ_f est la densité du liquide. Notons que le liquide de couplage ne pénètre pas dans le silicium poreux [63,64], en effet, la densité de l'air est prise en considération.

IV.3. Discussion

La figure (2.10) montre les courbes typiques du coefficient de réflexion en fonction de l'angle d'incidence pour la structure Eau/ Silicium. Le coefficient de réflexion $R(\theta)$ montre des fluctuations à la fois au niveau de l'amplitude et de la phase. L'amplitude (-----) est reportée sur l'axe gauche des ordonnées et la phase (—) sur l'axe droit. Lorsque θ augmente, nous remarquons un premier changement pour l'amplitude, à $\theta = 9,42^\circ$; cet angle correspond à l'angle critique des ondes longitudinales, θ_{CL} . La seconde fluctuation commence à l'angle critique des ondes transversales, θ_{CT} . Juste au dessus de cet angle, l'amplitude de la fonction de réflexion tend vers l'unité due à la réflexion totale de l'énergie. Il n'y aura plus d'énergie qui se propage dans l'échantillon.

La phase varie un peu à l'angle critique longitudinal. Par contre, une très forte variation (2π) marque l'angle correspondant aux ondes de Rayleigh (cet angle apparaît après les deux angles critiques).

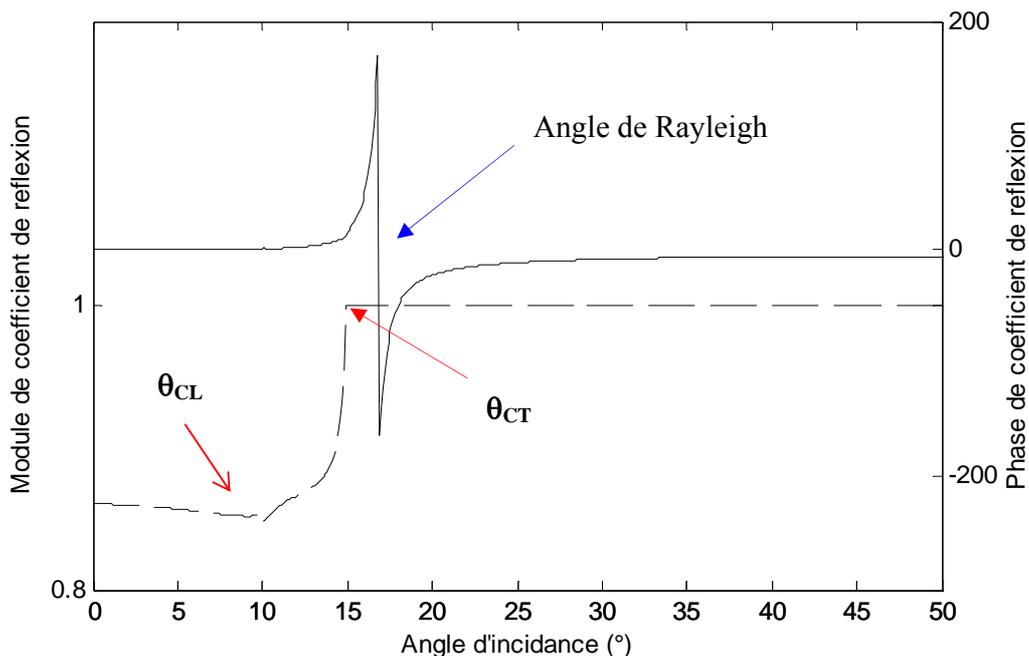


Figure 2.10 : Coefficient de réflexion en fonction de l'angle d'incidence (Structure eau/silicium)

La figure (2.11 (a) et (b)) montre la variation du module de coefficient de réflexion pour le silicium à différents taux de porosité. Nous observons clairement un déplacement des angles critiques vers les valeurs élevées au fur et à mesure que la porosité augmente.

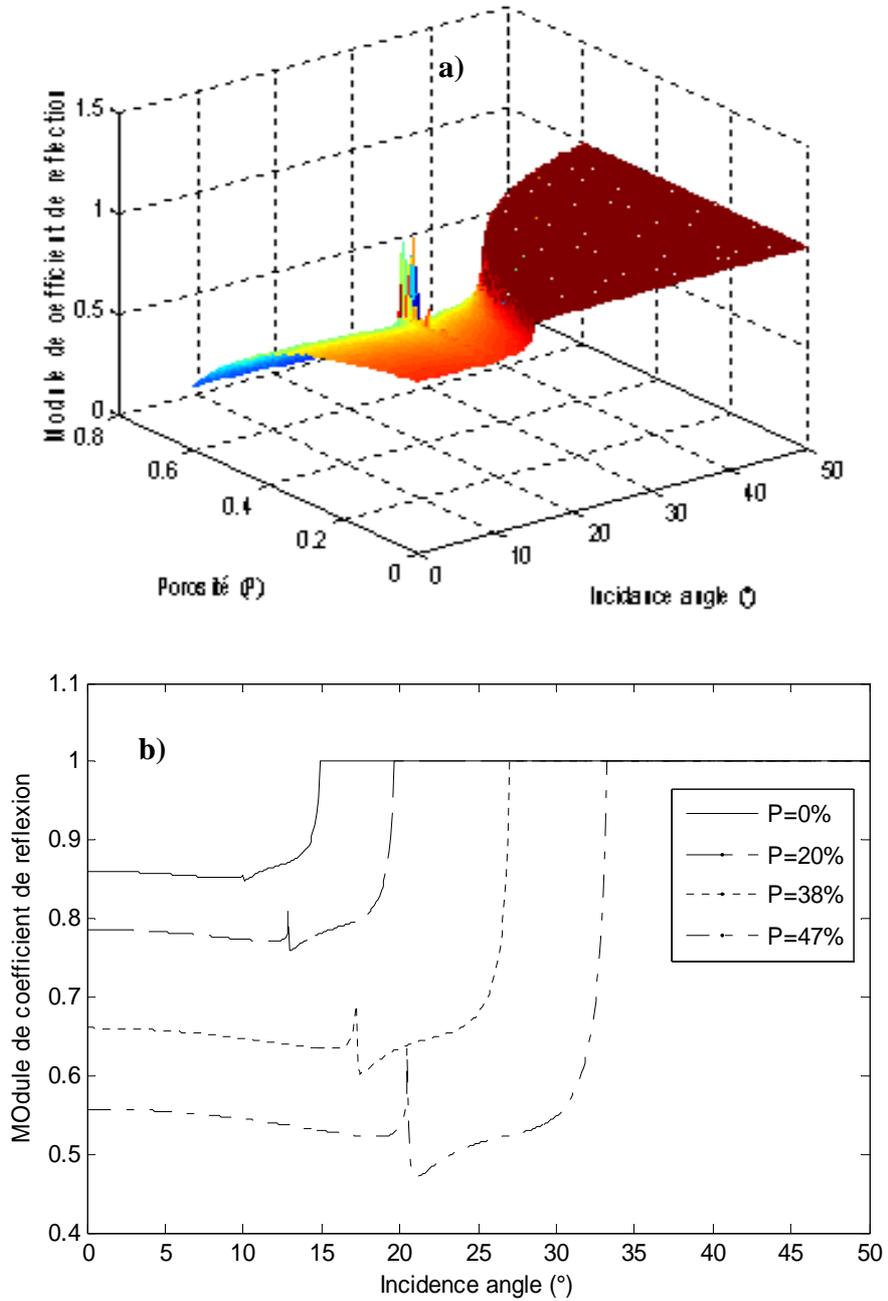


Figure 2.11 : variation du module de coefficient de réflexion en fonction de l'angle incidence et la porosité pour la structure eau / Silicium poreux : a) en 3D, b) pour différents taux de porosité.

La variation des angles critiques en fonction de la porosité peut être obtenue par un fitting sous la forme suivante:

$$\theta_{Ci(i=L,T,R)} = \theta_{Ci0} (1-P)^{-mi} \quad (2.11)$$

Où :

θ_{Ci0} : l'angle critique à P=0%.

mi : est une constante ($mi_{(i=L,T,R)}=1.225, 1.244$ et 1.126 respectivement)

Lorsqu'une onde acoustique rencontre l'interface séparant deux milieux d'impédances acoustiques différentes, une partie de l'onde est transmise dans l'autre milieu tandis qu'une autre partie se réfléchit sur l'interface. La notion d'impédance acoustique permet d'étudier complètement et quantitativement ce phénomène et estimer les quantités des énergies acoustiques transmises et réfléchies (Voir la figure (2.12))

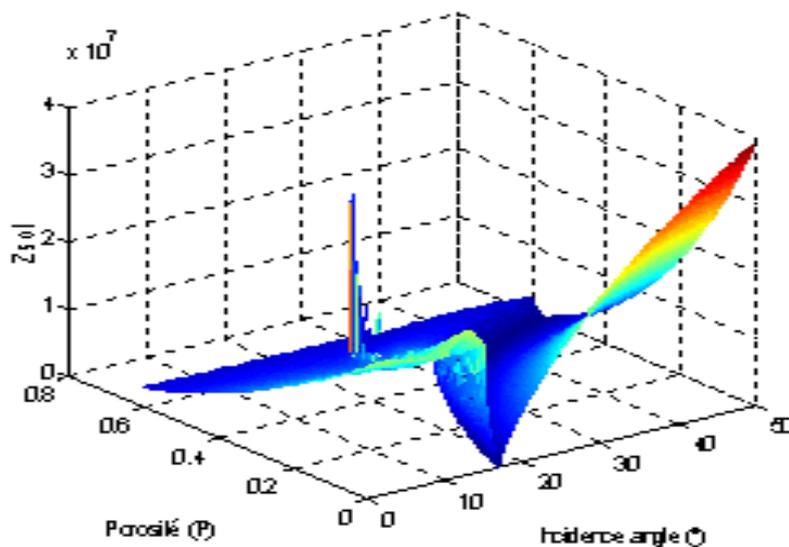


Figure 2.12 : Impédance acoustique du silicium poreux.

Il est clair que l'impédance acoustique, Z_{Sol} , l'impédance transversale, Z_T , et l'impédance longitudinale, Z_L , diminuent lorsque la porosité augmente, en effet, la corrélation entre l'impédance et la porosité peut être mise sous la forme empirique suivante :

$$Z_{i(i=Sol, L, T)} = Z_{i0} (1-P)^{n_i} \quad (2.12)$$

Où n_i : est une constante.

L'importance de cette étude réside dans la détermination directe des paramètres acoustiques du silicium poreux pour un taux de porosité donné. Il serait alors possible de déduire la porosité exacte du matériau examiné (tableau 2.2). De plus, les valeurs des impédances obtenues par Boumaiza et al [64] sont comparables avec nos résultats. Mais, Boumaiza et al utilisent une fonction polynomiale du second ordre de la forme :

$$A = A_0 (1 - \alpha P + \beta P^2) \quad (2.13)$$

Où A_0 est le paramètre acoustique à zéro porosité (Z_{T0} , Z_{L0}) et α et β sont des constants empiriques.

	Impédances (Mrayl)	n_i	Impédances (Mrayl) Obtenu par Boumaiza et al [64]
Z_{Sol0}	19.97	2.095	-----
Z_{T0}	13.6	2.188	13.6
Z_{L0}	19.97	2.095	19.7

Tableau 2.2 : la relation entre les impédances et la porosité

IV.4.La signature acoustique

Notre programme permet le tracé des courbes de la signature acoustique, $V(z)$, en prenant en considération la porosité et en utilisant le modèle de Sheppard et Wilson cité dans le chapitre 1. La figure (2.13) montre les courbes typiques de la signature acoustique $V(z)$ obtenues à 600 MHz pour différents taux de porosité.

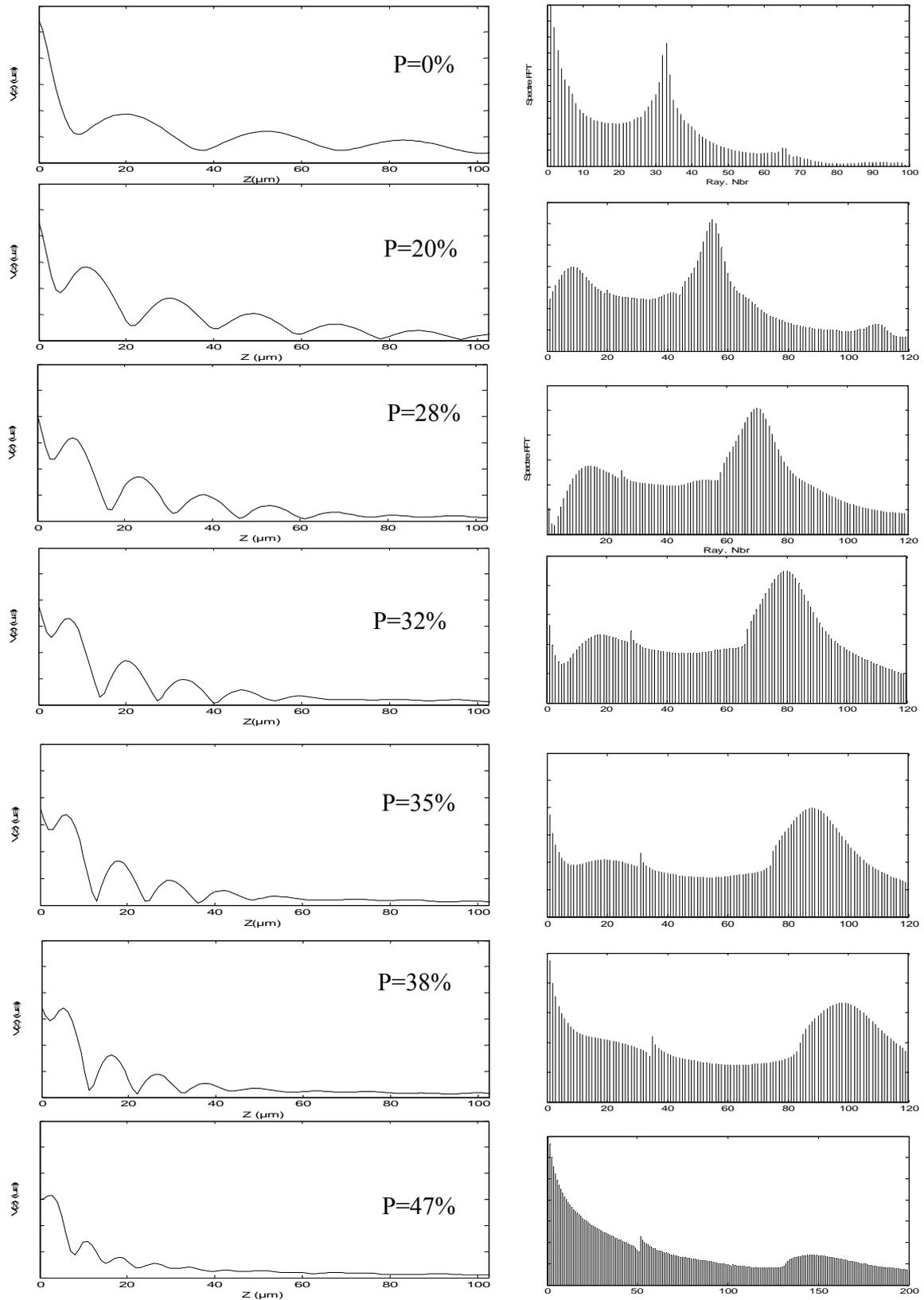


Figure 2.13: Signature acoustique, $V(z)$, du silicium poreux pour différents taux de porosité et les spectres F.F.T correspondants

Le tableau 2.3 regroupe les résultats obtenus par notre programme de simulation.

Porosité (%)	Δz (μm)	V_R (m/s)	$V_R = \frac{V_T(0.718 - (V_T/V_L)^2)}{(0.75 - (V_T/V_L)^2)}$	E (GPa) Calculé	E (GPa) Mesuré [57]	G (GPa) Calculé
0	29.25	5187.1	5185.7	169.5	-----	79.46
20	17.35	4025.4	4008.1	82.15	82.9	37.37
28	13.47	3565.5	3547.4	58.28	60	26.18
32	11.68	3326.7	3319.7	48.36	50.3	21.58
35	10.66	3193.3	3150.2	41.73	36.2	18.52
38	09.84	3075.1	2981.8	35.75	30.9	15.79
47	06.66	2573.4	2484	22.73	18.5	09.29

Tableau 2.3 : Variations de la vitesse de Rayleigh et des modules de Young et de cisaillement en fonction de la porosité de silicium poreux

Nous constatons qu'au fur et à mesure que la porosité augmente la vitesse V_R diminue. D'autre part La dépendance du module d'Young et de la porosité est démontrée par plusieurs auteurs:

- i) Bellet et al [1] utilisent la technique nanoindentation pour déterminer à la fois le module de Young de type P^+ et P^- de silicium poreux. Ils ont observé que pour une porosité donnée (70%) le module de Young d'une couche du silicium poreux de type p semble être moins rigide que d'un échantillon de type p^+ ($E_{70\%} = 2,4$ GPa et 12, respectivement).
- ii) Fan et al [65] utilisent la méthode de Brillouin pour calculer les constantes élastiques. Ils trouvent la relation non linéaire suivante entre la porosité, P, et le module de Young, E : $E = 155 (1-P)^{2.93}$.
- iii) Populaire et al [66] ont étudié les propriétés mécaniques du silicium méso-poreux à l'aide des mesures topographiques et des simulations par éléments finis. Ils ont donné l'expression de module de Young comme suit : $E = 163 (1-P)^3$.

iv) Cependant, Da Fonseca et al [1,57, 61], à l'aide de la micro-échographie, ont exprimé la signature acoustique, en se basant sur les équations empiriques (équation 2.8 et 2.9) en tenant compte de la porosité du silicium.

Notons que les résultats de nos simulations sont comparables à ceux mesurés (tableau 2.3).

la figure (2.14) présente le fittage du module de Young par une équation de la forme $E = E_0 (1-P)^n$, avec $E_0 = 169.5$ GPa et $n=3.25$ pour nos résultats et $E_0=169$ GPa et $n=3.19$ pour ceux de Da Fonseca.

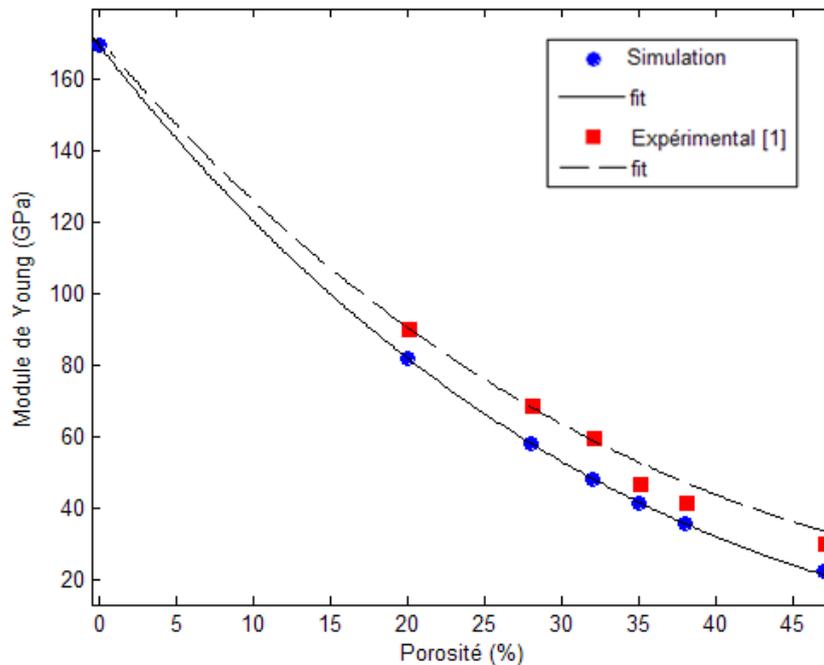


Figure 2.14 : Variation de module de Young en fonction de la porosité

On constate que le module de Young pour une porosité nulle est presque identique au module de Young du silicium massif ($E=162$ [1], 165.5 [67]), et à celui obtenu par l'équation (1.6) ($E_0= 166.7$ [65]). Ces résultats montrent que le module d'Young varie non seulement avec la porosité, mais aussi avec les niveaux de dopage [65].

IV.5. Comparaison avec le modèle de Biot-Allard

La propagation acoustique dans les matériaux poreux est d'une grande importance pour l'étude de leurs propriétés acoustiques. Pour cela, le modèle de Biot établi par M. A. Biot, en 1956 [68, 69,70] permet de prédire le comportement d'un matériau poreux excité acoustiquement ou mécaniquement. Le modèle original de Biot n'était cependant pas satisfaisant pour des applications dans le domaine de l'acoustique [71, 72, 73, 74]. Pour y remédier, un autre modèle est développé récemment et qui est le modèle d'Allard. La dénomination couramment employée pour qualifier cette adaptation du formalisme de Biot est celle du modèle de Biot-Allard adaptée à l'acoustique [71,75].

IV.5.1. Les équations Fondamentales

Biot a proposé une théorie phénoménologique de la propagation des ondes dans des matériaux fluides saturés, poreux, macroscopiquement homogènes et isotropes [76]. Une prédiction fondamentale de cette théorie est l'existence de trois ondes de corps: une onde de cisaillement, une onde longitudinale rapide, et une onde longitudinale lente [77]. L'apparition d'une onde longitudinale supplémentaire (onde lente) fournit plus d'informations utiles sur les propriétés des matériaux poreux qui ne peuvent être obtenues par d'autres moyens acoustiques.

Dans le modèle de Biot-Allard, les paramètres qui caractérisent les propriétés élastiques sont [78, 79,80]:

$$P = \frac{(1 - \phi) \left[1 - \phi - \frac{K_b}{K_s} \right] K_s + \phi \frac{K_s}{K_f} K_b}{1 - \phi - \frac{K_b}{K_s} + \phi \frac{K_s}{K_f}} + \frac{4}{3} N \quad (2.14)$$

$$Q = \frac{(1 - \phi) \left[1 - \phi - \frac{K_b}{K_s} \right] \phi K_s}{1 - \phi - \frac{K_b}{K_s} + \phi \frac{K_s}{K_f}} \quad (2.15)$$

$$R = \frac{\phi^2 K_s}{1 - \phi - \frac{K_b}{K_s} + \phi \frac{K_s}{K_f}} \quad (2.16)$$

Où Φ signifie la porosité dans le modèle de Biot, K_f le module de compressibilité de l'air dans le matériau poreux, K_b , le module de compressibilité de la structure, K_s est le module de compressibilité du squelette, et N le module de cisaillement.

Les vitesses de propagation sont :

$$V_{L(L,R)} = \frac{\sqrt{2(PR - Q^2)}}{\Delta \pm \sqrt{\Delta^2 - 4(\rho_{11}\rho_{22} - \rho_{12}^2)(PR - Q^2)}} \quad (2.17)$$

$$V_T = \sqrt{\frac{N\rho_{22}}{\rho_{11}\rho_{22} - \rho_{12}^2}} \quad (2.18)$$

D'où :

$V_{L(L,R)}$ est la vitesse longitudinale rapide et lente respectivement.

V_T est la vitesse transversale.

$$\Delta = P\rho_{22} + R\rho_{11} - 2\rho_{22}Q \quad (2.19)$$

$$\rho_{11} + \rho_{12} = (1 - \phi)\rho_s \quad (2.20)$$

$$\rho_{22} + \rho_{12} = \phi\rho_f \quad (2.21)$$

$$\text{et } \rho_{12} = -(\alpha - 1)\phi\rho_f \quad (2.22)$$

Les termes ρ_{11} , ρ_{12} et ρ_{22} décrivent l'interaction due au couplage inertiel et qui sont liés à la densité du solide ρ_s , et la densité du liquide ρ_f . ρ_{11} et ρ_{22} sont les densités effectives des phases solide et liquide, et ρ_{12} est le coefficient de couplage de masse entre la phase solide et fluide.

α est la tortuosité déterminée par la relation donnée par Berryman [79] comme suit :

$$\alpha = 1 + 0.5\left(\frac{1 - \phi}{\phi}\right) \quad (2.23)$$

Williams [80] suggère que la dépendance des modules du corps squelettique (module d'Young, E_b , module de compressibilité, K_b , et le module de cisaillement, N , les coefficients du solide, ν_s , et du squelette, ν_b) peut être exprimée par :

$$E_b = E_s (1 - \phi)^n \quad (2.24)$$

$$K_s = \frac{E_s}{3(1 - 2\nu_s)} \quad (2.25)$$

$$K_b = \frac{E_b}{3(1 - 2\nu_b)} \quad (2.26)$$

$$N = \frac{E_b}{2(1 - 2\nu_b)} \quad (2.27)$$

Où n est un paramètre qui dépend de la structure géométrique de la matrice solide. D'après Gibson et Ashby [81] $n = 3$.

Afin de prédire l'évolution des vitesses longitudinale lente et rapide en fonction de la porosité, une simulation basée sur le modèle de Biot a été effectuée.

Les principales propriétés structurales et acoustiques du silicium poreux et du liquide pour simuler la propagation des ondes sont énumérées dans le tableau 2.4.

	Eau	Air	Si
Densité (ρ) (Kg/m^3)	1000	1.3	2330
Module de compressibilité (K_f) (GPa)	2.19	1.4110^{-4}	-----
Module de compressibilité (K_s) (GPa)	-----	-----	65.17
Module de cisaillement N (GPa)	-----	-----	79.46

Tableau 2.4: Paramètres acoustiques et structurales.

La figure (2.15) présente l'évolution de ces vitesses en fonction de la porosité. Cette simulation a été effectuée pour un silicium poreux saturé d'air. Cette figure montre une diminution de la vitesse de l'onde longitudinale et une augmentation de celle de l'onde lente avec la porosité. En raison de la forte atténuation de l'onde rapide. Cette dernière est plus sensible aux variations de la porosité que l'onde lente.

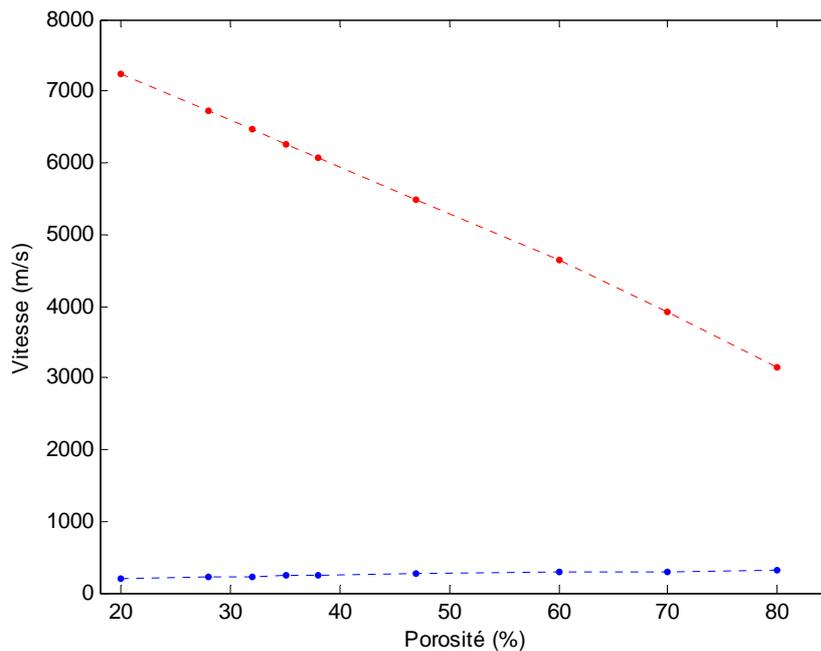


Figure 2.15 : Variations des vitesses longitudinales lente et rapide en fonction de la porosité pour le silicium poreux saturé d'air.

La figure (2.16) montrent respectivement les variations des vitesses des ondes longitudinales lentes, V_{LL} et rapides, V_{LR} , pour un silicium poreux, qui est saturé d'air ou de l'eau. Lorsque la masse volumique du fluide saturant le matériau poreux varie, seule la vitesse de l'onde lente varie. Cependant, ce paramètre (la masse volumique) n'affecte pas la vitesse de l'onde rapide.

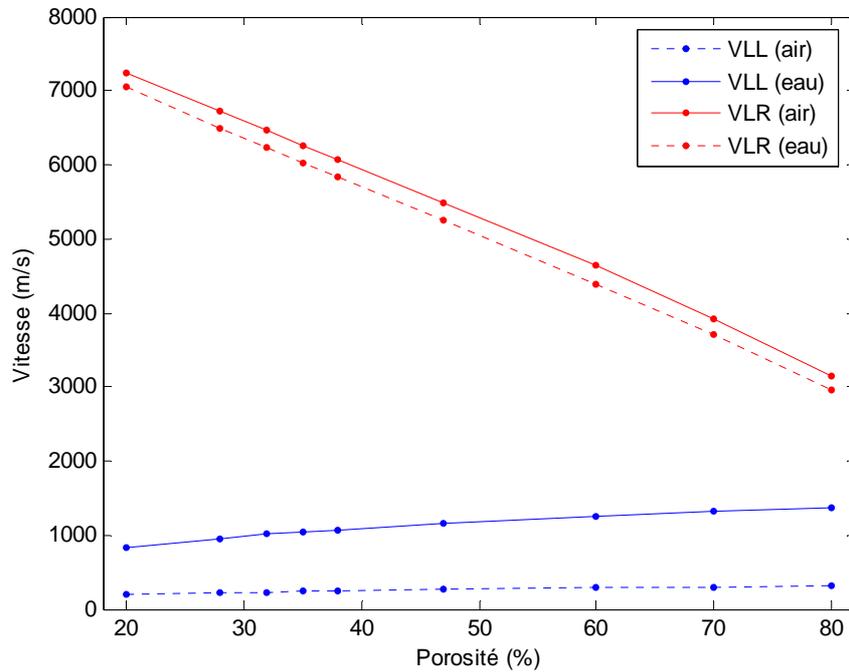


Figure 2.16: Variations des vitesses longitudinales lente et rapide en fonction de la porosité pour le silicium poreux saturé d'air et l'eau

IV.5.2. Comparaison des paramètres élastiques

La figure (2.17) illustre les variations du module de Young calculé théoriquement par deux méthodes différentes (microscopie acoustique et modèle de Biot) et expérimentalement [1] en fonction de la porosité. Nous constatons que les 3 courbes présentent la même allure et que les résultats convergent pour les valeurs faibles de porosités jusqu'à 35%. Au-delà de cette valeur de porosité l'écart entre les valeurs du module de Young devient important.

La figure (2.18) montre les variations du module de cisaillement calculé théoriquement en utilisant la microscopie acoustique d'une part et le modèle de Biot d'autre part. Nous remarquons que les deux courbes présentent la même allure pour les porosités < a 40%.

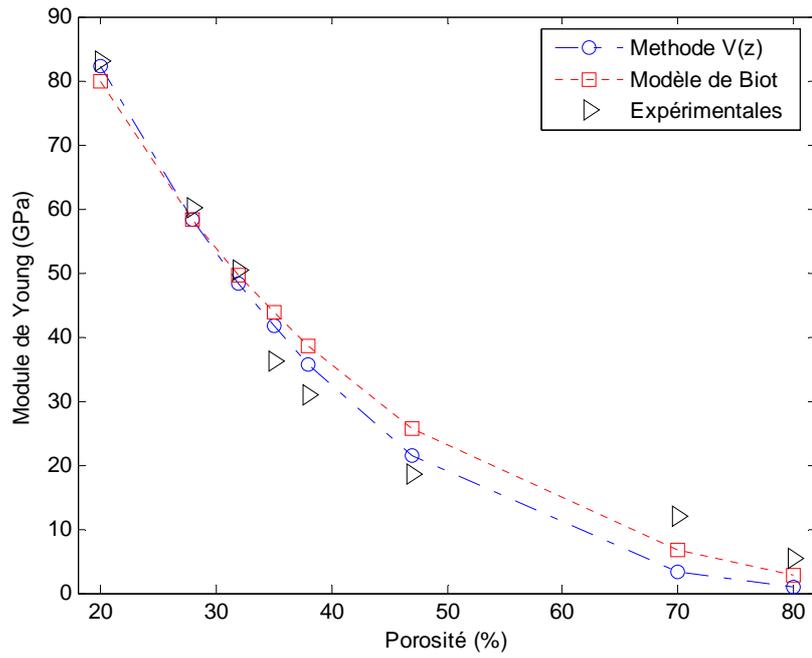


Figure 2.17 : Evolution du module de Young en fonction de la porosité

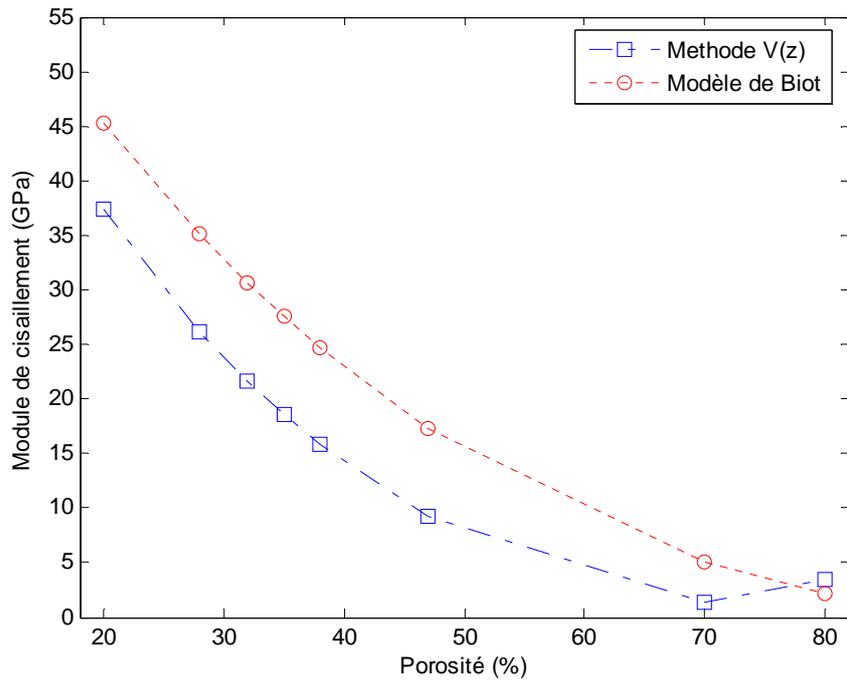


Figure 2.18 : Evolution du module de cisaillement en fonction de la porosité

VII. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié la propagation ultrasonore dans le silicium poreux. Pour cela nous avons réalisé un programme permettant le calcul des différents paramètres et constantes élastiques. Les résultats obtenus en utilisant la méthode de la microscopie acoustique sont en accord avec ceux publiés dans la littérature. Une comparaison avec le modèle de Biot montre une bonne concordance entre les valeurs des constantes élastiques.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] L. Canham, « Properties of porous Silicon », IEE, Londres., 1997, pp.414.
- [2] J.F. Allard and N. Atalla, « Propagation of Sound in Porous Media: Modelling Sound Absorbing Materials ». Wiley, second edition, 2009.
- [3] Laurent de Ryck, « Acoustical Characterisation of Macroscopically Inhomogeneous Porous Materials », These de doctorat, Faculteit Wetenschappen, Geel Huis, Kasteelpark Arenberg 11, 3001 Heverlee (Leuven),2008, pp.272.
- [4] Stéphane Gasser, « Etude des propriétés acoustiques et mécaniques d'un matériau métallique poreux modèle à base de sphères creuses de nickel », Institut National Polytechnique De Grenoble, France, pp.307, (2003).
- [5] Jean-Daniel Chazot, « Transparence acoustique de doubles parois remplies de matériaux granulaires », These de doctorat, institut national des sciences appliquées de Lyon, France, 2006, pp.220.
- [6] D. A. Bies and C.H. Hansen, « flow resistance information for acoustical design », Applied Acoustics, Vol.13, 1980, pp. 357-391.
- [7] L. Landau and E. Lifchitz, « Mécanique des fluides », Editions Mir, Moscou, 1971.
- [8] Pierre Leroy, « Les mousses adaptatives pour l'amélioration de l'absorption acoustique : modélisation, mise en œuvre, mécanismes de contrôle », thèse de doctorat, Université Aix-Marseille I, 2008.
- [9] Nadine Sellen, « Modification de l'impédance de surface d'un matériau par contrôle actif : application à la caractérisation et à l'optimisation d'un absorbant acoustique », Thèse de doctorat, université de Lyon, 2003.
- [10] Jean-Michel Génevaux, Olivier Doutres, Nicolas Dauchez, and Olivier Dazel, Validity of the limp model for porous materials: acriterion based on the Biot theory, Laboratoire d'Acoustique UMR CNRS 6613, France, 2007.
- [11] Reinhilde LANOYE, « Assessment of the absorption performance of sound absorbing materials », These de doctorat, Katholieke Universiteit Leuven Faculteit Ingenieurs wetenschappen Arenbergkasteel, B-3001 Leuven (Heverlee), Belgium, 2007, pp246.
- [12] S.J. Bolton, « Porous materials for sound absorption and transmission control », The Congres and exposition on voise control engineering, 2005.
- [13] Bruno Brouard, Bernard Castagnède, Michel Henry, Denis Lafarge, Sohbi Sahraoui, « Mesure des propriétés acoustiques des matériaux poreux », Techniques de l'Ingénieur, traité Mesures et contrôle, 2003.

- [14] Olivier Coussy., « Mécanique des milieux poreux », Editions TECHNIP, 1991,pp.437.
- [15] O. Umnova, K. Attenborough, H. Shin, and A. Cummings, «Deduction of tortuosity and porosity from acoustic reflection and transmission measurements on thick samples of rigid-porous materials», Applied Acoustics, Vol. 66, 2005, pp. 607–624.
- [16] M. Slaheddine Chedly, « Compromis Choc Acoustique des Matériaux Poreux: Relations Procédé-Produit-Performances », thèse de doctorat, Université de reimschampagnardenne, France, 2008.
- [17] Y. Champoux, J.F.Allard, « Dynamic tortuosity and bulk modulus in air-saturated porous media », J. Appl. Phys., 1991.
- [18] J. F. Allard, « propagation of sound in porous media, modelling sound absorbing materials », Elsevier Applied Science, 1993.
- [19] Luc Jaouen, « Contribution a la caractérisation mécanique de matériaux poro-viscoélastiques en vibro-acoustique », Ph.D. Thesis, Université de Sherbrooke Département de Génie Mécanique, Canada, 2003, pp.151.
- [20] D. L. Johnson, J. Koplik, et R. Dashen. ,«Theory of dynamic permeability and tortuosity in fluid-saturated porous media», J. Fluid Mech., 176,1987, pp.379–402.
- [21] A. Uhler, « Electrolytic shaping of germanium and silicon ». Bell System Tech J. Vol. 35, 1956, pp. 333-347.
- [22] D.R. Turner, « Electropolishing silicon in hydrofluoric acid solutions », J Electrochem Soc. Vol. 105, 1958, pp. 402-8.
- [23] C. S. Fuller and J. A. Ditzenberger, « Diffusion of donor and acceptor element in silicon », J. Appl. Phys., 1965, Vol 27, pp.544-553.
- [24] K Imai, «new dielectric isolation method using porous silicon», Solid-State Electronics, Vol. 24, 1981, pp 159-164.
- [25] L. T. Canham, « Bioactive silicon structure fabrication through nanoetching techniques». Adv Mater, Vol.7, 1995, pp.1033-1037.
- [26] L. T. Canham, C. L. Reeves, A. Loni, M. R. Houlton, J. P. Newey, A. J.Simons,T. I.Cox, « Calcium phosphate nucleation on porous silicon: Factors influencing kinetics in acellular simulated body fluids», Thin Sol Films, Vol. 297, 1997, pp.304-307.
- [27] Salonen, J. Kaukonen, A. M. Hirvonen, J. Lehto, V.-P., «Mesoporous silicon in drug delivery applications»,J Pharm Sci , Vol. 97, 2008, pp. 632-653.
- [28] Tetyana Nychporuk, « Nouvelles Morphologies du Silicium Nanostructuré Issues de l'Anodisation Electrochimiques: Elaboration, Propriétés Physico-Chimiques et applications », Thèse de doctorat, institut national des sciences appliquées de Lyon, France, 2006, pp.154.

- [29] J. Rouquerol, D. Avnir, C.W. Fairbridge, D. H. Everett, J. H. Haynes, N. Pernicone, J. D. Ramsay, K. S. W. Sing, et K. K. Unger, «Recommendations for the characterization of porous solids», *Pure and Applied Chemistry*, Vol. 66, 1998, pp. 1739-1758.
- [30] Yohann Ledru, « Etude De La Porosité Dans Les Matériaux Composites Stratifiés Aéronautiques », Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, France, 2009, pp.242.
- [31] Raúl J. Martín-Palma, Miguel. Manso-Silván, Vicente .Torres-Costa, « Biomedical applications of nanostructured porous silicon: a review », *Journal of Nanophotonics*, Vol. 4, 2010, pp.1-20.
- [32] F. Montagne, A.M. Popa, R. Pugin, H. Heinzelmann, « Stimuli-Responsive Polymers in bioMEMS Devices », *NSTI.Nanotech*, Vol. 2, 2008, pp. 653-656.
- [33] P. Schmuki, « Formation. Proceedings of the International Symposium on Pits and Pores--Formation, Properties, and Significance for Advanced Luminescent Materials », *The Electrochemical Society*, 1997, pp. 538.
- [34] Ion Tighineanu, Helmut Föll, Sergiu Langa, Veaceslav Ursachi, « Porous III-V Semiconductors », *Stiinta, Intreprindere Editorial-Poligrafica*, 2005, pp.186.
- [35] A. Halimaoui, «Porous silicon formation by anodisation, In : edited by L. T. Canham, Properties of porous silicon». London: INSPEC, 1997, pp. 12-22.
- [36] R. Herino, G. Bomchil, K. Barla, «Porosity and pore size distributions of porous silicon layers», *J. Electrochem.Soc. Solid-State Science And Technology*, Vol. 134,1987, pp.1994-2000.
- [37] Sébastien Quoizola, « Epitaxie en phase vapeur de silicium sur silicium mésoporeux pour report sur substrats économiques et application photovoltaïque bas coût », *institut national des sciences appliquées de Lyon, France*, 2003, pp.167.
- [38] PELLET Claude, « Capteur d'humidité en Si poreux pour la fiabilité des Systems in Package », Thèse de doctorat, L'université Bordeaux 1, France, 2008, pp.100.
- [39] Newby Pascal, « Implementation de procedes de fabrication et d'integration du silicium poreux », *ProQuest Dissertations and Theses*, 2009, pp.174.
- [40] M. I. J. Beal, J. D. Benjamin, M. J. Uren, N. G. Ghew and A. G. Cullis, «An experimental and theoretical study of the formation and micro structure of porous silicon», *J. Cryst. Growth*, Vol. 73, 1985, pp. 622-626.
- [41] V.P. Parkhutik and L.T. Canham, « Porous Si as an educational vehicle », *Phys. Stat. Sol. (a)*, Vol. 182, 2000, pp.591-598.
- [42] Cheng LI, « Nouvelle filière nanotechnologique sur silicium poreux : Application à des dispositifs photoniques », *Institut national des sciences appliquées de Lyon, France*, 2010, pp.134.

- [43] A. San Paulo, X. Liu, and J. Bokor, « Scanning acoustic force microscopy characterization of thermal expansion effects on the electromechanical properties of film bulk acoustic resonators », *Applied Physics Letters*, 2005, Vol.86.
- [44] Susanna Setzu, «Réalisation et étude de structures a modulation d'indice optique en silicium poreux », Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier – Grenoble I, France, 1999, pp.193.
- [45] Elizabeth Chung Pui Wu, « Sustained and observable release of therapeutics using porous silicon based materials », Ph.D. Thesis, University Of California, San Diego, 2010, pp.226.
- [46] Gilles Lerondel, « Propagation de la lumière dans le silicium poreux. Application à la photonique », Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier - Grenoble I, France, 1997, pp.210.
- [47] Mirkka Sarparanta, « 18F-Radiolabeled Porous Silicon Particles For Drug Delivery », These de doctorat, University of Helsinki, 2013, pp.94.
- [48] We Sun, « Porous Silicon Based Biomaterials for Bone Tissue Engineering », Ph.D. Thesis, University of Rochester Rochester, New York, 2007, pp.152.
- [49] Jean Raymond Garcia Fakhoury, « Porous Silicon Microparticles as an Embolic Agent for the Treatment of Hepatocellular Carcinoma », Thesis of Master of Science in Engineering, The University of Texas at Austin, 2011, pp.166.
- [50] Elisabet Xifré Pérez, « Design, Fabrication And Characterization Of Porous Silicon Multilayer Optical Devices », Ph. D. Thesis, Universitat Rovira I Virgili, Spain, 2007, pp.248.
- [51] Yoboue N’Goran Pamela Marie Josèphe, « Etude technologique pour l’amélioration des performances d’un capteur de gaz à oxyde métallique », Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France, 2010, pp. 168.
- [52] K. Barla, R. Herino, G. Bomvil, J.C. Pfister, and A. Freund, « Determination of lattice parameter and elastic properties of porous silicon by X-ray diffraction », *J. Cryst. Growth* 68, 1984, pp.727-732.
- [53] K. Barla, G. Bomvil, R. Herino, J.C. Pfister, J. Baruchel, « X-ray topographic characterization of porous silicon layers », *Journal of Crystal Growth*, Vol. 68, 1984, pp. 721-72.
- [54] M.G. Beghi, C.E. Bottani, G. Ghislotti, G. Amato, L. Boarino, « Brillouin scattering of porous silicon », *Thin Solid Films*, Vol.297, 1997, pp.110-113.
- [55] D. Bellet, P. Lamagnère, A. Vincent and Y. Bréchet, « Nanoindentation investigation of the Young’s modulus of porous silicon », *J. Appl. Phys.* Vol. 80, 1996.
- [56] K. Michael Oisten, Paul L. Bergstrom, « A Young’s modulus study of n- and p-type porous silicon », *physica status solidi (a)* Vol. 206, 2009, pp.1278–1281.

- [57] R. J. M. da Fonseca, J. M. Saurel, G. Despaux, A. Foucaran, E. Massonne, E., and Taliercio, T., « Acoustic microscopy investigation of porous silicon », *J. Mat. Sci.* Vol.30, 1995.
- [58] J. Kushibiki, and N.Chubachi, «Material Characterization by Line-Focus-Beam Acoustic Microscope», *IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics*, SU-32, 1985, pp.189-212.
- [59] K. K. Phani, S.K. Niyogi, A.K. Maitra and M. Roychaudhury, « Strength and elastic modulus of a porous brittle solid: an acousto-ultrasonic study», *J. Mater. Sci.* Vol.21, 1986, pp. 4335-4341.
- [60] K. K. Phani, « Porosity dependence of ultrasonic velocity in sintered materials — a model based on the self-consistent spherical inclusion theory », *Journal of Materials Science*, Vol. 31, 1996, pp. 272–279.
- [61] Da Fonsesa, R. J. M., Y., Saurel, J. M. and Despaux, G., 1994, «Elastic characterization of porous silicon by acoustic microscopy», *Appli, Surf*, Vol. 16, pp.21-23.
- [62] C. M. Sayers and R. L. Smith, « The propagation of ultrasound in porous Medium », *Ultrasonic*, Vol.20, 1982, pp.201-205.
- [63] D.G. Albert, « Comparison between Wave Propagation in Water- saturated and Air-Saturated Porous Materials », *J. Appl. Phys.* Vol.73, 1993.
- [64] Y. BouMaiza, A. Hadjoub, A. Doghmane, L. Deboub, «Porosity effects on different measured acoustic parameters of porous silicon», *Journal of Materials Science Letters*, Vol.18,1999, pp. 295-297.
- [65] H. J. Fan, M. H.Kuok, R. Boukherroub, J. M. Baribeau, J. W. Fraser, and D. Lockwood, « Brillouin spectroscopy of acoustic modes in porous silicon films », *J. Phys. Rev. B.*, Vol.65, 2002.
- [66] Ch. Populaire, B. Remaki, V. Lysenko, D. Barbier, H. Atrmann, T. Pannek, « On mechanical properties of nanostructured meso-porous silicon », *Appl. Phys. Lett.* Vol. 83, 2003, pp.1370–1372.
- [67] Y-C. Lee, J.O. Kim and J.D. Achenbach, «Acoustic microscopy measurements of elastic constants and mass density», *IEEE Trans. Ultrason.Ferroelec. Freq. Control*.Vol. 42,1995, pp. 253-264.
- [68] M.A. Biot, «Theory of propagation of elastic waves in a fluid-saturated porous solid.2.higher frequency range», *J.Acoust. Soc. Am*, Vol.28, 1956, pp. 179–191.
- [69] M.A. Biot, « Theory of propagation of elastic waves in a fluide-saturated porous solid. 1.low frequency range ». *J.Acoust. Soc. Am*, Vol.28, 1956, pp.168–178.
- [70] J. Allard, «Propagation of sound in porous media, Modelling sound absorbing materials», New York and London, 1993, pp.284.

- [71] Y. Champoux, et J. Allard, «Dynamic tortuosity and bulk modulus in air-saturated porous media», *Journal of Applied Physics*, Vol. 70, 1991, pp. 1975.
- [72] D. Johnson, J. Koplik, et R. Dashen, «Theory of dynamic permeability and tortuosity in fluid-saturated porous media», *Journal of Fluid Mechanics*, Vol. 176, 1987, pp. 379-402.
- [73] D.Lafarge, P. Lemarinier, J. Allard, et V. Tarnow, «Dynamic compressibility of air in porous structures at audible frequencies», *Journal of the Acoustical Society of America*, 1997.
- [74] Lin Lin, « in-situ measurement of permeability of a porous interface «using the ultrasonic slow wave », Ph.D. thesis, The University of Maine, prequest dissertation, 2011.
- [75] Zine E. A. Fellah, NaimaSebaa, Mohamed Fellah, Farid G. Mitri, Erick Ogam, Walter Lauriks, and Claude Depollier « Application of the Biot Model to Ultrasound in Bone: Direct Problem», *IEEE*, 2008.
- [76] Jeroen. Jocke, David Smeulders , «Ultrasonic measurements on poroelastic slabs: Determination of reflection and transmission coefficients and processing for Biot input parameters», *Elsevier*, 2008.
- [77] Jean François Allard, Luc Kelders, and Walter Lauriks , «Transmission of Ultrasonic Waves Through Porous Layers of High Flow Resistivity Saturated by Air», *IEEE*, 1999.
- [78] Seyyed. M. Hasheminejad, M.A. Alibakhshi, « Diffraction of sound by a poroelastic cylindrical absorber near an impedance plane», *Acoustic Research Laboratory, Elsevier*, 2006.
- [79] J. G. Berryman, D. E.Lumley, « Inverting ultrasonic data on solid/fluid mixtures for Biot-Gassmann parameters», *Proc. of the Second Int. Conf. On Mathematical and Numerical Aspects of Wave Propagation, Proc. SIAM*, June 7-10, 1993, pp.57-68.
- [80] John L. Williams, « Ultrasonic wave propagation in cancellous and cortical bone: Prediction of some experimental results by Biot's theory », *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 91, 1992, pp. 1106-1112.
- [81] L. J. Gibson, & M. F.Ashby, «Cellular solids: Structure and properties», *Oxford, Pergamon Press*, 1988.
- [82] J. F. Allard, C.Depollier, J. Nicolas, W.Lauriks and A. Cops, « Propriétés acoustiques des matériaux poreux saturés d'air et théorie de Biot », *J. Acoustique*, Vol.3, 1999, pp. 29-38.

CHAPITRE III

ATTENUATION DES ONDES DE SURFACE DANS LE SILICIUM POREUX

I. Introduction

Les propriétés acoustiques de l'échantillon peuvent être estimées à partir de l'atténuation. En effet, cette dernière fournit des informations importantes sur les propriétés mécaniques et structurales du matériau. Lorsque le capteur émet un faisceau d'ondes, il engendre des ondes rasantes qui se propagent à la surface du matériau. Ces ondes subissent différentes atténuations suivant les propriétés du matériau. En effet, lors de leurs propagations à la surface de l'échantillon, les ondes rasantes perdent de l'énergie et ce soit par des phénomènes d'absorption ou de diffusions induites par des dislocations, soit par des microfissures ou de joints de grains.

La microscopie acoustique à balayage [1-3] basée sur l'émission et la réflexion des ondes acoustiques demeure un outil très utilisé et prometteur dans les investigations de l'atténuation [4-7]. Ainsi ce chapitre sera consacré aux différentes méthodes de calcul du coefficient d'atténuation des ondes acoustiques de surface dans le silicium poreux. Après une description des méthodologies appliquées, nous donnerons les étapes de calcul de l'expression du facteur d'atténuation de l'onde de Rayleigh pour différents taux de porosités. Nous nous intéresserons aussi à l'étude de la variation de la vitesse de Rayleigh dans le silicium poreux ainsi que l'atténuation en fonction de la fréquence de travail.

II. Généralités et définition de l'atténuation

L'onde ultrasonore s'atténue au cours de sa propagation dans n'importe quel milieu, vu qu'elle perd de l'énergie. Cette perte d'énergie est due principalement aux interactions entre la microstructure du milieu et l'onde et est désigné par la notion atténuation [8]. Notons que les phénomènes extérieurs ne peuvent pas être assimilés à l'atténuation du milieu. De ces phénomènes, nous pouvons citer ; la réflexion/transmission aux interfaces entre l'échantillon et le milieu extérieur. Cette atténuation est principalement composée de deux catégories de phénomènes :

$$\text{Atténuation} = \text{Absorption} + \text{Diffusion}$$

II.1. Absorption

Une partie de l'énergie du flux ultrasonore qui se propage dans un milieu est perdue en raison de la redistribution de l'énergie, telles que la diffusion et la réflexion, et l'autre partie de l'énergie est absorbée par le milieu. Différents mécanismes sont responsables de phénomènes d'absorption (effets de conductance thermique, les effets chimiques, effets visqueux, non

linéarité ...). L'absorption résulte de la conversion de l'énergie mécanique vibratoire en chaleur.

Les mécanismes d'absorption principaux sont :

i) les pertes visqueuses: les principaux mécanismes d'absorptions des pertes visqueuses sont la conduction de la chaleur et des processus de relaxation [9]. Par exemple, les pertes visqueuses peuvent expliquer l'absorption des ondes sonores dans l'eau, où l'atténuation varie avec le carré de la fréquence. Dans ce cas, le coefficient d'absorption α_a croît linéairement avec la fréquence ultrasonore :

$$\alpha_a = A f \quad (3.1)$$

Où A est une constante de proportionnalité propre au matériau et f est la fréquence de vibration.

ii) la conduction de la chaleur et des processus de relaxation.

Les pertes en amplitude d'un faisceau d'onde de surface peuvent également avoir lieu selon la conception des parties composant le SAM et la fréquence du signal d'entrée. Par exemple, une lentille peu ouverte récupère moins d'énergie qu'une autre à large angle d'ouverture [10, 11]. En général, l'atténuation globale des ultrasons est caractérisée par la diminution exponentielle de la suite de l'amplitude de l'intensité acoustique avec la distance de déplacement z, et peut être exprimé comme suit:

$$V(z) = V_0 \exp^{(-\alpha z)} \quad (3.2)$$

II.2.La diffusion

Quand une onde sonore rencontre un obstacle solide, une fraction de l'onde est redirigée ou dispersé. La diffusion peut être définie comme étant la variation de l'amplitude, de la fréquence, de la vitesse de phase ou de la direction de propagation à la suite d'un obstacle ou d'une non-uniformité dans le milieu. Donc, La diffusion des ondes acoustiques est la redirection de l'énergie causée par l'interaction d'une onde avec la structure interne du matériau. Ces hétérogénéités acoustiques peuvent être des porosités, des précipités, des inclusions, des joints de grains, ou encore des défauts... Dans un milieu statistiquement isotrope, l'atténuation par diffusion est indépendante de la direction de propagation des ondes.

Le degré et le type de diffusion dépend de la taille, la forme et l'orientation du diffuseur par rapport à la longueur d'onde incidente λ .

Selon cette condition, on distingue classiquement trois domaines de diffusion [12, 13]. Chaque domaine est associé à une loi théorique du coefficient d'atténuation par diffusion α_d . Les lois sont regroupées dans le Tableau 3.1.

λ / interface	Domaine	Lois de α_d
$\ll 1$	Géométrique	$\sim 1/d$
$\cong 1$	Stochastique	$\sim d f^2$
$\gg 1$	Rayleigh	$\sim d^3 f^4$

Tableau 3.1 : Définition les domaines de diffusion.

On peut noter que :

- Dans le domaine géométrique (c'est-à-dire lorsque la taille des grains est très grande par rapport à la longueur d'onde), l'atténuation ne dépend plus de la fréquence.
- le domaine est défini selon la valeur du diamètre moyen, d , des grains. Ce diamètre est généralement inférieur à la longueur d'onde ($d < \lambda/2$) ce qui représente le domaine de Rayleigh qui est le domaine le plus fréquent.

III. Conditions de simulation

Les calculs sont effectués dans des conditions normales de simulation d'un microscope acoustique à balayage fonctionnant en mode de réflexion: la fréquence de travail est de 600 MHz, un demi-angle d'ouverture optique égale à 50° et l'eau comme liquide de couplage (vitesse = 1500 m / s et la densité = 1000 kg / m³), et pour le silicium poreux, nous avons $V_{L0} = 8570$ m/s, $V_{T0} = 5085$ m/s, $\rho_0 = 2330$ g/cm². Notons que ces conditions favorisent l'excitation du mode de Rayleigh qui représente le mode le plus dominant. Depuis sa découverte en 1885 [14], Ce type d'onde (onde de Rayleigh), reste d'un intérêt considérable grâce à son utilité pour la détection des défauts de surface dans le test ultrasonore non destructif des matériaux.

IV. Méthodes de calcul de l'atténuation

IV.1. Méthode analytique

Considérons une onde de fuite acoustique de surface (LSAW : Leaky Surface Acoustic Wave) se propageant dans un solide isotrope en contact avec un Liquide non visqueux. Pour le

solide, ρ est la masse volumique et V_L et V_T sont les vitesses des ondes longitudinales et transversales respectivement. Pour le liquide, ρ_{Liq} est la masse volumique et V_{Liq} est la vitesse de l'onde. Le nombre d'onde K vérifie l'équation caractéristique donnée par Viktorov [15], où les caractéristiques de propagation des ondes de fuite de surface acoustiques représentent la solution de l'équation de Viktorov [15]:

$$4 K_t^2 [(K_l^2 - K_t^2)(K_l^2 - K_t^2)]^{1/2} - (2 K_l^2 - K_t^2) - j K_t^4 (\rho_{liq} / \rho) [(K_l^2 - K_t^2) / (K_{liq}^2 - K_t^2)]^{1/2} = 0 \quad (3.3)$$

Où :

$$K_l = \omega / V_L$$

$$K_t = \omega / V_T$$

$$K_{liq} = \omega / V_{liq}$$

K_t , K_l et K_{liq} sont respectivement les vecteurs d'ondes transversale, longitudinale et celle du liquide de couplage.

ω est la fréquence angulaire égale à $2\pi f$.

L'onde de fuite acoustique de surface (LSAW) à travers une interface liquide / solide perd de l'énergie dans le liquide, ce qui conduit à un nombre d'onde K complexe. Ce nombre est exprimé en termes de la vitesse de l'onde et du coefficient d'atténuation, et nommé K_{LSAW} dans le mode LSAW. Il est défini par la relation suivante :

$$K_{LSAW} = \frac{\omega}{V_{LSAW}} (1 + j \alpha_N) \quad (3.4)$$

Où V_{LSAW} et α_N sont la vitesse et le coefficient d'atténuation normalisés respectivement.

La solution de l'équation (3.3) est obtenue par un calcul numérique.

IV.2.Méthode d'analyse spectrale

La méthode d'analyse spectrale est une méthode proposée par Kushibiki [7,16]. Elle est introduite pour l'analyse des deux grandeurs acoustiques, à savoir, la vitesse et l'atténuation à partir des courbes de la signature acoustique $V(z)$. Par application de la transformée de Fourier F.F.T sur les courbes $V(z)$, la vitesse est déterminée à partir d'une fréquence centrale qui est

donnée par un spectre maximal, tandis que l'atténuation est déterminée à partir de la distribution du spectre.

Notre simulation nécessite le suivi des étapes suivantes :

- calcul de la signature acoustique $V(z)$.
- soustraction de la réponse de la lentille $V_L(z)$ de $V(z)$.
- application de la F.F.T au signal $V_{PSi}(z) = V(z) - V_L(z)$.
- détermination de la période Δz à partir de la raie principale du spectre de F.F.T.
- calcul de la vitesse de propagation du mode considéré.
- détermination du coefficient d'atténuation, α_0 , à partir de la distribution du spectre [7].

Selon le modèle des rayons acoustique [17], le facteur d'atténuation α_0 est lié à deux facteurs d'atténuation : le premier est celui des ondes de fuites, α_R sur l'interface eau /silicium poreux et le second représente le freinage de l'onde longitudinale dans l'eau, α_{Liq} [18]. On peut écrire :

$$\alpha_R = \frac{\alpha_0}{2 \tan \theta_R} + \frac{\alpha_{Liq}}{\sin \theta_R} \quad (3.5)$$

D'où θ_R est l'angle critique de Rayleigh. Ce dernier est défini comme :

$$\theta_R = \sin^{-1} \left(\frac{V_{Liq}}{V_R} \right) \quad (3.6)$$

Notons que l'atténuation, α_{Liq} , peut être déterminée à partir de $\alpha_{Liq}/f^2 = 25.3 \times 10^{-17} \text{ s}^2 \text{ cm}^{-1}$ at 20 °C [19].

Dans la distribution spectrale représentée schématiquement sur la Figure (3.1), le facteur d'atténuation, α_0 , peut être estimée par les deux spectres spécifiés comme suit :

$$\alpha_0 = \frac{(\pi/\zeta) \cdot |F(\eta \pm \pi/\zeta)|}{(|F(\eta)|^2 - |F(\eta \pm \pi/\zeta)|^2)^{(1/2)}} \quad (3.7)$$

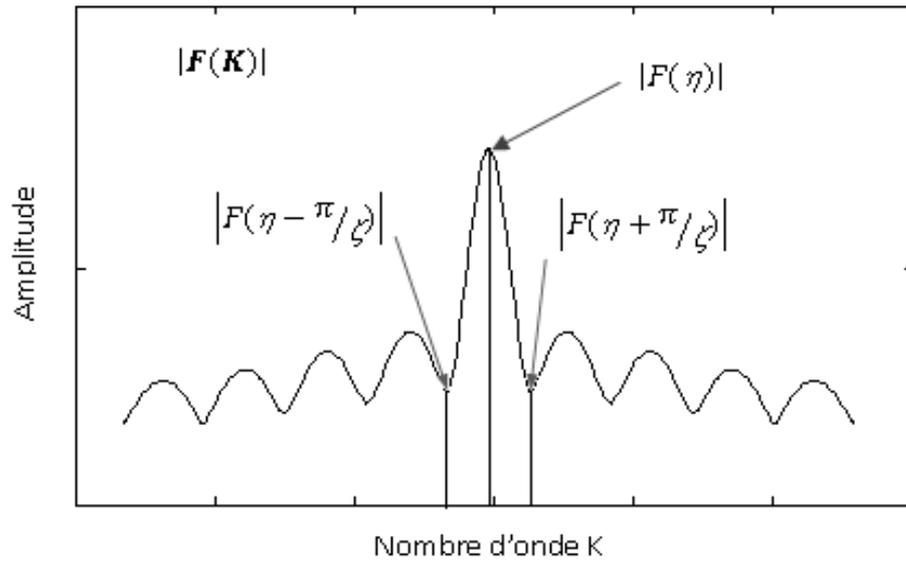


Figure 3.1 : Schémas des formes d'onde en analyse spectrale de V(z)

Notons que la fréquence centrale, η , à laquelle le spectre de tension est maximal à la répartition du spectre, est égale à l'inverse de la période, Δz , par la relation suivante :

$$\eta = 2\pi / \Delta z.$$

Ainsi que ζ est la demi largeur de la fenêtre rectangulaire, ou la transformée de fourrier de $V_{PSi}(z)$ est tronquée.

Généralement, dans la présentation des résultats, nous utilisons l'atténuation normalisée [18, 20, 21] ; paramètre qui facilite la comparaison des résultats. Elle est donnée par :

$$\alpha_N = \frac{\alpha_R V_R}{2\pi f} \tag{3.8}$$

Algorithme :

En se basant sur le principe de la simulation, une procédure de traitement fondamentale est faite en utilisant une méthode d'analyse du signal F.F.T comme moyen de l'analyse spectrale, conformément à l'organigramme ci-dessous (Figure (3.2)).

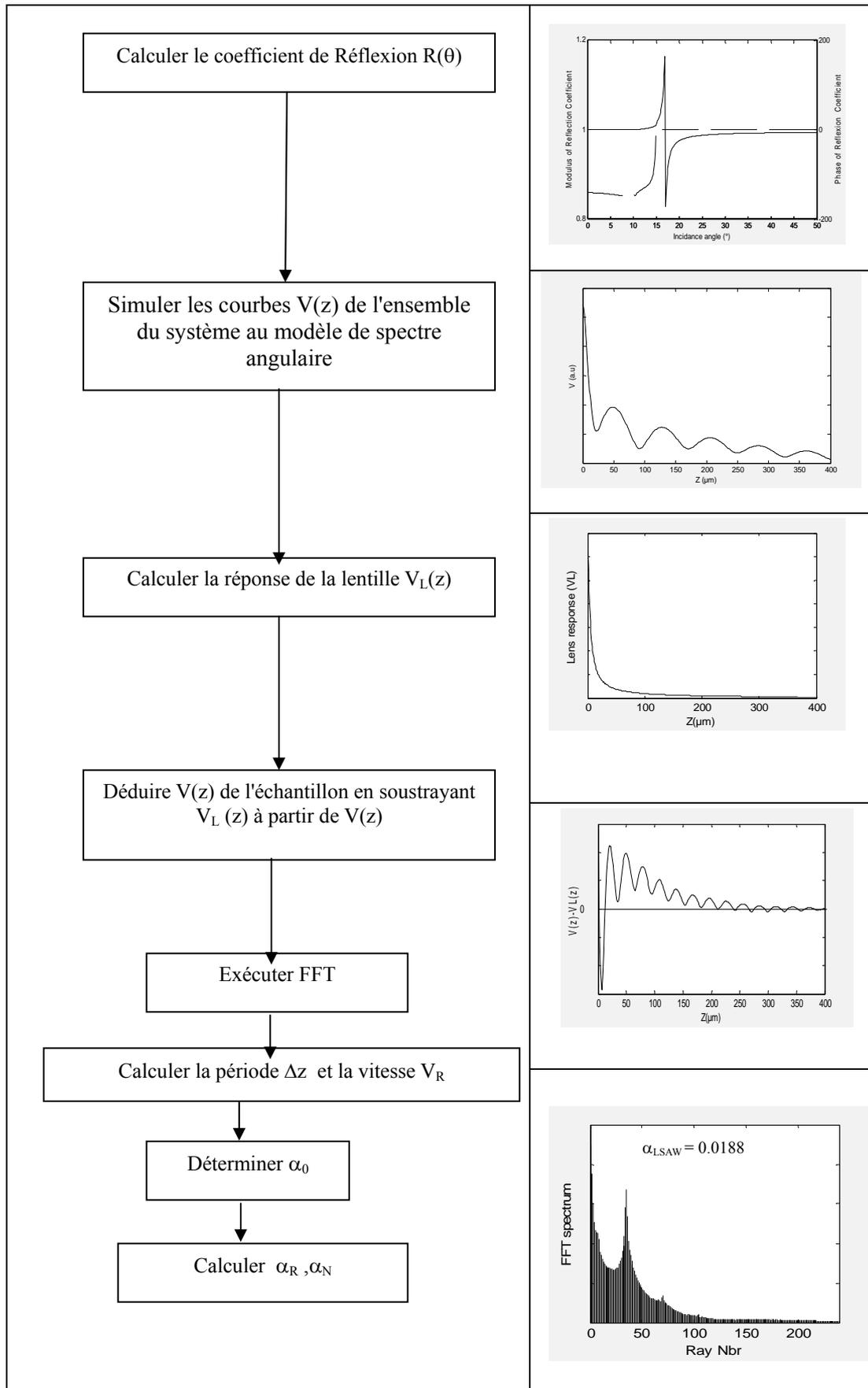


Figure 3.2 : Procédure d'analyse les courbes $V_{PSi}(z)$ par la méthode d'analyse spectrale

IV.3.Méthode du Champ Noir (Dark field Method)

Dans la littérature [18, 19, 22], la méthode du champ noir est utilisée pour étudier l'atténuation des modes d'ondes de Rayleigh. Elle se manifeste dans le calcul et l'analyse des courbes $V(z)$ obtenues en utilisant un microscope à balayage acoustique de réflexion (SAM) avec des lentilles annulaires de diamètres variés.

IV.3.1. Systèmes de visualisation en champ noir

En mode de réflexion. La caractérisation des matériaux par cette technique se déroule dans des conditions normales [23], où nous utilisons généralement des lentilles à grand angle (un demi-angle d'ouverture de 50° à 60°), de l'eau comme liquide de couplage et une fréquence de l'ordre du MHz.

Ces lentilles acoustiques à grand angle d'ouverture, génèrent des ondes de Rayleigh élevés à l'interface entre le milieu solide et le milieu de couplage. Ces ondes sont à la base de la technique $V(z)$ utilisés dans la caractérisation du matériau. Cependant, dans de nombreuses situations, les ondes de Rayleigh générés sont réfléchies par une discontinuité du solide pour donner lieu à des franges. Ceux-ci doivent être considérés comme des obstacles qui peuvent masquer les informations. L'élimination de ces franges se fait par l'utilisation des lentilles, pour lesquels le rayonnement de cette partie du spectre angulaire donnant naissance à des ondes de Rayleigh est supprimé. Ceci peut se faire par introduction d'un stop annulaire au centre de la lentille [24].

IV.3.2. Méthodologie

La méthodologie consiste à recouvrir, par un matériau absorbant de forme circulaire [18], la partie centrale de la lentille afin d'exclure l'onde longitudinale. C'est l'opérateur qui choisit le diamètre du stop. Ce dernier est variable et correspond à des angles occultés variantes. À l'angle occulté limite, le phénomène d'interférence disparaît et l'amplitude des oscillations des signatures acoustiques tend vers une décroissance exponentielle où l'expression du signal acoustique peut être écrite comme suit :

$$V(z) = V_0 e^{-\alpha z} \quad (3.9)$$

Où V_0 représente le signal en absence de défocalisation ($z = 0 \mu\text{m}$) et α_0 est l'atténuation totale de l'onde de Rayleigh.

Ensuite nous calculons :

- i) le coefficient de réflexion $R(\theta)$ et la signature acoustique $V(z)$ pour chaque angle occulté, θ_{occ} ,
- ii) la signature acoustique de matériau par la soustraction de la réponse de la lentille $V_L(z)$ de $V(z)$,
- iii) le coefficient d'atténuation de Rayleigh, α_R , ensuite le coefficient d'atténuation normalisé, α_N [5] à partir d'un fitting des courbes du signal $V_{PSi}(z)$ par l'expression de la relation (3.9).

Algorithme

Comme dans le cas de la simulation par utilisation de la méthode de l'analyse spectrale citée ci-dessus, une procédure de traitement fondamentale est faite en utilisant la méthode de champ noir (figure (3.3)), conformément à l'organigramme suivant :

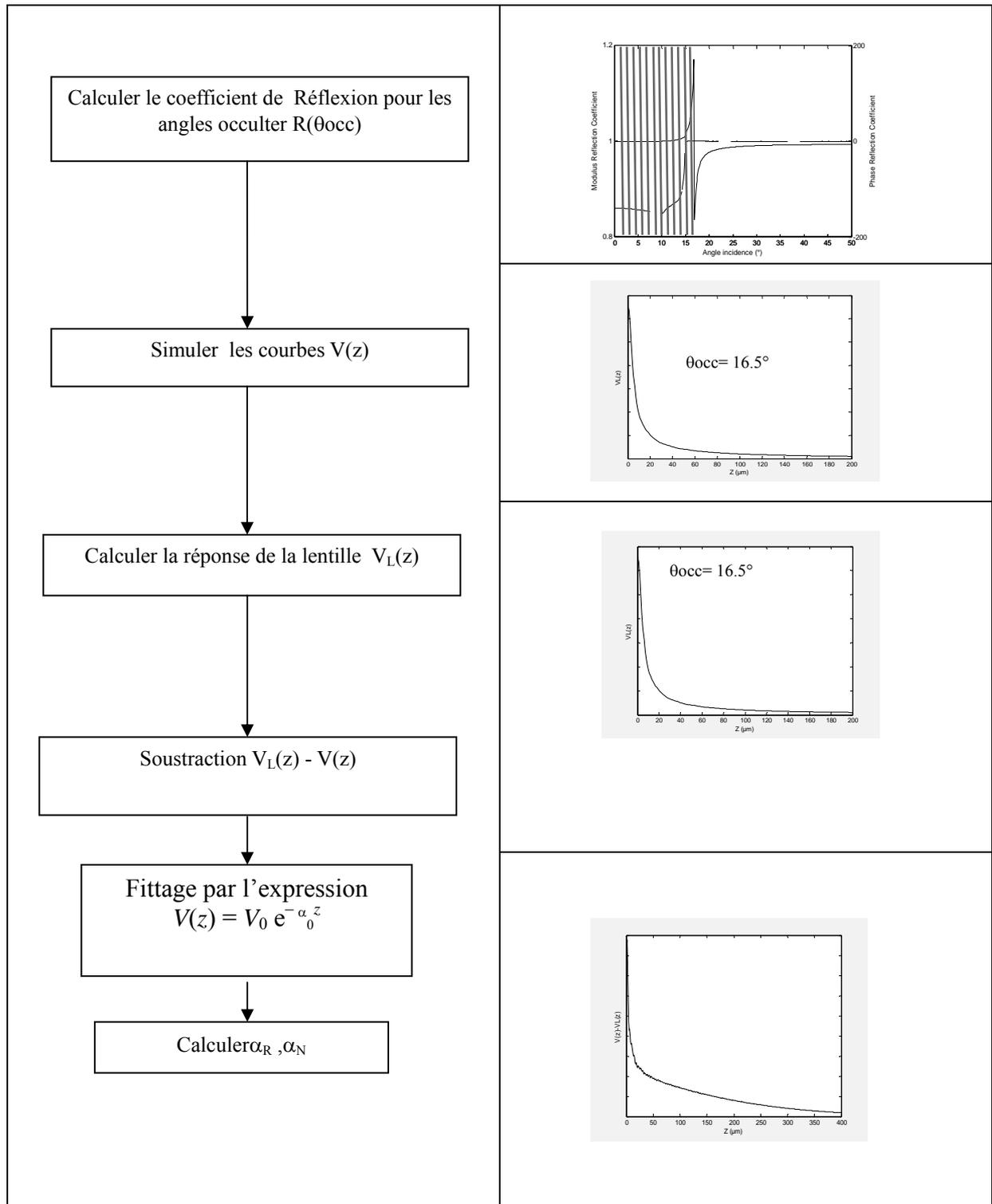


Figure 3.3 : Procédure d'analyse les courbes $V_{P_{Si}}(z)$ par la méthode de champ noir

IV.3.3. Résultats et discussion

$R(\theta)$ permet d'obtenir des informations importantes sur les angles où sont excités des modes de fuites ayant leur propre vitesse caractéristique et chaque mode d'excitation apparaît donc sous forme d'un changement dans la phase (—) et le module (-----) (figure (3.4)). Il est clair qu'au fur et à mesure que θ augmente, le mode longitudinal apparaît en premier à $\theta_L = 10.08^\circ$ et le mode transversal se manifeste à $\theta_T = 14.88^\circ$. Au-delà de ce dernier, toute l'énergie est réfléchiée ; ceci est dû à l'absence de la transmission dans le solide et, par conséquent, le module de $R(\theta)$ devient constant et égal à l'unité. Cependant, la plus grande fluctuation dans la phase apparaît à quelques degrés après θ_T , plus exactement à l'angle critique $\theta_R = 16.81^\circ$, auquel les ondes de Rayleigh sont excités. Remarquons que la phase de $R(\theta)$, en cet endroit, change de 2π pour une très faible variation de θ .

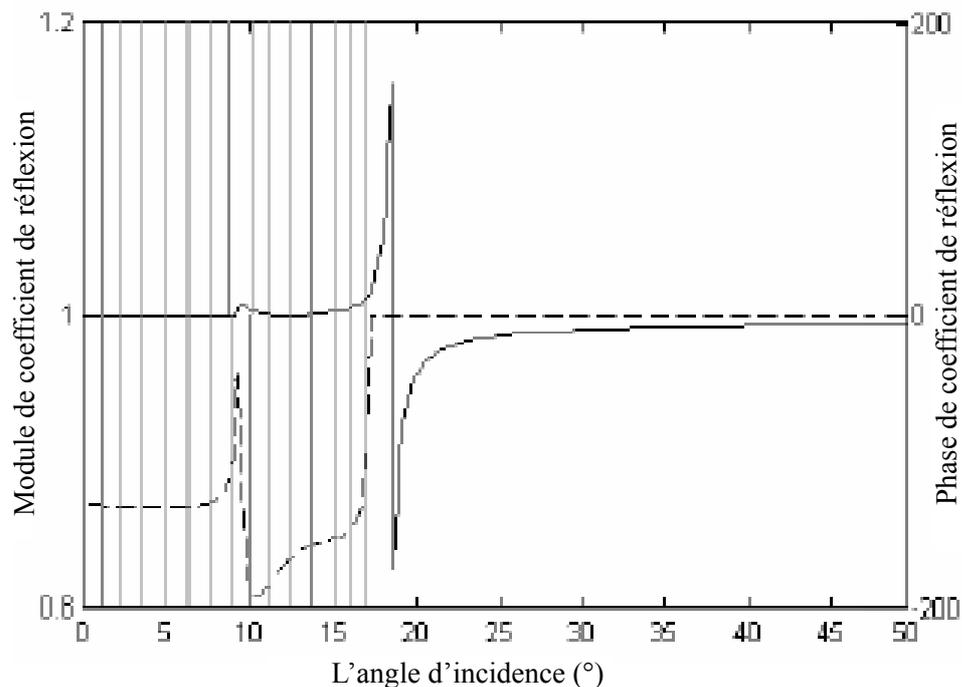


Figure 3.4: le coefficient de réflexion en fonction de l'angle d'incidence pour l'interface eau/ PSi : l'amplitude (---) et la phase (—) [25].

IV.3.4. Influence de l'intensité d'éclairage sur les signatures acoustiques

a) En absence de la porosité

La figure (3.5) représente les courbes $V(z)$ à différents angles occultés dans le cas où la porosité est nulle ($P = 0\%$). Il est clair que tant que θ_{occ} , l'amplitude d'oscillation diminue la période apparente augmente. Ces résultats sont en accord avec celles rapportées récemment [13, 14]. Pour un angle occulté qui se rapproche de l'angle de Rayleigh, l'amplitude des oscillations de la signature acoustique tend vers une décroissance exponentielle de l'expression de la relation (3.9).

Cette atténuation peut être évaluée en utilisant des méthodes d'optimisation pour le montage de la courbe $V(z)$ par une fonction mathématique.

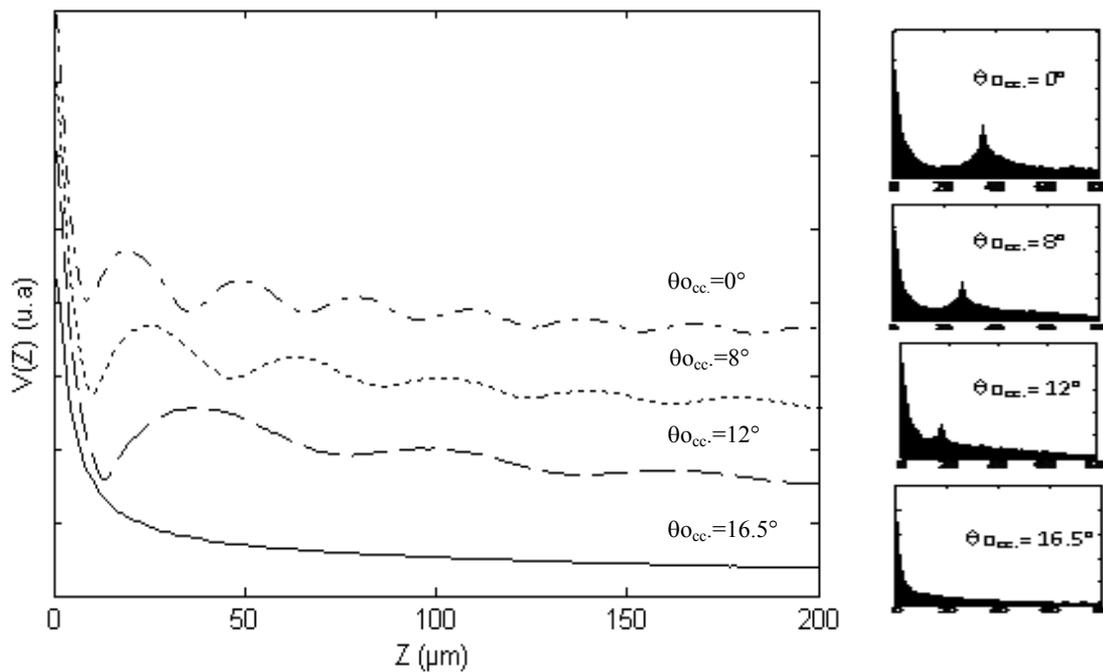


Figure 3.5: Effet de l'angle d'occultation sur la signature acoustique, $V(z)$, pour la structure eau/PSi à l'absence de la porosité avec les spectres FFT

b) En présence de la porosité

Dans cette partie, nous avons simulé les signatures acoustiques de la structure eau/silicium poreux (PSi), à différents angles occultés en fonction de la variation de la porosité, cette dernière varie jusqu'à 47%.

Les mêmes constatations précédentes peuvent être formulées. La décroissance de l'amplitude des signatures $V(z)$ aussi bien à la focale ($z = 0 \mu\text{m}$) que pour les autres distances de défocalisation s'explique par le fait que la distribution de l'énergie au niveau du transducteur diminue, autrement dit la fonction pupille de la lentille change de forme.

La figure (3.6) illustre les signatures acoustiques de la structure eau/Silicium poreux pour une porosité égale à 20%, obtenues à différents angles d'occultation, θ_{occ} . Aussi bien l'élargissement de la période des signatures acoustiques que le glissement de la raie principale du pic indiquant le mode de Rayleigh dans les spectres de F.F.T ont été observés pour cette structure.

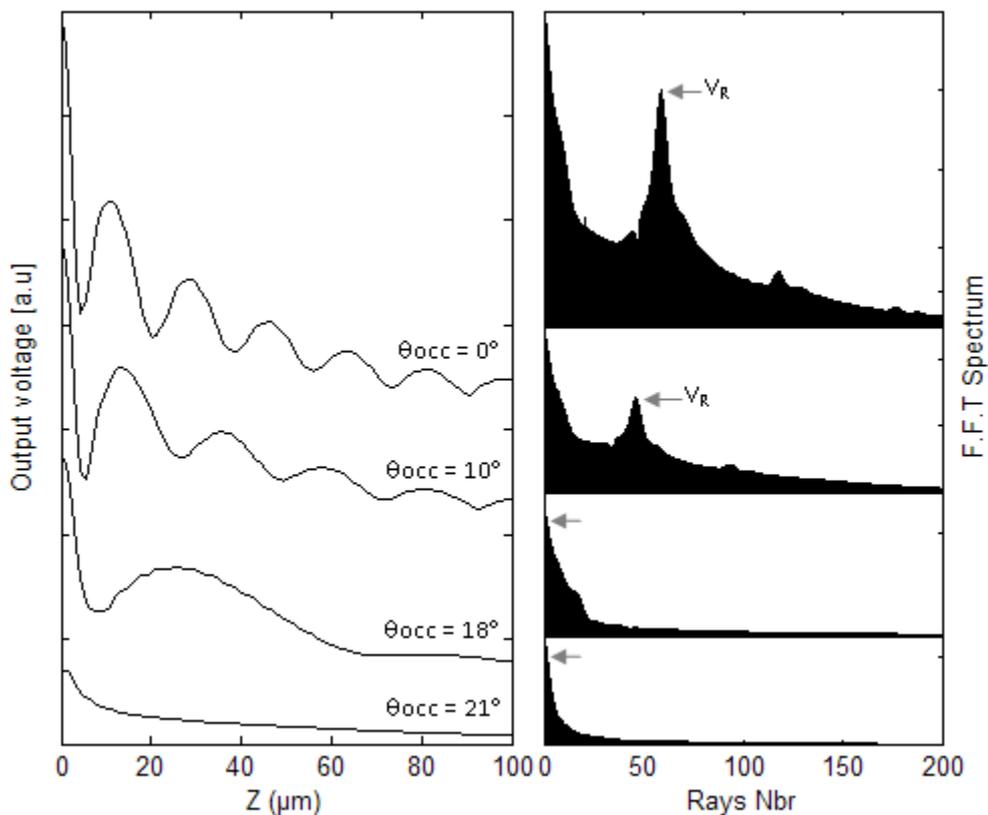


Figure 3.6 : Evolution des signatures acoustiques en fonction de la défocalisation et de leurs spectres FFT pour la Structure eau/PSi à différentes occultations et 20% de porosité.

V. Coefficients d'atténuation

Afin d'étudier l'effet de la porosité sur l'atténuation de l'onde en utilisant les 3 méthodes, nous nous sommes intéressés à l'étude du coefficient d'atténuation normalisée. Pour sa détermination, nous avons utilisé une méthode d'optimisation permettant l'ajustage de la

courbe $V(z)$ par une fonction mathématique appropriée de la forme $\alpha_N = \alpha_{N0} \exp(b_N P)$. Les valeurs des constantes figurant pour les trois méthodes sont citées dans le tableau ci-dessous :

	Methode1	Methode2	Methode3
α_{N0}	0.0231	0.0204	0.0215
b_N	2.994	3.319	3.174

Tableau 3.2: les valeurs de l'atténuation normalisé obtenue par 3 méthodes

La figure (3.7) montre cette même variation pour une valeur moyenne des constantes. Par conséquent, l'allure de la courbe suit une variation de la forme : $\alpha_N = 0,0217 \exp(3.162 P)$

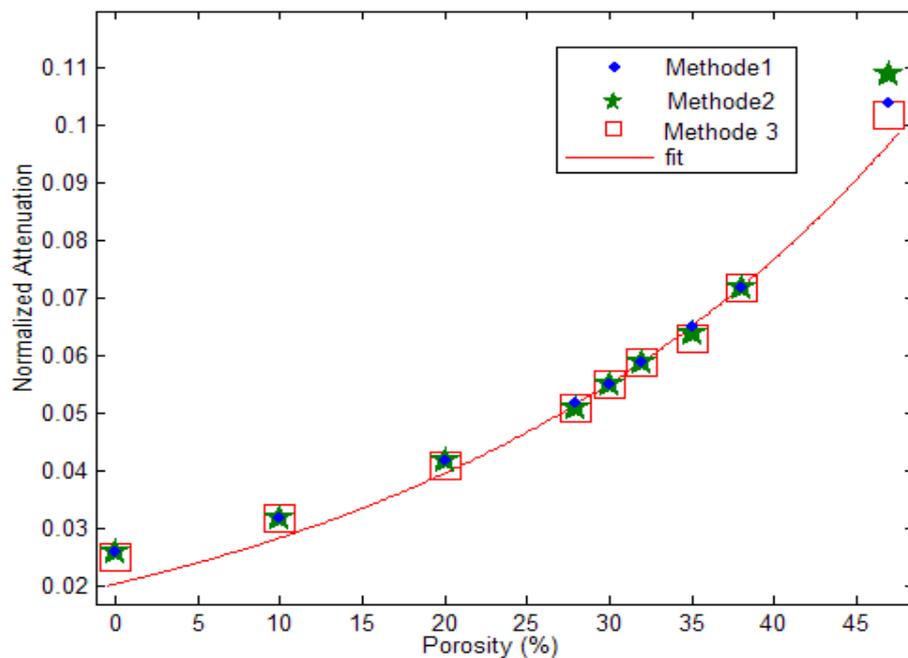


Figure 3.7 : Variation du coefficient d'atténuation normalisée en fonction de la porosité pour les trois méthodes [26].

Aussi que la variation de l'atténuation, α_R , avec la porosité peut être exprimé sous une forme exponentielle par la relation $\alpha_R = \alpha_{R0} \exp(b_R P)$ (tableau 3.3). La figure (3.8) montre cette même variation pour une valeur moyenne des constantes (la fréquence est 600 MHz). Par conséquent, l'allure de la courbe suit une variation de la forme :

$$\alpha_R = 0,0134 \exp(5.079 P)$$

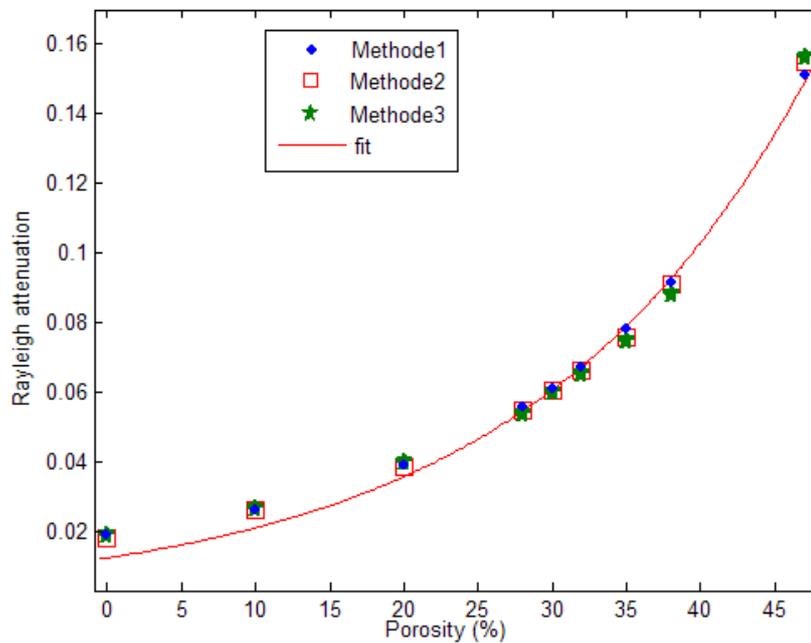


Figure 3.8 : Variation de l’atténuation de Rayleigh en fonction de la porosité pour les 3 méthodes.

	Methode1	Methode2	Methode3
α_{R0}	0.0134	0.0124	0.0111
b_R	5.05	5.29	5.63

Tableau 3.3 : les valeurs de l’atténuation de Rayleigh obtenue par 3 méthodes

Il est bien établi qu’un signal électrique est converti par le capteur en un signal acoustique de même fréquence et que la résolution d’un microscope acoustique est d’autant plus meilleure que cette fréquence est élevée. Afin de quantifier l’influence de la fréquence de vibration du capteur sur l’absorption de l’onde de Rayleigh, α_R , dans silicium poreux, nous avons calculé α_R à des fréquences différentes dans une gamme de 58 MHz jusqu’à 650 MHz (figure (3.9)). L’évolution de α_R en fonction de la fréquence est représentée en 3D sur la figure (3.10). Cette dernière montre aussi la variation de l’atténuation de Rayleigh en fonction de la porosité. Notons que ces variations sont une moyenne des valeurs obtenues par les trois méthodes. Dans ce cas, les observations suivantes peuvent être formulées:

- Pour un matériau donné, lorsque la fréquence augmente, l'atténuation augmente également
- A une fréquence donnée, l'atténuation est d'autant plus importante que l'atténuation de Rayleigh est grande.
- L'évolution de l'atténuation en fonction de la fréquence est pratiquement linéaire présentant une pente caractéristique du matériau.

L'atténuation augmente de façon linéaire avec la fréquence, donc le coefficient d'atténuation peut être écrit comme suit [27]:

$$\alpha_R = A f \quad (3.10)$$

Où le paramètre unique A est la pente du coefficient d'atténuation.

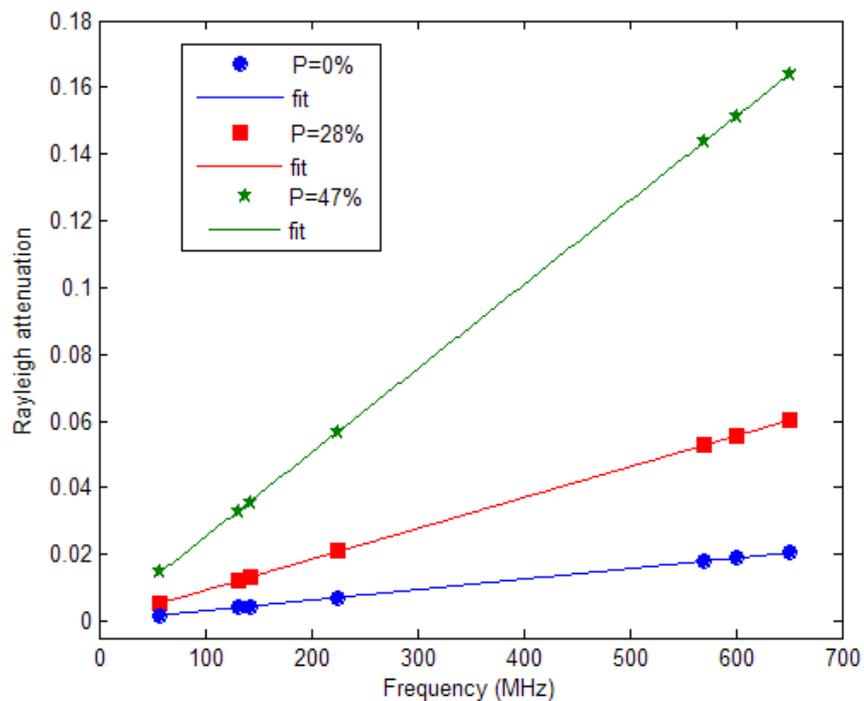


Figure 3.9 : Variation de l'atténuation de Rayleigh en fonction de la fréquence.

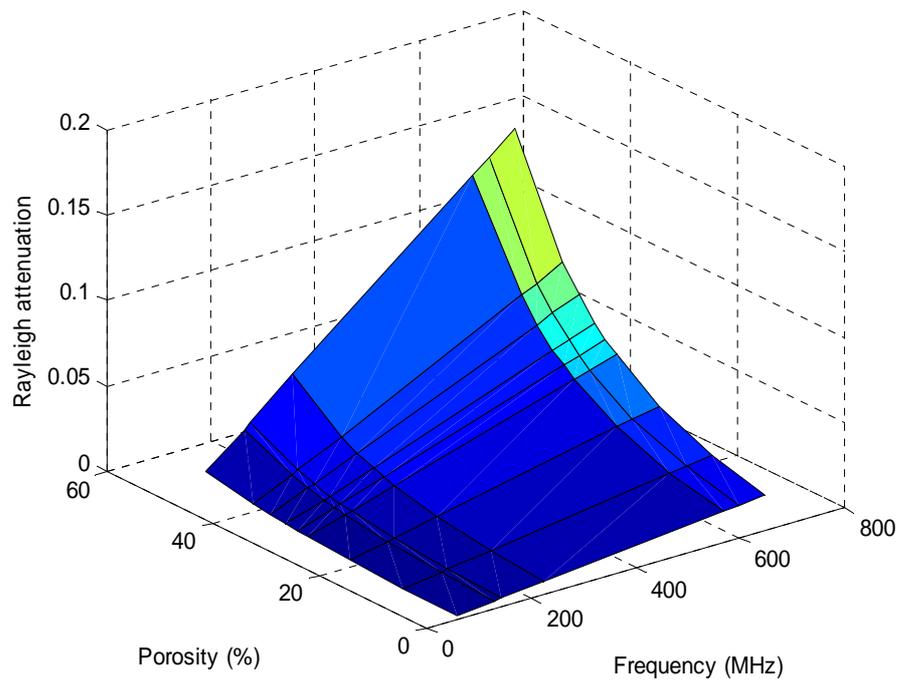


Figure 3.10 : variation de l'atténuation de Rayleigh en fonction de la porosité et de la fréquence dans le cas de la structure eau/PSi avec Présentation 3D

Pour surmonter les divergences de l'inclinaison linéaire, en d'autres termes, pour généraliser la dépendance de fréquence-atténuation à toute porosité, les courbes de la figure (3.8) et figure (3.9) nous permettent d'obtenir, par une optimisation, l'équation (figure (3.11)) suivante :

$$A=A_0(1-P)^m$$

Où $A_0=3.154 \cdot 10^{-5}$ et $m=-3.28$ (m est une constante empirique).

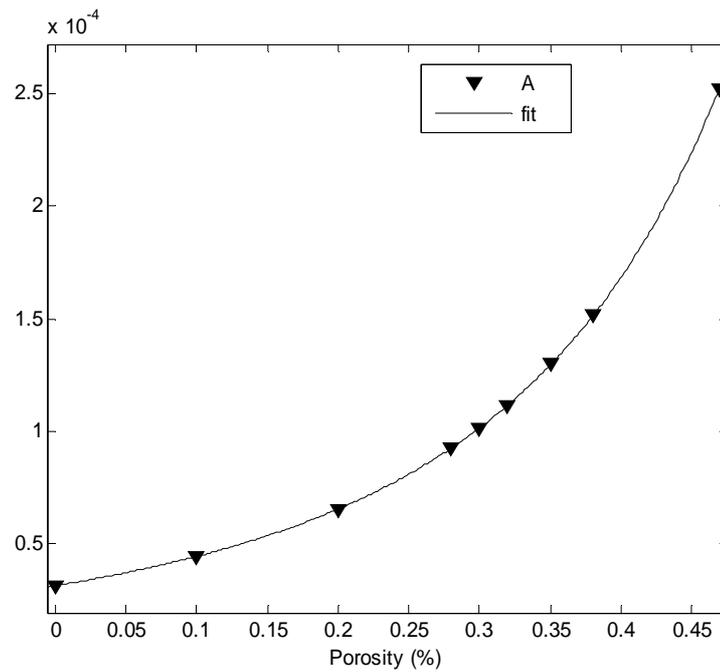


Figure 3.11 : variation du facteur A en fonction de la porosité.

VI. Conclusion

L'application des différentes méthodes pour la mesure de l'atténuation montre que la dépendance de coefficient de celle-ci sur la porosité aussi bien que sur les fréquences de travail peuvent établir des relations empiriques entre ces paramètres. Les valeurs obtenues de coefficients d'atténuation sont en bonne concordance. Ces méthodes peuvent être appliquées à plusieurs matériaux poreux et prévoir l'interdépendance entre les différents paramètres.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] A., Briggs, «Advances in Acoustic Microscopy,» Ed, Plenum Press, New York Technical, 1995.
- [2] P. V. Zinin «Handbook of Elastic Properties of Solids, Liquids and Gases», edited by: Levy, Bass and Stern (Academic Press) vol.1, 2001, pp.187
- [3] J. D. Achenbach, «Evaluation of Materials and Structures by Quantitative Ultrasonis», ed. Springer,-Verlag, 1993.
- [4] Yung-Chun. Lee Jan, D. Achenbach, Jin O. Kim, Yung-Chun. Lee,«Measurement of thin-film elastic constants by line-focus acoustic microscopy», IEEE Ultrasonics Symposium, pp. 607-612, 1993.
- [5] J. I Kushibiki, M. Arakawa, S. Yoshida and K. Otsu.,« Measurement Model for Attenuation of Leaky Surface Acoustic Waves by the Line-Focus-Beam Ultrasonic Material Characterization System», IEEE International Ultrasonics Symposium, pp. 611-614, 2008.
- [6] P. Zinin, O. Lefeuvre, and G. A. D. Briggs, «Anomalous behaviour of leaky surface waves for stiffening layer near cut-off», J. Appl. Phys. Vol. 82 , 1997.
- [7] J. Kushibiki, Y. Matsumoto, and N. Chubachi, «Spectral analysis of acoustic property from $V(z)$ curves measured by the line-focus-beam acoustic microscope», IEEE Ultrasonics Symposium, 1984, pp.610-613.
- [8] Marie-Aude Ploix, « Etude de l'atténuation des ondes ultrasonores. Application au contrôle non destructif des soudures en acier inoxydable austénitique », Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, France, 2006, pp.146.
- [9] L.E. Kinsler, A.R. Frey, A.B. Coppens, and J.V. Sanders, « Fundamentals of Acoustics»,3rd Edition, John Wiley & Sons, 1982.
- [10] C. G. R. Sheppard and T. Wilson, «Effects of High Angles of Convergence on $V(z)$ in the Scanning Acoustic Microscope», Appl. Phys. Lett., Vol. 38, 1981, pp. 858.
- [11] D. A. Davids, P. Y. Wu, and D. Chizhik, «Restricted Aperture Acoustic Microscope Lens for Rayleigh Wave Imaging», Appl. Phys. Lett., Vol.54, 1989, pp. 1639.
- [12] E. P. Papadakis, « Revised Grain-Scattering Formulas and Tables », Journal of the Acoustical Society of America, Vol. 37, 1965, pp. 703-710.
- [13] Andrew Paul Dawson, « High Frequency Ultrasonic Wave Propagation in Anisotropic Materials », Ph.D thesis, Victoria University of Wellington, 2010, pp.191.
- [14] L. M. Brekhocskikh, «Waves in layered media», Academic Press, New York, 1980.
- [15] I. A. Viktorov, «Rayleigh and Lamb Waves», Plenum, New York, 1967, pp. 46-57.

- [16] J. I.Kushibiki, N. Chubachi, «Material Characterization by Line-Focus-Beam Acoustic Microscope», IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics, Vol. SU-32, 1985, pp. 189-212.
- [17] W. Parmon and H. L. Bertoni, «Ray Interpretation of the Material Signature in the Acoustic Microscope», Electron. Lett. Vol.15, 1979, pp.684.
- [18] A. Doghmane and Z. Hadjoub, «Theoretical and experimental investigations of acoustic materials signatures via variable-illumination lens-stop system», J. Phys. D: Appl. Phys, Vol.30, 1997, pp. 2774–2777.
- [19] J. Kushibiki, K. Horii, and N. Chubachi, « Multimode interference mechanism in $V(z)$ curves obtained by acoustic line-focus beam», Electron. Lett. Vol.19, 1983, pp. 359.
- [20] S. Bouhedja, I. Hadjoub, A. Doghmane & Z. Hadjoub, « Investigation of Rayleigh wave attenuation via annular lenses in acoustic microscopy, Phys.Stat. Soli. (a), Vol.202, 2005, pp.1025-1032.
- [21] S. Bouhedja, I. Hadjoub, A. Doghmane and Z. Hadjoub, «Prediction of acoustics materials signatures via angular spectrum model in dark field microscopy», J. optoelec. Advanced. mat. Symp, Vol.1, 2009, pp.420-423.
- [22] S. Bouhedja, A. Doghmane, and Z. Hadjoub, « Evaluation of limiting occulted angles in acoustic lenses for Rayleigh mode suppression », IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, 2010.
- [23] J. Attal, J.M. Dandonneau, M. Zahouni et Ly Cong Can, « La microscopie acoustique et ses applications aux défauts dans les semiconducteurs », Journal de Physique, Colloque C4, Vol.44, 1983, pp.479-483.
- [24] P. Sivaprakasapillai, M. Nikoonahad And E.A. Ash, « suppression and filtering of rayleigh waves in reflection acoustic microscopy », IEEE Ultrasonics Symposium, 1983, pp. 632-636.
- [25] S. Bouhedja, F. Hamdi, A. Doghmane and Z. Hadjoub, «Study of Porous Materials Acoustic Signatures Behaviour in Dark Field», J. Phys., Conf. Ser.Vol.286, 2011.
- [26] F. Hamdi, S. Bouhedja, and H. Amrani, « Theoretical study of different attenuation measurement by acoustic microscopy », Journal of Applied Physics, vol.114, 2013, pp. 133501-133504.
- [27] Yassin Labyed, « Optimization and application of ultrasound attenuation estimation algorithms », Ph.D. thesis, Iowa State University, Ames, Iowa, 2010, pp.186.

CHAPITRE IV

PROPAGATION ULTRASONORE EN PRESENCE D'UN CRACK

I. INTRODUCTION

Dans un matériau, les ondes ultrasonores subissent une atténuation plus ou moins prononcée selon leurs propriétés caractéristiques. Ainsi, les ondes acoustiques qui se propagent à la surface d'un milieu semi-infini s'atténuent à cause de l'amortissement par la microstructure, les dislocations, les défauts et les contraintes résiduelles ainsi qu'à la diffusion due aux joints de grains ou au dépoli de la surface [1]. L'effet du crack situé à la surface d'un matériau a été étudié par différentes approches et analyses depuis une trentaine d'années [2- 4]. L'atténuation due à la présence de défauts se manifeste par l'allure de la courbe oscillatoire du signal de sortie connu dans la littérature sous le nom de la signature acoustique, $V(z)$ [5]. Les courbes de cette dernière, regroupent plusieurs ondes de fuite qui peuvent être associées aux phénomènes d'interférences, telles que les ondes acoustiques de surface, les ondes longitudinales de *skimming*, les modes harmoniques des ondes de fuites, ... etc.

Le but de cette étude est d'explorer comment le microscope peut être utilisé pour obtenir des informations quantitatives sur la rupture de surface lors de la présence des fissures, en modélisant la signature acoustique par le calcul asymptotique des interactions des ondes qui se déroulent.

Dans ce chapitre, nous nous intéressons au mode de propagation le plus dominant qui apparaît dans les courbes de $V(z)$ et qui est dû à l'interférence d'un paquet d'ondes axiales réfléchies et les ondes de Rayleigh excitées à un angle donné d'incidence. En effet, la présence du crack à la surface de l'échantillon perturbe la propagation de l'onde ultrasonore, par conséquent la simulation de la signature acoustique nécessite une correction du coefficient de réflexion donnée par le modèle de Schoch, ce dernier a observé en 1952 le déplacement du faisceau réfléchi sur une interface de xylol-aluminium [6]. Nous présenterons aussi les spectres de la transformée de Fourier rapide (F.F.T), appliquée aux courbes oscillatoires de $V(z)$. Ces spectres nous permettront le calcul de la période spatiale et par conséquent la détermination de la vitesse de propagation du mode le plus dominant.

II. Influence d'une Fissure Sur Le coefficient de réflexion

II.1. Surface présentant une fissure

Lorsque le microscope est utilisé pour analyser l'échantillon, il n'ya pas de véritable excitation des ondes de Rayleigh sur la surface de ce dernier, de sorte que si une fissure de rupture en surface est présente, son effet se résume tout simplement en une diffusion des ultrasons directement réfléchi par la surface (figure (4.1)).

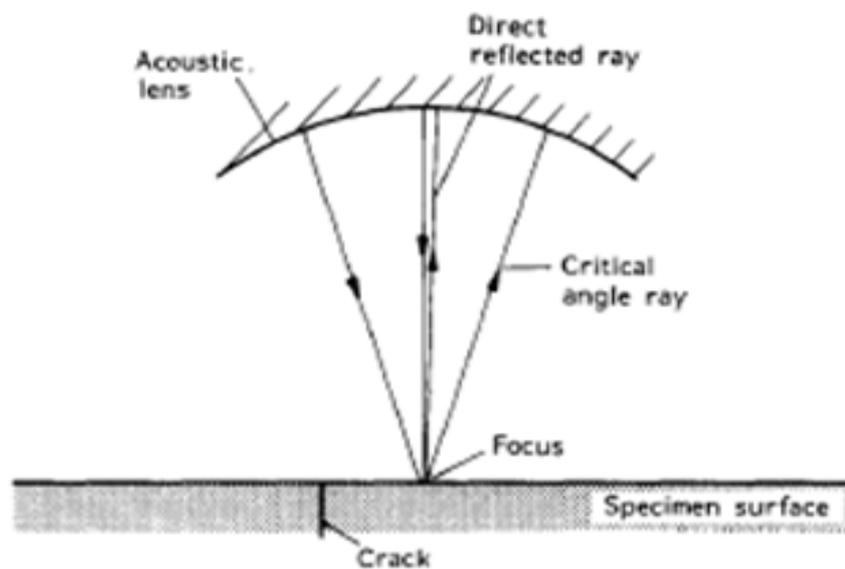


Figure 4.1 : Représentation des deux principaux rayons lorsque l'objectif est focalisé à la surface [7].

Comme la lentille est avancée vers l'échantillon (défocalisation négative), les ondes de Rayleigh sont excitées sur la surface (Figure (4.2)).

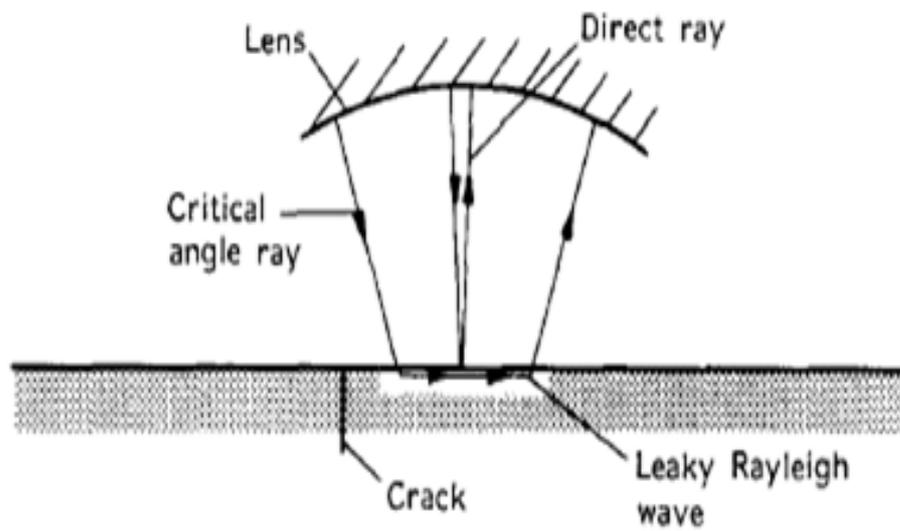


Figure 4.2 : Transformation du rayon à l'angle de Rayleigh en onde de Rayleigh qui fuit en déplaçant l'objectif vers l'échantillon. [7].

Si une fissure (crack) est présente, certaines de ces ondes seront dispersées et / ou réfléchies par la fissure (figure (4.3)). Le même cas est observé si la fissure est étroitement liée à la surface en raison de la profondeur de pénétration par les ondes de Rayleigh [7].

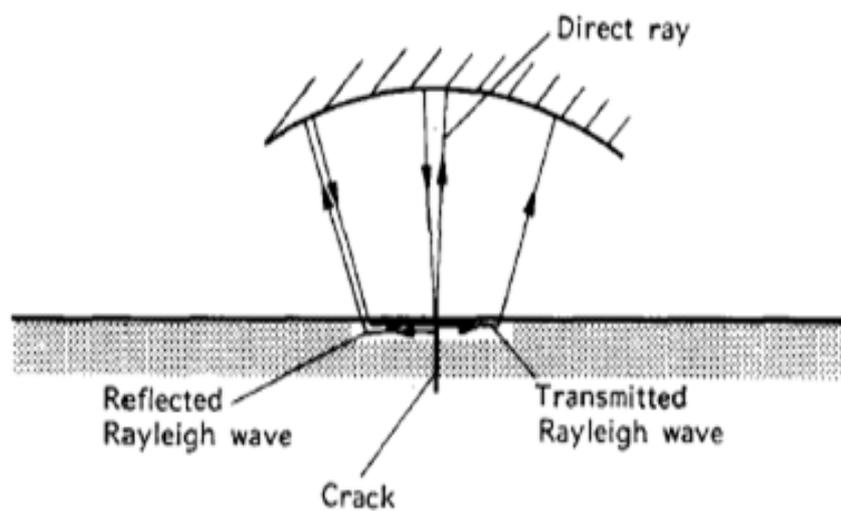


Figure 4.3 : Interférence supplémentaire entre onde de Rayleigh réfléchi de la fissure et les deux autres rayons. [7].

Les ondes réfléchies interfèrent avec les ondes de Rayleigh incidents pour produire des franges d'interférence autour de la fissure. Parce que ces ensembles interfèrent directement avec l'onde réfléchi par la surface, le contraste dans les franges dépend de la valeur exacte de défocalisation z .

Lorsque le faisceau acoustique focalisé est diffusée à partir d'une surface brisée par une fissure, de nombreuses perturbations dispersées sont excités. Le signal réfléchi spéculaire est intense du fait que la réflexion provoque peu de diminution de l'amplitude [8]. Ainsi, il sera supposé que la fissure peut être caractérisée par le coefficient de réflexion et que ce sont des paramètres du modèle qui peuvent être extraites à partir de la signature acoustique.

II.2. Procédure de calcul

Comme nous l'avons déjà mentionné, la signature acoustique $V(z)$ dépend directement du coefficient de réflexion, une fonction complexe qui permet d'obtenir des informations importantes sur les angles où sont excités des modes de fuites. Ces derniers ont leur propre vitesse caractéristique et chaque mode d'excitation apparaît sous forme d'un changement dans la phase et dans le module du coefficient de Réflexion. Dans le cas de la structure eau/silicium, au fur et à mesure que l'angle d'incidence augmente, on identifie des changements aussi bien dans l'amplitude que dans la phase, en particulier aux angles critiques d'excitation des modes longitudinal, transversal et du mode de Rayleigh.

Dans le modèle de Schoch, l'expression du coefficient de réflexion en fonction du vecteur d'onde k , est :

$$R(k_x) = \frac{[(2k_x^2 - k_T^2)^2 - 4k_x^2 \sqrt{(k_x^2 - k_L^2)(k_x^2 - k_T^2)}] - ik_T^4 \sqrt{(k_x^2 - k_L^2)/(k^2 - k_x^2)} * \rho_1 / \rho_0}{[(2k_x^2 - k_T^2)^2 - 4k_x^2 \sqrt{(k_x^2 - k_L^2)(k_x^2 - k_T^2)}] + ik_T^4 \sqrt{(k_x^2 - k_L^2)/(k^2 - k_x^2)} * \rho_1 / \rho_0} \quad (4.1)$$

Avec :

$$k = \omega/V_{liq} : \text{Nombre d'onde dans le liquide} \quad (4.2)$$

$$k_L = \omega/V_L : \text{Nombre d'onde longitudinal} \quad (4.3)$$

$$k_T = \omega/V_T : \text{Nombre d'onde transversal} \quad (4.4)$$

$$k_x : \text{La composante tangentielle du vecteur d'onde} \quad (4.5)$$

Avec, ρ_0 densité du liquide et ρ_1 densité du solide.

D'après la loi de Snell nous avons :

$$k_x = k \sin \theta = k_L \sin \theta_L = k_T \sin \theta_T \quad (4.6)$$

La séparation du pôle de Rayleigh nécessite la position du nombre d'onde k selon $k_T < k_x < k$, dans ce cas le coefficient de réflexion $R(k_x)$ garde la partie réelle et imaginaire. Cependant, il faut étudier $R(k_x)$ en fonction de la valeur de k_x qui se situe dans l'intervalle des vecteurs d'ondes. Lorsque:

- i) $K_x < K_L$ les derniers termes dans le numérateur et le dénominateur sont réels, par conséquent la fonction de réflexion est réelle (la phase est donc nulle).
- ii) $K_x > K_L$ l'expression de $R(k_x)$ conserve la partie réelle et imaginaire, mais l'angle d'incidence se trouve à l'extérieur de l'intervalle des angles critiques.

$$k_x > k_L \Leftrightarrow \frac{\omega}{V_{liq}} > \frac{\omega}{v_L} \Leftrightarrow V_{liq} < v_L \quad (4.7)$$

D'après la loi de Snell, nous avons: $\theta < \theta_L$. Donc, cette valeur d'angle d'incidence est très éloignée de l'angle de Rayleigh.

iii) $K_x = K_L$: le coefficient de réflexion $R(k_x)$ est égal à l'unité (c'est un cas particulier).

iv) $K_x \leq K_T$: le numérateur et le dénominateur de $R(k_x)$ sont purement imaginaires, donc l'amplitude est nulle.

v) $K_T < K_x < K$ le coefficient $R(K_x)$ garde la partie réelle et imaginaire, le terme entre parenthèse dépend juste de K_x et les propriétés caractéristiques du solide.

L'expression du coefficient de réflexion $R(k_x)$ donne un pôle, lorsque $k_x = k_p$, où k_p se situe près de l'onde de Rayleigh et s'écrit sous la forme [9] :

$$k_p = \beta + i\alpha_R \quad (4.8)$$

Où α_R est l'atténuation totale de l'onde de Rayleigh.

Le calcul de k_p nécessite l'annulation du dénominateur de $R(k_x)$ qui peut être exprimé en une équation de 6^{ème} degré selon [10]:

$$\left(\frac{K_T}{K_P}\right)^6 - 8\left(\frac{K_T}{K_P}\right)^4 + 8\left\{3 - 2\left(\frac{K_L}{K_T}\right)^2\right\}\left(\frac{K_T}{K_P}\right)^2 - 16\left\{1 - \left(\frac{K_L}{K_T}\right)^2\right\} = 0$$

(4.9)

Ou mieux encore en une équation du 3^{ème} degré de la forme:

$$X^3 - 8X^2 + 8(3 - 2Y)X - 16(1 - Y) = 0$$

(4.10)

$$\text{Avec : } X = \left(\frac{K_P}{K_T}\right)^2 \text{ et } Y = \left(\frac{K_S}{K_T}\right)^2$$

Cela nous mène à une valeur de $k_p = 91.73 + 8.067 i$.

Afin de rendre l'approche quantitative, il est nécessaire d'isoler la composante de la fonction de réflexion qui correspond à l'excitation des ondes de Rayleigh. Dans ce cas une approximation peut se faire sur l'expression de $R(k_x)$:

$$R_R(k_x) \approx \frac{k_x - k_0}{k_x - k_p} \cdot \frac{k_x + k_0}{k_x + k_p} = \frac{k_x^2 - k_0^2}{k_x^2 - k_p^2}$$

(4.11)

Où K_R est le nombre d'onde de Rayleigh.

La fonction $R(\theta)$ est représentée par:

$$R(\theta) = R_0(\theta) \left\{ 1 + R_R \frac{k_x^2 - k_0^2}{k_x^2 - k_p^2} \right\} \quad (4.12)$$

Cette dernière est d'une importance capitale dans l'étude de l'allure de la signature acoustique $V(z)$ dont l'expression est donnée par le modèle de Sheppard et Wilson [11] cité au chapitre 1 paragraphe IX.4.1.

Cette fonction présente une allure oscillatoire dont la période Δz des interférences constructives et destructives de l'amplitude du signal $V(z)$ permet de déterminer les vitesses de

propagation des ondes de surface pour une fréquence de travail donnée. Notons que pour les matériaux massifs, la vitesse de Rayleigh est indépendante de cette fréquence.

La période Δz entre deux maximas (ou deux minimas) successifs peut être déterminé en calculant la transformée de Fourier de l'expression de $V(z)$ par un changement de variables approprié. Le calcul montre que la vitesse de Rayleigh peut être obtenue en considérant la raie principale du spectre de F.F.T qui correspond à la période caractéristique Δz , en utilisant la relation mentionnée dans le chapitre 1.

II.3. Résultats et discussions

II.3.1. Cas d'un matériau massif

Dans ce travail, nous avons considéré comme structure celle du silicium massif (vitesse longitudinale $V_L = 9160$ m/s et densité = 2300 kg.m^{-3}) qui représente le matériau clé dans la fabrication des composants électroniques. Les calculs sont effectués dans les conditions normales de simulation d'un microscope acoustique à balayage en mode de réflexion : à savoir une fréquence de travail égale à 142 MHz, un demi angle d'ouverture de la lentille égal à 50° et en considérant l'eau (vitesse = 1500 m/s et densité = 1000 kg.m^{-3}) comme liquide de couplage. Notons que ces conditions favorisent l'excitation du mode de Rayleigh qui représente le mode le plus dominant. Ces ondes ont un intérêt considérable et ce grâce à leur utilité pour la détection des défauts de surface dans le test ultrasonore non destructif des matériaux.

En présence d'un crack la réflexion implique un changement de l'amplitude et de la phase et peut être approximativement décrite par un coefficient de réflexion de Rayleigh [12] donné par :

$$R_R = 0.4e^{i0.6} \quad (4.13)$$

La correction rapportée par le modèle de Schoch au module du coefficient de réflexion est présentée sur la figure (4.4) Nous avons pu constater que la diminution dans le module du coefficient de réflexion est remarquable aux environs de l'angle d'excitation critique des ondes de surface et peut atteindre 27%.

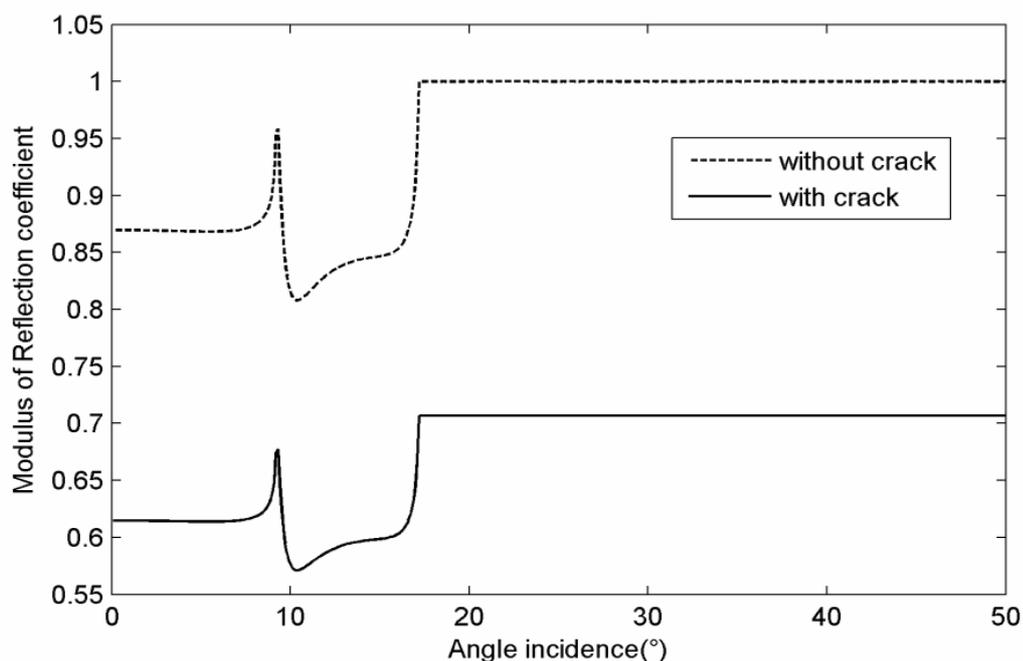


Figure 4.4 : Evolution du module du coefficient de réflexion en fonction de l'angle incidence pour la structure eau/Silicium : (- - -) en l'absence du crack, (—) en présence du crack.

La Figure (4.5) présente les variations de la signature acoustique, $V(z)$ en fonction de la défocalisation, z . Elle montre que la présence du crack influe sur la courbe de $V(z)$ en diminuant son amplitude et en laissant fixe sa périodicité.

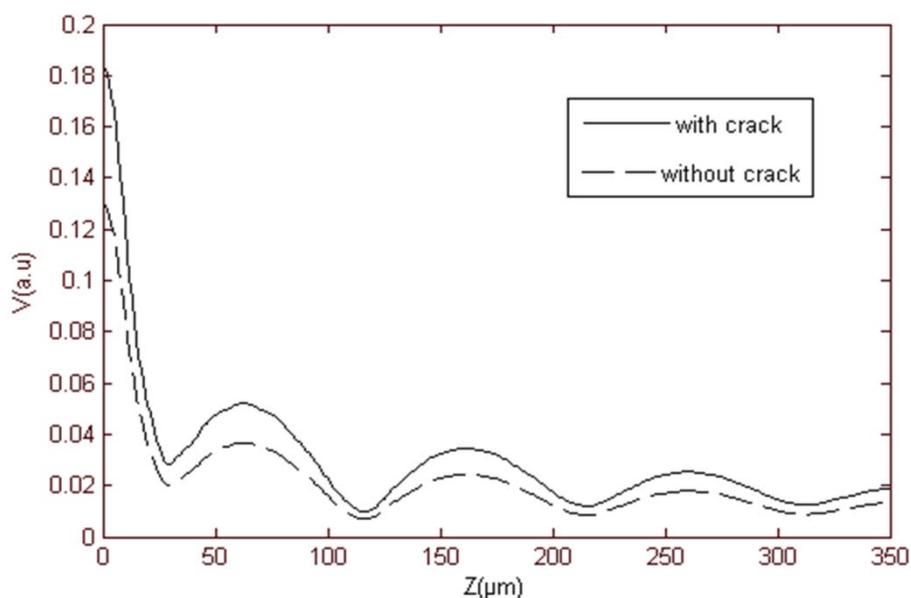


Figure 4.5 : Evolution de la signature acoustique en fonction de la distance de défocalisation pour la structure eau/Silicium; (- - -) en présence du crack, (—) en l'absence du crack.

Nous constatons que cette diminution est importante au niveau de la première oscillation ce qui correspond à la région du mode de propagation de Rayleigh.

L'analyse de la réponse $V(z)$ par la transformée de Fourier rapide (FFT) qui est une méthode spectrale utilisée pour le traitement des signaux, permet la détermination de la période de ces signaux et ainsi la vitesse des différents modes. La distribution spectrale à deux échelles différentes, de ce calcul est représentée sur la figure (5.5), elle montre une raie principale reflétant le mode de Rayleigh. Dans cette région, la période calculée est de $102.4 \mu\text{m}$ conduisant à une valeur de la vitesse de Rayleigh égale à 4731.65 m/s .

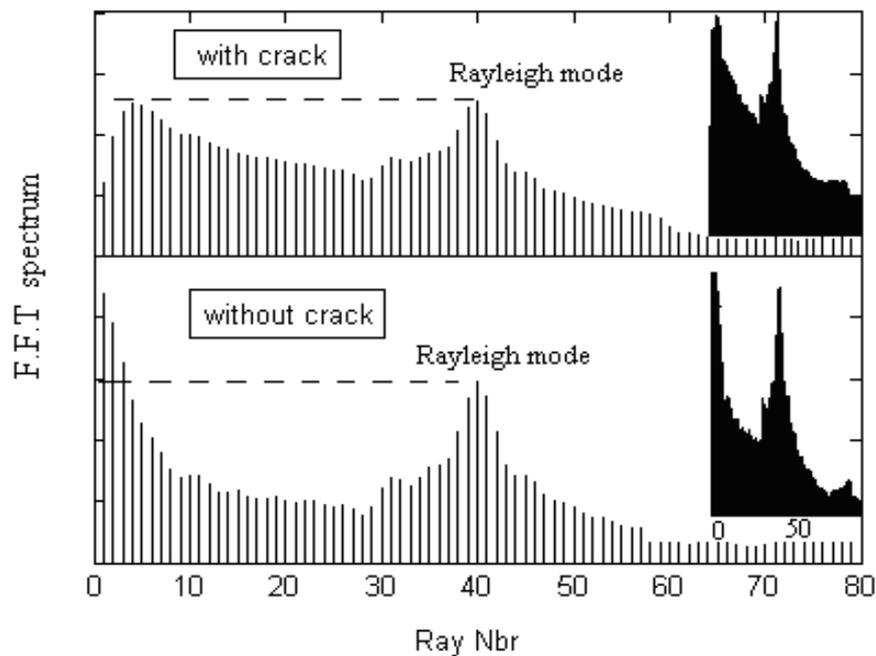


Figure 5.5 : Evolution des spectres de FFT en fonction du nombre de raies en présence et en absence du crack [13].

II.3.2. Cas d'un matériau poreux

La deuxième partie de cette étude est consacrée à l'effet et l'influence de la présence du crack dans le matériau poreux sur la propagation ultrasonore. La structure considérée est celle du silicium poreux dont les propriétés sont citées dans le chapitre 2 (paragraphe IV.2.). Nous adopterons le même modèle utilisé pour calculer le coefficient de réflexion, en utilisant une approche simple dans la relation de la signature acoustique et en analysant les courbes $V(z)$ obtenus.

La figure (4.6) présente les variations des coefficients de réflexion pour différent taux de porosité avec et sans crack. Nous avons noté les mêmes observations déjà faites sur la structure eau /silicium. En outre, la diminution de l'amplitude devient importante autour de l'angle critique d'excitation des ondes de surface. Cela est dû à l'augmentation de la porosité et de la présence de la fissure.

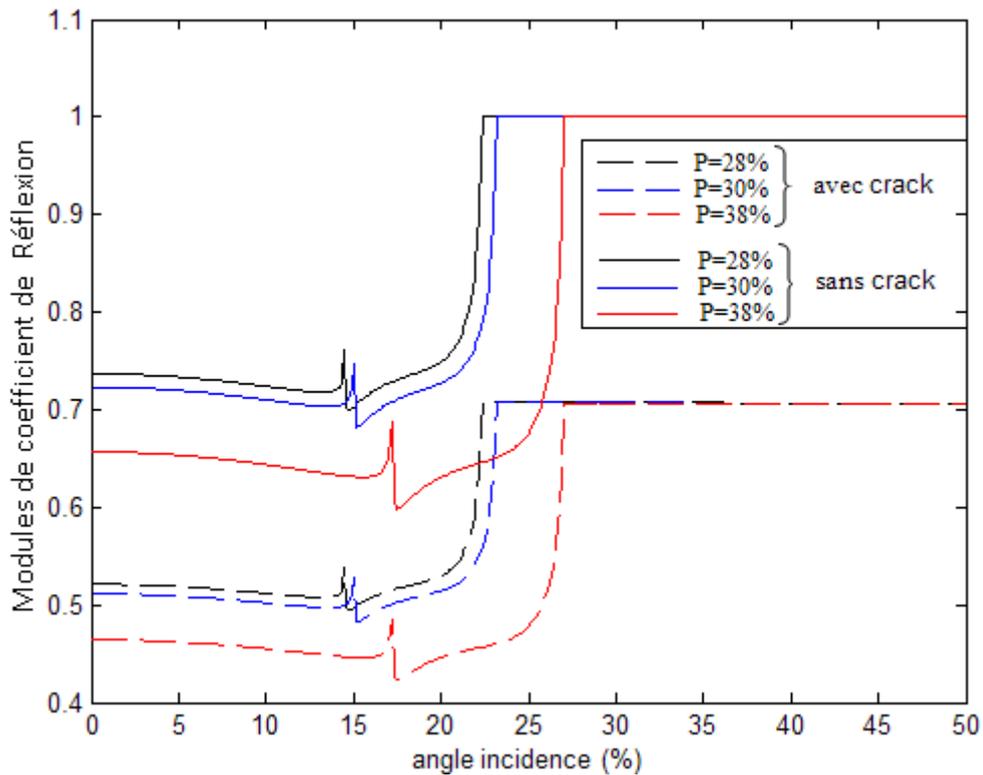


Figure 4.6 : les modules de coefficient de réflexion pour de différent taux de porosité (avec et sans crack).

Il est claire que le vecteur d'onde K_p augmente avec l'augmentation de la porosité. Cette dernière engendre l'augmentation de l'atténuation (figure (4.7))

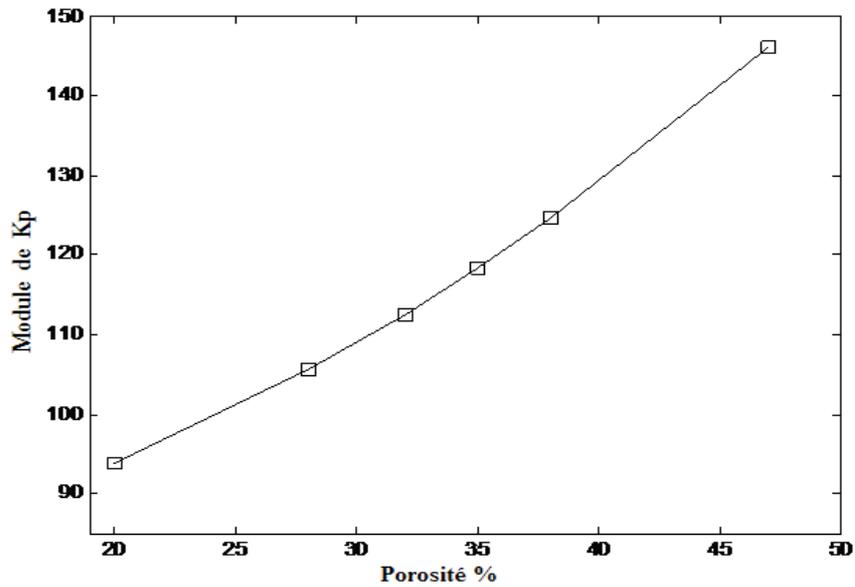


Figure 4.7 : variation de module K_p pour différents taux de porosité

La figure (4.8) présente les variations de la signature acoustique, $V(z)$ en fonction de la défocalisation, z pour différents taux de porosité. Nous pouvons constater que la présence du crack influe sur la courbe $V(z)$. Il diminue son amplitude tout en laissant fixe sa périodicité. La diminution de l'amplitude du signal de sortie est le résultat du déplacement provoqué par le modèle Schoch dans le module de réflexion lorsque en présence du crack.

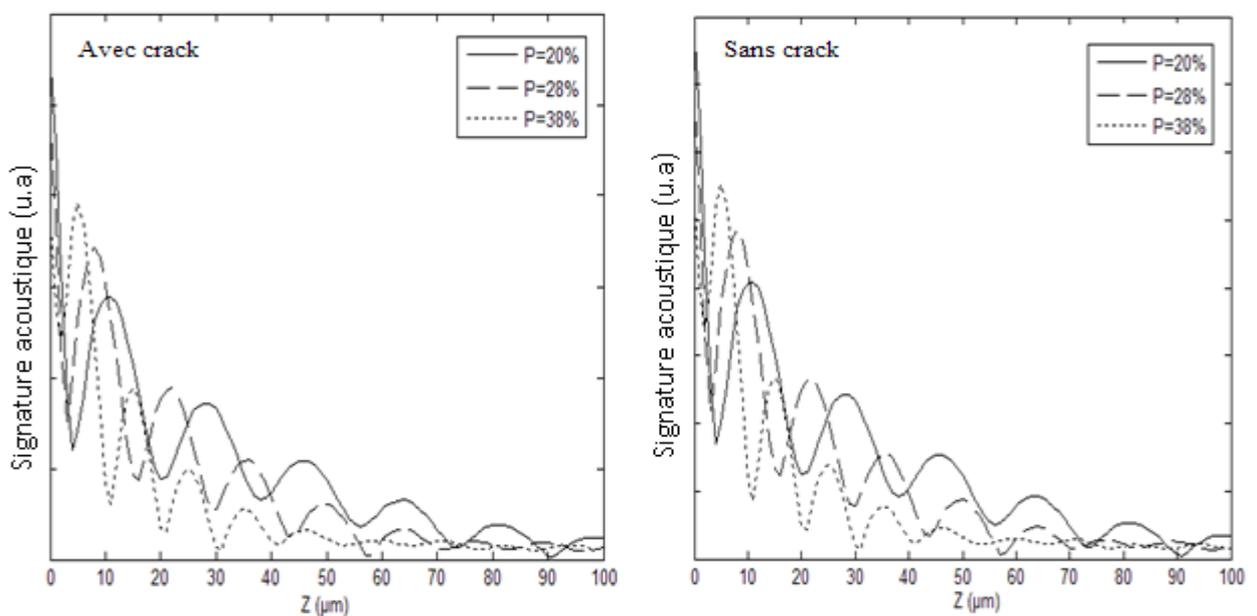


Figure 4.8: La signature acoustique, $V(z)$, à différents taux de porosité (sans crack et avec crack)

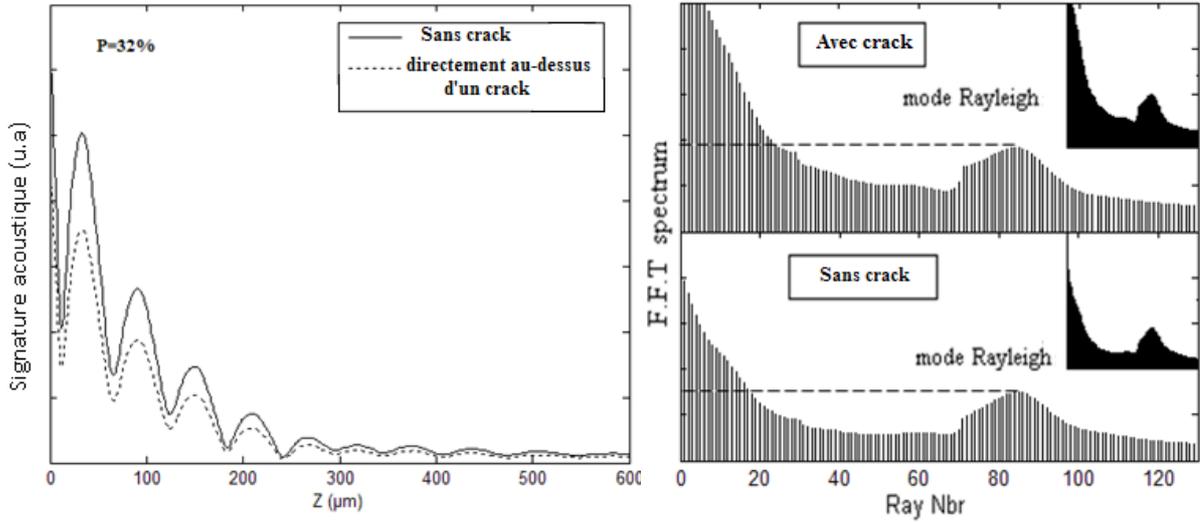


Figure 4.9 : La signature acoustique, $V(z)$, et leur spectre F.F.T à 32% de porosité (sans crack et avec crack)

En présence d'une fissure, le champ d'onde incident et le champ d'onde de retour doivent être additionnés séparément. Si les vecteurs d'onde incidents sont amorcés, le système de coordonnées est défini par la fissure dans le plan $x = 0$ et l'axe de lentille à $x = x_0$, l'expression du signal de sortie du microscope lors de déplacement de la lentille par rapport à la fissure peut être écrite comme suit (figure (4.10)):

$$V(Z) = \int_0^{\pi/2} P(\theta)^2 R(kx)^2 \sin \theta \cos \theta \exp(2i(Kz Z - Kx x) \cos \theta) d\theta \tag{4.14}$$

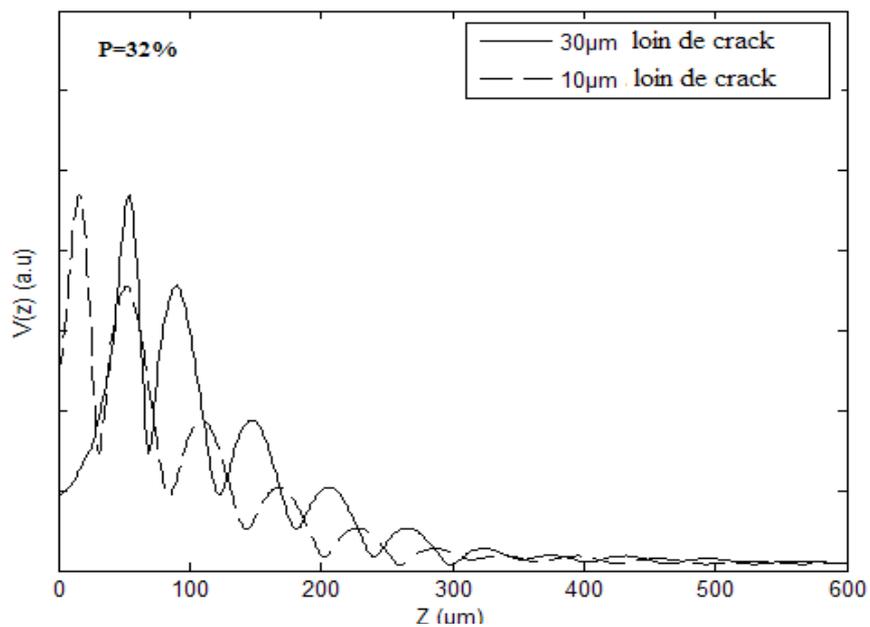


Figure. 4.10 : La signature acoustique, $V(z)$, a 32% de porosité (30µm et 10µm loin de crack)

Notons que la diminution calculée à l'excitation de l'angle critique de l'onde de Rayleigh, θ_R , est d'environ 29.3% dans le cas de la structure eau/ silicium poreux.

Les résultats sont présentés dans les figures ci-dessus. Ils confirment certaines caractéristiques importantes du modèle théorique. L'effet général de la fissure est de réduire l'amplitude des oscillations.

III. CONCLUSION

La présence de la fissure perturbe la propagation de l'onde puisqu'elle modifie l'amplitude du coefficient de réflexion. L'étude de ce dernier nécessite l'utilisation du modèle de Schoch et la séparation du coefficient de réflexion en deux composantes : une composante géométrique et une composante de Rayleigh. Nous avons pu remarquer que pour une composante de Rayleigh, nous pouvons obtenir une diminution de 27% calculée à l'angle d'excitation critique des ondes de Rayleigh $\theta_R = 18.5^\circ$. Ainsi en prenant en considération l'approximation de Rayleigh et en modélisant la signature acoustique $V(z)$, le signal de sortie diminue de 29.3% en présence de la fissure.

L'unicité du microscope acoustique réside dans sa capacité à l'image de la façon dont les ondes acoustiques interagissent avec les propriétés élastiques de l'échantillon avec une résolution microscopique. Les applications de la capacité du microscope à des fissures microscopiques incluent l'analyse théorique qui peut servir de base dans la suite de notre étude pour caractériser quantitativement les microfissures de surface.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Gr. Maev, Roman, «Acoustic Microscopy: fundamentals and applications», Wiley, VCH:Berlin, 2008.
- [2] K. Yanamaka, Y. Enemoto, «Observation of surface cracks with scanning acoustic microscope », J. Appl. Phys, 1982, pp.846-850.
- [3] A. Briggs, «Acoustic Microscopy», 2nd ed.Oxford: Clarendon, 2010, pp 255–289.
- [4] R.J.M. da Fonseca, L. Ferdj-Allah, G. Despaux, A. Boudour, L. Robert and J. Atıal , «Scanning Acoustic Microscopy - Recent Applications in Materials Science», Adv. Mat., Vol. 5 , 1993, pp. 508-519.
- [5]A. Schoch, « Seitliche veset zungeinesroral reflecriert en strahlesbei ultraschall wellen », Acoustica, 2. Vol. 17,1952.
- [6] Y. Bouzidi, D. R. Schmitt, « Quantitative modeling of reflected ultrasonic bounded beams and a new estimate of the Schoch shift », IEEE Trans. Ultrason Ferroelectr Freq Control. vol. 55, 2008, pp.2661–2673.
- [7] C.W. Lawrence, C.B. Scruby, G.A.D. Briggs and A. Dunhill, « Crack detection in silicon nitride by acoustic microscopy », NDT International, Vol.23, 1990.
- [8] D.A. Rebinsky, « An asymptotic description of acoustic microscopy of a surface breaking », Ph.D. thesis, university of Urbana, Illinois, 1991, pp. 92.
- [9] Y. Tsukahara, C. Neron, C.K. Jen and J. Kushibiki, « Complex analysis of reflection coefficient for the characterization of layered materials using a line-focus-beam acoustic microscope », IEEE, Ultrasonics, Symposuim, 1993, pp. 563-598.
- [10] ZHU. Guozhen LIU. Liang, « Expeimental study on the non-specularly reflected ultrasonic beam on a liquid-solid interface », Science in china. Vol.44, 2001, pp.225-233.
- [11] C.J.R. Sheppard et Wilson, «Effects of high angles of convergence on $V(z)$ in the scanning acoustic microscope», Appl. Phys. Lett. Vol. 38, 1981, pp. 858-859.
- [12] J. D. Achenbach, A. K.Gautesen, and D. A. Mendelsohn, «Ray analysis of surface-wave interaction with an edge crack», IEEE Trans.SU, Vol. 27, 1980, pp. 124-129.
- [13] F. Hamdi, S. Bouhedja, « Simulation of Acoustic Semiconductors Signature of a Cracked Surface», IEEE, Electronics, Communications and Photonics, 2011

CHAPITRE V

APPLICATION AUX BIOMATERIAUX : ALUMINE POREUSE

I. Introduction

L'alumine (Al_2O_3) est l'un des matériaux les plus importants en céramique, soit dans son état pur ou poreux. Cette céramique occupe dans les biomatériaux, une place importante pour des applications liées, au contact de l'environnement physiologique (prothèse de hanche, implants dentaires...etc.) [1], à de nombreuses technologies modernes et aux domaines industriels. La détermination des paramètres fondamentaux caractérisant les propriétés mécaniques de la céramique, par des méthodes dynamiques, est basée sur la propagation des ondes élastiques dans les solides.

Le principe consiste à fournir à l'échantillon des vibrations mécaniques créant ainsi des tensions qui libèrent la relaxation d'énergie qui conduit à des perturbations. Ces déformations élastiques induisent des déplacements ou des vibrations d'atomes qui se propagent sous plusieurs modes en fonction de la nature et de la structure de l'échantillon. La propagation des vitesses caractéristiques des perturbations mécaniques est fonction des propriétés élastiques du matériau.

En microscopie acoustique, la recherche scientifique sur les matériaux poreux a été utilisée avec succès notamment pour la dépendance de la porosité avec les constantes élastiques des matériaux céramiques [2]. Dans ce chapitre, nous allons étudier les propriétés mécaniques de l'alumine poreuse (PAI_2O_3). En premier lieu, nous simulerons la signature acoustique, $V(z)$, en fonction de la porosité pour évaluer l'atténuation du signal de sortie. Ce calcul est fait pour trois fréquences différentes de fonctionnement. Dans la deuxième partie de ce travail, nous analyserons la réponse $V(z)$ par la transformée de Fourier rapide (F.F.T), ce qui nous permettra la détermination de la période, Δz , de ces signaux et donc la vitesse de Rayleigh et les modules d'élasticité en fonction de la porosité.

II. Conditions de simulation

Après une longue recherche bibliographique pour trouver les conditions de simulation adéquates pour notre travail, nous avons opté pour les conditions les plus utilisées pendant la simulation d'un microscope acoustique à balayage utilisé selon le mode de réflexion: ces conditions se résument en :

- Les fréquences de fonctionnement : 142 MHz, 570MHz et 1GHz,
- un demi-angle d'ouverture optique égale à 50°

- l'eau comme liquide de couplage
- les paramètres de l'alumine (Al_2O_3) ($V_{L0} = 10904$ m/s, $V_{T0} = 6399$ m/s, $\rho_0 = 3970$ kg/m³).

Pour mener à bien notre travail (simulation), nous avons fait appel aux relations données par la théorie de support élastique. Ces relations déterminent la dépendance des vitesses longitudinale et transversale, V_L , V_T avec la porosité, elles sont données par :

$$V_L = V_{L0} (1-P)^{1,17} \text{ et } V_T = V_{T0} (1-P)^{1,03} \quad (5.1)$$

V_{L0} , V_{T0} sont les vitesses longitudinale et transversale de l' Al_2O_3 à une porosité nulle.

1.17 et 1.03 sont des constants données par le fittage des paramètres expérimentales de V_L et V_T d'après Asmani [3].

III. Résultats et discussion

De la simulation faite, l'interprétation des résultats est basée sur la variation de l'intensité de la signature acoustique. Cette dernière (voir chapitre 1) est directement liée au coefficient de Réflexion $R(\theta)$. Ce coefficient, qui dépend des conditions aux limites mentionnées préalablement dans le paragraphe VIII du chapitre 1, nous permettra de comprendre l'influence des paramètres tel que : la fréquence et la porosité sur les différentes constantes acoustiques.

III.1. Coefficient de réflexion

La figure (5.1) montre les courbes caractéristiques du coefficient de réflexion en fonction de l'angle d'incidence pour la structure eau/alumine. Le coefficient de réflexion $R(\theta)$ montre des fluctuations à la fois au niveau de l'amplitude comme au niveau de la phase. L'amplitude (-----) est reportée sur l'axe gauche des ordonnées et la phase (—) sur l'axe droit. En augmentant θ , on remarque un premier changement pour l'amplitude à $\theta_{CL} = 7.91^\circ$; cet angle correspond à l'angle critique longitudinales, θ_{CL} . La seconde fluctuation commence à l'angle critique transversal, θ_{CT} , qui se manifeste à $\theta_{CT} = 13.56^\circ$. Juste au-dessus de l'angle critique transversal θ_{CT} , plus précisément à l'angle critique $\theta_R = 14.74^\circ$, l'amplitude de la fonction de réflexion tend vers l'unité ce qui est attribué à une réflexion totale de l'énergie. Après cette étape, il n'y aura plus d'énergie qui se propage dans l'échantillon.

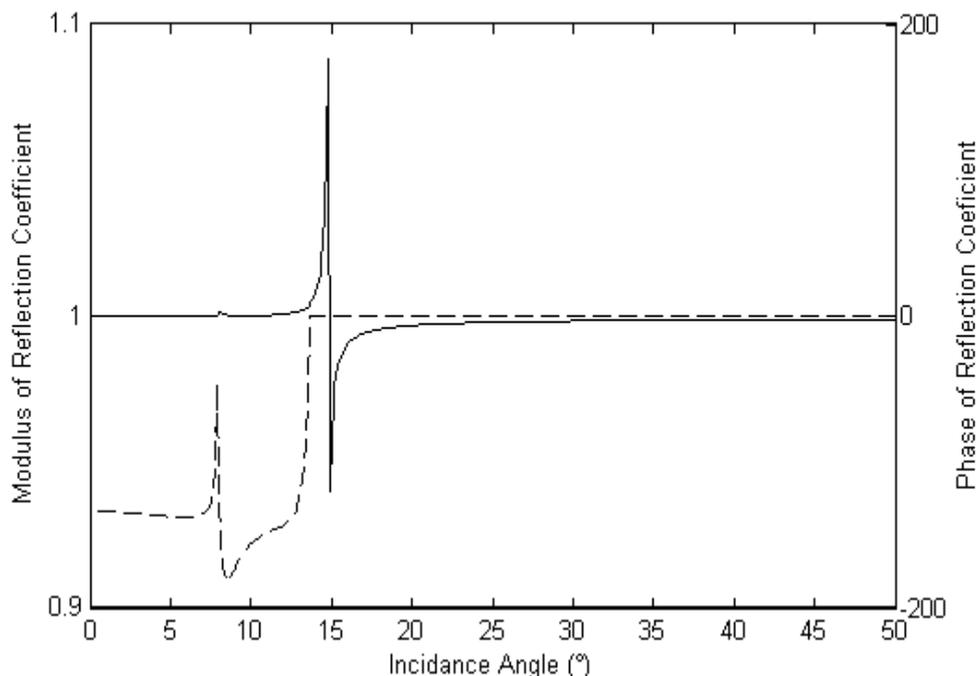


Figure 5.1 : Coefficient de réflexion en fonction de l'angle d'incidence (Structure eau/Alumine) [4].

L'étape suivante consiste à déterminer la signature acoustique de l'alumine à partir du $R(\theta)$, ensuite l'analyse spectral des courbes $V(z)$ qui devrait inclure le mode de Rayleigh. Ce mode apparaît clairement sur cette signature.

III.2. La signature acoustique

Une étude similaire à celle du silicium poreux a été faite sur la structure eau/alumine poreuse, puisque la signature acoustique permet de déterminer les différents types de modes ainsi que la vitesse de propagation de l'onde. Cela nous permet d'étudier la nature ainsi que l'état de surface du matériau. L'influence de la porosité sur la propagation de l'onde de surface modifie énormément la signature acoustique $V(z)$.

III.2.1. Effet de la porosité sur $V(z)$

La figure (5.2) montre la variation de la signature acoustique, $V(z)$, pour différentes valeurs de la porosité. Nous pouvons observer que la période de pseudo-oscillations diminue avec l'augmentation de la porosité (Cela est dû à l'absorption, lors de la propagation de l'onde à l'interface eau/alumine poreuse).

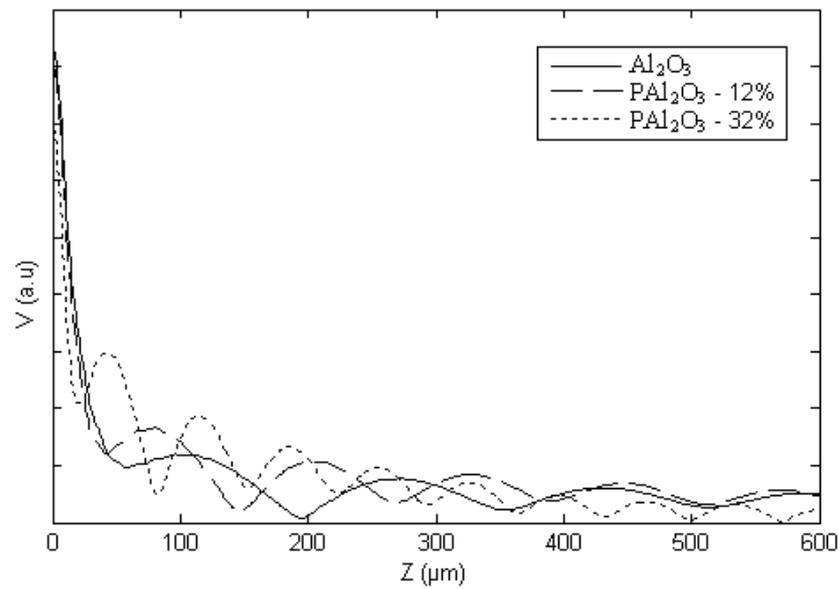


Figure 5.2 : Variation de $V(z)$ pour les structures : Al_2O_3 , 12 et 32% PA_{12}O_3

Cette analyse qualitative est confirmée par la réduction de la vitesse de Rayleigh. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus expérimentalement [4]. Ils montrent que la signature acoustique suit la même loi pour tous les matériaux poreux.

L'efficacité des modes de propagation peut être mesurée à partir des spectres F.F.T permettant le calcul de la période, Δz (figure (5. 3)).

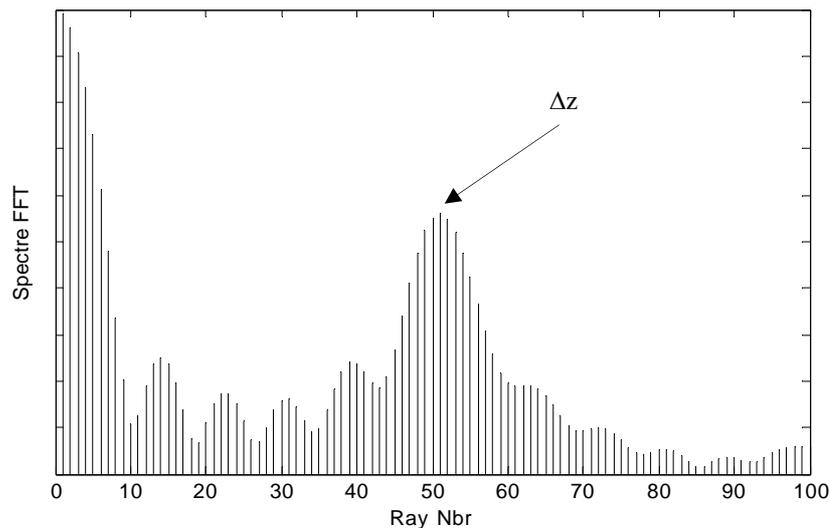


Figure 5. 3 : Analyse par F.F.T de la signature acoustique $V(z)$

En conclusion, il est à noter que l'utilisation des spectres F.F.T permet la détermination des vitesses.

III.2.2. Analyse de la vitesse de Rayleigh

La figure (5.4) montre la variation des valeurs de la vitesse de Rayleigh en fonction de la porosité en utilisant les spectres de F.F.T. Cette relation nous permet d'obtenir l'expression de la vitesse de Rayleigh écrite comme suit [5]:

$$V_R = V_{R0}(1-P)^{1,053} \quad (5.2)$$

Où l'indice (R_0) correspond à des matériaux non poreux et la valeur de V_{R0} est égale à 5898 m/s. La courbe de la (figure (5.4)) nous permet de constater que la vitesse de Rayleigh diminue lorsque la porosité augmente.

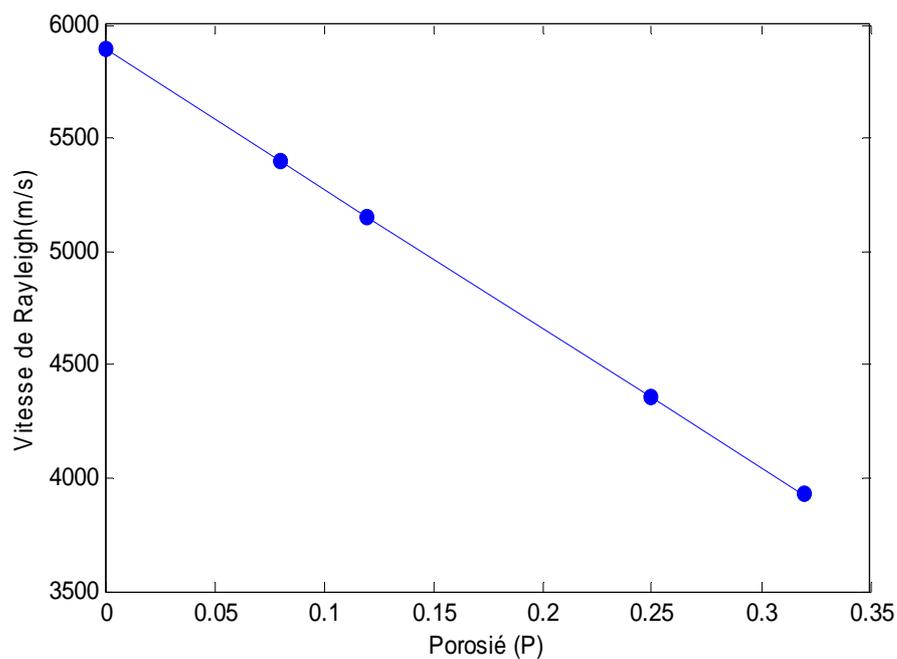


Figure 5.4 : Variation de la vitesse de Rayleigh en fonction de la porosité.

De plus nous avons pu calculer le rapport entre les vitesses de propagation en utilisant les formules citées dans [6, 7]. Nous avons obtenu :

$$V_R / V_T = 0,918 \text{ et } V_R / V_L = 0,55.$$

IV. Détermination des modules élastiques

L'alumine représente le comportement à la déformation d'un solide friable. Sa déformation élastique est instantanée lorsque le stress est appliqué, et est complètement réversible lorsqu'il est retiré [8]. Les valeurs des différents modules pour l'alumine polycristalline sont données dans le tableau 5.1 [9].

Module de Young (GPa)	402
Module de cisaillement (GPa)	163
Module de compressibilité (GPa)	254
Le coefficient de Poisson	0.23

Tableau 5.1 : les propriétés élastique de Alumine polycristalline [9]

Cependant, la vitesse de Rayleigh s'avère nécessaire pour le calcul des constantes élastiques du matériau. Ces constantes, notamment le module de Young (E), le module de cisaillement (G) et le module compressibilité (K) sont données par les équations citées au chapitre1.

En plus de l'analyse F.F.T du signal $V(z)$, la procédure de simulation de la signature acoustique est adoptée dans le calcul des constantes élastiques des matériaux.

En outre, de nombreux modèles ont été proposés dans la littérature pour prédire l'effet de la porosité sur les propriétés mécaniques, certains de ces modèles sont présentés dans le tableau 5.2.

Auteur	Référence	Equation
Phani	10	$E = E_0 (1 - b P)^n$
	11	$K = E G / (3 (3G - E))$
Duckworth	12	$E = E_0 e^{(-bP)}$
Martin-Haynes	13	$E = E_0 (1 - b P^{2/3})$
—	7	$E = E_0 (1-P)^n$ $K = K_0 (1-P)^n$

Tableau 5.2 : Equations analytiques obtenues à partir des résultats expérimentaux.

Les figures ((5.5) et (5.6)) montrent la variation des modules élastiques en fonction de la porosité en utilisant les équations analytiques dans le tableau 5.2.

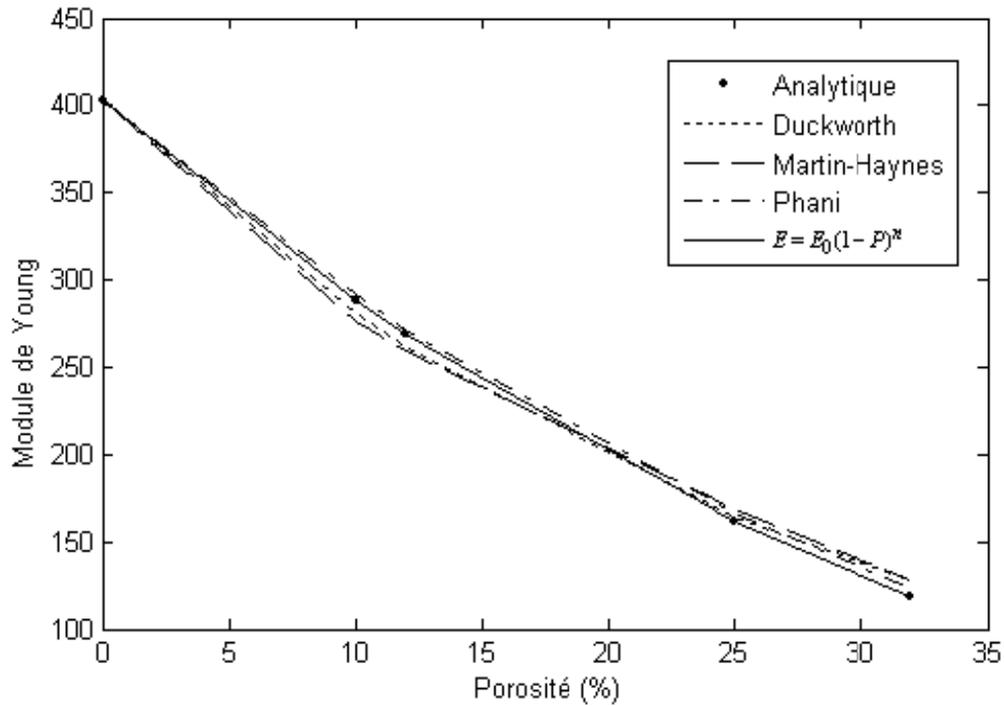


Figure 5.5 : Variation du Module de Young en fonction de la porosité

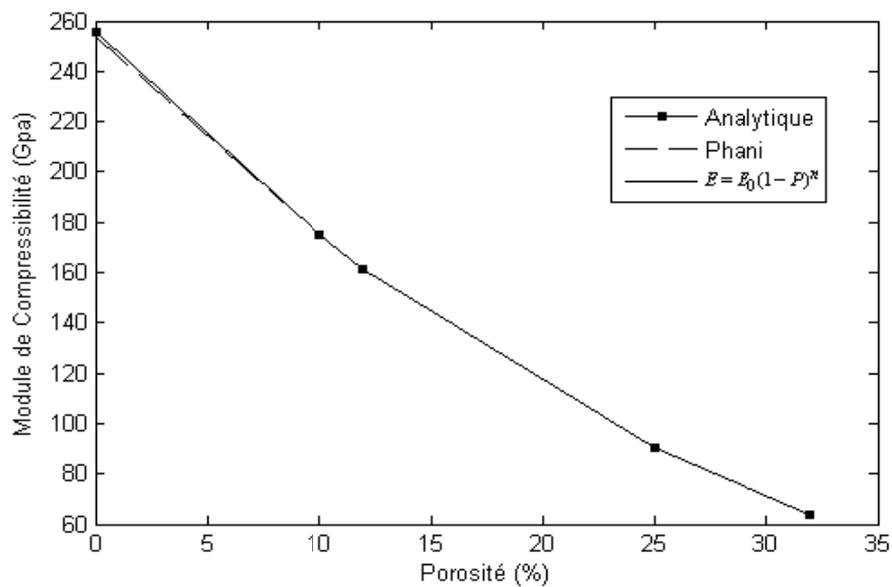


Figure 5.6 : Variation du Module de Compressibilité en fonction de la porosité

Nous avons pu constater que les propriétés mécaniques de l'alumine poreuse sont étroitement liées à ses paramètres acoustiques. Il serait d'un grand intérêt d'utiliser la technique de la microscopie acoustique pour déterminer de façon non destructive à la fois le module de Young, le module de cisaillement, et le module de compressibilité. La caractérisation des propriétés élastiques de l'alumine poreuse a récemment été rapportée en détail dans la référence [14]. Ces constantes peuvent être aisément déterminées en termes de porosité seule. Dans notre cas, nous pouvons écrire:

$$E = E_0 (1-P)^{3.16}$$

$$K = K_0 (1-P)^{3.6}$$

$$G = G_0 (1-P)^{3.06}$$

Dans le cas de l'alumine non poreuse ($P = 0$), nous avons obtenu les valeurs suivantes : 403 GPa, de 163 GPa et 254 GPa respectivement pour les modules de Young, de compressibilité et de cisaillement. Ces valeurs sont identiques aux paramètres cités dans le tableau 5.1.

Comme la porosité augmente, la rigidité poreuse d'alumine devient moins importante.

La figure (5.7) montre une convergence des trois modules en direction des faibles valeurs.

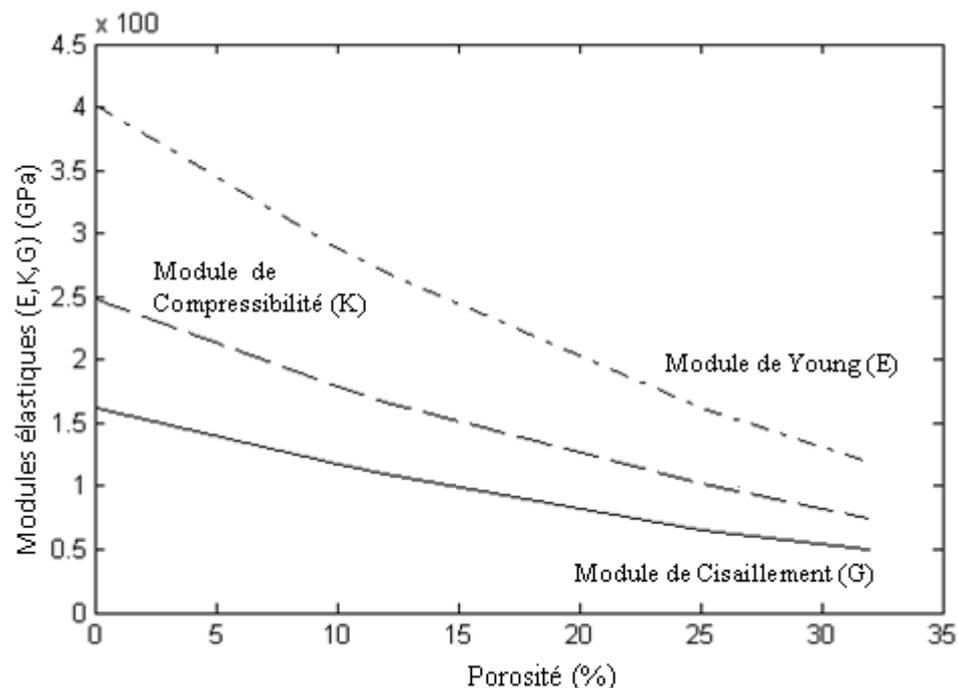


Figure 5.7: Dépendance Modules élastiques-porosité

Les constantes élastiques simulées peuvent être comparées avec les résultats donnés par divers autres travaux [10, 12, 13, 15] utilisant d'autres méthodes ultrasonores. Nous remarquons une bonne concordance entre les courbes du module de Young et du module de cisaillement.

IV.1. Dépendance des modules de Young et de cisaillement

Le module de cisaillement, G , décrit la réponse de la déformation d'un corps à une contrainte de cisaillement ou une contrainte de torsion. Il implique un changement de forme sans changement de volume. Cependant, le module de Young, E , décrit la réponse en déformation d'un corps à une contrainte uniaxiale ou contrainte de flexion. Il implique à la fois le changement de volume et de forme. Dans la littérature, il y a des relations entre ces modules élastiques, par exemple, $G/E=a$; $G/K=b$; $E/K=c$. notons que les valeurs de ces facteurs diffèrent selon le matériau.

L'étude de Phani [11] basée sur 22 matériaux pour la détermination du rapport de G_0/ E_0 abouti aux valeurs suivantes : [0.269, 0.424]. Dans ce qui suit, nous allons évaluer le rapport entre les deux modules (G et E) et sa dépendance avec la rigidité de la structure poreuse.

Notre calcul effectué pour déterminer le rapport G/E est présenté sur la figure (5.8) Il est estimé à 0,41 ce qui est en bon accord avec les résultats publiés par Phani.

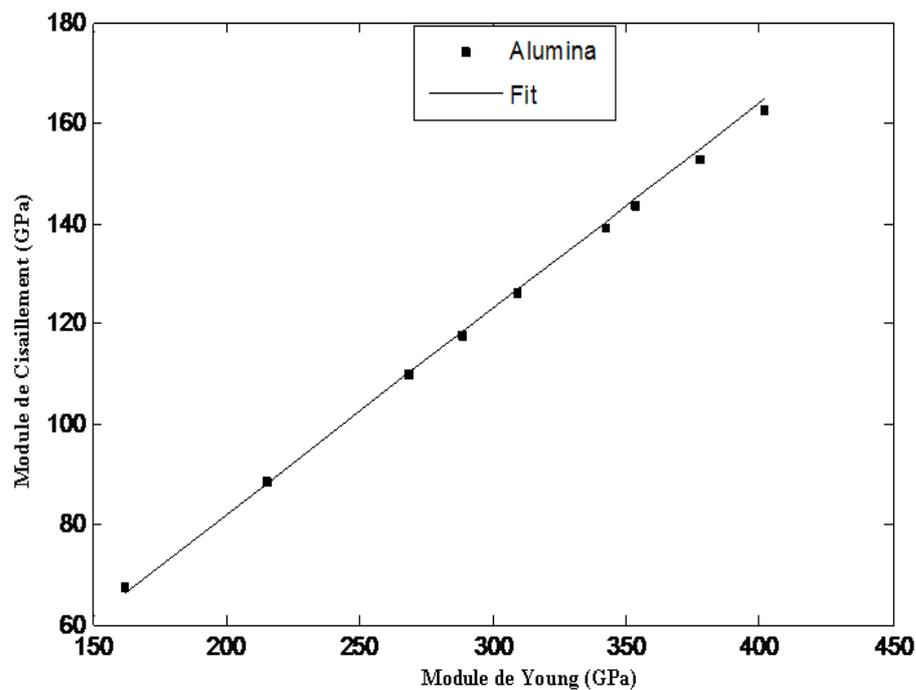


Figure 5.8: Dépendance Module de Young et Module de cisaillement

V. Effet de fréquence

Les courbes de la Signature acoustique, $V(z)$, sont obtenues pour : $(\text{PAI}_2\text{O}_3)_{12\%}$, $(\text{PAI}_2\text{O}_3)_{25\%}$ et $(\text{PAI}_2\text{O}_3)_{32\%}$. Les résultats typiques obtenus pour ces structures à différentes fréquences de fonctionnement (142 MHz, 570 MHz et 1 GHz) sont représentés dans la figure (5.9) Ils concernent le signal de sortie, V , en fonction de la distance de défocalisation, z , et ce quand l'échantillon est déplacé verticalement dans l'axe z vers la lentille acoustique.

Nous pouvons clairement voir que toutes les courbes présentent un comportement oscillatoire du fait de l'interférence constructive et destructive entre les différents modes de propagation. Pour la plus haute fréquence, la périodicité est parfaitement la meilleure, avec relativement peu de périodes, Δz , entre deux maxima successifs (ou minima). La détermination de la période, et par conséquent, les vitesses des ondes correspondantes sont mieux calculées par l'analyse spectrale en utilisant la transformée de Fourier rapide, (F.F.T). Les spectres obtenus représentés par la figure (5.9) montrent les pics principaux des modes d'ondes qui se propagent. Dans notre cas, un seul rayon principal apparaît, ce qui signifie que seul le mode de Rayleigh domine.

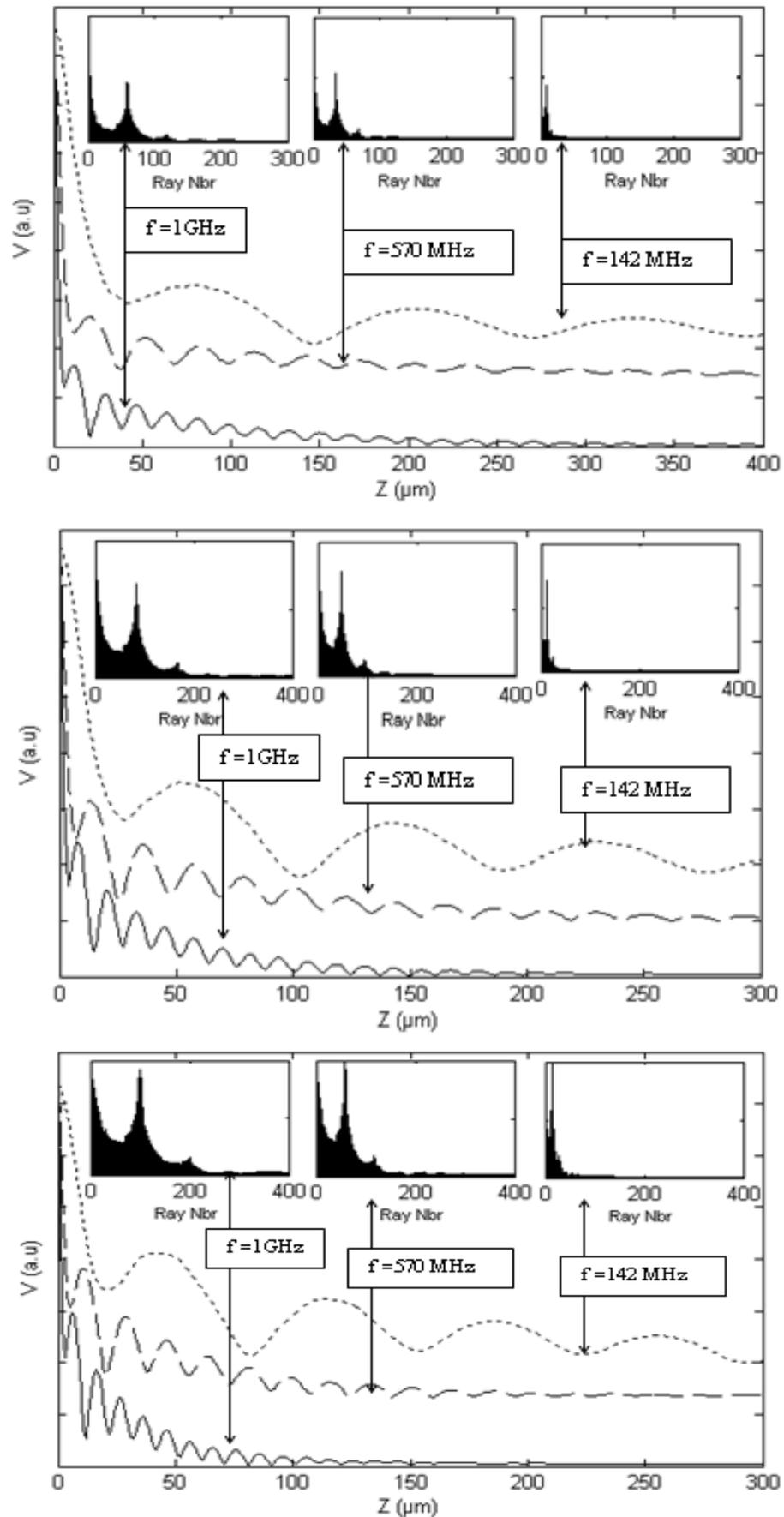


Figure 5.9 : Signatures acoustiques (z) et spectres F.F.T correspondants, obtenus à différentes fréquences, pour $P=12\%$, 25% et 32% respectivement [5].

VI. Détermination de l'atténuation

Dans cette partie de travail, nous procédons au calcul des oscillations de la signature acoustique, en champ noir en utilisant un programme. Dans un premier temps, nous montrons les effets des angles d'occultation sur l'amplitude de la signature acoustique de l'eau / alumine poreuse (PAI_2O_3). Dans un second temps, nous présentons l'effet de la porosité sur le mode de Rayleigh et enfin nous évaluons le coefficient d'atténuation.

La dimension des stops absorbants utilisée en champ noir peut être modifiée dans le but d'étudier l'influence de l'occultation de l'énergie sur les signatures acoustiques des matériaux. Ceci conduit à une meilleure compréhension de l'interaction des rayons incidents et des rayons réfléchis.

L'effet de la porosité sur les courbes $V(z)$ et son spectre F.F.T sont présentés par la figure (5.10) pour $\text{H}_2\text{O}/\text{PAI}_2\text{O}_3$ ($P = 12\%$ et $P = 32\%$). Les mêmes observations précédentes peuvent être formulées, mais nous remarquons que lorsque la porosité augmente, les oscillations $V(z)$ disparaissent à $\theta_{\text{occ}} \cong \theta_R$.

Pour la structure $\text{H}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$, lorsque l'angle occulté, θ_{occ} , augmente, la période apparente augmente et l'amplitude d'oscillation diminue. Ces résultats sont en accord avec ceux récemment rapportés par [16]. Pour les grandes valeurs de l'angle occulté, l'amplitude des oscillations des signatures acoustiques tend vers une décroissance exponentielle. Ce phénomène est mieux présenté par les spectres de F.F.T correspondant (figure (5.10)). Il est clair que le second pic permettant la détermination du mode de Rayleigh (le premier pic est une image dupliquée) se déplace vers des vitesses élevées. Ce décalage devient plus important lorsque la valeur de θ_{occ} , s'approche de celle de θ_R jusqu'à la disparition totale du pic à un angle seuil d'occultation.

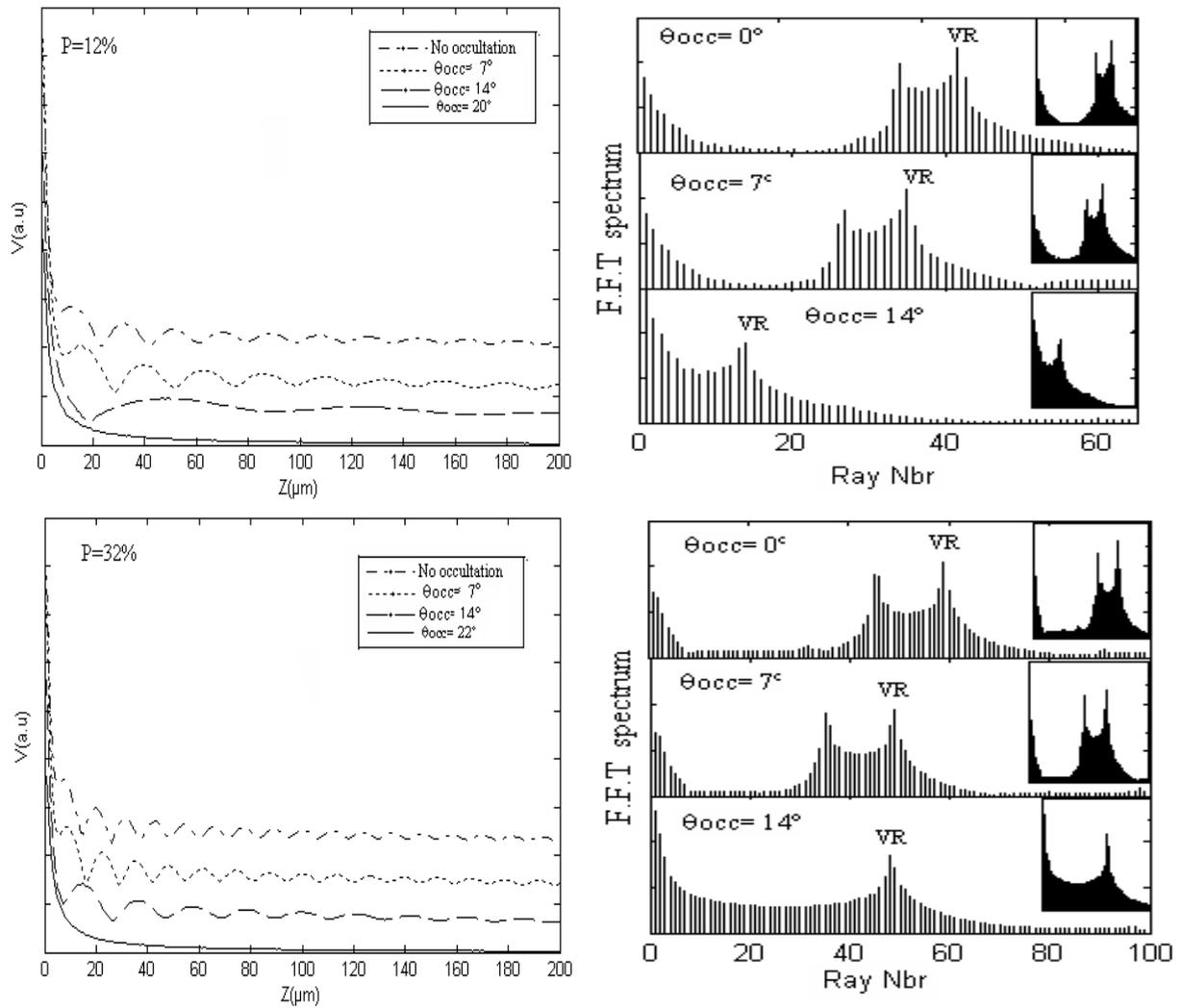


Figure 5.10 : Effets des angles d'occultation sur les signatures acoustiques et leurs spectres FFT pour $H_2O/PA1_2O_3$ à $P=12\%$ and $P=32\%$.

La persistance des oscillations de $V(z)$ avec l'augmentation de la porosité est due au déplacement des angles critiques excités en mode de Rayleigh pour les grandes valeurs. Cette note est confirmée par les spectres F.F.T.

Pour calculer l'atténuation normalisée, nous appliquons la méthode du champ noir (chapitre 3). Les courbes obtenues sont présentés par la figure (5.11). L'allure de la courbe suit une variation de la forme : $\alpha_N = \alpha_{N0} \exp(b_N P)$.

Son optimisation nous permet d'écrire : $\alpha_N = 0.0081 \exp(3.367 P)$.

Nous constatons que la valeur de l'atténuation augmente au fur et à mesure que la porosité augmente. Ce résultat est physiquement acceptable puisque la vitesse de Rayleigh PAI_2O_3 diminue avec la porosité.

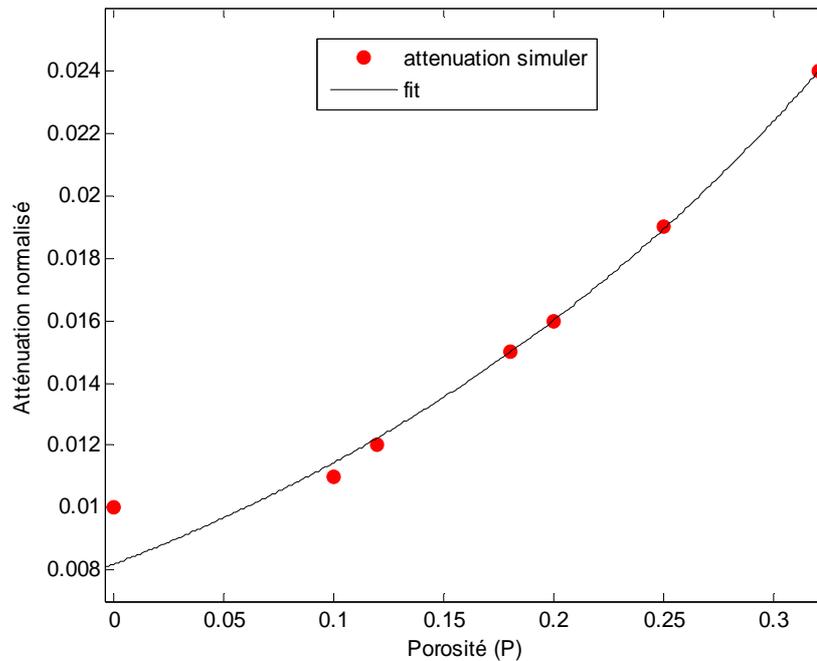


Figure 5.11: Variation du coefficient d'atténuation normalisée en fonction de la porosité.

VII. Conclusion

Nous avons montré que la technique acoustique est une méthode non destructive très puissante pour caractériser l'alumine poreuse :

- Pour l'Alumine poreuse (PAI_2O_3), le module de Young (E) et le module de Cisaillement (G) sont liées par la relation: $G/E=0.41$
- Les meilleures approximations, pour les modules élastiques en fonction de la porosité, s'écrivent sous la forme: $E = E_0 (1-P)^{3.16}$; $K = K_0 (1-P)^{3.6}$

Aussi, la variation des fréquences montrent clairement un comportement oscillatoire à cause des interférences constructives et destructives entre les différents modes de propagation. L'analyse spectrale de ces signatures via F.F.T conduit à la détermination de l'onde de Rayleigh.

De plus, pour une porosité donnée, lorsque la fréquence augmente l'atténuation augmente, et pour une fréquence donnée, quand la porosité augmente, l'atténuation devient plus forte.

En conclusion, la simulation utilisant la technique de microscopie acoustique a permis d'obtenir les courbes $V(z)$ de l'alumine poreuse. Ces courbes représentent la clé pour les recherches faites sur la microstructure PA_2O_3 pour établir des relations empiriques entre les paramètres acoustiques et les comparer à ceux rapportés dans la littérature.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] F. James, R. Shackelford, «Ceramic and glass materials: structure, properties and processing», Ed Springer, New York, 2008.
- [2] A. Briggs, «Advances in Acoustic Microscopy», Ed Plenum Press, New York Technical, 1995.
- [3] M. Asmani, C. Kermel, A. Leriche, and M. Ourak, « Influence of porosity on young's modulus and poisson's ratio in Alumina ceramics», J. Eur. Ceram. Soc, Vol. 21, 2001, pp. 1081.
- [4] R.J.M. Da Fonseca, J.M. Saurel, A. Foucara, E.Massone, T.Taliercio, J.Camassel, «Acoustic microscopy investigation of porous silicon»,Thin Solid Films,Vol. 255, 1995, pp. 21-23.
- [5]S. Bouhedja, F. Hamdi, “Theoretical Study of the Mechanical Properties by Using the Acoustic Signature », Trans Tech Publications, Switzerland, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMM.307.391, Vol.307, 2013, pp. 391-394.
- [6] K. K. Phani, « Correlation between ultrasonic shear wave velocity and Poisson's ratio for isotropic porous materials”, J. Mater. Sci, Vol. 43, 2008, pp. 316-323.
- [7] A. Doghmane, Z. Hadjoub, M. Doghmane, F. Hadjoub, «Microacoustic Evaluation of Elastic Parameters of HighlyPorous Silicon Layers», Quantum Electronics & Optoelectronics,Vol.9, 2006, pp. 4-11.
- [8] F. James, Robert, Shackelford, H. Doremus, « Ceramic and Glass Materials Structure, Properties and Processing », Springer Science+Business Media, LLC, New York, 2008, pp. 213.
- [9] J.H. Gieske and G.R. Barsch, « Pressure dependence of the elastic constants of single crystalline aluminum oxide », Phys. Status Solidi, Vol.29, 1967, pp.121–131.
- [10] K.K. Phani, S.K. Niyogi, «Young's modulus of porous brittle solids», J. Mater. Sci. V 12, 1987, pp. 257-263.
- [11]K. K. Phani and Dipayan Sanyal, «The relations between the shear modulus, the bulk modulus and Young's modulus for porous isotropic ceramic materials», Materials Science and Engineering, Vol. 490, 2008, pp. 305-312.
- [12] W. H. Duckworth, «Precise Tensile Properties ofCeramic. Bodies», J. Amer. Ceram. Soc. Vol. 34, 1951.
- [13] EA. Dean, JA. Lopez, «empirical dependence of elastic moduli on porosity for ceramic materials», J Am Ceram Soc, Vol. 5,1983, pp. 366-370.

- [14] K. K. Phani, «A novel method of predicting ultrasonic and elastic properties of isotropic ceramic materials after sintering from the properties of partially sintered or green compacts», J Am Ceram Soc, Vol. 91, 2008, pp. 215-222.
- [15] K. K. Phani, «Estimation of Elastic Properties of Porous Ceramic Using Ultrasonic longitudinal wave velocity only», J Am Ceram Soc, Vol.7, 2007, pp. 2165-2171.
- [16] S. Bouhedja, I. Hadjoub, A. Doghmane and Z. Hadjoub, «Prediction of acoustics materials signatures via angular spectrum model in dark field microscopy», J. optoelec. Advanced. Mat. Symp, Vol. 2009, pp. 420–423.

CONCLUSION GENERALE

Dans cette investigation quantitative, nous avons mené une étude théorique sur le silicium poreux (PSi). Les calculs sont par la suite appliqués à l'alumine poreuse (Al_2O_3). La simulation des courbes du signal de sortie appelé signature acoustique $V(z)$ nous a permis d'étudier l'évolution des différents paramètres : impédance acoustique, coefficient de réflexion, vitesse de propagation du mode considéré et constantes élastiques (module de Young, module de cisaillement...) en fonction de la porosité.

L'utilisation des lentilles annulaires ou champ noir, nous a permis de constater que la diminution de la distribution de l'énergie au niveau du transducteur influence fortement aussi bien l'amplitude des signatures acoustiques que leurs périodes qui tendent vers des valeurs infinies lorsque l'occultation atteint un seuil. Cet angle seuil se situe généralement juste avant l'angle critique d'excitation du mode de Rayleigh, θ_R . Un glissement de ce dernier vers les grandes valeurs, excité par la présence de l'air dans les pores, apparaît lorsque la porosité augmente. Les valeurs obtenues pour les constantes élastiques sont comparables à celles obtenues par application du modèle de Biot.

L'atténuation de la propagation des ondes de surface dans PSi a été largement étudiée dans ce travail. Dans le but de valider les résultats obtenus nous avons utilisé trois méthodes différentes. La première méthode est la méthode analytique, qui est obtenue en résolvant l'équation de Viktorov. La deuxième méthode est celle de l'analyse spectrale, où la transformée de fourrier rapide (F.F.T) est appliquée aux courbes $V(z)$. La dernière méthode utilise le champ noir. La dépendance atténuation porosité fréquence peut s'écrire mathématiquement sous la forme : $\alpha_R = A f$ avec $A=A_0(1-P)^m$ où $A_0=3.154 \cdot 10^{-5}$ et $m=-3.28$. Cette relation peut être appliquée à plusieurs matériaux et prédire l'interdépendance entre différents paramètres. Les variations d'atténuation pourraient être attribuées à plusieurs phénomènes physiques

caractérisant des matériaux différents. Cependant beaucoup plus d'investigations ou recherches sont requises pour aboutir à une meilleure compréhension des raisons réelles.

Un autre axe intéressant consiste à étudier l'influence du crack sur la propagation des ondes acoustiques. La présence de la fissure à la surface du matériau (crack) perturbe la propagation de l'onde puisqu'elle modifie l'amplitude du coefficient de réflexion. Pour étudier ce dernier nous avons utilisé le modèle de Schoch. Notre étude montre qu'il y a une diminution de 27%. Ainsi en prenant en considération l'approximation de Rayleigh et en modélisant la signature acoustique $V(z)$, nous constatons que le signal de sortie diminue de 29,3 % en présence de la fissure.

Dans la dernière partie de ce travail, nous appliquons nos calculs précédents à l'alumine poreuse (PAI_2O_3) pour pouvoir montrer que la technique de la microscopie acoustique est une méthode non destructive très puissante pour caractériser ce type de biomatériaux. Les courbes de $V(z)$ représentent la clé pour les investigations microstructurales de PAI_2O_3 . Les modules de Young, de cisaillement et de compressibilité s'écrivent respectivement en fonction de la porosité $E = E_0 (1-P)^{3.16}$, $K = K_0 (1-P)^{3.6}$ et $G=G_0 (1-P)^{3.06}$.

Résumé

L'investigation des caractéristiques de propagation des ondes acoustiques de surface dans les matériaux homogènes, par application de la microscopie acoustique, subit une grande demande dans la recherche scientifique. Cette demande a orienté la recherche vers la caractérisation des matériaux poreux.

Notre objectif consiste à étudier la structure et calculer les paramètres acoustiques du silicium poreux (PSi) en utilisant la méthode quantitative de la microscopie acoustique. Pour cela nous simulons les courbes du signal de sortie appelé signature acoustique $V(z)$ afin d'étudier l'évolution des différents paramètres acoustiques ainsi que la microstructure de PSi en fonction de la porosité.

Dans un premier temps, nous avons décrit tous les outils nécessaires à l'application de la méthode quantitative de la microscopie acoustique et cité les différents domaines d'application. Par la suite nous avons décrit les matériaux poreux en général et le silicium poreux en particulier. Dans cette partie l'investigation quantitative, en champ noir, nous a permis de constater que la diminution de la distribution de l'énergie au niveau du transducteur influence fortement aussi bien l'amplitude des signatures acoustiques que leurs périodes qui tendent vers des valeurs infinies lorsque l'occultation atteint un seuil. Cet angle seuil se situe généralement juste avant l'angle critique d'excitation du mode de Rayleigh, θ_R . Un glissement de ce dernier vers les grandes valeurs, excité par la présence de l'air dans les pores, apparaît lorsque la porosité augmente. Une comparaison avec le modèle de Biot montre une bonne concordance entre les valeurs des constantes élastiques.

Après cette étude, nous nous sommes intéressés à l'atténuation de la propagation des ondes de surface dans PSi en utilisant trois méthodes différentes. La première méthode est la méthode analytique, qui est obtenue en résolvant l'équation de Viktorov. La deuxième méthode est celle de l'analyse spectrale, où la transformée de Fourier rapide (FFT) est appliquée aux courbes $V(z)$. La dernière méthode utilise le champ noir. Les résultats obtenus par simulation sont en bon accord avec ceux expérimentaux trouvés dans la littérature.

Un autre axe intéressant consiste à étudier l'influence du crack sur la propagation des ondes acoustiques. La présence de la fissure à la surface du matériau (crack) perturbe la propagation de l'onde puisqu'elle modifie l'amplitude du coefficient de réflexion. Pour étudier ce dernier nous avons utilisé le modèle de Schoch. Notre étude montre qu'il y a une diminution de 27%. Ainsi en prenant en considération l'approximation de Rayleigh et en modélisant la signature acoustique $V(z)$, nous constatons que le signal de sortie diminue de 29,3% en présence de la fissure.

Dans la dernière partie de cette thèse nous avons appliqué nos calculs à l'alumine poreuse (PAI_2O_3). Nous avons montré que la technique acoustique est une méthode non destructive très puissante pour caractériser ce type de biomatériaux. Nous avons constaté qu'à une porosité donnée, lorsque la fréquence augmente l'atténuation augmente et à une fréquence donnée, quand la porosité augmente, l'atténuation devient plus forte. Les courbes de $V(z)$ représentent la clé pour les investigations microstructurales de PAI_2O_3 dans le but d'établir des relations empiriques entre les paramètres acoustiques et les comparer à ceux rapportés dans la littérature.

Mots clés : Atténuation, Microscopie acoustique (SAM), Silicium poreux, FFT, signature acoustique $V(z)$, constantes élastiques, vitesses de propagation des ondes, Crack, Alumine poreuse, champ noir.

Abstract

The investigation of the characteristics of acoustic wave surface propagation in homogeneous materials, by application of the acoustic microscopy, is subjected to a big request in scientific research. This request orientated research to the characterization of the porous materials.

Our objective consists in studying structure and calculating the acoustical parameters of porous silicon (PSi) by using the quantitative acoustic microscopy. For it we simulate the curves of the output signal of the sign of exit cited acoustical material signature, $V(z)$, to study the evolution of different acoustical parameters as well as microstructure of PSi according to the porosity.

At first, we represented all tools necessary for the application of the quantitative acoustic microscopy and cited the different application domains. Subsequently we represented the porous materials in general and porous silicon particularly. In this section the quantitative investigation, in dark field, allowed us to found that the decrease of the energy distribution at the transducer strongly affects both the amplitude of the acoustic signatures that their periods tend to infinite values when the occultation reaches a threshold. This angle threshold is generally right before the critical angle of excitation of the mode of Rayleigh, θ_R . A slip of this last towards the great values, excited by the presence of air in the pores, appears when porosity increases.

After this study, we have been interested to the attenuation of the surface wave propagation in PSi by using three different methods. The first method is the analytical method, which is obtained by solving the Viktorov equation. The second method is that of the spectral analysis, where the fast Fourier transform (FFT) is applied to the curves $V(Z)$. The last method uses the dark field. The results obtained by simulation in good agreement with those experimental found in the literature.

Another area of interest is to study the influence of crack on the propagation acoustic waves. The presence of the crack to the material surface disturbs the wave propagation as it modifies the amplitude of the reflection coefficient. To investigate the latter we used the model Schoch. Our study shows that there is a reduction of 27%. Thus by taking in consideration the approximation of Rayleigh and modeling the acoustic signature $V(Z)$, we find that the output signal decreases by 29.3% in presence of the crack.

In the last part of this thesis we applied our calculations to porous alumina (PAI_2O_3). We showed that the acoustic technique is a very powerful nondestructive method to characterize this type of biomaterials. We noted that as a given porosity, when the frequency increases the attenuation increases, and at a given frequency, when porosity increases, attenuation becomes stronger. The curves of $V(z)$ are a key for the microstructural investigations of PAI_2O_3 with an aim of establishing empirical relationships between the acoustic parameters and compare them to those reported in the literature.

Keywords:

Attenuation, acoustic microscopy (SAM), porous silicon, FFT, acoustic signature $V(z)$, elastic constants, Velocity of wave propagation, Crack, porous alumina, Dark field.

(PSi)

V(z)

PSi

θ_R

.Viktorov

. V(z)

(F.F.T)

.Schoch

V(z)

. 27

29.3

.(PAI₂O₃)

V(z)

PAI₂O₃

كلمات البحث: التخفيف، المجهر الصوتي (SAM)، السيلكون المسامي، F.F.T، البصمة الصوتية، V (z) ، ثوابت المرونة، سرعة انتشار الموجات، الصدع، الألومينا المسامية، أسود الميدان.