

MÉMOIRES DE THÈSES

LABORATOIRE DES HAUTES PRESSIONS

C. N. R. S. — F. 92 - Bellevue

EMPLOI DE LA MÉTHODE D'IMPULSIONS
 POUR LA MESURE DES CONSTANTES ÉLASTIQUES
 DES SOLIDES A HAUTE TEMPÉRATURE.
 APPLICATION AU SILICIUM MONOCRISTALLIN (*)

Par

M.-A. EZZ-EL-ARAB

La détermination des constantes élastiques des solides par la méthode d'impulsions nécessite la mesure des vitesses de propagation des impulsions élastiques dans le milieu à étudier. Ces impulsions sont obtenues à l'aide des transducteurs collés par un liant sur l'échantillon et

excités par des impulsions électriques. Dans la méthode dite « par transmission », on emploie deux transducteurs dont l'un est émetteur, et l'autre récepteur (fig. 1 (a)). On peut également travailler « par réflexion » avec un seul transducteur jouant le rôle d'émetteur-récepteur d'ultrasons (fig. 1 (b)).

Pour un milieu isotrope illimité, les vitesses de propagation, dites vitesses limites, sont données par :

$$\begin{aligned} \text{ondes longitudinales } (V_L)_{\text{limite}} &= \sqrt{\frac{\lambda + 2\mu}{\rho}} \\ \text{ondes transversales } (V_T)_{\text{limite}} &= \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \end{aligned}$$

λ et μ sont les constantes de Lamé du milieu, et ρ sa densité. Nous examinerons plus loin les corrections qui interviennent pour les milieux pratiques qui sont naturellement limités.

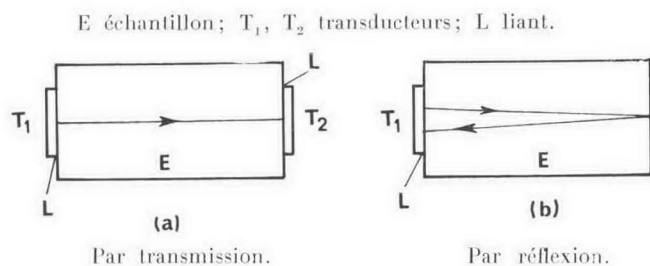


FIG. 1. — Principe de la méthode d'impulsions.

I. — Travaux à haute température

Quand on veut étendre l'emploi de la méthode d'impulsions sur un domaine important de température au-dessus de la température ambiante, on se heurte à la difficulté de trouver un liant convenable surtout pour les ondes transversales. En effet, pour la transmission efficace de ces ondes, il faut que le liant soit suffi-

samment rigide. Toutefois, si l'on suppose que l'adhérence du liant sur la surface à coller ne cède pas en premier lieu, un liant rigide favoriserait une rupture du joint par cisaillement de l'un ou de plusieurs de ses éléments : transducteur, liant, échantillon. Les contraintes de cisaillement qui entraînent finalement

(*) Une partie d'une thèse de Doctorat ès Sciences Physiques soutenue à la Faculté des Sciences de Paris, le 5 février 1969.

JUL 10 1973

la rupture deviennent, en effet, d'autant plus élevées que le liant est rigide, que le domaine de température est étendu et que les éléments constituant le joint ont des coefficients de dilatation thermique différents.

Au-delà de la température de Curie des transducteurs, on intercale un barreau connecteur entre l'échantillon chauffé et le transducteur pour pouvoir garder ce dernier dans une zone froide du four. Le problème d'assurer une bonne transmission des ultrasons à chaud reste posé, mais cette fois entre le connecteur et l'échantillon.

Pour pallier la difficulté d'obtenir un bon collage à haute température, certains auteurs ont utilisé des techniques qui sont seulement applicables aux échantillons disponibles en longueur importante (~ 200 mm). Bien que ces techniques soient surtout utilisables pour les solides polycristallins, il nous semble utile de les décrire rapidement. Nous considérerons ensuite, et en détail, les travaux qui ont apporté des solutions au problème essentiel de transmission des ultrasons à haute température à travers un liant.

I-A. Techniques applicables aux échantillons longs (~ 200 mm). — Kalugin et Mikhailov [1] ont utilisé des impulsions de 2,5 MHz de fréquence porteuse pour mesurer les constantes élastiques de quelques alliages polycristallins jusqu'à $1\ 000^\circ\text{C}$. L'échantillon, qui est de 20 mm de diamètre et de 160 mm de longueur, est chauffé dans sa partie médiane alors que les extré-

E : échantillon.
 T_1, T_2 : transducteurs.
 F : four.
 R : refroidissement.

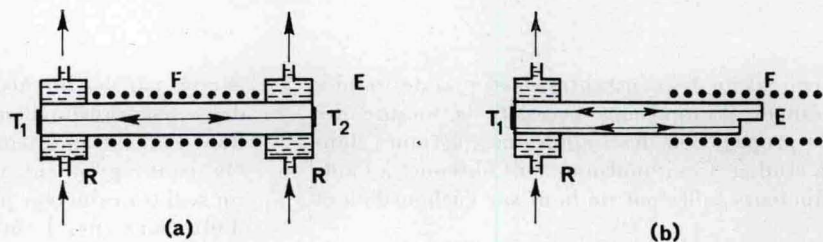


FIG. 2. — Techniques applicables aux échantillons longs.

mités portant les transducteurs sont refroidies (fig. 2 (a)). A partir des retards de propagation mesurés pour différentes répartitions de température, les auteurs ont calculé la vitesse à des températures rapprochées entre lesquelles la variation de la vitesse était supposée linéaire. La précision obtenue sur les constantes élastiques est estimée à 5 p. 100.

Frederick [2] a décrit une méthode dans laquelle on réduit la section de l'échantillon sur une petite longueur connue à partir d'une extrémité (fig. 2 (b)). On crée ainsi deux plans parallèles qui permettent d'obtenir par réflexion deux échos dont la différence de parcours est égale au double de la longueur de la partie de section réduite. Cette longueur, qui est généralement de quelques millimètres, peut être portée à une température uniforme. Mukhin et Konoplenko [3], ainsi que Levitt et Martin [4] ont employé cette méthode pour des aciers et alliages de titane jusqu'à $1\ 000^\circ\text{C}$. Plus récemment, Lowrie et Gonas [5] ont employé la même méthode pour étudier les constantes élastiques du tungstène jusqu'à $1\ 800^\circ\text{C}$ sur un échantillon de 300 mm de longueur et de 19 mm de diamètre. Comme la

température du parcours différentiel peut être rendue relativement uniforme, cette technique est susceptible d'une meilleure précision que la technique précédente. Dans l'une et l'autre de ces techniques, l'échantillon est de longueur importante et les fréquences des ultrasons sont relativement basses (de 1 à 5 MHz), afin d'éviter l'absorption excessive et la diffusion par les grains. De telles fréquences risquent de donner lieu à des réflexions latérales parasites.

I-B. Techniques applicables aux échantillons de toute longueur. — 1) **Contact momentané.** — Signalons l'existence d'une méthode décrite par Carnevale *et al.* [6], dans laquelle les barreaux connecteurs viennent en contact momentané avec l'échantillon chauffé pendant un temps très court, mais suffisant pour photographier les échos (fig. 3). De cette manière, le liant déposé aux extrémités des connecteurs n'est pas excessivement chauffé. Des huiles et graisses de silicone ont été utilisées pour transmettre les ondes longitudinales jusqu'à $1\ 400^\circ\text{C}$; un contact direct entre surfaces polies a permis de transmettre les ondes transversales jusqu'à la même température. Dans ce cas, les extrémités des connecteurs sont hémisphériques pour permettre d'obtenir une pression de contact élevée avec une force modérée.

Cette méthode a, néanmoins, l'inconvénient que les mesures des vitesses de propagation à partir des photos des échos ne peuvent pas être très précises (1 p. 100

d'après ces auteurs), en particulier pour les échantillons de faible épaisseur.

E : échantillon; T_1, T_2 : transducteurs;
 F : four; B_1, B_2 : barreaux connecteurs.

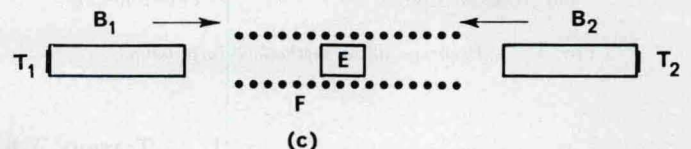


FIG. 3. — Technique du contact momentané.

2) **Contact prolongé.** — Examinons maintenant les travaux peu nombreux, et d'ailleurs relativement récents, dans lesquels la méthode d'impulsions telle qu'elle est conçue à la température ambiante a été étendue au domaine des hautes températures.

Lord [7] a utilisé un liant en fluide silicone (710 Dow Corning) pour transmettre les ondes longitudinales dans les échantillons de fer jusqu'à 400°C .