



HAL
open science

L'Hélium Solide Métastable en Sous-Pression

Fabien Souris

► **To cite this version:**

Fabien Souris. L'Hélium Solide Métastable en Sous-Pression. Autre [cond-mat.other]. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2013. Français. NNT: . tel-00942738

HAL Id: tel-00942738

<https://theses.hal.science/tel-00942738>

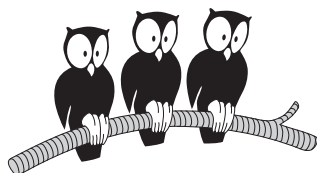
Submitted on 6 Feb 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Département de Physique de l'École Normale Supérieure
Laboratoire Kastler Brossel

ED 389 : La Physique de la Particule à la Matière Condensée



THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ PARIS VI
Spécialité : Physique de la Matière Condensée

présentée par

Fabien SOURIS

Pour obtenir le grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ PARIS 6

L'Hélium solide métastable en sous-pression

Soutenue le 17 Janvier 2013 devant le jury composé de :

M. Xavier LEYRONAS
M. Yuri MOUKHARSKY
M. Humphrey MARIS
M. Gérard VERMEULEN
M. Philippe JACQUIER
M. Jacques DUPONT-ROC

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Directeur
Membre Invité

Table des matières

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | Intérêts de l'hélium-4 solide métastable | 5 |
| 1.1 | Un supersolide potentiel | 5 |
| 1.1.1 | Propriétés quantiques de l'hélium-4 solide | 5 |
| 1.1.2 | Proposition initiale de la supersolidité | 6 |
| 1.1.3 | Recherches expérimentales de la supersolidité dans l'hélium-4 solide | 7 |
| 1.1.4 | Les lacunes dans l'hélium solide | 8 |
| 1.1.5 | Conclusions | 11 |
| 1.2 | Un solide cristallin métastable par rapport à la fusion | 12 |
| 1.2.1 | Méthodes de production d'états métastables | 12 |
| 1.2.2 | Limites de stabilités d'un solide cristallin | 13 |
| 1.2.3 | Conclusions | 17 |
| 1.3 | Objectif de la thèse | 17 |
| 2 | Montage cryogénique et préparation des monocristaux | 19 |
| 2.1 | Montage cryogénique | 19 |
| 2.1.1 | Cryostat optique | 19 |
| 2.1.2 | Cellule expérimentale | 20 |
| 2.1.3 | Thermométrie | 23 |
| 2.1.4 | Mesures de pression | 23 |
| 2.1.5 | Nucléateur de germes cristallins | 25 |
| 2.2 | Orientation et préparation des monocristaux | 26 |
| 2.2.1 | Nucléation et contrôle de l'orientation cristalline | 26 |
| 2.2.2 | Croissance et refroidissement des monocristaux | 29 |
| 3 | Onde ultrasonore focalisée dans l'hélium solide hcp | 33 |
| 3.1 | Introduction | 33 |
| 3.2 | Géométrie pour un milieu solide anisotrope | 34 |
| 3.3 | Simulations numérique de la propagation sonore | 38 |
| 3.3.1 | Équations élastiques en coordonnées cylindriques | 38 |
| 3.3.2 | Résolution du problème par différences finies | 39 |
| 3.3.3 | Résultats de la simulation | 43 |
| 3.4 | Réalisation de l'émetteur sonore adapté à l'hélium-4 hcp | 48 |
| 3.4.1 | Fabrication de la céramique piézoélectrique | 48 |
| 3.4.2 | Contrôle du profil interne | 51 |
| 3.4.3 | Caractérisation électrique | 52 |

| | | |
|----------|---|------------|
| 3.5 | L'émetteur acoustique dans la cellule | 55 |
| 3.5.1 | Fixation et alimentation électrique | 55 |
| 3.5.2 | Caractérisation électrique à basse température | 56 |
| 3.5.3 | Excitation électrique à haute tension | 57 |
| 3.5.4 | Dissipation thermique de l'émetteur | 58 |
| 4 | Mesure interférométrique des variations de densités | 63 |
| 4.1 | Introduction | 63 |
| 4.2 | Montage expérimental | 64 |
| 4.2.1 | Interféromètre de Jamin | 64 |
| 4.2.2 | Caractéristiques de l'éclairage et du système d'imagerie | 67 |
| 4.2.3 | Lame de phase | 70 |
| 4.2.4 | Synchronisation des appareils et acquisition des données | 71 |
| 4.3 | Extraction des cartes de variations de phase | 73 |
| 4.3.1 | Extraction des variations de phase brutes | 74 |
| 4.3.2 | Déroulement de la phase et soustraction de la phase initiale | 75 |
| 4.3.3 | Bruit de la mesure | 77 |
| 4.4 | Profil radial des variations de pression | 79 |
| 4.4.1 | Conditions de l'inversion d'Abel | 80 |
| 4.4.2 | Calcul de la pression | 81 |
| 4.5 | Comparaisons quantitatives | 82 |
| 4.5.1 | Confrontation à un hydrophone à fibre | 82 |
| 4.5.2 | Comparaison à une simulation dans l'hélium superfluide | 85 |
| 5 | Observation d'hélium-4 hcp métastable, limite de stabilité | 89 |
| 5.1 | Exploration du domaine métastable de l'hélium solide | 89 |
| 5.1.1 | Procédure expérimentale | 89 |
| 5.1.2 | Observation d'un état métastable | 90 |
| 5.1.3 | Expérience à un émetteur acoustique | 92 |
| 5.1.4 | Modèle de la saturation de l'amplitude de pression | 96 |
| 5.1.5 | Expérience à deux émetteurs symétriques | 100 |
| 5.2 | Instabilité du cristal d'hélium-4 | 102 |
| 5.2.1 | Description du phénomène | 102 |
| 5.2.2 | Pression limite de stabilité du cristal | 104 |
| 5.2.3 | Localisation des défauts | 106 |
| 5.2.4 | Discussions sur l'origine de l'instabilité | 108 |
| | Conclusion | 111 |
| | Bibliographie | 121 |
| | A Algorithme de déroulement de la phase | 123 |
| | B Calcul de la transformée d'Abel inverse | 127 |

Chapitre 1

Intérêts de l'hélium-4 solide métastable

1.1 Un supersolide potentiel

1.1.1 Propriétés quantiques de l'hélium-4 solide

L'hélium solide est souvent donné comme exemple d'un solide quantique. Le nature quantique d'un solide peut être évaluée en utilisant le paramètre de de Boer Λ [1]. Étant donné un potentiel d'interaction entre atomes de type Lennard-Jones $V(r) = 4\epsilon [(\sigma/r)^{12} - (\sigma/r)^6]$, Λ est défini par :

$$\Lambda^2 = \left(\frac{\hbar^2}{m\sigma^2} \right) \frac{1}{\epsilon} \quad (1.1)$$

Il compare l'énergie cinétique de localisation sur une taille de l'ordre du rayon de cœur dur avec la profondeur ϵ du puits de potentiel. Dans le cas de l'hélium-4, le paramètre vaut $\Lambda = 2.7$, suivi de l'hydrogène moléculaire pour lequel le paramètre ne vaut plus que $\Lambda = 1.73$. Si on laisse de côté les gaz quantiques préparés par refroidissement laser (alcalins, $\text{H}\uparrow$, ...), qui sont en fait métastables, l'hélium est donc l'élément ayant le caractère quantique le plus prononcé.

Une manifestation de ce caractère quantique de l'hélium se retrouve dans son diagramme de phase. Comme le montre la figure 1.1, l'hélium ne se solidifie pas sous sa pression de vapeur saturante, même à température nulle. La mobilité relative des atomes du fait de l'énergie cinétique de point zéro empêche la localisation des atomes sur le réseau cristallin. Une augmentation de pression jusqu'à 25 bar permet de solidifier l'hélium, qui cristallise principalement sous sa forme hcp à partir de la phase liquide (superfluide). L'effet marginal de la température par rapport au mouvement de point zéro se manifeste par le fait que la courbe de fusion de l'hélium est ainsi quasi horizontale dans le diagramme P, T.

Dans la phase solide, l'amplitude u de la vibration de point zéro se compare à la distance interatomique a la plus faible en utilisant le rapport de

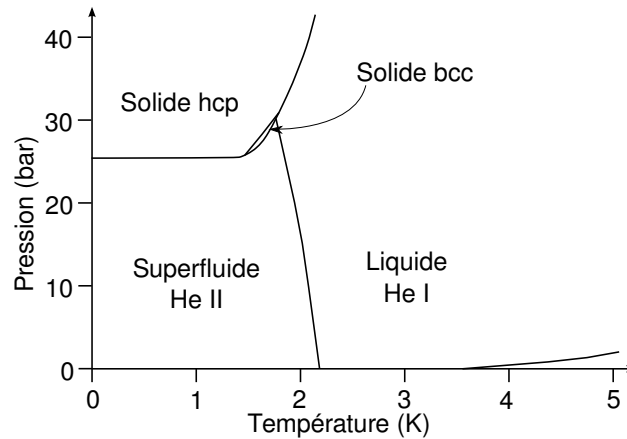


Figure 1.1. Diagramme de phase de l'hélium à basse température. L'hélium possède une nature quantique dont une manifestation est sa courbe de fusion horizontale et son absence de phase solide à pression de vapeur. Il faut appliquer ~ 25 bar de pression pour le faire cristalliser.

Lindemann $\gamma = \sqrt{\langle u^2 \rangle} / a$ [2]. Pour la plupart des solides, ce rapport est de l'ordre de 0.1. Pour l'hélium solide à basse densité et $T \sim 0.7$ K, γ a été mesuré expérimentalement par diffraction de rayons X [3]. À nouveau la valeur trouvée $\gamma = 0.26$ est bien supérieure aux valeurs obtenues pour des solides dits « classiques ». Ces remarquables propriétés de mobilité des atomes dans l'hélium solide, ainsi que sa coexistence avec une phase superfluide, font que l'hélium solide a été considéré comme un candidat possible pour l'apparition d'un nouvel état de la matière : un solide aux propriétés superfluides.

1.1.2 Proposition initiale de la supersolidité

L'idée d'un solide aux propriétés superfluides est discutée par Thouless [4] au début de l'année 1969 au détour d'un article consacré aux fluides quantiques. Andreev et Lifshitz [5] élaborent le concept dans un article détaillé publié en 1969, puis Chester (en collaboration avec Reatto) [6] développe la même idée indépendamment dans un article soumis pour publication quelques mois plus tard, mais qui paraîtra seulement en 1970. Dans ces articles, les auteurs montrent que l'on peut imaginer un solide, c'est à dire un ensemble d'atomes possédant une périodicité et un module élastique de cisaillement, mais dont une fraction posséderait également des propriétés de superfluidité.

Dans ces scénarios, que nous désignerons dans la suite par « scénario ALC », les lacunes atomiques jouent un rôle important. Si dans un cristal parfait, on retire un atome d'un site de son réseau cristallin, on fabrique une lacune. La formation d'une lacune nécessite d'apporter une certaine énergie E_0 . Une fois créée, la lacune peut échanger sa place avec un atome voisin et cela même à température nulle. En effet, compte-tenu de l'énergie de point zéro des atomes, l'échange peut se faire par effet tunnel. Par effets tunnels successifs avec ses voisins, la lacune se délocalise dans tout le cristal et abaisse

ainsi son énergie de Δ , l'énergie d'activation « physique » correspondante est $E_v = E_0 - \Delta$. Si cet abaissement Δ est suffisant pour compenser l'énergie E_0 d'une lacune localisée de sorte que $E_v < 0$, alors la création de lacunes délocalisées abaisse l'énergie du cristal par rapport à celle du cristal parfait. Le solide à température nulle contient alors une densité non nulle de lacunes.

Il est alors important de savoir quelles sont les interactions entre les lacunes. Si l'interaction entre lacunes est attractive, on peut avoir la formation d'état liés de dilacunes, et la situation devient compliquée. En revanche si le potentiel d'interaction est répulsif, ce que suggère Thouless, un « gaz » en équilibre se forme. La statistique à laquelle obéit ce gaz de lacunes est déterminée par la statistique des atomes qui composent le cristal. L'intérêt du scénario réside dans le cas d'une statistique bosonique, puisque les lacunes délocalisées sont alors susceptibles de former un condensat de Bose-Einstein et d'acquies un comportement superfluide.

Le déplacement superfluide des lacunes dans le cristal peut se voir d'un autre point de vue comme un déplacement superfluide d'une partie du solide. Ce « supersolide » posséderait à la fois l'ordre cristallin et la résistance au cisaillement d'un solide classique, ainsi que des propriétés de transport superfluide.

1.1.3 Recherches expérimentales de la supersolidité dans l'hélium-4 solide

Différentes équipes ont tenté de détecter un état supersolide dans l'hélium-4 solide. Les premières expériences, par Andreev, Suzuki et Tsymbalenko [7–9], sont basées sur des techniques directes cherchant à déplacer des objets immergés dans le cristal. D'autres mesures, ont tenté de détecter la phase supersolide à travers des écoulements de masse [10], ou à bien à l'aide d'oscillateurs de torsion [11]. Leggett avait en effet proposé dès 1970 [12] de rechercher une anomalie dans l'inertie de rotation de l'hélium solide, similaire à celle observée 24 ans plus tôt dans l'hélium superfluide. La vitesse du condensat est en effet irrotationnelle et le condensat ne peut pas suivre la rotation du solide. Une revue détaillée de ces expériences est faite par Meisel en 1992 [13]. Aucune d'elles n'a été en mesure d'identifier une phase supersolide dans l'hélium solide.

L'expérience en 2004 de Kim et Chan [14, 15] a ranimé le sujet en découvrant finalement une anomalie de rotation dans l'hélium solide interprétée comme l'apparition d'un état supersolide. L'effet mesurable est une diminution de la période de leur oscillateur de torsion sous une température ~ 200 mK. Suite à cette expérience d'autres propriétés du cristal ont été mesurées (capacité calorifique, constante diélectrique, courbe de fusion, . . . , qui sont discutées dans la revue [16]) afin de rechercher une autre signature de la supersolidité.

En 2007, Day et Beamish [17] montrent qu'une variation du module de cisaillement existe dans l'hélium solide, à une température similaire à celle

de l'anomalie de rotation. Des mesures plus récentes [18] ont mesuré une réduction du module de cisaillement allant jusqu'à 86 % de sa valeur initiale. L'explication de cette rigidification fait intervenir les dislocations du cristal et les impuretés d'hélium-3. Les lignes de dislocations peuvent être vues comme des lignes mobiles. À basse température les atomes d'hélium 3 sont piégés sur ces lignes avec une énergie de liaison de l'ordre de 0.73 K [19] et empêche leur déplacement, ce qui provoque une rigidification du cristal. À plus haute température, les atomes d'hélium 3 activés thermiquement se détachent et le solide voit son module de cisaillement diminuer. L'origine de l'anomalie élastique est donc liée à la présence de défauts cristallins (dislocations) dans le cristal. Savoir si les anomalies de l'élasticité permettent de rendre compte de l'ensemble des expériences récentes sur la supersolidité, ou si un transport superfluide lié aux défauts du cristal doit aussi être invoqué, reste encore discuté [20–22].

En attendant des conclusions plus définitives, on peut dire que les mécanismes invoqués aujourd'hui pour expliquer les résultats expérimentaux sont éloignés du scénario d'ALC pour la supersolidité. Il y a plutôt un consensus sur le fait que la phase supersolide proposée dans le scénario d'ALC n'est pas présente dans l'hélium solide. Un paramètre crucial pour la réalisation de ce scénario est l'énergie d'activation des lacunes que de nombreux travaux ont cherché à préciser.

1.1.4 Les lacunes dans l'hélium solide

Le scénario d'ALC repose sur l'existence de lacunes de point zéro dans le cristal à température nulle. A température finie, même si l'énergie de bas de bande des lacunes est positive, le solide contient un certain nombre de lacunes activées thermiquement. Leur densité varie avec la température T comme $s(T)\exp(-E_v/k_B T)$, où $s(T)$ est une contribution entropique dépendant de la forme de la densité d'état des lacunes [23]. La valeur de E_v est donc cruciale. De nombreuses expériences ont cherché à la mesurer pour l'hélium solide, et des simulations ont cherché à la calculer. Si au contraire, il y avait des lacunes de point zéro, il a été montré [24] que l'on doit s'attendre à une augmentation thermique de la densité de lacunes en T^4 .

1.1.4.1 Mesures expérimentales de l'énergie d'activation

Le premier type de méthode consiste à mesurer directement la densité de lacunes d'un cristal en mesurant le paramètre de maille a par diffraction de neutrons ou de rayons X sur le solide. Les résultats des expériences réalisées par Fraass *et al.* [25] entre 0.8 et 1.4 K et par Blackburn *et al.* [26] entre 0.14 et 0.8 K sont montrées sur la figure 1.2. Les deux expériences sont réalisées à des volumes molaires de l'ordre de 21 cm³. Anderson [24] avait suggéré que les données de Fraas pouvaient également s'interpréter en terme de lacunes de point zéro, et avait prédit une variation en T^4 qui ne s'accorde pas avec

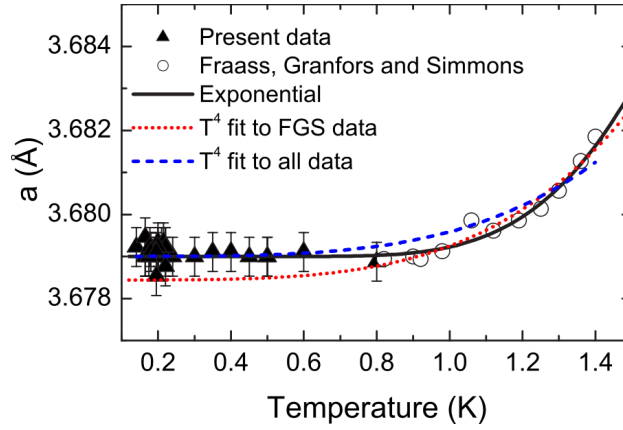


Figure 1.2. La figure et la légende sont extraites de l'article de Blackburn [26] et les références citées sont celles de l'article original :

The temperature dependence of the a lattice parameter as measured here (closed points) and as calculated from Fig. 2 of Ref. 22 (open points), assuming that the temperature-independent part of a is the same for both data sets. The lines are based on the different models for vacancy concentration : the solid line is the exponential from the thermal activation model, with an activation energy of 8.6 K ; the broken lines are fits to the model proposed in Ref. 21 – a T^4 dependence. The dotted line is a fit to the data from Ref. 22 only and the dashed line includes the data measured in this paper.

les expériences de Blackburn. L'ajustement exponentiel visible sur la figure 1.2 permet de déduire une énergie d'activation de 8.7 K.

Un deuxième type de méthode utilise la variation avec la température de la capacité calorifique ou de la pression qui contiennent une contribution des lacunes. On peut trouver une revue de l'ensemble des mesures dans la référence [23]. Comme le montre la figure 1.3, pour un volume molaire proche de 21 cm^3 , les valeurs de E_v vont de 7 à 15 K. En fait, ces valeurs dépendent cru-

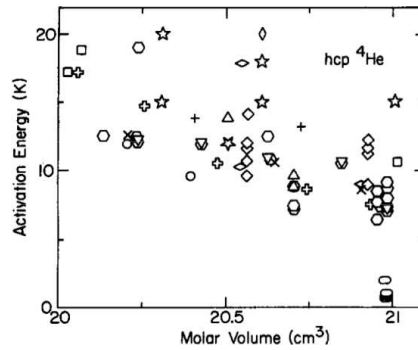


Figure 1.3. La figure et la légende sont extraites de la référence [23] et les références citées sont celles de l'article original :

As the kind of experiments on solid heliums have multiplied, the diversity of results for apparent activation energies has increased. This figure is taken from [31-48] and cited in specific detail in [48]. It illustrates the very wide variety of deductions which have been made from experiments which may individually have high sensitivity but at the same time requires an indirect path for the deduction of thermal defects properties. Values from localized vacancy model-fitting to direct X-ray data are shown as "x" symbols.

cialement du modèle de lacune utilisé pour analyser les mesures. Par exemple,

Grigoriev [27] a réanalysé l'ensemble des données sur l'hélium-4 et l'hélium-3 hcp en utilisant le modèle d'Hetherington [28, 29] pour les lacunes. Il en tire pour l'énergie des lacunes de l'hélium-4 le modèle suivant :

$$E_v = 5.4 \left(\frac{20.97}{V_m} \right)^{4.013} \quad (1.2)$$

où E_v est en K et V_m en cm^3 , donnant des valeurs inférieures à celles citées précédemment. Malgré ces incertitudes, on s'accorde sur le fait que E_v est non nulle : les lacunes sont excitées thermiquement et disparaissent à température nulle.

La dépendance de E_v avec le volume molaire V_m a été également étudiée expérimentalement par Fraas en utilisant ses données de diffraction de rayons X et des données sur la mobilité d'ions dans l'hélium-4 sur un large domaine allant de 17 à 21 cm^3/mol . La figure 1.3 montre clairement une nette diminution de l'énergie d'activation des lacunes lorsque le volume molaire V_m augmente. La fusion du cristal à $V_m = 20.97 \text{ cm}^3$ limite cette diminution aux valeurs citées précédemment. L'hélium solide proche de la fusion ne semble pas ainsi remplir les conditions pour l'apparition de la supersolidité du scénario d'ALC [13].

1.1.4.2 Simulations numériques

En parallèle à ces mesures expérimentales, des simulations numériques ont cherché à prédire le comportement quantique de l'hélium. Une grande partie des techniques utilisées sont exposées et commentées dans la revue sur la supersolidité de Galli [30]. Parmi les quantités physiques calculées figure l'énergie d'activation E_v des lacunes et leur énergie de liaison mutuelle. Le tableau 1.1 récapitule les résultats principaux obtenus par différents groupes selon différentes techniques.

Énergie d'activation L'ensemble des valeurs de E_v calculées numériquement sont, malgré quelques différences, cohérentes entre elles compte-tenu de la diversité des techniques employées. Dans sa revue Galli [30] attribue les différences entre ses valeurs [31, 32] et celle de Clark et Boninsegni [33, 34] aux fonctions utilisées pour décrire le potentiel d'interaction. On notera la valeur trouvée par Cazorla *et al.* [35] de 6 K, en contraste avec toutes les autres valeurs supérieures à 10 K. Ces valeurs sont dans les mêmes ordres de grandeurs que les mesures expérimentales.

Énergie de liaison des lacunes S'il existe un certain consensus sur la valeur de l'énergie d'activation, la question de l'interaction entre les lacunes est toujours débattue. Dans leur article de 2006, Boninsegni *et al.* [34] présentent une étude du comportement de trois lacunes atomiques formant un état lié, dont l'énergie d'interaction n'est pas calculée. Une énergie de liaison E_b entre deux lacunes de 1.4 K est calculée plus tard par Pollet *et al.* [40]. Ils déduisent

| Auteur | Année | Réf. | Méthode | E_v (K) | E_b (K) | cluster | V_m (cm ³) |
|------------|-------|------|---------|-----------------|---------------------|-------------|-----------------------------|
| Lutsyshyn | 2010 | [36] | DMC | \emptyset | $< 4 \cdot 10^{-3}$ | quadruplet | 20.98 |
| Lutsyshyn | 2009 | [37] | DMC | \emptyset | 1.6 | paire | 20.76 |
| Pessoa | 2009 | [38] | SWF | 6.20 ± 0.01 | 1.51 | paire | 20.48 |
| | | | | | 1.21 | triplet | |
| Cazorla | 2009 | [35] | DMC | 17.7 ± 1.6 | \emptyset | \emptyset | 21.17 |
| Rossi | 2008 | [39] | SWF | \emptyset | \emptyset | \emptyset | 20.55 |
| Pollet | 2008 | [40] | PIMC | 15 | 1.4 ± 0.5 | paire | 20.62 |
| Clark | 2008 | [33] | PIMC | 11.5 ± 1.1 | 0.75 | paire | 21.04 |
| Boninsegni | 2006 | [34] | PIMC | 13 ± 0.5 | ~ 1 | paire | 20.98 |

Tableau 1.1. Récapitulatif des résultats des principales simulations numériques modélisant les lacunes dans l'hélium solide. L'ensemble des simulations référencées concernent l'hélium solide hcp proche de la pression de fusion. Les spécificités des méthodes DMC (Diffusion Monte-Carlo), SWF (Shadow Wave Function) et PIMC (Path Integral Monte Carlo) sont détaillées par Galli dans la revue [30]. On récapitule les énergies d'activation E_v et les énergies de liaisons E_b en fonction de la taille de l'agrégat lacunaire. Les champs vides correspondent à des données non calculées ou non fournies par les auteurs.

qu'une séparation de phase doit se produire et mener à la formation d'une phase solide parfaite et d'une phase riche en lacune. L'idée de séparation de phase est également évoquée dans la revue sur la supersolidité de Prokof'ev [41]. D'autres simulations [33, 35, 37, 38] ont calculé l'énergie d'interaction entre les lacunes du cristal. Elles trouvent également une énergie de liaison entre 2 lacunes atomiques de l'ordre de 1 K (*cf.* tableau 1.1 pour des résultats détaillés), ce qui implique la formation de « dilacunes » à basse température. En revanche, l'idée d'une séparation en une phase riche et une phase pauvre en lacunes n'est pas unanime, avec pour argument que l'énergie de liaison dépend du nombre de lacunes. Ainsi, Lutsyshyn [36] estime à 4 mK l'énergie de liaison de quadruplet et commente que l'étude numérique d'une séparation de phase dépasse le potentiel de calcul actuel. Pessoa [38] trouve 1.21 K pour l'énergie de liaison d'un triplet.

Une forte concentration de lacunes finit par déstabiliser le solide qui perd son organisation. Clark trouve une limite de stabilité du solide pour une concentration de 2 % de lacunes [33], concentration pour laquelle Lutsyshyn [36] trouve le cristal stable.

1.1.5 Conclusions

Au terme de cette revue, il apparaît que l'hélium-4 solide est le meilleur candidat pour l'application du scénario d'ALC de la supersolidité. Mais celle-ci n'a pas été trouvée expérimentalement malgré de nombreuses recherches. De plus, les mesures de l'énergie d'activation des lacunes expliquent ce résultat négatif par une valeur importante de E_v . Néanmoins, il apparaît aussi que l'énergie E_v décroît fortement lorsqu'on augmente le volume molaire V_m . S'il était donc possible d'accroître V_m au-delà du volume molaire de fusion V_{mf} en conservant la phase solide, on pourrait espérer se rapprocher d'une

situation où E_v est assez faible pour autoriser le scénario d'ALC. La formule 1.2 ne semble pas autoriser le fait d'avoir $E_v \leq 0$. Toutefois, on peut penser que l'extrapolation de cette formule jusqu'à l'infini n'est pas justifiée, et qu'au-delà d'un certain volume, on pourrait trouver une dépendance plus favorable. Nous allons donc nous intéresser à la possibilité d'observer un solide cristallin dans un état métastable avec $V_m > V_{mf}$ par rapport à fusion, sur le cas particulier de l'hélium-4 solide.

1.2 Un solide cristallin métastable par rapport à la fusion

Dans la première partie, nous nous intéressons aux techniques déjà employées pour étudier les phases liquides et solides métastables pour savoir quelle technique est la mieux adaptée à l'hélium solide. La seconde partie se concentre sur l'étude des différents critères donnant les limites de stabilité d'une phase solide, et on déterminera lesquels sont pertinents pour l'hélium solide. Nous montrerons que l'hélium constitue un modèle intéressant pour l'étude des solides métastables.

1.2.1 Méthodes de production d'états métastables

Les solides surchauffés Un solide peut être porté dans un état métastable par rapport à la fusion si le phénomène de fusion de surface du cristal est évité. Pour un solide classique, le rapport de Lindemann γ définissant le degré de mobilité des atomes est de l'ordre de 0.1 dans la masse du solide (*cf.* partie 1.1.1). Au niveau de la surface, ce rapport est de l'ordre de 0.2–0.3 à cause de la liaison plus faible. Si aucune précaution n'est prise lors de la production de l'état métastable, on comprend qualitativement que le phénomène de fusion s'initie en surface et se propage à l'ensemble du solide [42, 43], sans avoir à nucléer la phase liquide.

Pour éviter la fusion de surface, une solution est d'inclure l'échantillon dans une matrice cristalline plus liante pour le matériau considéré que le matériau lui-même [44], ou bien d'échauffer le cristal directement dans sa masse loin de toute interface ; on trouve une revue récente dans [45]. L'échauffement soudain du solide avec des laser sub-picoseconde [46, 47] a ainsi permis de produire de tels états métastables, que l'on qualifie d'états surchauffés. L'échauffement soudain peut également être produit en utilisant une onde de choc qui produit une élévation de température locale du solide lors des phases de compression [48].

Les états solides métastables étudiés jusqu'ici sont ainsi pour la plupart des états surchauffés. En effet, dans les solides classiques, la pression influe peu sur la température de fusion [49]. Au contraire, dans l'hélium solide à basse température, nous avons vu que la température ne change pratiquement pas la pression de fusion. La pression est le paramètre de contrôle utile pour franchir la ligne de fusion et produire un état métastable de l'hélium solide.

Les liquides métastables Le passage de l'état liquide à l'état gazeux est, comme le passage de l'état solide à l'état liquide, une transition de phase du premier ordre qui permet l'observation d'états métastables vis à vis du changement de phase. Les phases liquides métastables ont été étudiées dans de nombreuses expériences [50], l'eau liquide a par exemple été refroidie jusqu'à -40 °C, ou bien dépressurisée à -1400 bar en la piégeant dans des cavités.

En 1989 Nissen *et al.* [51] ont proposé une technique expérimentale permettant d'obtenir un état métastable dépressurisé d'hélium 4 liquide sous la pression de vaporisation. En utilisant une onde ultrasonore focalisée de 1 MHz produite par un émetteur piézoélectrique hémisphérique de diamètre 16 mm, il peuvent soumettre localement le liquide à des tensions de plusieurs bar au niveau du foyer de l'onde acoustique. L'utilisation d'une onde sonore focalisée permet de limiter le risque de nucléation hétérogène de la phase gazeuse de deux manières : tout d'abord le volume détendu est faible ce qui diminue la probabilité de nucléation de la phase gazeuse sur des impuretés ; de plus le volume étudié est éloigné de toute paroi. Ce risque de nucléation hétérogène est ici d'autant plus diminué que l'hélium liquide peut être obtenu avec une grande pureté puisque les tous les autres éléments sont solidifiés à basse température. Le dispositif a ainsi permis d'étudier la cavitation homogène dans l'hélium-4 et l'hélium-3 liquide et d'atteindre des régimes de nucléation quantique ; on trouvera dans la référence [52] une revue sur la nucléation dans les liquides quantiques.

Ainsi la technique ultrasonore fournit un moyen permettant d'abaisser la pression de fusion d'une phase homogène loin des interfaces. Nous verrons comment l'adapter au cas du solide.

1.2.2 Limites de stabilités d'un solide cristallin

Un solide ne peut pas être porté arbitrairement loin dans le domaine métastable, il se déstabilise au-delà d'une certaine limite. Nous nous intéressons aux différents modèles proposés pour expliquer la fusion d'un cristal en l'absence de surfaces libres, et qui détermine les limites de métastabilité pour la phase solide.

1.2.2.1 Modèles de « divergences »

Le premier modèle permettant de définir la limite de stabilité d'un solide est attribué à Lindemann en 1910 [2], dans lequel la vibration des atomes est utilisée pour prédire l'instabilité. Ce critère d'instabilité plutôt phénoménologique, est défini comme le seuil où le rapport γ dépasse une certaine valeur dépendant de la structure cristalline. Ce modèle bien qu'utile pour sa simplicité n'est pas adapté pour décrire le comportement de l'hélium solide qui ne répond pas au critère de Lindemann des solides classiques.

Le modèle proposé par Born [53] en 1939 se base sur l'annulation des constantes élastiques de cisaillement du solide. Ainsi, il distingue l'annulation de $c_{11} + 2c_{12}$ et $c_{11} - c_{12}$ qu'il considère respectivement comme la « subli-

mation » et le passage à un « gel », de l'annulation de c_{44} qu'il interprète comme la fusion du solide. Le critère de Born a été élargi aux cas des solides soumis à une pression P [54, 55], auquel cas la limite de fusion est donnée par l'annulation de $c_{44} - P$. Le problème de ce critère est qu'il conduit plutôt à des transitions du second ordre et qu'expérimentalement l'annulation des constantes élastiques ne se vérifie pas. Selon Boyer [56] Born aurait finalement abandonner ce modèle. Boyer [56] met en avant un concept antérieur de Herzfeld et Goppert-Mayer concernant la divergence de la compressibilité isotherme (ou le coefficient de dilatation thermique) avant la fusion. Il tente de prendre en compte le caractère discontinu du changement de phase, qui manque dans les modèles précédents. Ces modèles dits « à une phase », puisqu'ils ne se basent que sur la connaissance de la phase solide, ne parviennent pas à prédire de manière satisfaisante les propriétés du changement de phase comme la chaleur latente de fusion.

D'autres modèles d'instabilité, se basent sur la différence d'entropie, d'enthalpie ou de volume existant entre le solide et le liquide (consulter la revue [45] et les références contenues). La « catastrophe » entropique arrive lorsque l'entropie du solide surchauffé devient supérieure à celle du liquide. De même si l'enthalpie d'un solide est égale à celle du liquide alors la fusion ne nécessite plus de chauffage à pression constante et le solide fond. Enfin un solide est également supposé être instable si sa densité est plus faible que celle du liquide à la même pression et température. Ces seuils d'instabilités ne sont pas observables, car ils interviennent après le seuil de nucléation d'une bulle liquide, ce qui est décrit dans la partie suivante.

1.2.2.2 Modèles de nucléation à partir d'une phase métastable

Une phase solide à une température T supérieure à sa température de fusion T_f est dans un état métastable. Son énergie libre de Gibbs est supérieure à celle de la phase liquide. Pour former un nucléus (supposé sphérique) de liquide de rayon r dans le solide, il faut apporter une énergie supplémentaire ΔE définie par Mei, Lu et Li [45, 57] comme :

$$\Delta E = \frac{4}{3}\pi r^3(\Delta G + \Delta W) + 4\pi r^2\alpha_{sl} \quad (1.3)$$

Le terme $\Delta G = G_l - G_s$ représente la différence d'énergie de Gibbs par unité de volume entre la phase liquide et la phase solide. À ce terme négatif, car $G_l < G_s$, s'ajoute l'énergie élastique par unité de volume ΔW du solide déformé par l'expansion du liquide. Cette énergie dépend du module de cisaillement μ du solide et de sa compressibilité K . Enfin α_{sl} est l'énergie de l'interface liquide/solide par unité de surface. Ce modèle est dit « de paroi mince » car l'épaisseur de l'interface est supposée faible devant le rayon r du nucléus. L'allure de l'énergie ΔE en fonction du rayon r est représentée sur la figure 1.4. Une bulle de liquide capable de grandir doit avoir un rayon r supérieur au rayon critique r_b et franchir la barrière énergétique E_b . La hauteur de cette barrière dépend du degré de métastabilité atteint. Plus

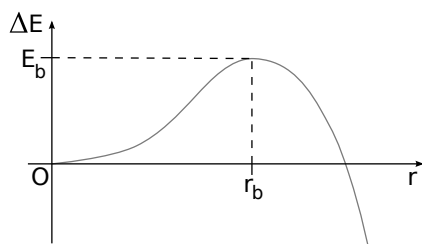


Figure 1.4. L'énergie ΔE à fournir pour nucléer une bulle sphérique de liquide de rayon r dans le solide, forme une barrière énergétique. Les bulles naissent sur les fluctuations thermiques de densité du solide. Pour pouvoir croître elles doivent avoir un rayon $r > r_b$, la barrière énergétique à franchir pour cela a une hauteur E_b .

l'écart de T à la température de fusion T_f est grand, plus les valeurs de r_b et E_b diminuent. La nucléation de la phase liquide se fait sur les fluctuations thermiques de densité avec une probabilité par unité de volume et de temps telle que :

$$\Gamma = \Gamma_0 \exp(-E_b/k_B T) \quad (1.4)$$

où Γ_0 est le « préfacteur » dépendant du solide considéré. Si l'on augmente continuellement la température T au-dessus de T_f , à une certaine température T_n , l'abaissement de E_b est tel que la probabilité de nucléer devient trop importante. Cette température T_n est la limite de stabilité du cristal. Le modèle peut être raffiné en prenant en compte la variation de l'énergie surfacique de l'interface α_{sl} avec le rayon r , ce qui a été fait par Bai et Li [58].

En utilisant un modèle du même type Maris a pu estimer les limites de stabilité de l'hélium solide [59]. À la différence du modèle de nucléation précédent, le paramètre de contrôle de la métastabilité n'est plus la température mais la pression P . L'énergie ΔE est calculée en prenant une valeur de α_{ls} constante, et développe une extrapolation de l'équation d'état du solide pour calculer ses propriétés dans le domaine métastable. En calculant l'évolution de E_b en fonction de P (figure 1.5), on détermine la pression P_n pour laquelle la probabilité de nucléer devient sensible. La valeur trouvée pour l'hélium solide est de l'ordre de $P_n = -10$ bar absolus. La conséquence du terme d'énergie élastique est que pour une pression supérieure à 3.31 bar la barrière E_b est infinie et ainsi toute nucléation est impossible. Ces résultats sont discutés par l'auteur qui commente les limitations que pourrait posséder ce modèle.

1.2.2.3 Instabilités associées aux défauts cristallins

Les surfaces sont des zones favorisant la fusion, car le rapport de Lindemann γ y est grand. Dans la masse du cristal, certains défauts du réseau peuvent jouer le rôle de surfaces et favoriser l'apparition de fusion du fait qu'ils désorganisent localement le solide. Bien que les joints de grains de l'hélium ne soient pas mouillés par le liquide à la température de fusion [60], il est possible que ceux-ci facilitent l'apparition d'un nucléus de liquide. Fan et Gong [61] ont étudié la taille caractéristique d'un nucléus apparaissant sur

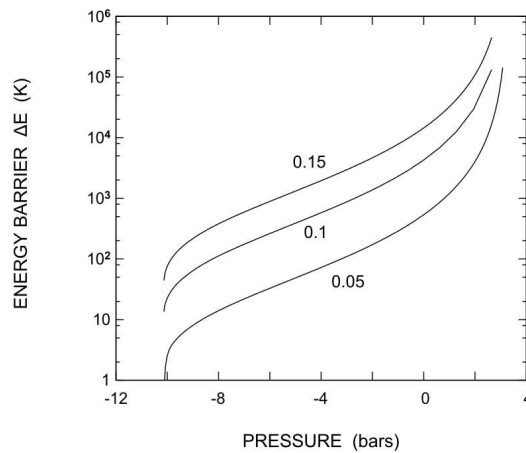


Figure 1.5. La figure et la légende sont extraits de l'article [59] :

The energy barrier for nucleation of the liquid from the solid as a function of pressure. The different curves are labeled by the liquid-solid surface energy $\alpha_{l,s}$ in units of erg cm^{-2} .

un joint de grain dans le cas de l'aluminium surchauffé.

Des simulations également réalisées pour l'aluminium surchauffé [62], montrent que l'agrégation d'un faible nombre de paires lacunes/interstitiels forme des sites de nucléation privilégiés pour la phase liquide. La phase liquide nucléée se propage ensuite de manière irréversible. Si l'énergie d'activation des lacunes de l'hélium hcp est suffisamment réduite dans le domaine métastable, la création de tels sites pourrait réduire la barrière de nucléation.

Pour l'hélium hcp, Pollet *et al.* [40] ont défini une limite de stabilité en considérant un modèle mettant en jeu ces paires lacunes/interstitiel. Le potentiel chimique nécessaire pour doper le solide en lacunes et en atomes interstitiels est calculé numériquement en fonction de la densité du solide. Une extrapolation à plus faible densité permet de déterminer la densité n_c à laquelle le gap se referme (figure 1.6). Ainsi à n_c , la création de paires lacunes/interstitiels a un coût énergétique nul et le solide doit être instable. La valeur trouvée est $n_c \simeq 0.025 \text{ \AA}$, soit 25 bar^1 selon l'extrapolation faite par les auteurs supposant la compressibilité constante.

Plusieurs études théoriques [63–65] ont cherché à décrire la limite de stabilité d'un solide comme une prolifération de lignes de dislocations. La prédiction de ce modèle est que le module de cisaillement devrait s'annuler comme une puissance 1/2 de l'écart à la température de transition. La dernière référence suggère que l'interaction entre dislocations et disclinations est essentielle pour obtenir une transition de fusion du premier ordre.

1. L'extrapolation utilisée par les auteurs est faite en utilisant la compressibilité du solide au niveau de la pression de fusion et en la supposant constante, ce qui n'est pas justifié. En dérivant la pression à partir du potentiel chimique du solide de la figure 1.6, on trouve 17 bar sous la pression de fusion.

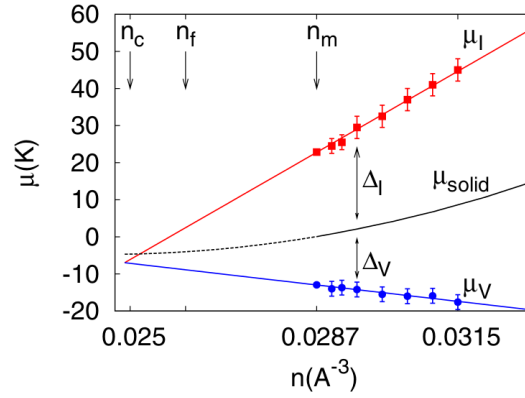


Figure 1.6. La figure et la légende sont extraits de l'article [40] et les références citées sont celles de l'article original :

Extrapolation of vacancy (Δ_V) and interstitial (Δ_I) gaps shows that the density corresponding to closing the gap lies in the liquid phase. The data points as a function of density for the ideal hcp solid are taken from Ref. [21]. By μ_V (μ_I) we denote the threshold chemical potentials for doping the system with vacancies (interstitials).

1.2.3 Conclusions

Rien ne semble interdire a priori l'obtention d'un solide cristallin dans un état métastable par rapport à la fusion. De tels états ont été observés pour des solides (métaux ou isolants) surchauffés. Pour l'hélium solide, il faut utiliser la pression comme paramètre de contrôle plutôt que la température. Ceci constitue une originalité de ce solide par rapport aux solide métastables déjà observés.

La focalisation d'une onde ultrasonore, déjà utilisée pour les liquides, apparaît comme la bonne technique à utiliser.

La limite de métastabilité pour l'hélium solide est une question largement ouverte, de nombreux phénomènes pouvant intervenir avant l'instabilité purement mécanique du solide qui a fait l'objet d'une prédiction théorique.

1.3 Objectif de la thèse

L'objectif de cette thèse est d'explorer la voie de la dépressurisation de l'hélium solide hcp pour essayer de réaliser le scénario d'ALC de la supersolidité. Une augmentation du volume molaire de 5 % au-delà de sa valeur à la fusion $V_{mf} = 21 \text{ cm}^3$ abaisserait de façon significative l'énergie d'activation des lacunes. Le caractère réaliste ou non d'un tel objectif restait à démontrer au début de ce travail. Un second intérêt de ce travail est l'étude des limites de stabilité de l'hélium solide, et plus précisément d'une phase solide métastable. L'hélium est pour cela un système nouveau, à la fois parce qu'il possède des propriétés quantiques marquées, et car il permet d'utiliser la pression comme paramètre de contrôle de la métastabilité. Cette étude pourrait donc fournir des mesures expérimentales sur les limites de stabilité de l'hélium solide, à comparer aux prédictions théoriques.

D'une manière similaire aux expériences déjà réalisées dans l'hélium liquide, l'utilisation d'une onde ultrasonore focalisée est le moyen choisi pour dépressuriser le solide. Dans le cas d'un solide, la fabrication du cristal et la préservation de sa qualité demandent des soins particuliers.

Le chapitre 2 sera ainsi consacré à expliquer les différentes étapes nous permettant d'obtenir un cristal d'hélium qui pourra être porté dans un état métastable. Une complication supplémentaire vient du fait que la propagation sonore est anisotrope dans le solide et le chapitre 3 détaille les techniques expérimentales développées pour adapter la méthode à ce cas. L'état métastable est un état fragile qui empêche l'utilisation de toute mesure invasive pour déterminer la densité au niveau du foyer acoustique, sous peine de provoquer une nucléation hétérogène. Une technique d'imagerie présentée au chapitre 4 permet de déterminer quantitativement les variations de densité de l'état métastable. Enfin, le chapitre 5 présentera les résultats obtenus durant cette thèse.

Chapitre 2

Montage cryogénique et préparation des monocristaux

2.1 Montage cryogénique

2.1.1 Cryostat optique

Le cryostat utilisé pour refroidir la cellule expérimentale est représenté sur la figure 2.1. Il a été conçu par l'équipe de recherche. Il est décrit dans la thèse de M. Melich [66] dans laquelle on trouvera des informations plus détaillées sur son fonctionnement. On en résume ici les principales caractéristiques.

Le réfrigérateur utilise un évaporateur à ^4He liquide de 250 cm^3 , pompé par une pompe Roots¹ en amont de deux pompes à deux étages² montées en parallèle. La puissance frigorifique de l'évaporateur est $\sim 50\text{ mW}$ à 1.1 K . Elle permet de descendre la température de la cellule jusqu'à $T = 0.90\text{ K}$, quand l'injection d'hélium dans le réfrigérateur est réduite au minimum.

L'évaporateur est suspendu sous vide à un réservoir de 30 L qui l'alimente en ^4He liquide via un capillaire de diamètre 0.2 mm . Il est isolé du vide d'isolement du cryostat par une enceinte hermétique (le « tour de cellule » voir figure 2.1). Le niveau de l'hélium liquide dans l'évaporateur est mesuré à l'aide d'une mesure capacitive et asservi grâce à une microvanne à froid située en amont du capillaire d'alimentation et contrôlée par un moteur à température ambiante.

Pour limiter les transferts radiatifs de chaleur venant de l'extérieur, le cryostat est muni d'une isolation de 60 couches de *Mylar* aluminisé froissé, réparties à l'intérieur des deux premières enceintes extérieures du cryostat. Les transferts radiatifs résiduels ainsi que la conduction thermique par le col soutenant le réservoir constituent l'essentiel des pertes, qui sont prises en charge par l'évaporation et le réchauffement des vapeurs d'hélium du réservoir. L'autonomie complète du cryostat constatée durant les expériences est de 60 h , soit 0.4 W de pertes. Le refroidissement complet et le remplissage du

1. *Adixen Roots RSV 301B*, débit volumique $290\text{ m}^3/\text{h}$

2. *Adixen 2033SD*

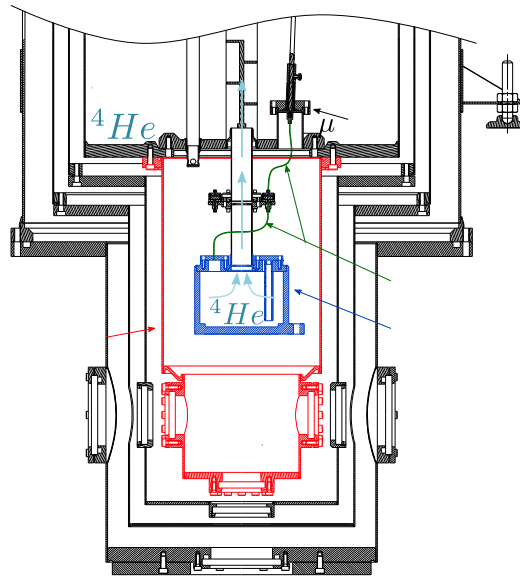


Figure 2.1. Schéma du cryostat optique et de ses composants principaux. La cellule (non représentée sur le schéma) est refroidie par un évaporateur sous lequel elle est fixée. L'évaporateur est alimenté en hélium par un capillaire relié au réservoir d'hélium, et est séparé du vide d'isolement du cryostat par le tour de cellule.

réservoir nécessitent l'utilisation de 100 L d'hélium liquide. Pendant le refroidissement la cellule est thermalisée au tour de cellule par un gaz d'échange (200 mbar de Néon). Ce gaz d'échange se condense sur le réservoir vers 18 K.

Le cryostat possède quatre accès optiques circulaires de 25° d'ouverture permettant de voir la cellule expérimentale selon deux directions orthogonales. Au niveau de l'enceinte externe et du tour de cellule, l'étanchéité des fenêtres est assurée par des joints respectivement d'élastomère et d'indium.

2.1.2 Cellule expérimentale

La cellule expérimentale est l'endroit où les cristaux d'hélium sont préparés selon la procédure qui sera décrite dans la section 2.2. Elle est constituée de deux parties. La partie principale, dont on peut voir une photo ainsi que les dimensions sur la figure 2.2, a été fabriquée dans un bloc de cuivre OFHC. Dans une première version de l'expérience, l'hélium de la cellule était thermalisé directement au plancher du réfrigérateur. La cellule était alors prolongée par un « haut de cellule » en inox qui servait également pour les entrées de fils dans la cellule. Ce dispositif présentait deux inconvénients : le grand volume de la cellule ($\sim 130 \text{ cm}^3$ soit 6 mole d'hélium) était long à remplir ; de plus la thermalisation au réfrigérateur par l'hélium lui-même n'est pas très efficace à basse température.

Dans une seconde version plus adaptée, cette partie supérieure a été supprimée et remplacée par un couvercle visible sur le plan de la figure 2.2, le volume interne de la cellule étant ainsi ramené à $\sim 30 \text{ cm}^3$ soit 1.5 mole d'hélium

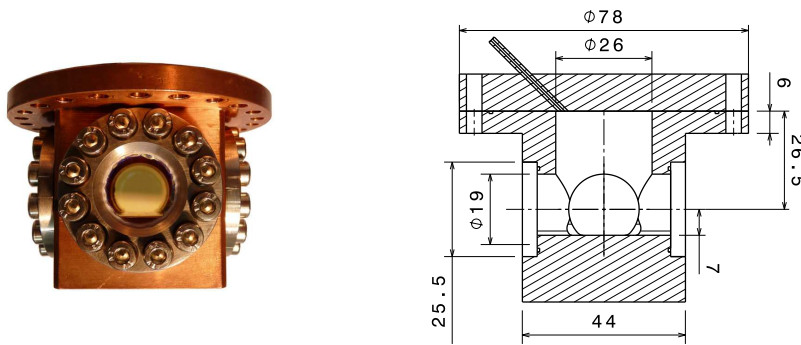


Figure 2.2. Photo et plan en coupe de la cellule expérimentale, fabriquée dans du cuivre OFHC. La cellule possède un plancher poli pour la croissance des cristaux. Les quatre accès optiques sont étanchéifiés en serrant les fenêtres sur des joints d'indium, à l'aide de brides en inox (non représentées sur le plan). Un couvercle (non visible sur la photo) permet de refermer la cellule. Le volume interne est de l'ordre de 30 cm^3 .

solide. Le couvercle de la cellule contient également l'ensemble des passages de câbles dont une photographie est présentée sur la figure 2.3. Ces passages alimentent l'émetteur piézoélectrique, le nucléateur et la jauge de pression qui sont détaillés dans les sous-sections suivantes. Pour obtenir une bonne conductivité thermique, le couvercle est lui aussi fabriqué en cuivre OFHC. L'ensemble cellule-couvercle est mis en contact avec le réfrigérateur du cryostat par un troisième élément également en cuivre (« pièce de contact » visible sur la figure 2.3) dont la hauteur est ajustée pour que la cellule soit centrée sur les accès optiques.

Pour remplir la cellule, l'hélium venant d'un circuit à température ambiante est acheminé via des capillaires thermalisés sur les différents écrans du col du cryostat. Le dernier capillaire en cupronickel de diamètre intérieur-extérieur $0.3\text{--}0.6 \text{ mm}$ est soudé à un manchon dans la cellule. Il est thermalisé en amont sur le coupe-film du tube de pompage du réfrigérateur.

L'étanchéité entre la partie basse de la cellule et le couvercle est réalisée par un joint d'indium. Les deux parties sont serrées l'une contre l'autre à l'aide de 20 vis traversantes et écrous pour éviter l'utilisation de filetages dans le cuivre trop ductile. L'étanchéité entre les fenêtres et la cellule est aussi réalisée par un joint d'indium. Des brides en acier munies de fines rondelles de *Teflon* permettent de serrer les fenêtres contre la cellule tout en répartissant les contraintes. Les fenêtres sont en silice et ont un diamètre de 25.4 mm pour une épaisseur de 5 mm . Pour les serrer, on utilise des filetages dans le cuivre munis de filets rapportés en acier pour palier à nouveau le problème de la ductilité du cuivre. Expérimentalement, l'étanchéité de la cellule à basse température est assurée jusqu'à une pression de 40 bar . Une soupape de sécurité présente sur le circuit d'alimentation de la cellule en hélium limite la pression à cette valeur.

Les 4 accès optiques de la cellule selon 2 directions orthogonales facilitent le contrôle de l'orientation cristalline. La vision et les mesures interférométriques se font à travers ces fenêtres, munies d'un traitement anti-reflet $R < 2.5 \%$ dans la gamme $400 - 1100 \text{ nm}$ et de planéité $\lambda/8$.

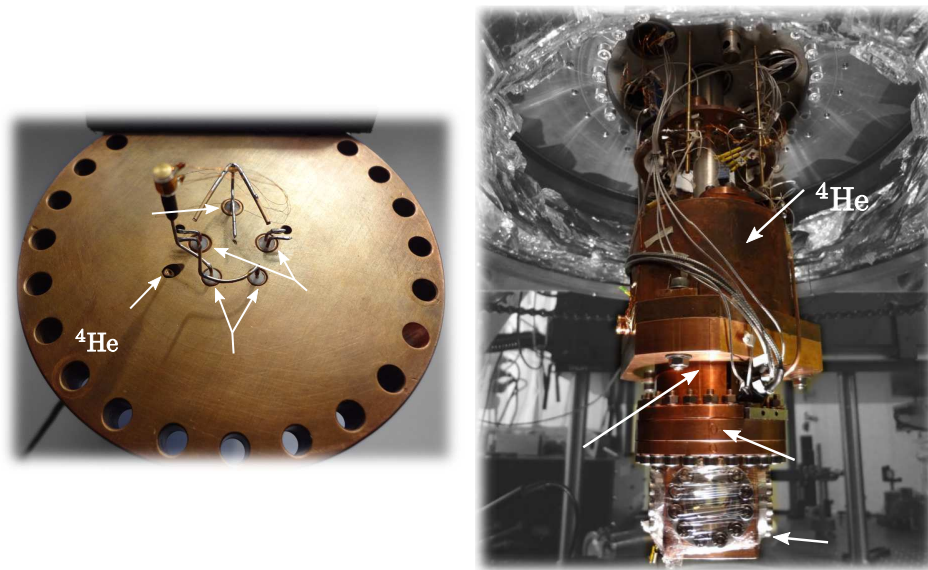


Figure 2.3. Sur la photo de gauche, on voit les cinq passages électriques réalisés dans le couvercle de la cellule pour alimenter le nucléateur, l'émetteur piézoélectrique et la jauge de pression. L'alimentation en hélium est également visible. Sur la photo de droite, la cellule est accrochée sous le réfrigérateur du cryostat par une pièce de contact. Les fenêtres sont protégées par un film plastique temporaire.

Le fond de la cellule est plan et a été relevé jusqu'au niveau des fenêtres (voir figure 2.2). Ce plancher est la surface de croissance des germes cristallins. Il fait partie intégrante de la cellule en cuivre, et sa surface a été polie pour ne pas gêner la croissance des cristaux.

Pour la réalisation des expériences, la cellule est équipée d'une jauge de pression, de un ou deux émetteurs piézoélectriques et d'un nucléateur fixés au couvercle. La figure 2.4 présente la disposition de ces différents éléments lorsqu'il y a deux émetteurs piézoélectriques dans la cellule ainsi qu'une photographie des éléments en place sur le couvercle. Dans la configuration avec un émetteur piézoélectrique, seul celui du haut est installé. La jauge de pres-

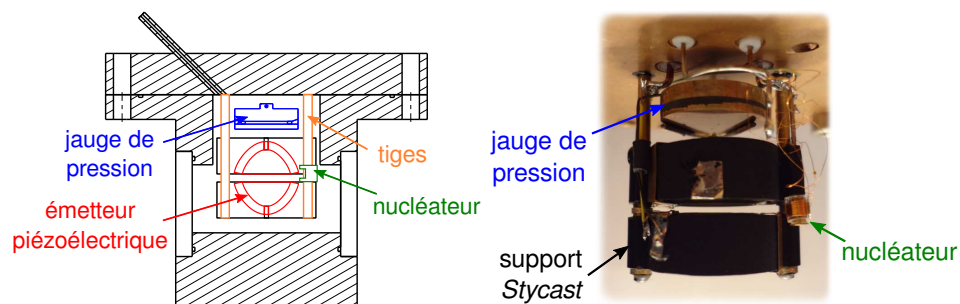


Figure 2.4. La disposition des différents éléments dans la cellule est représentée sur le plan de gauche. La photo de droite est un détail des différents éléments suspendus sous le couvercle. Les deux céramiques reposent sur des supports en *Stycast*, qui sont guidés par deux tiges en laiton. Les parties argentées sur les supports sont des feuilles d'argent utilisées pour faire les connexions électriques.

sion et le nucléateur sont décrits dans les sous-sections 2.1.4 et 2.1.5 et les émetteurs piézoélectriques dans la section 3.4.

2.1.3 Thermométrie

En fonction de la plage de température étudiée, la mesure de température dans le cryostat utilise plusieurs types de thermomètres. Entre 300 K et 20 K, on utilise des résistances de platine³. À température ambiante, ces sondes ont une résistance d'environ 1.1 k Ω qui diminue quand la température diminue selon une pente de $\sim 3.85 \Omega/\text{K}$. La mesure est faite avec un pont de mesure de résistance automatique⁴ effectuant des mesures à quatre fils en courant alternatif. Les résistances sont essentiellement utilisées pour contrôler le refroidissement du cryostat et sont situées sur les écrans, les échangeurs du col du cryostat, le fond du réservoir et le réfrigérateur.

Dans la gamme de 1 à 20 K où les résistances en platine perdent leur sensibilité, on dispose de résistances carbone⁵ dont la sensibilité est meilleure. Ces résistances sont placées sur le frigo, le coupe-film, et les charbons absorbants du tour de cellule et sont utilisées occasionnellement. Le même pont de mesure de résistance que pour les résistances platine est utilisé.

Dans la gamme de 0.5 à 20 K, on utilise deux résistances germanium⁶. La première résistance $G_{e_{cell}}$ située dans le fond de la cellule a été étalonnée au NIST par le fabricant, et la seconde $G_{e_{frig}}$ située dans le fond du frigo a été étalonnée par nous sur la première. Un contrôleur de température⁷ permet de mesurer les deux résistances. Il asservit la température du réfrigérateur en utilisant la mesure de $G_{e_{frig}}$ et une résistance chauffante par une rétroaction PID. La valeur renvoyée par $G_{e_{cell}}$ est utilisée comme température des cristaux d'hélium.

2.1.4 Mesures de pression

La mesure de la pression dans la cellule lorsque l'on travaille avec un fluide peut se faire avec un manomètre situé à température ambiante en équilibre hydrostatique avec le volume de la cellule expérimentale. Dans nos expériences, on fait croître lentement les monocristaux (sous-section 2.2.2) qui sont ensuite refroidis et quittent la coexistence liquide/solide. La pression dans la cellule est alors différente de celle mesurée par le manomètre à température ambiante. Il est donc utile de disposer d'une mesure de pression dans la cellule pour pouvoir déterminer l'écart entre la pression du cristal et sa pression de fusion. Une telle mesure interne facilite également la procédure de nucléation en permettant approche lente de la courbe de solidification, sans être tributaire des pertes de charge dans le capillaire de remplissage.

3. *Correge PT-1000 PTFD102B Sensor Type*

4. *AVS 46 Resistance Bridge RV-Elektronikka Oy*

5. *Allan-Bradley Carbon resistor, 22 et 100 Ω*

6. *Lakeshore GR-200A-250-0.5D*

7. *Lakeshore Temperature Controller Model 332*

La mesure de pression à température ambiante est un transmetteur de pression commercial⁸ placé en amont de la ligne d'alimentation. Ce transmetteur permet des mesures de pression dans la gamme de 0 à 30 bar avec des incertitudes de mesures de quelques mbar. Son exactitude (absolue) donnée par le constructeur est 15 mbar.

La mesure de pression dans la cellule est effectuée par une jauge de pression capacitive Straty-Adams [67] dont le plan est présenté sur la figure 2.5. Deux électrodes en bronze⁹ espacées par une rondelle de *Mylar* de 25 μm forment une capacité étanchéifiée avec de la résine *Stycast*. En présence d'une différence de pression, l'électrode la plus mince se déforme et provoque une variation de la capacité qui est mesurée par un pont de capacité¹⁰ avec des incertitudes relatives de 10^{-6} . Les incertitudes résultantes sur la détermination de la pression sont en théorie de l'ordre de 0.5 mbar.

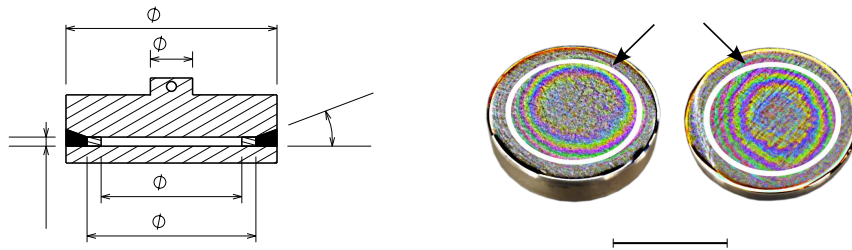


Figure 2.5. Les parties supérieure et inférieure de la jauge de pression, visibles sur le plan, forment une capacité. L'électrode inférieure est une membrane qui se déforme sous l'effet de la pression, produisant des variations de capacité mesurables. La photo de droite est un contrôle de la planéité des électrodes. En plaçant un étalon optique sur chaque électrode, on observe des interférences en lame d'air dont le contraste est ici renforcé. En comparant la teinte des interférences à des abaques [68], on détermine l'écart entre l'étalon et l'électrode avec une grande sensibilité.

Deux précautions sont prises pour la fabrication de la jauge, on s'assure que la contrainte limite de plasticité S_m du matériau ne sera pas dépassée. Dans la géométrie retenue, on est un facteur 2 sous cette limite ($S_m = 10^8 \text{ N.m}^{-2}$). On réalise également un contrôle de la planéité des électrodes par interférences en lame d'air présenté figure 2.5. On trouve une planéité de 1.5 μm à comparer aux 25 μm de l'espaceur.

La capacité C de la jauge est étalonnée dans l'hélium liquide en utilisant les mesures de pression P fournies par le transmetteur de pression à température ambiante. Un ajustement cubique des données expérimentales d'écart standard 10 mbar est présenté sur la figure 2.6. Les paramètres de l'ajustement permettent ensuite de déterminer la pression à partir d'une mesure de la capacité de la jauge.

8. Keller Séries 35 X

9. Bronze de type CuSn8P

10. Andeeen-Hagerling 2500A

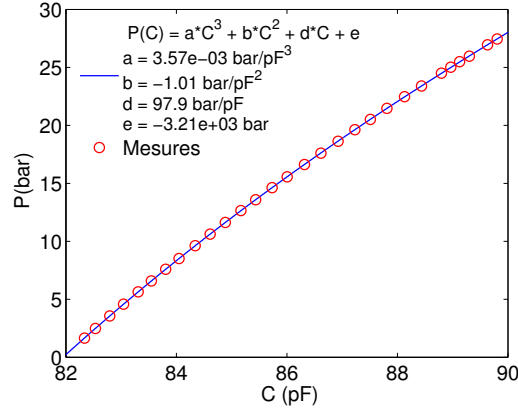


Figure 2.6. La jauge de pression est étalonnée en utilisant le transmetteur de pression à température ambiante. La pression P appliquée en fonction de la capacité C de la jauge est ajustée par une fonction cubique. On utilise ensuite cette fonction pour calculer la pression à partir de la capacité mesurée.

2.1.5 Nucléateur de germes cristallins

Le nucléateur est un appareil qui crée localement une surpression par électrostriction [69]. Cette surpression locale fait que le nucléateur est le lieu privilégié d'apparition d'un germe cristallin dans la cellule. Pour produire un champ électrique intense, deux fils de diamètre $60 \mu\text{m}$ vernis sur $5 \mu\text{m}$ d'épaisseur sont bobinés de façon jointive autour d'un petit tube en verre (figure 2.7). L'écart entre les fils estimé depuis la photographie est de \sim

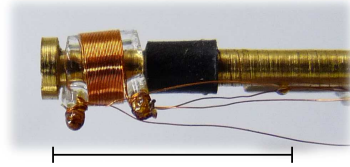


Figure 2.7. Photo du nucléateur sur son support. Le nucléateur imaginé par [69] est formé de deux fils bobinés sur un tube de verre. Les fils sont amarrés à deux plots et fixés au vernis pour assurer une bonne tenue mécanique.

$2 \mu\text{m}$. On applique entre ces fils une différence de potentiel U , la pression électrostrictive P_{str} provoquée par le champ électrique E créé est donnée par [70] :

$$P_{str} = \frac{1}{2} \epsilon_0 (\epsilon - 1) E^2 \quad (2.1)$$

où ϵ_0 et ϵ sont respectivement la permittivité du vide et la permittivité relative de l'hélium liquide, avec $\epsilon - 1 \simeq 0.06$. L'endroit où le champ électrique est le plus intense se trouve entre les fils. On l'estime en prenant en compte l'épaisseur de vernis de permittivité relative $\epsilon_r = 3.5$ et une distance moyenne entre les axes des fils de $72 \mu\text{m}$. Pour une différence de potentiel U d'environ 1.2 kV , on trouve $E \simeq 200 \text{ MV/m}$. Pour l'hélium, la pression électrostrictive correspondante est $P_{str} \simeq 100 \text{ mbar}$ et est comparable aux valeurs données dans [71].

2.2 Orientation et préparation des monocristaux

Dans toutes ces expériences l'hélium utilisé provient de bouteilles d' ^4He ¹¹ gazeux de pureté chimique 1 ppm, la concentration en ^3He étant 300 ppb. L'hélium est d'abord nettoyé en passant à travers un « piège à azote »¹² qui adsorbe les impuretés présentes dans le gaz, avant d'être envoyé dans la ligne d'alimentation. L'hélium est ensuite filtré au niveau des étages de thermalisation du capillaire d'alimentation par des blocs de fritté de cuivre, et est injecté dans la cellule expérimentale.

2.2.1 Nucléation et contrôle de l'orientation cristalline

Pour focaliser une onde ultrasonore dans le cristal d'hélium, on utilise un émetteur piézoélectrique dont la forme est adaptée de manière à compenser l'anisotropie de la propagation de l'onde sonore, ce qui sera présenté dans le chapitre 3. La contrainte de cette méthode est que les cristaux d'hélium doivent avoir une orientation déterminée par rapport à l'émetteur ultrasonore. L'émetteur acoustique étant fixe (l'émetteur dans la cellule est visible sur le plan 2.4), cela implique de maîtriser l'orientation du cristal. Nous expliquons dans cette section comment les souches orientées de monocristal d'hélium sont obtenues ainsi que la technique utilisée pour mesurer leur orientation.

Nucléation d'une souche. La croissance des monocristaux d'hélium est réalisée à température ambiante à partir du superfluide. Après le refroidissement du cryostat la cellule expérimentale est vide et la première étape est de remplir les ~ 1.5 mole de la cellule d'hélium superfluide. La cellule est ensuite refroidie au voisinage de 1 K (dans l'exemple montré 0.97 K) et la pression dans la cellule est augmentée en injectant de l'hélium de manière à se rapprocher grossièrement de la pression de solidification (ici $P_{sol} = 25.340$ bar). Le nucléateur est mis sous tension et devient un endroit privilégié pour la nucléation de cristal. L'approche se fait ensuite de manière plus précise en utilisant un débitmètre analogique¹³ de manière à avoir une augmentation de pression de ~ 1 mbar/s. Pour contrôler la nucléation, nous utilisons une caméra¹⁴ (nommée PCO par la suite) munie d'un objectif à focale variable. L'éclairage de la cellule est réalisé avec une diode blanche de faible intensité placée à ~ 1.5 m de la cellule pour avoir un éclairage en lumière quasi-parallèle. Lors de l'apparition d'un germe cristallin sur le nucléateur, le nucléateur est mis hors tension pour éviter l'apparition de nouveaux germes. Après la nuclé-

11. *Air Liquide Alphagaz 2*

12. Le piège à azote contient du charbon actif refroidi à l'azote liquide, à travers lequel circule l'hélium.

13. *Brooks Instruments, Mass flow controller 5850S*

14. *pco pixelfly qe*



Figure 2.8. Photographies de la cellule montrant les différentes étapes de la nucléation d'un cristal. Le nucléateur est visible en haut à gauche, et la barre noire verticale est une tige en laiton utilisée pour les supports des émetteurs. Le cristal nucléé sur le nucléateur auquel il reste accroché. Lorsqu'il devient trop lourd, il chute sur le plancher de la cellule en se déformant, puis prend ensuite sa forme d'équilibre.

tion la pression dans la cellule devient alors constante et égale à la pression de coexistence P_{sol} . En poursuivant l'injection on fait croître le cristal, qui est retenu sur le nucléateur par les forces de tensions de surface. Lorsque son poids est trop important, le cristal finit par se décrocher du nucléateur, le germe se retrouvant sur le plancher de la cellule. La succession de ces étapes de nucléation est montrée sur la figure 2.8 qui présente des photographies du contenu de la cellule.

Pour les expériences, l'axe-C du cristal (figure 2.9) doit être orienté verticalement. Pour contrôler l'orientation de la maille cristalline, nous utilisons les facettes du cristal d'hélium. À une température inférieure à la transition rugueuse $T_{R1} = 1.30$ K, la facette C perpendiculaire à l'axe C du cristal d'hélium est apparente. Celle-ci est encore plus visible durant la croissance du cristal, car la cristallisation se fait plus rapidement sur les bords rugueux que sur la face plane. Ces propriétés de la surface des cristaux d'hélium sont détaillées dans un article de revue de Balibar [72]. Un contrôle grossier de

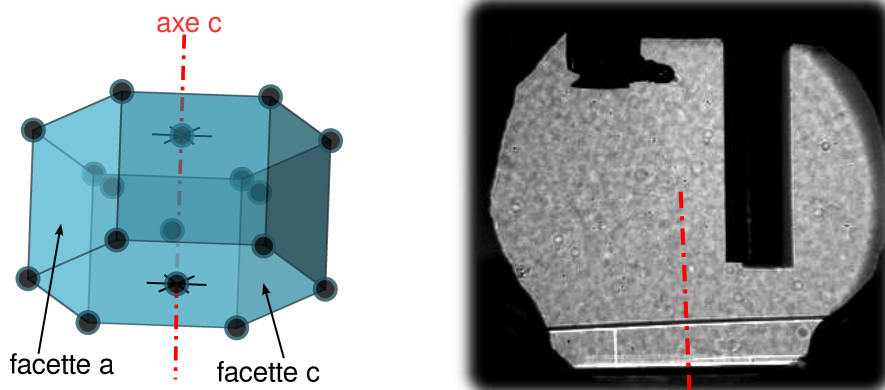


Figure 2.9. Le schéma est une représentation de la structure cristalline de l'hélium solide hcp, avec l'axe C du cristal tracé en rouge. La facette C perpendiculaire à l'axe C perd sa rugosité sous $T_{R1} = 1.30$ K. À la température où nous nous trouvons, les facettes A des cristaux sont également visibles. Sur la photographie une ligne de contact entre deux facettes A est visible et à l'aspect d'un fine ligne blanche.

l'orientation est réalisé grâce à une courte croissance du cristal qui fait apparaître nettement sa facette C. Si la facette ne semble pas horizontale, le cristal est fondu entièrement. On diminue ensuite la pression de ~ 100 mbar afin d'être sûr qu'aucun germe cristallin ne subsiste dans les interstices de la cellule et la procédure de nucléation est reprise entièrement. En revanche, si la facette semble horizontale un contrôle plus fin est effectué. Cette méthode de nucléation produit préférentiellement des germes avec l'axe C quasi vertical, car pendant sa chute le cristal prend la forme d'une plaquette. C'est ce qui justifie son emploi ici.

Contrôle fin de l'orientation. La mesure fine de l'horizontalité du cristal utilise deux caméras observant selon les deux directions orthogonales (figure 2.10). La première est la caméra PCO décrite précédemment qui observe selon l'axe Ox . Elle permet de contrôler l'angle β formé entre la facette C et l'horizontale dans le plan Oyz . La seconde caméra¹⁵ (appelée ANDOR) est celle du système d'imagerie décrit dans la partie 4.2.2. La caméra ANDOR image le centre de la cellule qui est éclairée par un laser se propageant horizontalement selon l'axe Oy . Elle permet de contrôler l'angle α formé entre la facette C et l'horizontale dans le plan Oxz .

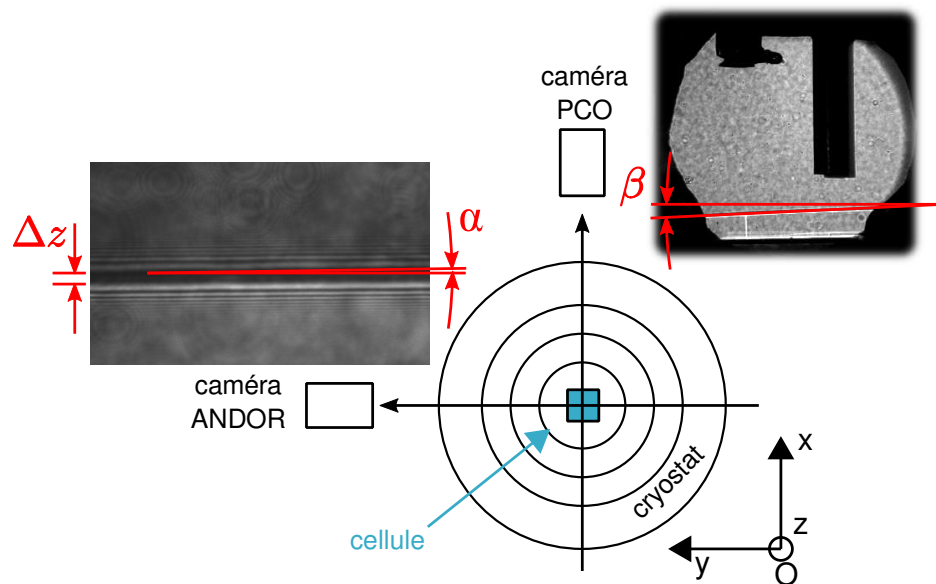


Figure 2.10. La détermination de l'orientation du cristal s'appuie sur deux observations orthogonales. Les angles α et β sont les angles que forment les lignes de contact entre la facette C et les fenêtres avec l'horizontale. Sur l'image d'ANDOR, on distingue les lignes de contact avec les deux fenêtres, qui sont séparées d'une distance verticale Δz . Le cristal présenté sert d'exemple mais ne passerait pas le premier contrôle visuel de l'angle.

Les deux angles α et β déterminent entièrement l'orientation du cristal, ils se mesurent en observant les lignes de contact entre la facette C du cristal et

15. ANDOR Luca R

les fenêtres. Sur les images de PCO, la ligne de contact à simplement l'aspect d'une fine ligne. Sur les images de ANDOR qui est mise au point sur le centre de la cellule, l'éclairage par la lumière laser cohérente fait que ces lignes de contact prennent l'aspect d'une figure de diffraction par un bord. La figure de diffraction permet réciproquement de déterminer la position de la ligne de contact. L'angle β peut également s'obtenir en s'appuyant sur les images de ANDOR. Connaissant la distance $\Delta y = 40$ mm entre les deux fenêtres, l'angle β s'obtient en utilisant la différence de hauteur apparente entre les deux lignes de contact tel que $\beta \simeq \Delta z / \Delta y$.

Ces méthodes de nucléation et de mesure nous permettent d'obtenir des cristaux d'axe vertical avec une précision de l'ordre de 1° . Ceci nécessite en moyenne une dizaine d'essais successifs. Cette souche orientée de cristal d'hélium est alors utilisée pour faire croître plusieurs fois de suite un monocristal qui remplira la cellule.

2.2.2 Croissance et refroidissement des monocristaux

Comme cela est expliqué dans la partie 1.2.1, pour qu'un solide puisse être porté dans un état métastable il est nécessaire d'éviter la fusion de surface du solide. Dans le cas de l'utilisation d'une onde sonore focalisée, si le cristal est conservé à sa pression de fusion, la surface en contact avec l'émetteur acoustique est susceptible de fondre à cause des oscillations de pressions provoquées par l'onde sonore. Pour éviter cela, la pression du cristal doit être légèrement supérieure à sa pression de fusion de telle sorte que les oscillations de pression ne soient pas suffisantes pour faire fondre le cristal en surface. La surpression requise par rapport à la pression de fusion est de l'ordre d'une centaine de mbar et la technique utilisée pour pressuriser le cristal doit permettre de conserver son caractère monocristallin. Nous détaillons ici la procédure utilisée pour la croissance du cristal et son refroidissement, ainsi que le processus permettant de pouvoir réutiliser une même souche cristalline pour plusieurs expériences successives.

Croissance à pression constante. Une fois que l'on possède un germe bien orienté, celui-ci est amené en suivant la courbe de fusion jusqu'à la température T_c de croissance qui est choisie entre 1.2 et 1.464 K (frontière de la phase bcc). Avant la croissance, la souche est réduite à une petite taille afin de faire disparaître les défauts éventuels apparus lors du contrôle de l'orientation ou lors du déplacement le long de la courbe de fusion. À cette température, on ne voit plus les facettes mais on sait que l'orientation est la bonne.

L'injection d'hélium pour la croissance se fait en utilisant le débitmètre analogique utilisé pour la nucléation. La variation de température de la cellule liée à l'apport d'hélium dans la cellule est de 5 mK. La croissance complète d'un cristal dure $t_c = 75$ min avec un débit d'hélium $d_c = 1.34$ mmol/min. Compte-tenu des volumes molaires du liquide V_l et du solide V_s à ces

températures, on déduit un volume effectif de cellule :

$$V_{cell} = d_c t_c \frac{V_l - V_s}{V_l V_s} \simeq 22.8 \text{ cm}^3 \quad (2.2)$$

ce qui représente un taux de croissance du cristal de $5 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{s}$. La géométrie de la cellule est complexe et la surface de l'interface liquide/solide varie au cours de la croissance entre 8.7 cm^2 et 2.7 cm^2 , ceci donne des vitesses de croissance verticale comprises entre $6 \text{ }\mu\text{m/s}$ et $19 \text{ }\mu\text{m/s}$.

Le point d'injection de l'hélium dans la cellule n'est pas visible depuis les accès optiques de la cellule, toutefois trois phénomènes nous indiquent que la cellule est pleine. Quand la cellule est pleine l'interface liquide/solide remonte le long du capillaire d'injection et la température à laquelle elle se trouve augmente. L'augmentation de la température à coexistence provoque une augmentation de pression ce que nous mesurons avec le transmetteur de pression à température ambiante. La remontée du solide dans le capillaire supprime une partie des pertes superfluides de la cellule, on enregistre ainsi un refroidissement soudain de la cellule mesuré par la résistance $G_{e_{cell}}$, ce qui est associé à une diminution de la pression du cristal mesurée par la jauge de pression. Le « bouchon » d'hélium solide présent dans le capillaire isole le contenu de la cellule des variations de pression de la ligne d'alimentation en hélium. Il est capable de supporter des surpressions supérieures à 500 mbar sans céder. Si le bouchon glisse, on observe une augmentation brutale sur la pression interne mesurée par la jauge, en même temps qu'une baisse de pression sur la ligne d'injection. Il faut alors recommencer ...

Refroidissement à volume constant. Une fois la cellule remplie à $T = T_c$, et $P = P_c$, on refroidit progressivement le cristal. La cellule étant vide de liquide et le bouchon dans le capillaire maintenant le volume constant, le trajet suivi dans le diagramme de phase est celui d'une isochore (figure 2.11). On aboutit finalement à une température T_0 et une pression $P_0 > P_f(T_0)$, où $P_f(T_0)$ est la pression de fusion du solide à la température T_0 . Il est important d'avoir travaillé à volume constant. Si l'on avait augmenté la pression à température constante, il aurait fallu faire rentrer du solide dans la cellule, ce qui aurait nécessairement endommager le cristal. La figure 2.11 présente un exemple théorique de trajet suivi dans le diagramme P, T pour un cristal ayant crû à une température $T_c = 1.4 \text{ K}$ et refroidit jusqu'à une température $T_0 = 1.1 \text{ K}$. Le cristal dans son état final est à une pression P_0 supérieure de 535 mbar à la pression de fusion. Les valeurs des pressions et températures à coexistence du diagramme sont tirées de l'article de Grilly [73] et les isochores sont calculées en utilisant les données de Gardner *et al.* [74] et l'article de Remeijer *et al.* [75].

En pratique la température de la cellule est descendue progressivement jusqu'à la température cible par palier de 2 mK à un rythme de 0.1 mK/s suffisamment lent pour que la température ait le temps de s'homogénéiser dans la cellule. Ce refroidissement progressif est effectué par un programme

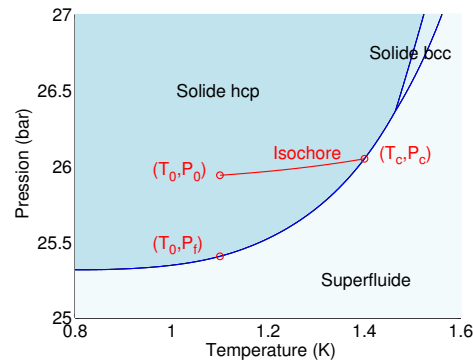


Figure 2.11. Le trajet théorique (rouge) que doit suivre le cristal dans le diagramme P, T, permet d'obtenir un cristal à une pression P_0 supérieure à la pression de fusion P_f . Le refroidissement doit se faire à volume molaire constant le long d'une isochore, afin de ne pas altérer son caractère monocristallin.

que nous avons développé qui contrôle l'asservissement de température. En utilisant les mesures de pression et de température de la cellule, nous pouvons alors suivre l'évolution de l'état du cristal dans le diagramme de phase durant son refroidissement. La figure 2.12 présente deux exemples expérimentaux de refroidissement de cristaux, le premier de 1.43 K à 1.10 K et le second de 1.26 K à 1.05 K. Le premier exemple est composé d'un refroidis-

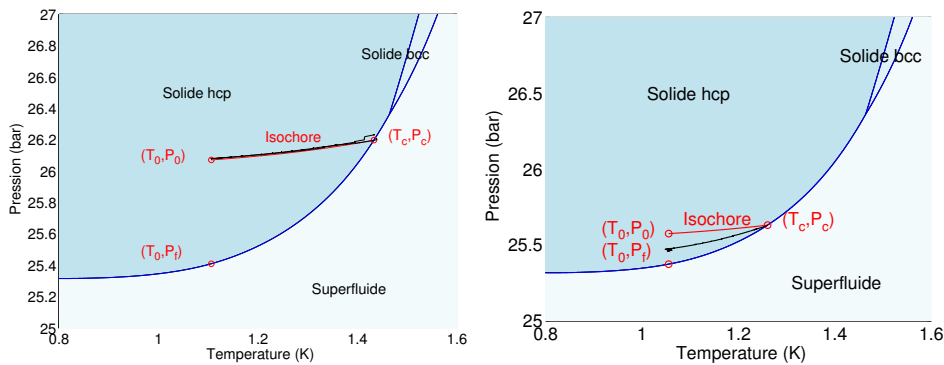


Figure 2.12. L'évolution de l'état du cristal est représentée en noir dans le diagramme de phase. Le premier refroidissement puis un réchauffement du cristal dont les trajets suivent bien une isochore. Le second refroidissement suit un trajet intermédiaire entre la courbe de fusion et l'isochore. Cet effet s'explique vraisemblablement par la présence dans certains coins de la cellule de petites poches de liquide qui se solidifient.

sement puis d'un réchauffement du cristal. On constate que les trajets aller et retour se font tous les deux le long d'une isochore, signe que la transformation s'effectue bien à volume molaire constant. Le second exemple en revanche présente un refroidissement où le trajet dans le diagramme de phase est un trajet intermédiaire entre une isochore et la courbe de fusion. Ce type de comportement a été observé à de nombreuses reprises et est lié vraisemblablement à la présence de poches liquides piégées aux alentours de la jauge de pression. En refroidissant, ces poches de liquide doivent cristalliser, mais le solide environnant empêche l'apport de matière. Le solide environnant se

déforme alors plastiquement sous l'effet des contraintes liées à la différence de pression entre le solide et le liquide et solidifie une partie de la poche de liquide. Si jamais l'ensemble de la poche se solidifie la pression doit alors suivre à nouveau une isochore, ce scénario a pu être observé et est présenté figure 2.13.

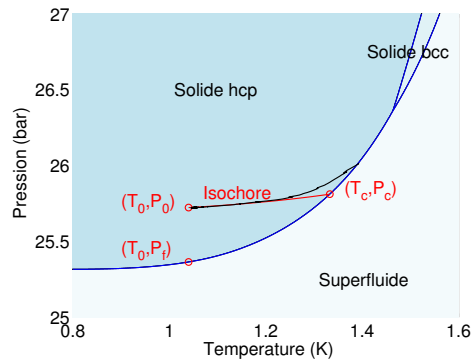


Figure 2.13. Dans le scénario d'une poche de liquide qui finit par cristalliser entièrement, le trajet suivi dans le diagramme de phase redevient celui d'une isochore, une fois que la poche de liquide est cristallisée.

Récupération d'une souche cristalline orientée. Après utilisation d'un cristal d'hélium pour une expérience, nous récupérons une souche cristalline de ce même cristal. Ceci évite d'avoir à reproduire la procédure de nucléation et de contrôle de l'orientation expliquée auparavant et permet d'avoir des expériences dont les conditions expérimentales sont reproductibles. Pour les mêmes raisons que précédemment, il n'est pas possible de fondre le cristal à la température T_0 , la transformation ne se ferait pas à volume constant et le cristal serait disloqué (des essais de ce type ont été tentés, le cristal se brise alors en de nombreux cristallites et dans la plupart des cas les souches orientées ont été perdues).

Le cristal est donc d'abord réchauffé en suivant l'isochore jusqu'à rejoindre la courbe de coexistence au point (T_c, P_c) où la croissance s'est faite. Le cristal est ensuite fondu à la température T_c de manière à obtenir une petite souche que l'on pourra faire croître à une température différente. Cette procédure s'est montrée parfaitement reproductible et nous avons pu utiliser une même souche pour 6 croissances successives.

Chapitre 3

Onde ultrasonore focalisée dans l'hélium solide hcp

3.1 Introduction

La production de l'état métastable se fait à l'aide d'une onde ultrasonore convergente à une fréquence proche de 1 MHz. L'onde sonore émise par la surface interne d'un émetteur piézoélectrique (pzt) provoque des oscillations de pression d'amplitude δP_{sur} (voir figure 3.1). Lors de la propagation l'am-

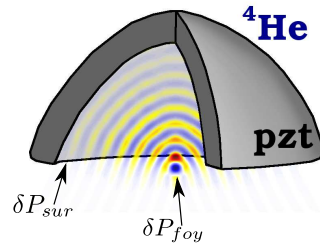


Figure 3.1. Représentation schématique en coupe d'un émetteur piézoélectrique émettant une onde sonore focalisée. Les variations de pression δP_{foy} au foyer, sont amplifiées d'un facteur g par rapport aux variations de pression δP_{sur} à la surface de l'émetteur.

plitude de l'onde croît. Au foyer acoustique, les oscillations de pression δP_{foy} pouvant alors être telles que l'on passe transitoirement dans le domaine de métastabilité. On cherche en particulier à déterminer le facteur d'amplification de l'onde acoustique défini par $g = \delta P_{foy} / \delta P_{sur}$, ainsi que l'aspect du champ acoustique aux alentours de la zone focale.

Lorsque le milieu de propagation est isotrope, la surface émettrice adaptée pour focaliser les ultrasons est simplement une portion de sphère. Cette configuration initialement proposée par Gruetzmacher [76], a trouvé de nombreuses applications et de ce fait a été très étudiée [77–79]. En particulier elle a été employée pour la production d'états métastables de l'eau par rapport à l'équilibre liquide-gaz [80]. À basse température, des états métastables d'hélium liquide par rapport à la solidification et l'évaporation ont également été produits [51, 81]. Dans cette géométrie, la modélisation du champ acous-

tique nécessite de résoudre une équation aux dérivées partielles à 2-D, dont il n'existe pas de solution analytique. Toutefois des expressions approchées de la pression sur l'axe et dans la zone focale existent [77].

Dans le cas de l'hélium-4 hcp, le milieu de propagation est anisotrope et un émetteur hémisphérique ne permet pas de focaliser l'onde sonore. La section 3.2 présente la géométrie de l'émetteur adaptée pour pouvoir appliquer cette méthode dans un milieu solide anisotrope. La section 3.3 détaille la simulation numérique utilisée pour modéliser la propagation et prédire la focalisation de l'onde sonore dans le milieu anisotrope. L'élaboration de l'émetteur piézoélectrique sur mesure est décrite dans la section 3.4.

3.2 Géométrie pour un milieu solide anisotrope

L'hélium-4 cristallisé sous sa forme hexagonale compacte présente une symétrie uniaxiale selon un axe appelé axe-c et que nous prendrons parallèle à Oz . Les propriétés de la symétrie uniaxiale font que la vitesse du son est isotrope dans le plan (Ox, Oy) , et dépend uniquement de l'angle entre le vecteur d'onde et l'axe Oz (voir figure 3.2). Un émetteur de forme hémisphérique ne permet pas de focaliser efficacement une onde sonore dans un tel milieu anisotrope.

L'idée pour compenser l'anisotropie de la vitesse du son, est d'utiliser une nouvelle géométrie de l'émetteur acoustique. Cette géométrie prend en compte l'anisotropie de la vitesse du son décrite par la surface des vitesses et le phénomène de « walk-off » qui fait que le chemin suivi par un faisceau sonore ne coïncide pas avec la direction du vecteur d'onde. La surface que nous avons utilisée est simplement la surface d'onde, qui est l'aspect que prend le front d'onde suite à une excitation ponctuelle à l'origine.

La surface d'onde. Le calcul de la surface d'onde de l'hélium solide hcp qui est présenté ici est décrit dans un article de Crepeau *et al.* [82]. Les équations générales du mouvement dans un solide en régime élastique peuvent s'écrire :

$$\rho \ddot{u}_\alpha = c_{\alpha\beta\gamma\delta} \frac{\partial^2 u_\delta}{\partial x_\beta \partial x_\gamma} \quad \ddot{u}_\alpha = \tilde{c}_{\alpha\beta\gamma\delta} \frac{\partial^2 u_\delta}{\partial x_\beta \partial x_\gamma} \quad (3.1)$$

le terme u_i représentant les coordonnées du vecteur déplacement et $\tilde{c}_{\alpha\beta\gamma\delta}$ étant un élément du tenseur d'élasticité $c_{\alpha\beta\gamma\delta}$ divisé par la densité ρ . On cherche des solutions de 3.1 sous forme d'ondes planes. Pour simplifier l'écri-

ture des équations, on introduit les notations suivantes :

$$\begin{aligned}
 a &= \tilde{c}_{11} - \tilde{c}_{44} \\
 c &= \tilde{c}_{11} - \tilde{c}_{12} - \tilde{c}_{44} \\
 d &= \tilde{c}_{13} + \tilde{c}_{44} \\
 h &= \tilde{c}_{33} - \tilde{c}_{44} \\
 H &= v^2 - \tilde{c}_{44}
 \end{aligned} \tag{3.2}$$

où les constantes élastiques réduites utilisent la notation de Voigt¹. Le terme v^2 représente la vitesse de phase dans la direction (l, m, n) . Compte-tenu de la symétrie de révolution autour de z , on se place dans la configuration où le cosinus directeur l est nul ce qui simplifie les calculs. En insérant les solutions en ondes planes dans l'équation du mouvement 3.1, on obtient le système suivant de trois équations :

$$\begin{aligned}
 \left(\frac{m^2 c}{2} - H\right)u_x &= 0 \\
 (m^2 a - H)u_y + d m n u_z &= 0 \\
 d m n u_y + (n^2 a - H)u_z &= 0
 \end{aligned} \tag{3.3}$$

Le déterminant de la matrice des coefficients des u_i doit être nul pour que le système 3.3 ait des solutions non nulles. On obtient une équation cubique en H qui a pour solutions :

$$\begin{aligned}
 H_{L, T_2} &= \frac{1}{2} \left(m^2 a + n^2 h \pm \left[(m^2 a + n^2 h)^2 - 4 m^2 n^2 (a h - d^2) \right]^{1/2} \right) \\
 H_{T_1} &= \frac{1}{2} m^2 c
 \end{aligned} \tag{3.4}$$

Ces 3 valeurs possibles de H (donc de v) représentent les 3 modes de propagation possibles dans le cristal hcp. H_L correspond à l'unique mode d'oscillation quasi-longitudinale, H_{T_2} un mode quasi-transverse dans le plan méridien et H_{T_1} un mode transverse de polarisation horizontale. En utilisant la relation $H = v^2 - c_{44}$, on représente sur la figure 3.2 le profil de v dans le plan Oyz . Les constantes élastiques utilisées sont celles fournies par Franck *et al.* [83] à une température de 1.3 K et un volume molaire de 20.97 cm³.

Pour chacun des modes de propagation L , T_1 , T_2 , on calcule les vecteurs déplacement correspondants en résolvant le système d'équation 3.3. On trouve les 3 solutions :

$$\left. \begin{aligned}
 u_x &= 0 \\
 \frac{u_y}{u_z} &= \frac{H_l - n^2 h}{m n d}
 \end{aligned} \right\} \quad \text{pour le mode } L$$

1. Les éléments du tenseur élastique $\tilde{c}_{\alpha\beta\gamma\delta}$ sont invariants par permutations des indices α, β et γ, δ . Les 6 combinaisons possibles de chaque paire d'indice sont remplacées par un indice unique allant de 1 à 6 suivant la convention : 1 \equiv 11, 2 \equiv 22, 3 \equiv 33, 4 \equiv 23, 5 \equiv 13, 6 \equiv 12. On réduit ainsi le rang des tenseurs exprimés avec cette notation.

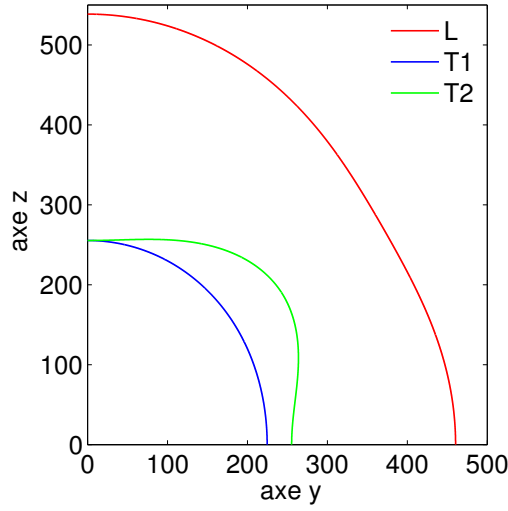


Figure 3.2. Les profils radiaux des surfaces des vitesses de l'hélium-4 hcp sont calculés à partir de l'équation 3.4. Les trois tracés correspondent aux trois modes de propagation possibles dans le cristal, le mode L étant le mode d'oscillation quasi-longitudinal.

$$\left. \begin{array}{l} u_x = 0 \\ \frac{u_y}{u_z} = \frac{HT_2 - n^2h}{mnd} \end{array} \right\} \quad \text{pour le mode } T_2 \quad (3.5)$$

$$\left. \begin{array}{l} u_x \neq 0 \\ u_y = 0 \\ u_z = 0 \end{array} \right\} \quad \text{pour le mode } T_1$$

On remarque que le mode de propagation L n'est pas un mode purement longitudinal, car le vecteur polarisation $(0, u_y, u_z)$ n'est pas colinéaire à $(0, m, n)$. De la même manière, on constate que T_2 est un mode quasi-transverse alors que T_1 est purement transverse. À chaque solution, on associe le vecteur déplacement normalisé (p, q, r) tel que :

$$(p, q, r) = \frac{1}{\sqrt{u_x^2 + u_y^2 + u_z^2}}(u_x, u_y, u_z) \quad (3.6)$$

La surface d'onde peut être déterminée à partir de la surface des vitesses. Pour un point de la surface des vitesses, la droite normale au rayon vecteur passant par ce point doit être tangente à la surface d'onde. La surface d'onde peut être décrite comme l'enveloppe de l'ensemble de ces droites. Le calcul analytique de la surface d'onde dans un milieu hexagonal est détaillé dans l'article de Musgrave [84]. Les coordonnées du point $(0, \eta, \zeta)$ de la surface d'onde sont déterminées par :

$$\begin{aligned} \eta &= m \left(v - \frac{H}{v} \right) + \frac{p^2 m^2 c + 2q^2 H}{2mv} \\ \zeta &= n \left(v - \frac{H}{v} \right) + \frac{r^2 H}{nv} \end{aligned} \quad (3.7)$$

où $(0, m, n)$ est le vecteur normal à la surface. Les surfaces d'ondes des 3 modes de propagations sont présentées sur la figure 3.3. Sur les 3 surfaces

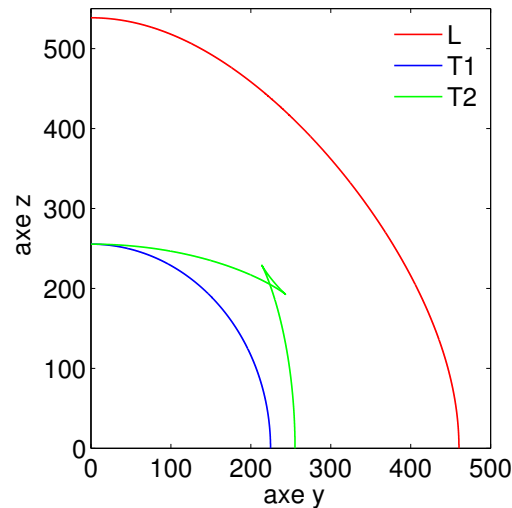


Figure 3.3. Les profil radiaux des surfaces d'onde de l'hélium-4 hcp sont calculés à partir de l'équation 3.7. La surface d'onde est l'aspect que prend le front d'onde lorsqu'on produit une excitation ponctuelle à l'origine. Réciproquement, si un émetteur à la forme d'une surface d'onde, l'onde émise converge à l'origine.

d'onde calculées, nous allons nous intéresser à la surface d'onde du mode longitudinal L . Pour une amplitude de déplacement donné, c'est ce mode de propagation qui induit les plus grandes variations de volume molaire. L'idée est donc d'utiliser un émetteur ultrasonore dont la surface interne va épouser une demi-surface d'onde du mode longitudinal.

La géométrie de l'émetteur La surface intérieure de l'émetteur ultrasonore excité suivant un mode d'épaisseur peut-être assimilée à une membrane dont le déplacement local est normal à la surface. Ce déplacement n'est pas un déplacement propre de la propagation. L'onde émise par la surface est une combinaison des modes L et T_2 , avec une composante dominante sur L . Le mode T_1 n'est pas excité pour des raisons de symétrie. L'émetteur est une demi surface d'onde et les bords diffractent l'onde acoustique. L'excitation des modes L et T_2 et l'effet de la diffraction dans un milieu anisotrope rendent la prédiction de l'amplitude au voisinage du foyer difficile. Pour pouvoir prendre en compte ces effets et prédire l'amplification de l'onde que l'on peut obtenir, la propagation de l'onde émise par une demi surface d'onde a été simulée numériquement. Les résultats de la simulation sont présentés dans la sous-section 3.3.3.

3.3 Simulations numérique de la propagation sonore

Afin de prédire la propagation sonore dans le cristal anisotrope, une simulation numérique a été développée. Celle-ci intègre les équations du mouvement dans le cas axysymétrique, en coordonnées cylindriques et pour un milieu solide. On se ramène alors à un problème bidimensionnel. L'intégration des équations du mouvement s'effectue en utilisant la méthode des différences finies. Avec ces simulations, nous avons pu prédire le facteur d'amplification de l'onde acoustique dans cette configuration complexe, mais également la répartition des déformations auxquelles est soumis le cristal au foyer acoustique.

3.3.1 Équations élastiques en coordonnées cylindriques

La première étape consiste à établir les équations aux dérivées partielles qu'il va être nécessaire de résoudre. L'équation du mouvement dans un milieu solide de densité ρ s'écrit :

$$\rho \vec{\ddot{u}} = \text{div}(\vec{\sigma}) \quad (3.8)$$

où $\vec{\sigma}$ est le tenseur des contraintes de rang 2 et \vec{u} le vecteur déplacement. En exprimant la divergence du tenseur de rang 2 dans un système de coordonnées cylindriques (r, θ, z) , on obtient [85] :

$$\rho \begin{pmatrix} \ddot{u}_r \\ \ddot{u}_\theta \\ \ddot{u}_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{\partial \sigma_{rr}}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial \sigma_{r\theta}}{\partial \theta} + \frac{\partial \sigma_{rz}}{\partial z} + \frac{1}{r} (\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta}) \\ \frac{\partial \sigma_{\theta r}}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial \sigma_{\theta\theta}}{\partial \theta} + \frac{\partial \sigma_{\theta z}}{\partial z} + 2 \frac{\sigma_{r\theta}}{r} \\ \frac{\partial \sigma_{zr}}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial \sigma_{z\theta}}{\partial \theta} + \frac{\partial \sigma_{zz}}{\partial z} + \frac{\sigma_{rz}}{r} \end{pmatrix} \quad (3.9)$$

Les éléments du tenseur des contraintes sont liés aux éléments du tenseur des déformations $\vec{\varepsilon}$ par la loi de Hooke $\sigma_{ij} = c_{ijkl} \varepsilon_{kl}$. Cette relation est utilisable directement en coordonnées cylindriques en faisant varier les indices i, j, k et l sur les coordonnées r, θ, z . Les éléments du tenseur des déformations en coordonnées cylindriques ainsi obtenus sont :

$$\begin{aligned} \varepsilon_{rr} &= \frac{\partial u_r}{\partial r} & \varepsilon_{\theta\theta} &= \frac{1}{r} \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial \theta} + u_r \right) \\ \varepsilon_{zz} &= \frac{\partial u_z}{\partial z} & \varepsilon_{r\theta} &= \frac{1}{2} \left(\frac{1}{r} \frac{\partial u_r}{\partial \theta} + \frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r} \right) \\ \varepsilon_{\theta z} &= \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial u_z}{\partial \theta} \right) & \varepsilon_{rz} &= \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_z}{\partial r} + \frac{\partial u_r}{\partial z} \right) \end{aligned} \quad (3.10)$$

L'ensemble du problème est un problème axisymétrique puisque la vitesse du son a une symétrie cylindrique, tout comme l'émetteur ultra-sonore adapté à la surface d'onde. La conséquence de l'axisymétrie est que tous les termes dérivés par rapport à la coordonnée θ ou bien les déplacements u_θ s'annulent.

Le tenseur des déformations $\bar{\varepsilon}$ prend alors une forme plus simple, puisque ses éléments se réduisent à :

$$\begin{aligned} \varepsilon_{rr} &= \frac{\partial u_r}{\partial r} & \varepsilon_{\theta\theta} &= \frac{u_r}{r} \\ \varepsilon_{zz} &= \frac{\partial u_z}{\partial z} & \varepsilon_{r\theta} &= 0 \\ \varepsilon_{\theta z} &= 0 & \varepsilon_{rz} &= \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_z}{\partial r} + \frac{\partial u_r}{\partial z} \right) \end{aligned} \quad (3.11)$$

La symétrie hexagonale de la structure cristalline simplifie également les équations du cas général. Le nombre de constantes élastiques indépendantes du cristal est réduit à 5. L'expression du tenseur élastique c_{ijkl} est donné ici en utilisant la notation de Voigt pour les indices. La loi de Hooke exprimée avec ces conventions dans le cas de l'hélium solide devient :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{rr} \\ \sigma_{\theta\theta} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{\theta z} \\ \sigma_{rz} \\ \sigma_{r\theta} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{c_{11}-c_{12}}{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{rr} \\ \varepsilon_{\theta\theta} \\ \varepsilon_{zz} \\ 2\varepsilon_{\theta z} \\ 2\varepsilon_{rz} \\ 2\varepsilon_{r\theta} \end{pmatrix} \quad (3.12)$$

En remplaçant les ε_{ij} par leur valeur en géométrie cylindrique (équations 3.11) et en développant l'expression on obtient :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{rr} \\ \sigma_{\theta\theta} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{\theta z} \\ \sigma_{rz} \\ \sigma_{r\theta} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} \frac{\partial u_r}{\partial r} + c_{12} \frac{u_r}{r} + c_{13} \frac{\partial u_z}{\partial z} \\ c_{12} \frac{\partial u_r}{\partial r} + c_{11} \frac{u_r}{r} + c_{13} \frac{\partial u_z}{\partial z} \\ c_{13} \frac{\partial u_r}{\partial r} + c_{13} \frac{u_r}{r} + c_{33} \frac{\partial u_z}{\partial z} \\ 0 \\ c_{44} \left(\frac{\partial u_r}{\partial z} + \frac{\partial u_z}{\partial r} \right) \\ 0 \end{pmatrix} \quad (3.13)$$

L'équation du mouvement 3.9 pour les composantes u_r et u_z s'écrit :

$$\begin{aligned} \ddot{u}_r &= \tilde{c}_{11} \left(\frac{\partial^2 u_r}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial u_r}{\partial r} - \frac{u_r}{r^2} \right) + \tilde{c}_{13} \frac{\partial^2 u_z}{\partial r \partial z} + \tilde{c}_{44} \left(\frac{\partial^2 u_r}{\partial z^2} + \frac{\partial^2 u_z}{\partial r \partial z} \right) \\ \ddot{u}_z &= \tilde{c}_{33} \frac{\partial^2 u_z}{\partial z^2} + \tilde{c}_{13} \left(\frac{\partial^2 u_r}{\partial r \partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial u_r}{\partial z} \right) + \\ &+ \tilde{c}_{44} \left(\frac{\partial^2 u_r}{\partial r \partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial u_r}{\partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial u_z}{\partial r} + \frac{\partial^2 u_z}{\partial r^2} \right) \end{aligned} \quad (3.14)$$

les coefficient élastiques normalisés \tilde{c} étant définis dans l'équation 3.1.

3.3.2 Résolution du problème par différences finies

Discrétisation du problème. L'espace est discrétisé sur une grille de pas Δr identique dans les deux directions de l'espace. La grille est formée

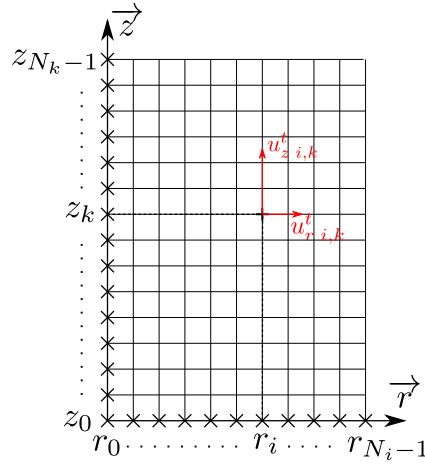


Figure 3.4. Schéma de discrétisation spatiale et notations utilisées. L'espace est discrétisé sur une grille comportant $N_i \times N_k$ points. On note $u_r^t_{i,k}$ et $u_z^t_{i,k}$, les composantes du vecteur déplacement au temps t , pour le point de coordonnées (r_i, z_k) .

par le produit cartésien d'un vecteur \vec{r} à N_i éléments r_i , et d'un vecteur \vec{z} à N_k éléments z_k . Le temps est discrétisé en un vecteur $\vec{\tau}$ comportant N_t points indicés par t d'intervalle $\Delta\tau$. Les deux composantes non nulles du déplacement au point (r_i, z_k) et au temps τ_t sont notées $u_r^t_{i,k}$ et $u_z^t_{i,k}$. L'ensemble des dérivées de u_r de l'équation 3.14 sont calculées par la méthode des différences finies de manière centrée, valable à l'ordre deux en Δr :

$$\begin{aligned} \ddot{u}_r &= \frac{u_r^{t+1}_{i,k} - 2u_r^t_{i,k} + u_r^{t-1}_{i,k}}{\Delta\tau^2} & \frac{\partial^2 u_r}{\partial r^2} &= \frac{u_r^t_{i+1,k} - 2u_r^t_{i,k} + u_r^t_{i-1,k}}{\Delta r^2} \\ \frac{\partial u_r}{\partial r} &= \frac{u_r^t_{i+1,k} - u_r^t_{i-1,k}}{2\Delta r} & \frac{\partial^2 u_r}{\partial z^2} &= \frac{u_r^t_{i,k+1} - 2u_r^t_{i,k} + u_r^t_{i,k-1}}{\Delta r^2} \\ \frac{\partial u_r}{\partial z} &= \frac{u_r^t_{i,k+1} - u_r^t_{i,k-1}}{2\Delta r} & \frac{\partial^2 u_r}{\partial r \partial z} &= \frac{u_r^t_{i+1,k+1} - u_r^t_{i-1,k+1} - u_r^t_{i+1,k-1} + u_r^t_{i-1,k-1}}{4\Delta r^2} \end{aligned} \quad (3.15)$$

Les dérivées pour la composante u_z étant obtenues de la même façon.

Les déplacements u_r, u_z à l'instant $t + 1$ sont calculés en utilisant un schéma explicite d'itération valable à l'ordre deux en $\Delta\tau$. L'expression permettant l'itération est :

$$\begin{aligned} u_r^{t+1}_{i,k} &= \ddot{u}_r \Delta\tau^2 + 2u_r^t_{i,k} - u_r^{t-1}_{i,k} \\ u_z^{t+1}_{i,k} &= \ddot{u}_z \Delta\tau^2 + 2u_z^t_{i,k} - u_z^{t-1}_{i,k} \end{aligned} \quad (3.16)$$

Stabilité de l'algorithme. Le schéma explicite d'itération est le schéma le plus simple à mettre en œuvre et est économe en ressources numériques. L'inconvénient est que cet algorithme n'est pas inconditionnellement stable. On définit la vitesse de propagation numérique $v_{num} = \Delta r / \Delta\tau$, qui est la vitesse à laquelle se propage une perturbation le long d'une ligne ou colonne de la grille spatiale. De manière simple, la condition de stabilité est que la vitesse de propagation numérique doit toujours être supérieure à la vitesse de phase de l'onde v_ϕ [86]. En prenant le cas d'une propagation en diagonale

de la grille, la condition s'exprime :

$$\frac{\Delta r}{\Delta \tau} \geq \sqrt{2} v_\phi \quad (3.17)$$

La condition est connue sous le nom de critère de Courant-Friedrichs-Levy (CFL). Dans notre cas on prend la vitesse du mode longitudinal selon l'axe z qui est la vitesse maximum, soit $v_{phi} = 540$ m/s. Avec les valeurs de $\delta r = 6.35 \mu\text{m}$ et $\Delta \tau = 3.18$ ns on obtient $2000 > 763$. La condition 3.17 est ainsi vérifiée.

La simulation produit également des effets numériques dispersifs, la vitesse de phase de l'onde dépendant alors de la longueur d'onde. Qualitativement, il faut un pas spatial suffisamment petit comparé à la longueur d'onde pour que la dispersion due à la discrétisation soit négligeable. On utilise pour ce critère la plus petite longueur d'onde se propageant qui correspond au mode de propagation T_2 dans le plan basal soit 0.19 mm. Pour ce mode de propagation on a une discrétisation de 30 points par longueur d'onde.

En pratique, le pas spatial Δr est d'abord sélectionné pour limiter la dispersion, puis le pas de temps $\Delta \tau$ est ajusté pour satisfaire le critère CFL.

Conditions de bords et surface émettrice. Nous distinguerons pour l'étude des conditions de bord de la simulation le bord situé en $r = 0$ des trois autres bords. Le bord en $r = 0$ est l'axe de symétrie du problème et est traité avec une attention particulière. Les composantes u_r et u_z doivent respecter l'axisymétrie, u_r doit ainsi être une fonction impaire de la variable r , et u_z une fonction paire. On déduit simplement de cette propriété que la condition de bord en $r = 0$ est $u_r = 0$ pour la composante u_r et $\partial u_z / \partial r = 0$ pour la composante u_z .

Le terme u_z est lui non nul et son évolution est décrite par l'équation du mouvement 3.14. Toutefois en $r = 0$, l'expression ne peut être évaluée numériquement à cause du terme singulier en $1/r$. En utilisant la règle de l'Hôpital [87], on peut remplacer $\frac{u_r}{r}$ par $\frac{\partial u_r}{\partial r}$ en $r = 0$ et $\frac{1}{r} \frac{\partial u_z}{\partial r}$ par $\frac{\partial^2 u_z}{\partial r^2}$, on obtient :

$$\begin{aligned} \ddot{u}_z(0, z) = & \tilde{c}_{33} \left. \frac{\partial^2 u_z}{\partial z^2} \right|_{r=0} + 2\tilde{c}_{13} \left. \frac{\partial^2 u_r}{\partial r \partial z} \right|_{r=0} + \\ & + 2\tilde{c}_{44} \left(\left. \frac{\partial^2 u_r}{\partial r \partial z} \right|_{r=0} + \left. \frac{\partial^2 u_z}{\partial r^2} \right|_{r=0} \right) \end{aligned} \quad (3.18)$$

Pour connaître \ddot{u}_z , on est ramené à devoir calculer trois dérivées partielles sur l'axe. Les composantes u_r et u_z étant respectivement impaire et paire, on peut donc écrire les égalités suivantes :

$$\begin{aligned} u_{r,0,k}^t &= 0 \\ u_{r,1,k}^t &= -u_{r,-1,k}^t \\ u_{z,1,k}^t &= u_{z,-1,k}^t \end{aligned} \quad (3.19)$$

ce qui permet d'exprimer les dérivées sur l'axe à l'ordre deux en Δr :

$$\begin{aligned}
\left. \frac{\partial u_r}{\partial r} \right|_{r=0} &= \frac{u_{r\ 1,k}^t}{\Delta r} & \left. \frac{\partial^2 u_z}{\partial z^2} \right|_{r=0} &= \frac{u_{z\ 0,k+1}^t - 2u_{z\ 0,k}^t + u_{z\ 0,k-1}^t}{\Delta r^2} \\
\left. \frac{\partial u_r}{\partial z} \right|_{r=0} &= \frac{u_{r\ 0,k+1}^t - u_{r\ 0,k-1}^t}{2\Delta r} & \left. \frac{\partial^2 u_r}{\partial r \partial z} \right|_{r=0} &= \frac{u_{r\ 1,k+1}^t - u_{r\ 1,k-1}^t}{2\Delta r^2} \\
\left. \frac{\partial^2 u_z}{\partial r^2} \right|_{r=0} &= 2 \frac{(u_{z\ 1,k}^t - u_{z\ 0,k}^t)}{\Delta r^2}
\end{aligned} \tag{3.20}$$

Une fois le calcul de \ddot{u}_z effectué, le schéma itératif est le même que celui utilisé pour les autres points.

Les conditions de bord pour les trois autres bords sont telles que $u_r = u_z = 0$. Ces conditions de bord donnent naissance à des réflexions parasites qui peuvent venir perturber la zone étudiée. Pour éviter cela, il est possible de créer des conditions de bord absorbantes [86]. Cela s'est révélé trop compliqué à mettre en œuvre dans ce problème 2D et vectoriel. En pratique, nous nous sommes contenté de choisir une taille de boîte suffisante de manière à ce que les réflexions parasites ne se propagent pas à temps jusqu'à la zone d'intérêt. L'inconvénient étant l'augmentation du temps de calcul.

La surface émettrice de l'onde acoustique est simulée en imposant le déplacement \vec{u}_s des points correspondants à la surface interne l'émetteur. On considère donc que le déplacement du milieu est identique à celui de l'émetteur, et qu'il n'y a donc pas de glissement en surface. Le déplacement \vec{u}_s d'un point se fait selon une direction normale à la surface émettrice et son amplitude varie dans le temps comme :

$$\begin{cases} |u_s| = A \frac{t}{t_{exc}} \sin(\omega t) & \text{pour } t < t_{exc} \\ |u_s| = A \exp\left(-\frac{\omega(t - t_{exc})}{Q}\right) \sin(\omega t) & \text{pour } t > t_{exc} \end{cases} \tag{3.21}$$

représentant la réponse de l'émetteur à une salve résonante. A est l'amplitude maximale du déplacement et ω la fréquence d'excitation. L'émetteur est excité pendant une durée t_{exc} durant laquelle on considère que son amplitude croît linéairement. Il relaxe ensuite exponentiellement avec un temps caractéristique dépendant du facteur de qualité Q de la résonance.

Calcul des variations de densité et du cisaillement. Les variations relatives de volume correspondent à la divergence du vecteur déplacement ou la trace du tenseur des déformations [88]. Pour un système de coordonnées cylindriques on a :

$$\frac{\delta V}{V} = \varepsilon_{rr} + \varepsilon_{\theta\theta} + \varepsilon_{zz} \tag{3.22}$$

Lorsque le problème est axisymétrique les éléments diagonaux du tenseur des déformations $\bar{\varepsilon}$ sont donnés par les expressions 3.11. Les variations relative

de volume sont alors données par :

$$\begin{cases} \frac{\delta V}{V} = \frac{\partial u_r}{\partial r} + \frac{u_r}{r} + \frac{\partial u_z}{\partial z} & \text{pour } r \neq 0 \\ \frac{\delta V}{V} = 2 \left. \frac{\partial u_r}{\partial r} \right|_{r=0} + \left. \frac{\partial u_z}{\partial z} \right|_{r=0} & \text{pour } r = 0 \end{cases} \quad (3.23)$$

où on a utilisé la règle de l'Hôpital pour l'expression en $r = 0$. Les dérivées partielles sont évaluées par la méthode des différences finies en $r \neq 0$ et $r = 0$ selon les expressions respectives 3.15 et 3.20. Afin de faire des comparaisons avec les résultats des mesures interférométriques décrites dans le chapitre 4, on calcule les variations d'indice optique δn correspondantes :

$$\delta n = -(n - 1) \frac{\delta V}{V} \quad (3.24)$$

où n est l'indice optique du milieu. Les valeurs de n pour l'hélium en fonction de ρ sont calculées à partir de mesures effectuées par Edwards dans le liquide [89]. On néglige pour cela l'anisotropie optique de l'hélium hcp qui est de l'ordre de $|n_o - n_e| \simeq 2.6 \cdot 10^{-6}$ [90].

Le carré du taux de cisaillement dans le milieu solide est défini comme la somme des carrés des éléments de la partie de trace nulle de la matrice des déformations [88] :

$$\begin{aligned} C^2 &= \left(\varepsilon_{ij} - \frac{1}{3} \delta_{ij} \varepsilon_{ll} \right)^2 = \varepsilon_{ij} \varepsilon_{ij} + \frac{1}{9} \delta_{ij} \delta_{ij} \varepsilon_{ll} \varepsilon_{ll} - \frac{2}{3} \delta_{ij} \varepsilon_{ij} \varepsilon_{ll} \\ &= \varepsilon_{ij} \varepsilon_{ij} - \frac{1}{3} \varepsilon_{ll} \varepsilon_{ll} \end{aligned} \quad (3.25)$$

En sommant sur les indices répétés et en prenant les tenseurs des déformations en symétrie cylindrique ($\varepsilon_{r\theta} = \varepsilon_{\theta z} = 0$), on a :

$$\begin{aligned} C^2 &= \varepsilon_{rr}^2 + \varepsilon_{\theta\theta}^2 + \varepsilon_{zz}^2 + 2\varepsilon_{rz}^2 - \\ &\quad - \frac{1}{3} (\varepsilon_{rr}^2 + \varepsilon_{\theta\theta}^2 + \varepsilon_{zz}^2 + 2\varepsilon_{rr}\varepsilon_{\theta\theta} + 2\varepsilon_{\theta\theta}\varepsilon_{zz} + 2\varepsilon_{zz}\varepsilon_{\theta\theta}) \\ &= \frac{1}{3} [(\varepsilon_{rr} - \varepsilon_{\theta\theta})^2 + (\varepsilon_{zz} - \varepsilon_{\theta\theta})^2 + (\varepsilon_{rr} - \varepsilon_{zz})^2] + 2\varepsilon_{rz}^2 \end{aligned} \quad (3.26)$$

Les éléments du tenseur $\bar{\varepsilon}$ sont remplacés par leur expressions aux dérivées partielles 3.11, qui sont évaluées par différences finies selon les expressions 3.15 et 3.20.

3.3.3 Résultats de la simulation

Précision de la simulation. Dans un milieu isotrope, il est relativement facile de vérifier qualitativement qu'une simulation numérique prédit correctement la propagation de l'onde. On peut pour cela comparer la vitesse du son de la simulation à la vitesse du son calculée analytiquement. Dans le cas d'un solide, la vitesse de propagation du son dépend de la direction. La

méthode utilisée pour vérifier la validité et la précision des prédictions est de recréer artificiellement une surface d'onde qui sera comparée à la surface d'onde analytique.

Une source sphérique quasi-ponctuelle de taille inférieure à la longueur d'onde du son est simulée. On lui fait émettre une perturbation de manière isotrope dans le solide. L'onde sonore émise est décomposée sur les deux modes d'oscillation autorisés par la symétrie, le mode longitudinal L et le mode T_2 . Après un temps de propagation $t_v = 5 \mu s$, on récupère le profil du front d'onde du mode longitudinal qui correspond ainsi à une surface d'onde simulée. Les constantes élastiques utilisées sont identiques à celles utilisées dans la section 3.2 pour le calcul analytique de la surface d'onde. Une comparaison directe des deux surfaces peut alors être effectuée. La figure

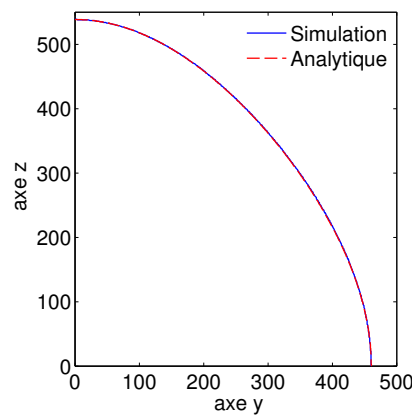


Figure 3.5. La figure présente une comparaison de la surface d'onde calculée par la simulation numérique, et par le calcul analytique. Les deux surfaces ont été dimensionnées à une échelle identique. La simulation simule correctement la propagation de l'onde sonore, puisque le désaccord relatif entre les valeurs trouvées est inférieur à 0.2 %.

3.5 présente les deux surfaces d'onde obtenues mises à la même échelle. On constate un très bon accord des 2 surfaces d'onde, puisque le désaccord relatif sur les rayons est de 0.2 % au maximum. De la même manière, il est possible de comparer les surfaces pour le mode T_2 , mais la récupération du front d'onde est plus complexe du fait de la présence de points de rebroussement. Une estimation de visu montre qu'il y a également un bon accord pour ce mode. La simulation prédit donc correctement la propagation du son dans le milieu anisotrope en symétrie cylindrique, l'erreur sur la vitesse étant au maximum de 0.2 %.

Simulation avec un émetteur. Nous détaillons ici les résultats obtenus sur le champ acoustique émis par un émetteur ayant la forme d'une demi-surface d'onde. La géométrie exacte de la surface émettrice dans la simulation est identique à celle de l'émetteur qui a été fabriqué². Les valeurs des

² L'ouverture angulaire de l'émetteur est réduite et l'émetteur est percé au sommet d'un trou de 1 mm de diamètre. Une mesure du profil de la face interne est détaillée dans partie 3.4.2

constantes élastiques utilisées dans la simulation sont :

$$\begin{aligned}
 \tilde{c}_{11} &= 2.14 \cdot 10^5 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \\
 \tilde{c}_{33} &= 2.92 \cdot 10^5 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \\
 \tilde{c}_{12} &= 1.12 \cdot 10^5 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \\
 \tilde{c}_{13} &= 5.56 \cdot 10^4 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \\
 \tilde{c}_{44} &= 6.54 \cdot 10^4 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2}
 \end{aligned}
 \tag{3.27}$$

Les simulations utilisent un modèle linéaire, ainsi l'amplitude de déplacement de la source est fixé arbitrairement comme étant $0.5 \mu\text{m}$. Ce déplacement correspond à une variation de l'indice de réfraction à la surface de l'émetteur d'amplitude $\delta n_{surf} = 2.3 \cdot 10^{-4} \pm 0.2 \cdot 10^{-4}$. Cette valeur varie de $\sim 10 \%$ sur la face interne de l'émetteur à cause de l'anisotropie de la compressibilité de l'hélium. La figure 3.6 présente les cartes du champ acoustique simulé pour deux temps différents $t = 2.5 \mu\text{s}$ et $t = 15 \mu\text{s}$, l'échelle de gris représentant les variations de l'indice de réfraction δn . Qualitativement on constate une bonne

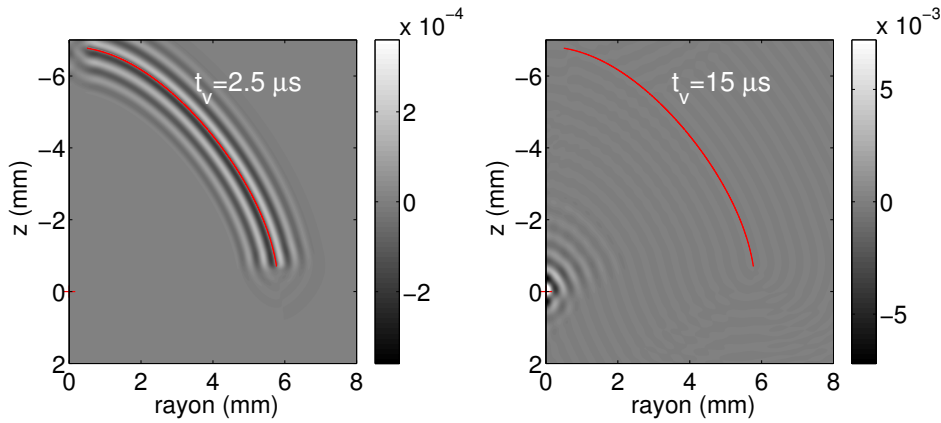


Figure 3.6. Ces cartes simulées du champ acoustique représentent les variations d'indice δn aux temps $t = 2.5 \mu\text{s}$ et $t = 15 \mu\text{s}$. La courbe rouge représente l'émetteur acoustique et la croix rouge l'origine de la surface émettrice. Les ondes sonores se focalisent correctement, compte-tenu de leur aspect concentrique centré sur l'origine.

focalisation de l'onde, puisque l'onde converge vers un point correspondant à l'origine de la surface d'onde formée par l'émetteur. Les grandes amplitudes semblent confinées dans une région de une à deux longueurs d'onde autour du foyer.

On définit comme mesure de la compression ou dilatation du cristal δn_{max} , qui est la plus grande variation de δn obtenue au cours du temps. De la même manière on définit C_{max} , l'effort de cisaillement le plus important obtenu au cours du temps, comme mesure du cisaillement du cristal. La figure 3.7 présente deux cartes agrandies de δn_{max} et C_{max} au foyer acoustique. Les plus grandes variations d'indice de réfraction sont concentrées dans une zone de forme oblongue et centrée sur l'origine de la surface d'onde. Son extension totale à mi-hauteur est de 0.55 mm verticalement, soit environ une longueur d'onde et de 0.23 mm horizontalement, soit une demi longueur d'onde. La

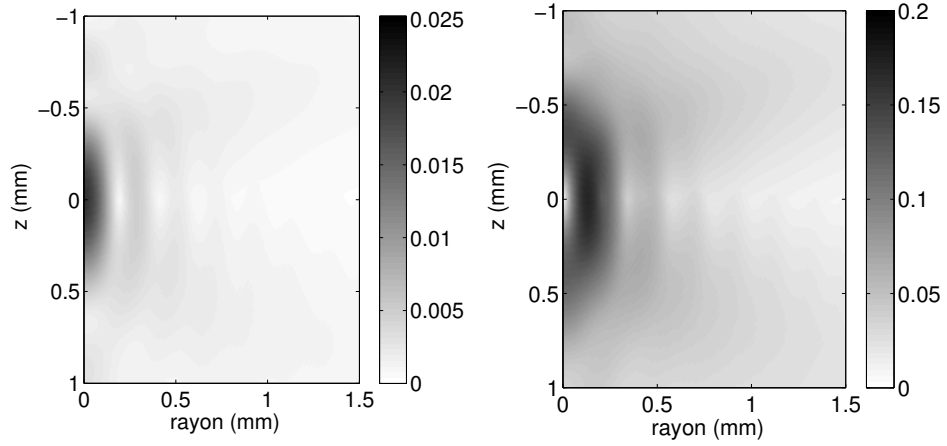


Figure 3.7. Les deux cartes représentent les plus grandes valeurs de δn (gauche) et de C (droite) atteintes au cours du temps, au voisinage du foyer acoustique. Au niveau de la surface émettrice, les plus grandes variations d'indice sont de l'ordre de $2.3 \cdot 10^{-4}$. Les variations d'indice les plus importantes sont situées dans une zone ovale centrée sur l'origine. Les efforts de cisaillement sont quasi nuls à l'origine et sont répartis aux alentours de la zone de forte compression.

plus grande valeur, atteinte au centre de cette zone, est telle que $\delta n_{f_{oy}} = 2.0 \cdot 10^{-2}$. On détermine ainsi un facteur d'amplification de l'onde :

$$g = \frac{\delta n_{f_{oy}}}{\delta n_{surf}} = 86 \quad (3.28)$$

On observe également la présence d'autres maxima locaux dont l'amplitude toutefois ne dépasse pas une valeur de $4.7 \cdot 10^{-3}$.

Une zone de fort cisaillement entoure la zone de compression. Qualitativement, le cisaillement est corrélé au gradient de δn_{max} , plus les gradients sont importants plus le cisaillement est grand. Le maximum de cisaillement est trouvé au point $(r, z) = (0.13, 0)$ avec une valeur de 0.169. Il faut noter que le cisaillement du cristal reste en permanence quasi nul au foyer lui même, la déformation y est donc purement isotrope.

Simulation avec deux émetteurs. Une simulation avec deux émetteurs dont les surfaces sont concentriques a été réalisée. La simulation utilise des paramètres identiques à celle à un émetteur, à l'exception du domaine discrétisé qui est deux fois plus grand. On donne sur la figure 3.8 deux images de la propagation du son aux temps $t = 2.5 \mu s$ et $t = 15 \mu s$. Les ondes provenant de la partie supérieure et inférieure se propagent en convergeant vers l'origine. Après être passée par le foyer acoustique, chaque partie de l'onde se met à diverger et interfère avec l'autre partie. Dans la zone d'interférence il se crée un réseau d'ondes stationnaires. Sur la carte de δn_{max} (figure 3.9) on constate que les fortes variations de volume sont maintenant concentrées dans une zone circulaire située au foyer acoustique de largeur à mi-hauteur 0.22 mm. La variation la plus importante de l'indice de réfraction est telle que $\delta n_{f_{oy}} = 4.2 \cdot 10^{-2}$, avec des maximums secondaires dont l'amplitude

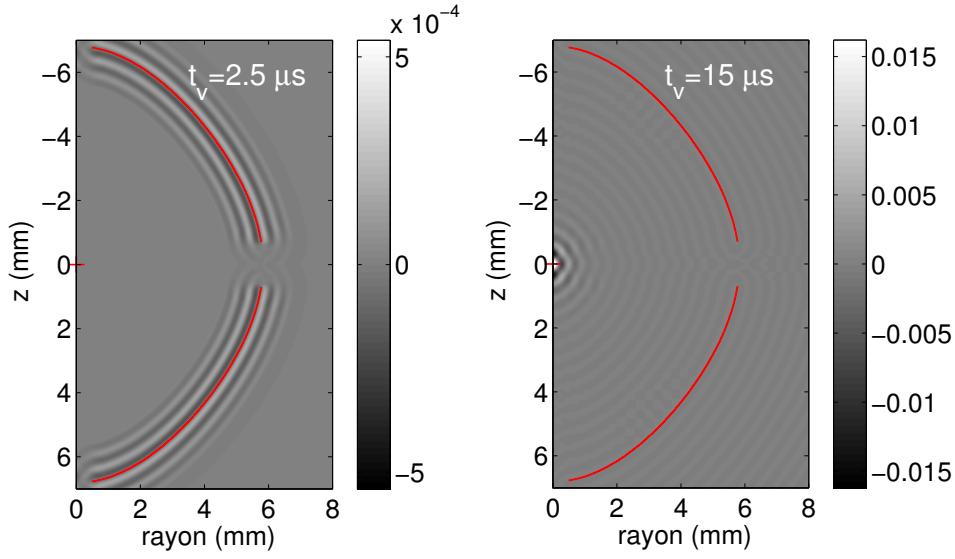


Figure 3.8. Cartes des variations d'indice δn aux temps $t = 2.5 \mu\text{s}$ et $t = 15 \mu\text{s}$, pour une expérience avec deux émetteurs acoustiques en configuration confocale. La croix rouge est l'origine commune des deux surfaces. À l'origine les variations d'indice sont deux fois plus importantes qu'avec un seul émetteur, car les ondes sonores émises par les deux émetteurs se superposent.

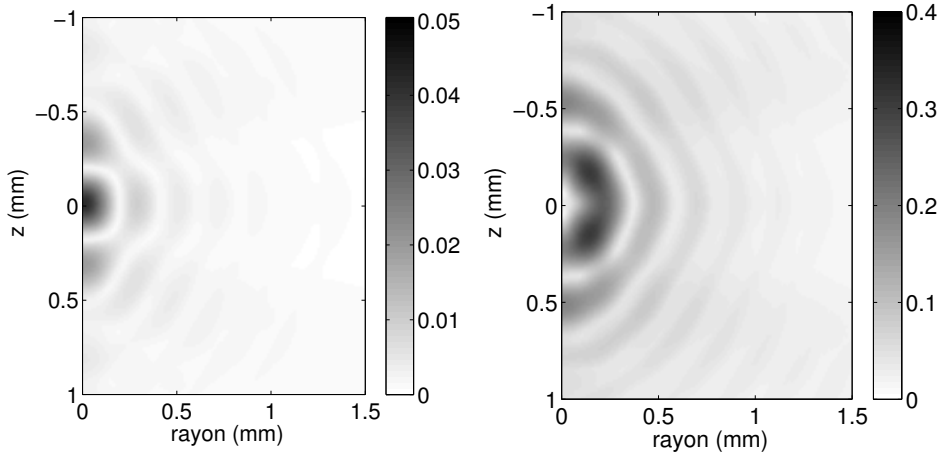


Figure 3.9. Agrandissements du foyer acoustique présentant le maximum de variation d'indice de réfraction δn_{max} (gauche) et le maximum de cisaillement C_{max} (droite). Le foyer acoustique est mieux défini qu'avec un seul émetteur, c'est une zone circulaire large d'une demi longueur d'onde. Les efforts de cisaillement sont concentrés en périphérie des maximums de compression.

n'excède pas une valeur de 0.019. L'amplitude des variations d'indice de réfraction à la surface de l'émetteur est identique au cas à un émetteur soit $\delta n_{surf} = 2.3 \cdot 10^{-4} \pm 0.2 \cdot 10^{-4}$. Le facteur d'amplification est :

$$g = \frac{\delta n_{foy}}{\delta n_{surf}} = 178 \quad (3.29)$$

Le facteur d'amplification est donc 2 fois plus grand que dans le cas à un émetteur, la modification principale étant l'aspect du foyer acoustique.

Le cisaillement est toujours qualitativement localisé sur les zones où les gradients de δn_{max} sont importants. Le maximum est maintenant situé en diagonale du foyer acoustique au point $(r, z) = (0.14, 0.17)$ et vaut 0.307. En comparaison, la valeur du cisaillement à l'origine est négligeable.

3.4 Réalisation de l'émetteur sonore adapté à l'hélium-4 hcp

Nous montrons dans cette section comment un émetteur acoustique sur mesure a été fabriqué à partir d'un bloc de céramique piézoélectrique. Une mesure du profil de l'émetteur ainsi réalisé permet de vérifier que la surface interne correspond à une surface d'onde. La qualité de conversion électromécanique de l'émetteur est évaluée en analysant l'évolution de l'impédance électrique avec la fréquence.

3.4.1 Fabrication de la céramique piézoélectrique

Géométrie de l'émetteur L'utilisation d'une céramique piézoélectrique comme transducteur acoustique en environnement cryogénique est une solution qui a fait ses preuves [51, 81]. L'émetteur acoustique est donc constitué d'une céramique piézoélectrique dont la surface interne épouse une quasi-demi surface d'onde de l'hélium solide. La surface interne, qui constitue la première électrode, est définie par les coordonnées (η, ζ) de l'équation 3.7 et est normalisée de manière à avoir un rayon équatorial $R = 6.0$ mm. La surface externe est parallèle à la surface interne de manière à obtenir une épaisseur $e = 2$ mm et constitue la seconde électrode de l'élément piézoélectrique.

L'axe local de polarisation de la céramique est orienté selon la normale à la surface interne \vec{n}_c , dans la direction de l'épaisseur (figure 3.10). Dans un modèle simple où on néglige les effets des bords, lorsqu'une tension est appliquée sur les électrodes, l'épaisseur de la céramique varie de manière uniforme sur l'ensemble de la surface. Pour de simples disques, ce type de déplacement est connu sous le nom de « piston-like ». La fréquence de résonance de ce mode de vibration en épaisseur est estimée par la relation :

$$f_0 = \frac{\omega_0}{2\pi} = \frac{v_c}{2e} \quad (3.30)$$

où v_c est la vitesse du son dans la céramique pour une propagation selon l'épaisseur. En prenant une estimation $v_c \simeq 4600$ m.s⁻¹ fournie pour ce type de céramique, la fréquence de résonance se situe vers 1.15 MHz.

Deux modifications ont été apportées à la céramique. Un trou de 1 mm situé au sommet de la céramique forme un canal permettant l'apport de matière au volume interne. L'angle d'ouverture est réduit en ôtant 1 mm sur le bord de la céramique, pour avoir un accès optique direct au foyer acoustique situé à l'origine. L'aspect final de l'émetteur est représenté sur la figure 3.10

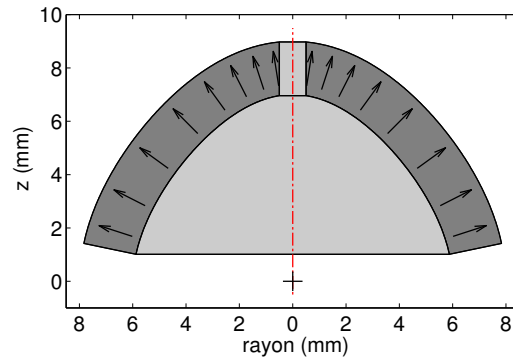


Figure 3.10. Vue en coupe de l'émetteur acoustique dont le foyer est marqué d'une croix noire. L'axe de polarisation est représentée par les flèches noires.

Usinage de la céramique piézoélectrique. L'émetteur que l'on souhaite obtenir est formé d'un unique bloc de matériau piézoélectrique. Les fournisseurs proposent un éventail relativement large de formes comme des disques, des hémisphères, des cylindres, etc, ... et certains proposent également de la fabrication sur mesure. Cette solution est toutefois coûteuse et nécessite de long délais, ce qui est peu compatible avec des expériences de laboratoire qui nécessitent souvent des ajustements correctifs. Plusieurs alternatives sont possibles, une d'entre elle décrite par S. Alkoy [91] consiste à mouler des barbotines formées à partir de poudres de matériaux piézoélectriques qui sont frittées à haute température une fois séchées. Cette procédure n'est pas adaptée lorsque les dimensions ont des tolérances faibles puisque l'article mentionne une contraction de l'ordre de 16 % de la pièce durant la cuisson.

La solution que nous avons retenue consiste à usiner sur un tour à commande numérique disponible au laboratoire, des cylindres de matériaux piézoélectriques, les matériaux bruts étant peu coûteux et accessibles chez de nombreux fabricants³. Le matériau piézoélectrique que nous avons utilisé est une céramique de type *PZT 401* de *Morgan Electro Ceramics*.

| numéro | outil | diamètre (mm) | épaisseur ou longueur (mm) | vitesse de rotation (Rpm) |
|--------|---------------------|---------------|----------------------------|---------------------------|
| 1 | meule cylindrique | 1 | 25 | 10000 |
| 2 | meule hémisphérique | 5 | 25 | 8000 |
| 3 | meule désintégrante | 6.5 | 25 | 8000 |
| 4 | disque | 63.5 | 6.4 | 4000 |

Tableau 3.1. Les outils diamantés utilisés pour l'usinage des céramiques sont montés sur une meule à air comprimé tournant à haute vitesse. Une lubrification importante à l'eau durant l'usinage évite la surchauffe de la pièce.

Pour usiner une céramique piézoélectrique, il est nécessaire de travailler à haute vitesse et avec des outils diamantés. Pour cela, l'outil fixe du tour

³. Consulter par exemple les catalogues de *Channel Industries*, *SensorTech*, *Morgan Electro Ceramics*, *Ferroperm Piezoceramics*,...

à commande numérique a été remplacé par une meule à air comprimé, la fréquence de rotation de la meule pouvant être ajustée de 3000 à 17000 rpm en réglant la pression d'entrée de 0.25 à 4 bar. L'usinage est réalisé à l'aide de quatre types différents d'outils diamantés⁴ référencés dans le tableau 3.1, et est associé à une importante lubrification à l'eau pour éviter toute surchauffe du matériau.

La fabrication démarre avec un cylindre de matériau de 20 mm de long et 20 mm de diamètre. Cela correspond à l'étape 0 de la fabrication et les étapes successives sont présentées sur la figure 3.11. L'étape 1 est réalisé avec l'outil

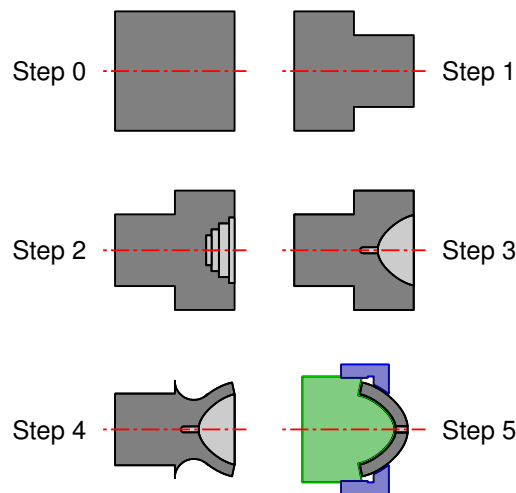


Figure 3.11. Aspect initial du cylindre de céramique et différentes étapes d'usinage. Le mord du tour se situe sur la gauche mais n'est pas montré. L'étape 5 utilise un support en métal adapté à la pièce représenté en vert et bleu.

3 et consiste à réduire le diamètre du cylindre. L'étape 2 qui est réalisée avec le même outil sert à usiner grossièrement le profil interne. Le profil interne est usiné avec précision à l'étape 3 en utilisant la meule hémisphérique (outil 2) dont le rayon de 2.5 mm a été choisi tel qu'il soit inférieur au plus petit rayon de courbure du profil. La surface externe proche du bord est alors dressée en utilisant l'outil 4. Pour l'étape finale la céramique est sertie dans un support préparé spécialement, et l'outil 4 termine le dressage de la surface externe.

Électrodes et polarisation. Après l'usinage, les électrodes sont créées sous la forme d'un dépôt d'argent sur les faces externe et interne de l'émetteur, le bord étant laissé brut. Ces électrodes sont utilisées ensuite pour produire un fort champ électrique dans la céramique, à une température supérieure à température de Curie et créer ainsi la polarisation permanente du matériau piézoélectrique lors de son refroidissement sous champ. En négligeant la déformation du champ électrique sur les bords de la céramique, la polarisation résultante est orientée le long de la normale à la surface interne \vec{n}_c . Ces deux étapes ont été réalisées en dehors du laboratoire par la société *Morgan Electro Ceramics*.

4. *Chicago diamond tools.*

3.4.2 Contrôle du profil interne

La qualité d'usinage de la surface interne est contrôlée à l'aide d'un montage utilisant un comparateur fixé sur une table de translation à trois axes. La pointe sphérique du comparateur de rayon $r = 1$ mm est déplacée dans le plan radial le long de la surface interne par pas successifs de ~ 100 μm . Les coordonnées (r_c, z_c) du centre C de la pointe du comparateur, ainsi que la position de l'axe de symétrie sont relevées grâce aux vis micrométriques de la table de translation. Le point de contact S de coordonnées (r_s, z_s) entre la pointe sphérique et la céramique peut être retrouvé à l'aide de la trajectoire décrite par le centre C de la pointe :

$$\vec{OS} = \vec{OC} + r \vec{n}_c \quad (3.31)$$

le point O étant l'origine et n_c le vecteur normal à la trajectoire de C . La figure 3.12 présente les profils obtenus pour les deux céramiques qui ont été utilisées dans l'expérience. Une appréciation de la précision de l'usinage de la face interne est obtenue en ajustant une surface d'onde théorique (équation 3.7) de rayon R en $z = 0$ sur les points S obtenus expérimentalement. L'ajustement est fait sur deux degrés de liberté, le rayon R de la surface d'onde et un offset vertical. Le rayon R est déterminé comme étant $R = 5.72$ mm pour la céramique 1 et $R = 5.80$ mm pour la céramique 2, ce qui représente des déviations de 4.9 % et 3.5 % de la valeur visée $R = 6.0$ mm. Dans les deux cas le désaccord entre la surface d'onde ajustée et le profil mesuré en fonction de l'angle polaire est au plus 50 μm , ce désaccord est acceptable en considérant que cela représente ~ 10 % de la longueur d'onde du son émis. Les surfaces d'onde ajustées pour l'émetteur 1 et 2 sont représentées sur la figure 3.12 en traits bleu. Les caractéristiques géométriques des deux céramiques

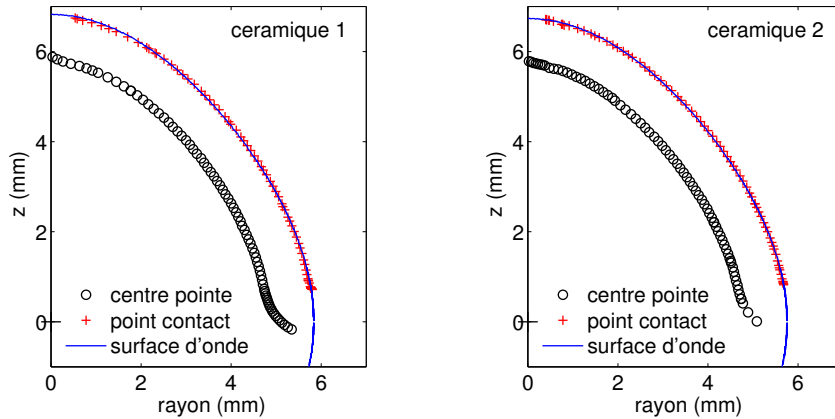


Figure 3.12. Les profils expérimentaux en rouge sont comparés à une surface d'onde théorique en bleu pour la céramique 1 (gauche) et 2 (droite). Les cercles noirs sont les positions successives du centre de la pointe du comparateur.

sont conformes au profil attendu d'une surface d'onde. Il faut alors vérifier que l'excitation électrique sera correctement couplée au mode de vibration en épaisseur de la céramique, c'est à dire que le matériau piézoélectrique est

bien polarisé. On utilise pour cela l'analyse de l'impédance électrique de la céramique piézoélectrique.

3.4.3 Caractérisation électrique

Modèle électromécanique d'un oscillateur piézoélectrique. Les propriétés de la céramique piézoélectrique en tant que diélectrique et élément résonant peuvent être séparées et modélisées par un circuit électrique équivalent de Van Dyke [92], la résonance à modéliser étant ici la résonance en épaisseur de la céramique. Le circuit électrique équivalent est visible sur la figure 3.13. Il se compose d'une capacité C_0 représentant le condensateur

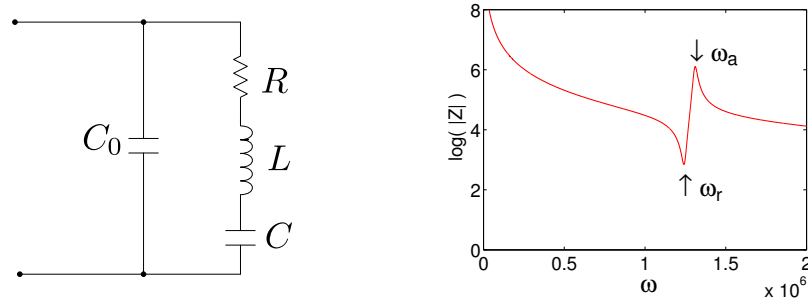


Figure 3.13. Circuit électrique équivalent modélisant les propriétés diélectriques et résonantes de la céramique piézoélectrique et aspect du module de l'impédance.

formé par les électrodes de la céramique à épaisseur bloquée, en parallèle avec un circuit RLC série, où R représente les pertes (dissipation interne et émission acoustique), L la masse effective pour le mode de vibration étudié et C l'inverse de la raideur de la céramique. L'impédance électrique Z_{eq} de ce circuit équivalent dépend de la pulsation ω comme :

$$Z_{eq}(\omega) = \frac{R + j(L\omega - 1/C\omega)}{1 + jC_0\omega(L\omega - 1/C\omega)} \quad (3.32)$$

La figure 3.13 présente l'aspect typique du module de Z_{eq} . Le circuit équivalent possède une résonance à la pulsation ω_r et une antirésonance à la pulsation ω_a qui s'expriment en fonction des paramètres du circuit comme :

$$\omega_r = \frac{1}{\sqrt{LC}} \quad \omega_a = \sqrt{\frac{1/C + 1/C_0}{L}} \quad (3.33)$$

Le facteur de qualité mécanique Q de l'oscillateur et le coefficient de couplage électromécanique effectif k_{eff} s'expriment en fonction des pulsations à résonance et antirésonance [93] :

$$Q = \frac{\omega_r L}{R} \quad k_{eff}^2 = 1 - \left(\frac{\omega_r}{\omega_a}\right)^2 \quad (3.34)$$

Nous utiliserons ce modèle simple pour réaliser des ajustements sur le mode de résonance en épaisseur qui est le mode de plus fort couplage électromécanique.

Mesure de l'impédance électrique des céramiques. Le montage expérimental utilisé pour mesurer l'impédance Z_c de la céramique est schématisé figure 3.14. Un générateur de signaux⁵ délivre une tension sinusoïdale de ré-

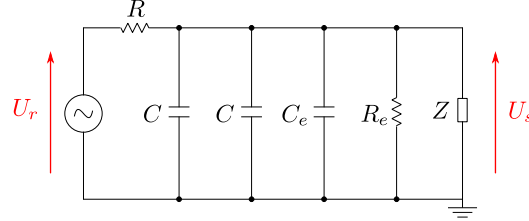


Figure 3.14. Schéma du montage utilisé. Un générateur délivre un signal sinusoïdal de référence à travers une résistance R . L'oscilloscope mesure la tension de référence U_r , ainsi que la tension U_s aux bornes de l'impédance Z à déterminer. Les dipôles C_e , R_e et C sont respectivement la capacité et résistance d'entrée de l'oscilloscope, ainsi que la capacité parasite des câbles.

férence U_r d'amplitude $V_0 \simeq 5.0$ V à travers une résistance $R = 4.7$ k Ω pour avoir un comportement de type générateur de courant. U_r est mesurée sur la voie 1 d'un oscilloscope⁶, et la tension U_s aux bornes de la céramique est mesurée sur la voie 3. Les deux câbles coaxiaux utilisés pour alimenter et mesurer la tension aux bornes de la céramique ont une résistance $R < 0.1$ Ω et une capacité $C = 15$ pF. Les impédances d'entrée de l'oscilloscope sont réglées sur $R_e = 1$ M Ω , en parallèle avec une capacité $C_e = 20$ pF. L'acquisition des signaux et le contrôle des appareils de mesure est effectuée par un ordinateur. Les contacts électriques avec les électrodes de la céramique sont réalisés par contact mécanique à l'aide d'un ressort appliquant une force de quelques Newton le long de l'axe de symétrie. L'impédance complexe Z_c de la céramique peut alors s'exprimer comme :

$$Z_c = R \frac{1}{\frac{U_r}{U_s} - \frac{Z_p + R}{Z_p}} \quad (3.35)$$

où Z_p est l'impédance parasite regroupant l'impédance des câbles et de l'entrée de l'oscilloscope telle que $Z_p = R_e / (1 + jR_e(C_e + 2C)\omega)$. Cette impédance en parallèle de la céramique qui vaut ~ 3 k Ω à 1 MHz ne peut pas être négligée car elle est comparable à celle de la céramique à l'antirésonance. Le rapport U_r/U_s est une quantité complexe obtenue en calculant les composantes de Fourier de U_r et U_s à la fréquence ω .

Les impédances pour les deux émetteurs mesurées à $T = 300$ K sont représentées en rouge sur la figure 3.15. Les spectres des deux céramiques présentent jusqu'à ~ 1 MHz une décroissance en $1/jC_0\omega$ associée à de nombreuses résonances qui sont similaires sur les 2 céramiques. Au-delà de 1 MHz on voit apparaître une résonance très marquée se manifestant par une large variation de l'impédance, à laquelle se superposent de nombreuses petites

5. Tektronix AFG 3022

6. Lecroy Waverunner 104Xi

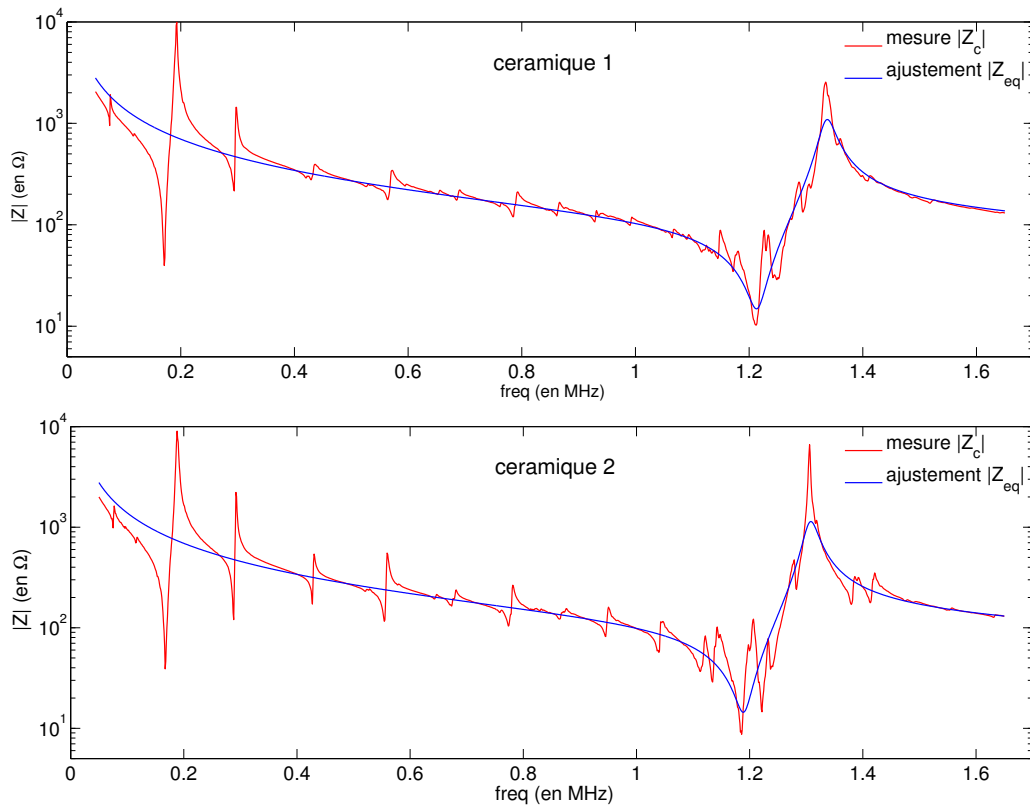


Figure 3.15. Impédances mesurées $|Z_c|$ des céramiques 1 et 2 en fonction de la fréquence. Le tracé bleu est un ajustement par l'impédance du circuit équivalent $|Z_{eq}|$ défini à l'équation 3.32.

résonances qui cette fois diffèrent entre les deux céramiques. Pour la céramique 1 le minimum absolu de $|Z_c|$ est $|Z_c|_{min} = 10.2 \Omega$ et se trouve à $f_{min} = 1.213 \text{ MHz}$, pour la céramique 2 on trouve $f_{min} = 1.186 \text{ MHz}$ et $|Z_c|_{min} = 8.7 \Omega$

L'ensemble du spectre $|Z_c|(\omega)$ est ajusté par l'impédance théorique du circuit équivalent $|Z_{eq}|(\omega)$, l'ajustement étant réalisé sur les logarithmes de ces deux quantités. Le résultat de l'ajustement est visible sur la figure 3.15 et les résultats sont récapitulés dans le tableau 3.2. Les ajustements pour les 2

| Numéro céramique | C_0 (pF) | R (Ω) | L (μH) | C (pF) | f_r (MHz) | f_a (MHz) | Q | k_{eff} |
|---------------------|---------------|---------------------|--------------------------|-------------|----------------|----------------|------|-----------|
| 1 | 936 | 15.0 | 87.0 | 197 | 1.21 | 1.34 | 46.8 | 0.417 |
| 2 | 950 | 14.6 | 91.2 | 196 | 1.19 | 1.31 | 44.3 | 0.414 |

Tableau 3.2. Paramètres de l'ajustement de l'équation 3.32 sur les données expérimentales présentées figure 3.15.

céramiques sont assez similaires ce qui témoigne de la reproductibilité de la procédure de fabrication. On discute ici les valeurs des paramètres moyennés pour les deux céramiques. L'ajustement donne une fréquence de résonance f_r de l'ordre de $1.20 \pm 0.01 \text{ MHz}$ pour les deux céramiques pour un coefficient de couplage électromécanique effectif $k_{eff} = 0.415 \pm 0.002$. Le coefficient de

qualité de la résonance fourni par l'ajustement est $Q = 45 \pm 2$, coefficient qui semble sous-estimé en faisant une appréciation à l'œil de l'ajustement.

La fréquence f_r proche de la fréquence prédite par l'équation 3.30 indique qu'il s'agit bien d'un mode de vibration en épaisseur de la céramique. Le fort couplage électromécanique du mode témoigne quand à lui d'un bon taux de polarisation et de la bonne orientation de celle-ci.

3.5 L'émetteur acoustique dans la cellule

3.5.1 Fixation et alimentation électrique

Le système utilisé pour maintenir les émetteurs piézoélectriques dans la cellule consiste en deux supports en *Stycast* visibles sur la figure 2.4. Les supports ont été moulés directement sur chaque céramique afin d'en épouser au mieux la forme. Pour cette opération, les céramiques sont recouvertes d'une fine couche de *Teflon* afin d'éviter que la *Stycast* n'adhère aux céramiques. En effet, si la céramique devenait solidaire de son support, cela pourrait modifier ses modes propres de vibration. Les supports sont munis de deux tubes minces en inox afin qu'ils puissent coulisser le long de tiges de guidages fixées dans le couvercle de la cellule. Les tiges de guidages garantissent la bonne horizontalité des supports et le bon alignement des deux céramiques pour les expériences à deux émetteurs acoustiques. La géométrie des supports permet de garder un accès optique direct au foyer acoustique.

Pour les mesures électriques et l'alimentation des émetteurs, on utilise un montage à 4 fils où deux fils sont utilisés pour l'alimentation et deux autres pour la détection. Pour éviter d'avoir à souder sur les émetteurs piézoélectriques, ce qui pourrait les dépolariser, les émetteurs sont munis à chaque électrode d'une patte de connexion en feuille d'argent collée à l'époxy conductrice⁷. Lors des expériences avec deux émetteurs acoustiques, les émetteurs sont mis électriquement en parallèle au niveau de la cellule expérimentale et sont alors alimentés par les mêmes fils.

Un schéma de la ligne d'alimentation est présenté figure 3.16. Quatre câbles coaxiaux rigides, que nous avons fabriqués, venant de la température ambiante passent à travers le réservoir d'hélium et sont reliés à un passage de fils allant vers le tour de cellule. Ces câbles coaxiaux de 1.50 m de long sont constitués d'une gaine en inox recuit de 0.9×1.2 mm, d'une isolation en *Teflon* de 0.3×0.9 mm et d'une âme en cuivre de diamètre 0.25. Les câbles sont isolés de la masse générale du cryostat et sont thermalisés sur trois écrans du réservoir d'hélium. Ensuite deux câbles coaxiaux supraconducteurs de 30 cm, chacun amenant les fils pour un pôle de l'émetteur, relie le passage de fil du tour de cellule à la cellule expérimentale. Les câbles coaxiaux supraconducteurs⁸ permettent d'avoir une excellente conductivité électrique à basse température pour des pertes thermique faibles de l'ordre de $7.5 \mu\text{W}$

7. *Lakeshore Low temperature Conductive Epoxy ESF-2-10*

8. *CryoCable Model CRYC-32-50*

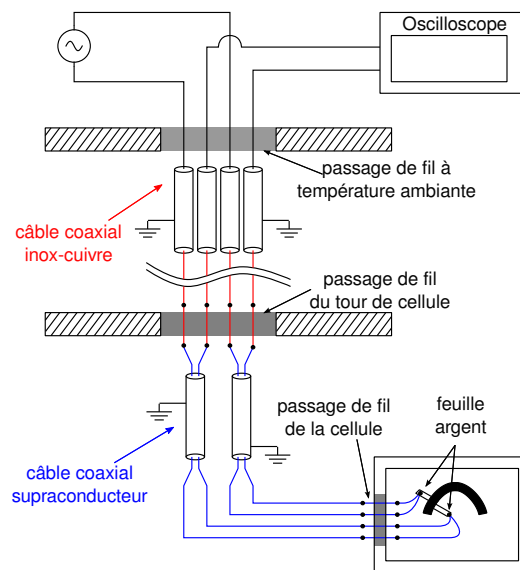


Figure 3.16. Schéma de l'alimentation électrique des céramiques piézoélectriques. Des câbles supraconducteurs permettent d'avoir une faible résistance électrique et une faible conduction de la chaleur. Une feuille d'argent collée à la colle époxy conductrice permet de réaliser la connexion électrique avec les céramiques.

par câble. Dans la cellule expérimentale les émetteurs piézoélectriques sont alimentés par deux fils supraconducteurs⁹ soudés sur les feuilles d'argent collés aux émetteurs.

3.5.2 Caractérisation électrique à basse température

Pour ces mesures la céramique 2 se trouve dans la cellule expérimentale vide à $T = 1$ K. Les mesures sont effectuées par l'intermédiaire des câbles d'alimentation électrique de la céramique, décrits dans la sous-section précédente.

Pour des fréquences de l'ordre du MHz, l'impédance électrique des câbles coaxiaux due aux couplages capacitifs ne peut plus être négligée et bien que des modélisations des lignes d'alimentation aient été tentées, la prise en compte de l'ensemble des propriétés électriques des câbles est une tâche complexe. Des mesures comparatives de spectres hors cryostat et au fond du cryostat montrent que l'effet principal des câbles est une diminution de l'amplitude des antirésonances. Les impédances et fréquences à résonance restent elles quasi inchangées ce qui est consistant avec le fait que les impédances parasites sont en parallèle avec l'impédance Z_c à mesurer.

La procédure de mesure et de calcul de Z_c est alors la même que celle décrite dans la sous-section 3.4.3. La figure 3.17 présente le résultat obtenu pour la céramique 2 aux mêmes échelles que les mesures à $T = 300$ K hors cryostat. Le minimum d'impédance de la céramique à froid se situe à $f_{min} = 1.2541$ MHz, soit une augmentation de 68 kHz ou 5.7 % le plus vrai-

9. Les fils sont prélevés d'un *CryoCable Model CRYC-32-50*

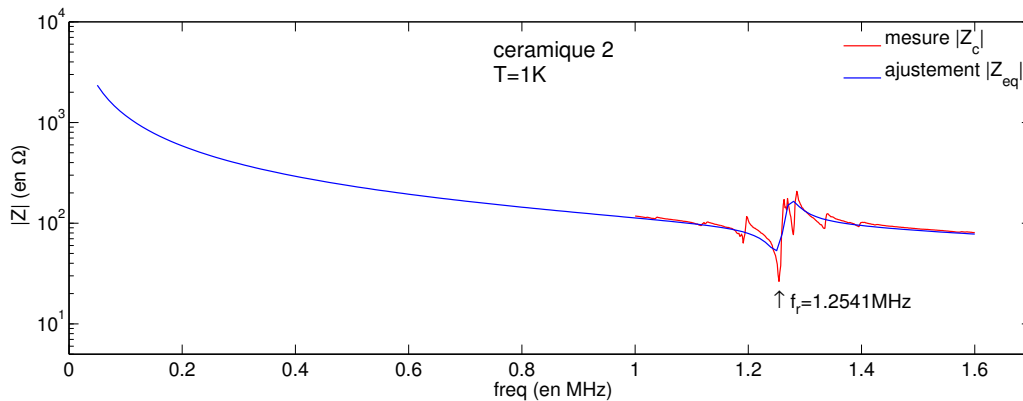


Figure 3.17. La figure présente le spectre à basse température (1 K) de la céramique numéro 2. Le minimum d'impédance se situe à $f_r = 1.2541$ MHz et vaut $|Z_c|_{min} = 26 \Omega$. On choisit le minimum d'impédance comme fréquence d'excitation de l'émetteur.

semblablement liée à la contraction thermique du matériau piézoélectrique. Le minimum d'impédance est $|Z_c|_{min} = 26 \Omega$ et prend la forme d'un pic de résonance isolé. En pratique f_{min} est choisie comme fréquence d'excitation de la céramique.

3.5.3 Excitation électrique à haute tension

La céramique piézoélectrique est excitée à sa fréquence de résonance f_{min} par une salve de tension d'une durée de 4 ou 5 périodes. La salve est produite par un générateur de fonctions¹⁰ qui est déclenché à un rythme de 20 Hz par le signal TTL du laser d'imagerie présenté dans le chapitre 4. Le rythme d'envoi des salves est en conséquence un paramètre qui peut être modifié par pas de temps de 1/20 s. Un amplificateur radio-fréquence¹¹ permet ensuite d'ajuster l'amplitude de l'excitation électrique entre 0 et 1.4 kV pour une charge de 50 Ω .

Pour mesurer l'amplitude des salves électriques envoyées à la céramique, nous utilisons la montage de la figure 3.16, en divisant la tension à chaque entrée de l'oscilloscope par un pont de résistance de rapport 1/11. L'ajustement linéaire de la trace de l'oscilloscope par une fonction sinusoïdale de fréquence f_{min} permet ensuite de déterminer l'amplitude de l'excitation avec exactitude.

La stabilité de l'excitation a été évaluée en mesurant 163 signaux successifs d'amplitude 30 V dans les conditions expérimentales. L'histogramme des valeurs obtenues est présenté sur la figure 3.18. Un ajustement gaussien sur l'histogramme permet d'obtenir l'écart type des tensions mesurées qui vaut 0.137 V, soit une stabilité de $0.5 \cdot 10^3$.

10. Tektronix AFG 3022

11. RITEC GA 2500A Gated RF Pulse Amplifier

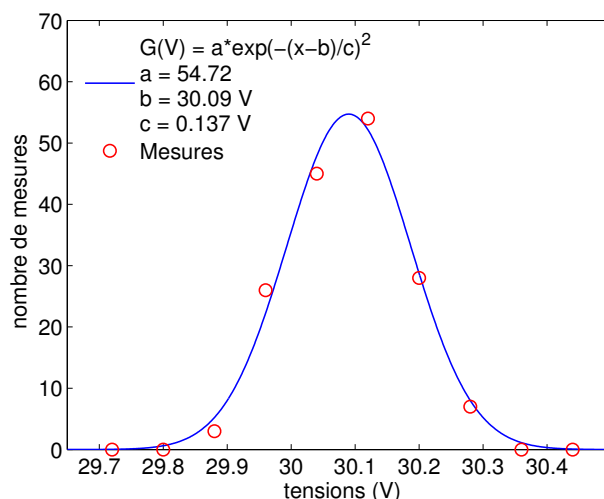


Figure 3.18. Histogramme des valeurs des tensions mesurées pour 163 signaux successifs. L'ajustement par une gaussienne permet d'évaluer les fluctuations relative de la tension d'excitation qui sont de 0.5 %.

3.5.4 Dissipation thermique de l'émetteur

La céramique piézoélectrique emmagasine de l'énergie durant son excitation à résonance, dont une partie est convertie en énergie acoustique émise dans le solide. Ce transfert d'énergie a une efficacité limitée à cause du faible rapport entre les impédances acoustiques du matériau piézoélectrique et de l'hélium solide, de l'ordre de $3 \cdot 10^3$. Une grande partie de l'énergie est dissipée dans la céramique qui chauffe, ainsi que l'hélium aux alentours. Nous voulons donc estimer l'élévation de température de l'hélium solide à la surface de la céramique ainsi qu'au foyer acoustique où est produit l'état métastable.

Estimation de la dissipation thermique. L'énergie qui est dissipée par la céramique peut s'estimer en évaluant l'énergie acoustique contenue dans la céramique. En prenant un modèle où la vibration de la céramique d'épaisseur e est décrite comme une onde stationnaire de fréquence f_{min} et de longueur d'onde $2e$, l'énergie de l'onde stationnaire contenue dans la céramique peut s'écrire :

$$E = m\pi^2 f_{min}^2 u_0^2 \quad (3.36)$$

où u_0 est l'amplitude de vibration de la surface de la céramique et $m = 4.7 \text{ g}$ sa masse totale. Pour connaître l'amplitude de vibration de la surface de l'émetteur à basse température, nous utilisons les valeurs obtenues dans l'expérience qui sera présentée dans la partie 4.5.2. Cette expérience nous permet de déduire une amplitude maximale de déplacement de 20 nm pour une excitation électrique résonante de 4 cycles, de $\sim 100 \text{ V}$ d'amplitude. L'énergie de l'onde stationnaire correspondante est $E \simeq 30 \mu\text{J}$ ou 2 mJ/mol, puisque la masse de l'émetteur est 4.7 g pour une masse molaire de 320 g/mol. Cette valeur est en bon accord avec la valeur de $\sim 2.5 \mu\text{J}$ à 25 V obtenue expérimentalement par F. Caupin [94], soit $\sim 35 \mu\text{J}$ à 95 V, en prenant une

énergie dépendant du carré de la tension.

La propagation de la chaleur entre la céramique et l'hélium nécessite de connaître les propriétés thermiques des céramiques piézoélectriques à basse température. Peu de données existent pour des températures de l'ordre du Kelvin, aussi utiliserons nous des résultats obtenus par E. Hegenbarth *et al.* [95–97] pour des matériaux proches que sont les PLZT¹². Les matériaux ferroélectriques ont une capacité calorifique C_{pzt} qui décroît en T^3 selon le modèle de Debye, avec un terme additionnel linéaire en T venant d'excitations localisées qui domine pour $T \lesssim 2$ K. La conductivité thermique κ_{pzt} suit jusqu'à $T \simeq 0.7$ K une loi en $T^{1.94}$, puis un plateau apparaît entre 4 K et 10 K. On trouve qu'à une température de 1 K, ces quantités ont pour ordre de grandeur $C_{pzt} = 1.5 \cdot 10^{-3}$ J/(mol.K) et $\kappa_{pzt} = 2 \cdot 10^{-2}$ W/(m.K).

La capacité calorifique de l'hélium solide C_{he} est tirée des données de Gardner [74], ces données ayant été obtenues à des pressions proches de la pression de fusion. Pour une température allant jusqu'à 1.2 K la capacité calorifique est bien représentée par la loi $C_{he} = a_3 T^3 + a_7 T^7$ où les coefficients a_3 et a_7 dépendent du volume molaire. Proche de la pression de fusion on a $a_3 = 109.65 \cdot 10^{-3}$ J/(mol.K⁴) et $a_7 = 11.38 \cdot 10^{-3}$ J/(mol.K⁸), soit $C_{he} \simeq 120 \cdot 10^{-3}$ J/(mol.K) à $T = 1$ K. La conductivité thermique de l'hélium solide est tirée de deux références [98, 99]. La conductivité thermique de l'hélium solide évolue selon la relation générale $\kappa_{he} = 1/3 v_{he} C_{he} \lambda_{he}$, où v_{he} et λ_{he} représentent respectivement la vitesse du son et le libre parcours moyen des phonons. Jusqu'à 1 K la conductivité augmente en T^3 à cause de l'évolution de la capacité calorifique jusqu'à un maximum où elle vaut environ 10 W/(m.K). La conductivité décroît ensuite exponentiellement à cause de la limitation du libre parcours moyen des phonons par des processus de diffusion [98].

Pour prédire l'élévation de température de l'hélium à la surface de l'émetteur, nous prenons un modèle unidimensionnel où la céramique d'épaisseur e diffuse sa chaleur par chacun de ses côtés dans deux couches d'hélium chacune d'épaisseur $a/2$ et de température initiale T_0 . On admet que la chaleur déposée dans la céramique de 2 mJ/mol provoque une élévation de température selon un profil en \cos^2 d'amplitude ΔT_c au centre et d'amplitude nulle sur les bords. Compte-tenu de la capacité calorifique de la céramique et du profil, on trouve une élévation de l'ordre de 2.5 K au centre. On se place maintenant dans la situation où une fraction f de la chaleur de la céramique est passée dans l'hélium solide, et où la température à l'interface émetteur-hélium s'est élevée de ΔT_i . En utilisant l'expression de la conservation de la chaleur passée de la céramique à l'hélium, ainsi que l'égalité des flux de chaleur à l'interface, on obtient :

$$2 \delta T^{*2} + 2\epsilon \delta T^* - \epsilon = 0 \quad (3.37)$$

Ici $\delta T^* = \frac{\Delta T_i}{\Delta T_c}$ représente la variation relative de température, et $\epsilon =$

12. Les PLZT sont des céramiques de type PZT (Titano-Zirconate de Plomb) dopées au Lanthane.

$f \frac{\kappa_{pzt} C_{pzt}}{\kappa_{he} C_{he}}$ est un coefficient dépendant du rapport des capacités calorifiques et conductivité thermique. En considérant que la moitié de la chaleur est passée de la céramique à l'hélium soit $f = 1/2$ et dans la limite $\epsilon \ll 1$, on trouve $\delta T^* \simeq \sqrt{\epsilon/2} = 2.5 \cdot 10^{-3}$. On trouve donc une variation de température à la surface de l'émetteur :

$$\Delta T_i = \sqrt{\frac{\epsilon}{2}} \Delta T_c = 6.5 \text{ mK} \quad (3.38)$$

D'après cette estimation, on trouve que le chauffage de l'hélium par l'émetteur excité à $\sim 100 \text{ V}$ sur 4 cycles élève la température en surface de quelques mK, grâce à l'importante conductivité thermique et capacité calorifique de l'hélium. On s'attend à ce que cette température évolue de façon quadratique avec la tension d'excitation de l'émetteur.

Mesure de la dissipation. Le chauffage de l'hélium par l'émetteur piézoélectrique a également été mesuré expérimentalement, grâce à une résistance Allen-Bradley près de l'émetteur piézoélectrique dont on mesure la résistance. Lorsque l'hélium environnant chauffe, les variations de résistance permettent de déduire les variations de température. L'Allen-Bradley est amincie à une épaisseur de 0.8 mm pour diminuer sa capacité calorifique et est placée à une distance d'environ 1 mm de la céramique piézoélectrique. Sa résistance est étalonnée à basse température et varie entre 0.35 k Ω et 3 k Ω sur une plage de température de 0.85 – 2.3 K. Les variations de résistance de l'Allen-Bradley sont déduites des variations de tensions mesurées à ses bornes par un préamplificateur différentiel et une détection synchrone (figure 3.19) . La détection

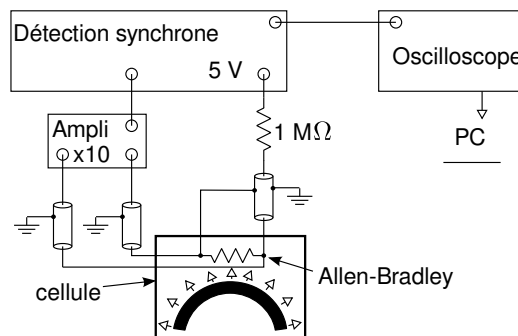


Figure 3.19. Une résistance Allen-Bradley est placée dans la cellule à $\sim 1 \text{ mm}$ de l'émetteur. Les variations de tension à ses bornes sont mesurées par une détection synchrone et permettent de déduire les variations locales de température.

synchrone alimente la résistance par un courant alternatif d'amplitude $5 \mu\text{A}$ vers la résistance. Les signaux d'amplitude et de phase calculés par la détection synchrone sont enregistrés par un oscilloscope et sauvegardés sur un ordinateur. La figure 3.20 représente l'élévation ΔT de température mesurée par la résistance, en fonction de la tension d'excitation V_{pzt} de l'émetteur piézoélectrique. Un ajustement de fonction quadratique nous donne un coefficient de chauffage $a = 2.95 \cdot 10^{-5} \text{ mK/V}^2$, soit un échauffement de 0.3 mK

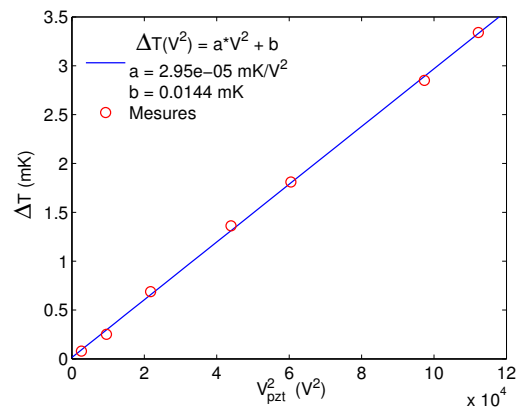


Figure 3.20. L'amplitude du chauffage ΔT de l'hélium par la céramique piézoélectrique est mesurée en fonction de la tension d'excitation V_{pzt} . L'élévation de température varie comme attendu selon une loi en V_{pzt}^2 , avec un coefficient de chauffage $a = 2.95 \cdot 10^{-5}$ mK/V².

pour une tension d'excitation de 100 V. L'échauffement mesuré est faible et est un ordre de grandeur sous l'estimation réalisée au paragraphe précédent. L'échauffement par la céramique au foyer acoustique ou à la surface de la céramique peut donc être considéré comme négligeable.

Chapitre 4

Mesure interférométrique des variations de densités

4.1 Introduction

Ce chapitre décrit la méthode optique utilisée pour détecter et mesurer les variations de densité de l'hélium solide produites par l'onde sonore émise par l'émetteur. Les variations de densité induisent des variations d'indice optique, de sorte que l'onde sonore constitue pour un faisceau lumineux un objet de phase qu'il faut détecter et analyser. L'imagerie interférométrique est la méthode utilisée couramment pour la détection de tels objets ; voir par exemple [100–102] et les références qui y sont citées. Elle consiste à faire interférer sur la caméra le faisceau ayant traversé l'objet de phase avec un faisceau de référence. Elle fournit directement des mesures quantitatives des variations de phase en chaque point de l'image. Nous verrons que dans des cas simples, on peut remonter de l'image des variations de phases à une carte des variations locales d'indice optique, donc de la densité. Il y a deux méthodes pour calculer des cartes de phases à partir des interférogrammes enregistrés par la caméra.

La première méthode est l'analyse de franges, qui consiste à choisir un faisceau de référence produisant de nombreuses franges dans le champ de l'image, et à analyser le déplacement des franges produit par l'objet de phase. Elle a l'avantage de ne nécessiter qu'une seule image (outre l'image de référence des franges non perturbées), au prix d'une réduction de la résolution de l'image et d'ambiguïtés dans la détermination de la phase. Pour visualiser les phénomènes transitoires rapides (plus rapides que le temps de réponse d'une caméra CCD ordinaire), on utilise des sources lumineuses pulsées tel que des LED [103, 104], des lasers déclenchés [105, 106], ou même des lasers femtosecondes [107–110]. En faisant varier le délai entre le déclenchement du phénomène et l'impulsion laser, on peut obtenir un échantillonnage de l'évolution temporelle du phénomène.

La seconde méthode est l'interférométrie multiphase, qui utilise plusieurs images prises avec des phases différentes du faisceau de référence, pour ex-

traire la carte de phase du faisceau ayant traversé l'objet de phase. La résolution spatiale de la carte de phase est alors celle de l'image elle-même. Pour cette raison, c'est cette méthode qui a été choisie et dont la mise en œuvre est décrite dans ce chapitre. En fait, on trouve peu d'exemples d'utilisation de cette méthode dans le cas de phénomène transitoire rapide, l'analyse de franges étant généralement préférée. Nous montrerons pourtant que pour un phénomène répétitif, cette méthode produit des cartes de phase précises avec une bonne résolution spatiale et une faible sensibilité aux défauts optiques.

Le chapitre est organisé de la façon suivante : la section 4.2 présente l'interféromètre de Jamin utilisé, le système d'imagerie interférométrique avec sa source laser pulsée et le système d'acquisition des images. La section 4.3 décrit comment les cartes de phases sont extraites des images et l'incertitude sur la mesure de la phase. La section 4.4 se concentre sur la méthode d'inversion permettant de calculer les cartes des variations de densité à partir des cartes de phases. Pour valider la méthode, nous présentons dans la section 4.5 une comparaison effectuée dans l'eau avec les mesures d'un hydrophone à fibre optique, et une comparaison de la mesure d'une onde hémisphérique dans l'hélium liquide avec une simulation numérique.

4.2 Montage expérimental

4.2.1 Interféromètre de Jamin

De nombreux dispositifs interférométriques existent, parmi les plus célèbres les interféromètres de Mach-Zehnder et de Michelson. Moins célèbre, l'interféromètre de Jamin [111] que nous utilisons repose sur l'utilisation de deux lames épaisses identiques. La face arrière est un miroir 100 %. La face avant est non traitée, fournissant un faisceau réfléchi d'amplitude r et un faisceau transmis d'amplitude t ($r^2 + t^2 = 1$). Le principe général de l'interféromètre est le suivant. Un faisceau de lumière est séparé en amplitude par une réflexion vitreuse sur la face avant de la première lame en deux faisceaux distincts d'amplitude r et t . La deuxième lame épaisse donne naissance à quatre faisceaux d'amplitudes respectives t^2 , rt , tr , rr . Les deux faisceaux d'amplitude rt sont superposés et donnent naissance à un phénomène d'interférence en sortie de l'interféromètre (voir figure 4.1). L'interféromètre de Jamin est à la fois compact et simple de réglage grâce au faible nombre d'éléments optiques. Son design lui confère également une stabilité intrinsèque et une insensibilité à toute translation de ses composants.

Séparation spatiale des faisceaux. Les avantages de l'interféromètre de Jamin ont des contreparties : la réduction du nombre de degrés de liberté contraint certains paramètres comme la séparation spatiale d_l entre les deux faisceaux. Pour un type de lame donné cet écart dépend uniquement de

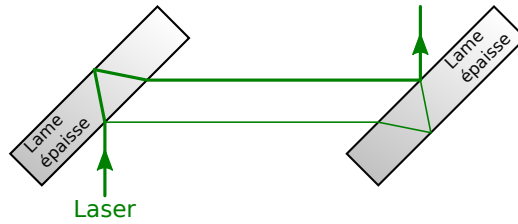


Figure 4.1. L'interféromètre de Jamin sous sa forme schématique.

l'angle d'incidence α du faisceau sur la lame :

$$d_l = t_l \frac{\sin 2\alpha}{\sqrt{(n_l/n_a)^2 - \sin^2 \alpha}} \quad (4.1)$$

où t_l est l'épaisseur des lames (supposées identiques), n_l et n_a les indices de réfraction des lames et du milieu environnant.

Sensibilité de l'interféromètre aux vibrations. Lorsque le faisceau incident est séparé en deux faisceaux distincts, l'un est simplement réfléchi à la surface de la lame tandis que l'autre doit traverser une certaine épaisseur de verre. Le déphasage entre les faisceaux associé à cette séparation spatiale par une des lames est donné par :

$$\Delta\Phi = \frac{2\pi}{\lambda} 2n_a t_l \sqrt{(n_l/n_a)^2 - \sin^2 \alpha} \quad (4.2)$$

Ce déphasage dépendant uniquement de l'angle d'incidence du faisceau sur la lame, on comprend que l'interféromètre de Jamin soit insensible à toute translation de ses composants. On ne prend pas en compte le déphasage constant lié à la réflexion vitreuse qui se compensera avec la réflexion sur la seconde lame. Nous nous intéressons à la sensibilité de l'interféromètre aux fluctuations d'angle d'incidence. Celles-ci peuvent résulter de la vibration du faisceau incident ou de l'orientation de la lame. Pour cela nous prenons l'interféromètre dans une position initialement symétrique (situation de la figure 4.1), et nous nous plaçons dans le plan d'incidence (c'est dans ce plan que l'impact des fluctuations est le plus important). Pour une petite variation $d\alpha$ de l'angle d'incidence sur une des lames de l'interféromètre, due par exemple à une rotation de cette lame, le déphasage relatif $\Delta\Phi$ varie comme :

$$\frac{d\Delta\Phi}{d\alpha} = \frac{2\pi}{\lambda} n_a d_l \quad (4.3)$$

La sensibilité de l'interféromètre de Jamin aux fluctuations d'angles est donc directement proportionnelle à l'écart spatial existant entre les faisceaux. Si on ajoute l'effet des deux lames, on trouve un effet du même ordre de grandeur.

Parallélisme et interfrange. L'effet d'un mauvais parallélisme entre les deux faces des lames joue d'une autre manière sur l'interfrange i . Pour sim-

plifier, on considérera les faisceaux comme étant formés d'ondes planes, l'interfrange pour un angle relatif θ faible entre les faisceaux vaut alors :

$$i \simeq \frac{\lambda}{\theta} \quad (4.4)$$

Avec des lames parfaites, l'écart angulaire θ est nul et l'interfrange est infini. Dans un cas réel l'angle θ est non nul, résultant d'un défaut de parallélisme β des lames. On négligera les effets de courbure d'ordre supérieur. Considérons d'abord l'effet d'une seule lame. Pour des lames d'indice $n = 1.519$ (BK7), on peut montrer que l'écart angulaire varie avec le défaut de parallélisme comme $\theta \simeq 3.8\beta$, pour un angle contenu dans le plan d'incidence et comme $\theta \simeq \frac{\sqrt{2}}{2}3.8\beta$, pour un angle normal au plan d'incidence. Ainsi si l'on souhaite avoir pour deux lames un interfrange minimum i donné, le parallélisme des lames doit être tel que :

$$\beta \lesssim 12 \frac{\lambda}{3.8i} \quad (4.5)$$

On notera le facteur 2 au dénominateur, car dans le pire des cas, les défauts de parallélisme des lames peuvent se cumuler. À l'inverse en plaçant les défauts dans le même plan il est possible de compenser, au moins partiellement, l'un des défauts par l'autre.

Description de l'interféromètre utilisé. Les lames de l'interféromètre de diamètre 50 mm sont réalisées en BK7, dont l'indice optique est $n = 1.519$ à 532 nm. Le traitement de la face arrière donne un taux de réflexion de la lumière supérieur à 99.5%, la réflexion vitreuse sur la face avant $r^2 = 9.6\%$ pour une incidence proche de 45° .

Deux paires de lames d'épaisseurs différentes ont été utilisées afin d'avoir deux écarts différents possibles entre les faisceaux. Les deux épaisseurs utilisées sont $t_{l1} = 8.30$ mm et $t_{l2} = 15.75$ mm, avec des écarts attendus entre faisceaux qui sont alors respectivement $d_{l1} = 6.17$ mm et $d_{l2} = 11.71$ mm. Ce faible écart de l'ordre du cm est utilisé pour faire passer les deux faisceaux à travers la cellule d'expérience (voir fig 4.2). Ils ont ainsi un chemin optique équivalent, ce qui permet de maintenir un déphasage relatif constant entre les faisceaux, même lorsque la densité d'hélium-4 dans la cellule varie. Leur chemin équivalent permet également d'avoir un retard absolu quasi nul entre les faisceaux, ce qui est crucial compte-tenu de la faible longueur de cohérence de la source lumineuse (voir partie 4.2.2).

Les sensibilités $d\Delta\Phi/d\alpha$ aux fluctuations angulaires correspondant aux deux épaisseurs t_{l1} et t_{l2} sont respectivement $7.28 \cdot 10^3$ et $13.8 \cdot 10^3$. Afin de limiter ces fluctuations, les lames sont installées dans des supports optomécaniques¹ eux-mêmes fixés sur des pieds en laiton de diamètre 40 mm. Les lames ont un défaut de parallélisme β identique de 2 arcsec pour une planéité à $\lambda/10$. L'interfrange attendu en sortie d'interféromètre est donc au minimum $i = 7.2$ mm. Les deux faisceaux de l'interféromètre se propagent

1. Thorlabs KS2

sur une distance de 430 mm et rencontrent sur leur chemin les huit fenêtres du cryostat optique (voir fig 4.2). Un défaut de parallélisme de ces fenêtres ne modifie pas l'interfrange puisque les deux faisceaux les traversent.

4.2.2 Caractéristiques de l'éclairage et du système d'imagerie

Imager les ondes sonores se propageant dans l'hélium solide présente deux contraintes particulières, la petite taille et la durée très courte du phénomène étudié. Nous détaillons ici les techniques utilisées pour répondre à ces contraintes.

L'objectif du système d'imagerie. L'objectif d'imagerie a pour rôle de faire l'image des ondes acoustiques émises par l'émetteur piézoélectrique dans le plan où se trouve la caméra (voir figure 4.2). À la fréquence de 1 MHz la

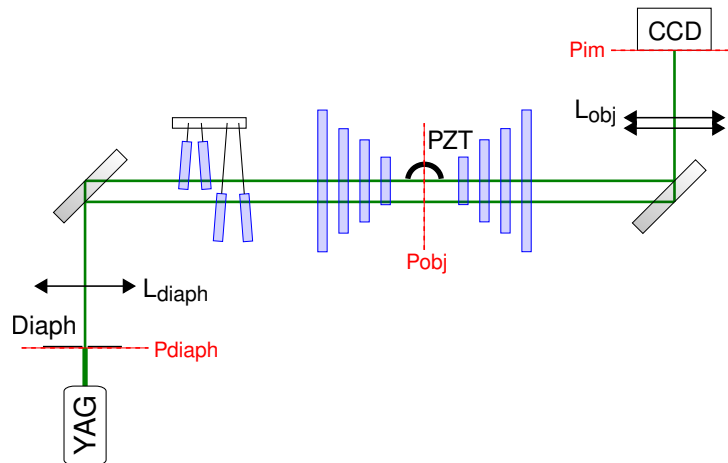


Figure 4.2. Plan d'ensemble du système d'imagerie représenté. Les deux lames à 45° sont les lames de Jamin. La lentille L_{diaph} fait l'image du diaphragme dans le plan objet P_{obj} . L'objectif L_{obj} fait l'image de P_{obj} dans le plan image P_{im} où se trouve la caméra CCD. L'écart entre les deux faisceaux de l'interféromètre est suffisamment faible pour qu'ils passent tous les deux à travers la cellule d'expérience.

longueur d'onde du son dans l'hélium liquide ou solide est de l'ordre de $\lambda_{son} = 0.5$ mm. Pour obtenir des images de bonne qualité des ondes acoustiques, il est raisonnable de souhaiter résoudre des détails d'une finesse de $\lambda_{son}/20 = 25$ μm . La distance d'observation, de l'ordre de 30 cm, est imposée par la présence du cryostat et de l'interféromètre de Jamin (la lentille doit être placée après l'interféromètre).

L'objectif a été conçu à l'aide d'un logiciel d'optique en prenant en compte les caractéristiques des fenêtres du cryostat et en vérifiant que les aberrations et la diffraction ne limitent pas la résolution à moins que 25 μm . Il est formé de 2 lentilles biconvexes en BK7 de 20 mm d'ouverture, placées tête-bêche, dont la focale équivalente est $f = 207$ mm. Il est placé à 319 mm du plan objet et à 640 mm du plan image (voir figure 4.2), le grandissement de ce

système optique en négligeant l'effet des fenêtres est $\gamma_{obj} = -\frac{640}{319} \simeq -2$. La résolution théorique de cet objectif a été calculée comme étant de $9 \mu\text{m}$ dans le plan objet.

Le résolution et le grandissement de l'objectif ont été vérifiés expérimentalement en utilisant une mire à transmission sinusoïdale². Ce type de mire

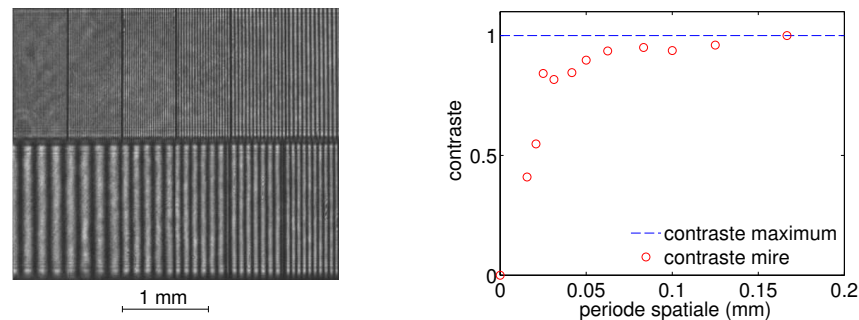


Figure 4.3. La mire visible sur la gauche a des fréquences spatiales étalonnées par le fabricant et permet de calculer le grandissement du système optique avec précision. Le graphique montrant l'évolution du contraste en fonction de la fréquence spatiale des sinusoides permet d'évaluer la qualité optique du système. Pour une période de $20 \mu\text{m}$, le contraste est divisé par deux.

représenté sur la figure 4.3 contient un grand nombre de motifs sinusoïdaux dont les fréquences spatiales sont étalonnées. Sur le graphique juxtaposé, on représente l'évolution du contraste des images en fonction de la période spatiale des mires. Le pouvoir de résolution de l'objectif est alors défini comme la période spatiale pour laquelle le contraste est la moitié de sa valeur maximum. On détermine ainsi une résolution optique d'environ $20 \mu\text{m}$, moins bonne que la valeur théorique de $9 \mu\text{m}$, mais meilleure que le minimum souhaité. La mire permet également le calcul du grandissement de l'objectif grâce aux fréquences spatiales étalonnées avec précision. Dans cette configuration le grandissement vaut $\gamma_{obj} = -1.969 \pm 0.007$, proche du grandissement théorique de -2 .

Illumination par une source laser pulsée. Les ondes sonores émises par l'émetteur ont une fréquence de 1 MHz . Les caméras ordinaires ne disposent pas de temps d'exposition suffisamment courts pour enregistrer l'évolution temporelle de tels phénomènes physiques. Pour des événements aussi rapides, l'utilisation d'un flash lumineux très bref par rapport à la durée de l'évènement permet d'en obtenir une image à un instant donné. En répétant l'acquisition en modifiant le délai entre le flash et le phénomène à étudier, il est possible d'enregistrer son évolution complète.

Sur ce principe nous utilisons comme source lumineuse un laser Nd :YAG³ déclenché doublé en fréquence, délivrant des impulsions lumineuses à 20 Hz d'une durée de 9 ns , soit cent fois moins longues que la période des ondes. Le

2. *Edmunds Optics*, Transmitted Microslide Sinusoidal NT55-641

3. *Quantel Big Sky Laser CFR200*

laser délivre des impulsions de 137 mJ bien trop intenses pour nos besoins. Avant d'être utilisées, elles sont donc atténuées un million de fois par des réflexions vitreuses successives dans une lame épaisse.

La partie à illuminer est une zone rectangulaire située juste en dessous de l'émetteur hémisphérique. Pour circonscrire l'éclairage à la zone étudiée afin de limiter toute diffusion parasite de lumière, un diaphragme rectangulaire de taille $1.5 \times 5 \text{ mm}^2$ sélectionne une partie du faisceau laser. Il est placé sur le faisceau (de diamètre 8 mm en sortie de laser) à une distance de 200 mm d'une lentille de focale 150 mm, elle même placée à 600 mm du plan dont on veut faire l'image. Le grandissement ainsi obtenu est $\gamma_{diaph} \simeq -3$. On peut de la sorte illuminer une zone rectangulaire de largeur 15 mm et de hauteur 4.5 mm située juste en dessous de l'émetteur.

L'ouverture angulaire du faisceau laser au niveau du diaphragme est $\theta_{laser} = 5.7 \text{ mrad}$. D'après la loi de conservation de l'étendue géométrique, l'ouverture angulaire de l'éclairage au niveau de l'émetteur dans le plan objet est $\theta_{obj} = \theta_{laser}/|\gamma_{diaph}| = 1.9 \text{ mrad}$. La conservation d'une ouverture angulaire faible est importante pour la réalisation d'inversions d'Abel correctes comme nous le verrons dans la sous-section 4.4.1.

Un aspect important de l'éclairage d'un interféromètre est la longueur de cohérence l_c de la source lumineuse utilisée. En effet les deux faisceaux de l'interféromètre ne peuvent produire des interférences que si leur retard relatif est inférieur à la longueur de cohérence. La longueur de cohérence du laser est la largeur totale à mi-hauteur de la visibilité ν des franges, définie localement comme $(I_{max} - I_{min})/(I_{max} + I_{min})$. On représente sur la figure 4.4 sa variation en fonction du retard ρ entre les faisceaux. L'ajustement

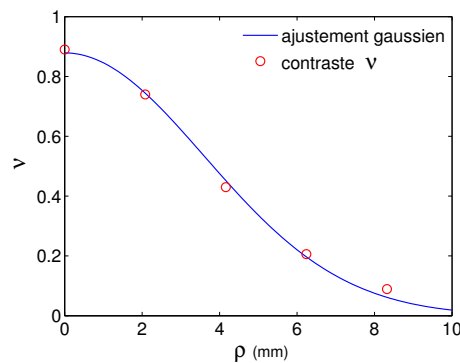


Figure 4.4. Évolution de la visibilité ν des interférences en fonction du retard ρ entre les deux faisceaux des bras de l'interféromètre. L'ajustement gaussien donne une longueur de cohérence de $\sim 7 \text{ mm}$.

des points est réalisé par une fonction gaussienne de largeur totale à mi-hauteur $l_c \simeq 7 \text{ mm}$, avec une visibilité maximale 0.95. Ce résultat démontre bien l'importance de conserver un chemin optique équivalent pour les deux faisceaux, évoqué dans la sous-section 4.2.1.

4.2.3 lame de phase

Précédemment nous avons vu comment réaliser des images interférométriques de l'objet étudié. Ces images sont utilisées pour calculer les déphasages lumineux introduits par l'objet de phase étudié. Ce calcul utilise plusieurs images interférométriques obtenues en changeant la phase du faisceau de référence. Cette méthode est connue sous le nom de « phase-shifting interferometry » ou « multiphase interferometry » [105, 112]. Dans le cas d'interféromètres de Michelson ou de Mach-Zehnder, des miroirs montés sur des actionneurs piézo-électriques sont le plus souvent utilisés pour modifier la phase, mais cela est incompatible avec la géométrie utilisée ici. Nous décrivons ici l'appareil qui a été développé afin de pouvoir faire varier la phase relative des faisceaux de l'interféromètre de Jamin.

La phase accumulée par un faisceau lumineux en traversant une lame de verre dépend de son angle d'incidence α . La différence de phase entre la situation avec et sans lame épaisse est donnée par :

$$\Psi = \frac{2\pi}{\lambda} n_a t_l \sqrt{(n_l/n_a)^2 - \sin^2 \alpha} - \cos \alpha \quad (4.6)$$

en reprenant les notations de la partie 4.2.1. Si une lame de verre est placée sur le chemin d'un des faisceaux de l'interféromètre, en la tournant, on fait varier la phase relative entre les faisceaux. Toutefois cette variation de phase s'accompagne d'un déplacement transverse du faisceau, qu'il est nécessaire de compenser avec une seconde lame mobile symétrique à la première comme on le voit sur la figure 4.5. En effet l'éclairement n'étant pas parfaitement homogène, le déplacement transverse se traduirait en un point de l'image par une variation de l'intensité lumineuse et l'on n'aurait alors plus une simple variation de phase relative entre les faisceaux. Une seconde paire de lames,

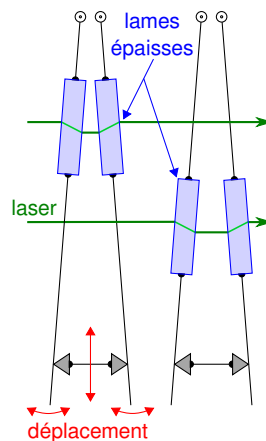


Figure 4.5. Représentation schématique de lames de phase. Un espaceur qui translate verticalement fait pivoter la paire de lame mobile de gauche, celles de droite sont fixes. La rotation des lames de verre provoque une variation de la phase du faisceau lumineux les traversant. Une photographie du dispositif est présentée.

fixe cette fois, est placée sur le trajet du second faisceau afin de conserver un

retard nul entre les faisceaux (voir partie 4.2.2). Sans cette seconde paire, le contraste mesuré des interférences est deux fois plus faible.

Chaque paire de lames utilisée est formée de deux lames semi-circulaires en BK7 d'épaisseur 4 mm de diamètre 40 mm et de planéité $\lambda/5$. Les deux lames sont issues d'un même substrat circulaire qui a été coupé en deux parties, leur défaut de parallélisme est donc identique et est au maximum de 2 arcsec. Pour éviter que les défauts de parallélisme de chaque lame ne s'ajoutent et affectent l'interfrange, les deux lames d'une même paire sont placées de telle sorte que les défauts de parallélisme se compensent.

Le rotation de la paire de lames mobile s'effectue à l'aide d'un espaceur placé entre les lames se déplaçant verticalement représenté sur la figure 4.5. Le déplacement de l'espaceur est assuré par une table de translation pilotable par ordinateur⁴, de 25 mm de course avec un pas minimal de $0.1 \mu\text{m}$. L'angle initial des lames de phase est d'environ 5° et peut augmenter de 1.5° lorsque la table est en bout de course, la phase peut ainsi être balayée sur $10 \times 2\pi$ rad par pas de $1 \mu\text{rad}$. Sur la plage d'angles explorés on approxime le déphasage relatif Ψ en fonction de la course h par un développement au deuxième ordre :

$$\Psi = \Psi_0 + 2\pi \frac{h}{a} \left(1 + s \frac{h}{a}\right) \quad (4.7)$$

où $a \simeq 3.7$ mm et $s \simeq 0.04$, qui sont déterminés à partir de l'équation (4.6) et des dimensions de l'appareil. Toutefois, les paramètres a et s dépendent tous deux de l'angle d'incidence du faisceau sur les lames ce qui n'est pas mesurable simplement. Ils sont donc laissés comme paramètres libres lors de l'ajustement expliqué dans la section 4.3. Le dispositif, dont une photographie est visible sur la figure 4.5, est placé juste en sortie du premier miroir de l'interféromètre.

4.2.4 Synchronisation des appareils et acquisition des données

La procédure expérimentale élémentaire consiste à obtenir un jeu de données. Un jeu de données est l'ensemble des images nécessaires à l'extraction des déphasages (voir section 4.3) provoqués par le champ acoustique et de leur évolution en fonction du temps. Ce jeu contient des images interférométriques prise à différents temps de propagation de l'onde sonore et à des phases relatives différentes entre les faisceaux.

Un schéma d'ensemble de l'expérience est donné figure 4.6. L'ensemble de l'acquisition est pilotée par un programme écrit en langage C communiquant avec les différents appareils à travers les ports série, USB et réseau de l'ordinateur. Le programme est composé d'une partie de lecture des paramètres d'acquisition et d'initialisation des appareils, d'une phase d'acquisition des images puis de la fermeture des communications et de l'extinction des appareils.

4. Newport MFA-PP Miniature Linear Stage

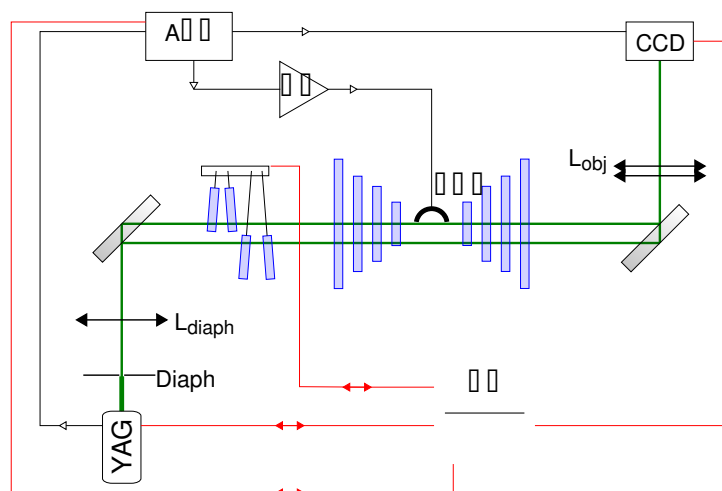


Figure 4.6. Schéma d'ensemble de l'expérience. Les liaisons de communication sont représentées en rouge, les liaisons pour le déclenchement en noir.

Durant la phase d'acquisition chaque image est enregistrée de la manière suivante. Le générateur de fonctions AFG⁵ est déclenché par le signal TTL que le laser (YAG) émet 170 μs avant son impulsion lumineuse. Le générateur déclenche alors l'exposition de la caméra CCD et envoie une excitation électrique de 1 MHz à l'émetteur avec un délai t_d variable entre 150 et 170 μs . L'excitation passe à travers un amplificateur radio-fréquence⁶ avant d'être envoyée vers l'émetteur qui produit alors une onde acoustique. Après un temps de vol $t = 170 - t_d$ (en μs) de l'onde acoustique, l'impulsion laser est émise, traverse le champ acoustique et la figure d'interférence obtenue est enregistrée par la caméra. L'image est alors enregistrée par l'ordinateur (PC) qui est alors prêt pour l'enregistrement d'une nouvelle image.

L'enregistrement d'image est répété N_t fois en faisant varier le délai t_d de l'excitation à partir d'un délai initial t_{d_0} par pas de durée Δt_d , de manière à enregistrer l'évolution complète du phénomène. La séquence temporelle enregistre donc des images pour des temps de vol compris dans l'intervalle $t = [(170 - t_{d_0}), (170 - t_{d_0} + (N_t - 1)\Delta t_d)]$. Les premiers pas de temps à $t = 0$ sont des images enregistrées en absence de champ acoustique, utilisées pour soustraire la phase résiduelle (voir 4.3). Afin d'avoir un bon rapport signal sur bruit elles sont réalisées en moyennant $N_{av} = 20$ images successives. Pour chaque pas de temps, N_p pas de phase sont effectués en déplaçant l'espaceur de la lame de phase (voir 4.2.3) par pas Δh à partir d'une position h_0 . L'espaceur de la lame de phase prend ainsi différentes positions $h(0), \dots, h(p), \dots, h(N_p - 1)$, correspondant à des déphasages entre faisceaux notés $\Psi(0), \dots, \Psi(p), \dots, \Psi(N_p - 1)$.

L'ordre selon lequel le délai t_d et la phase Ψ sont modifiés est important. Le délai pouvant être changé 10 fois plus vite que la phase, il est préférable d'enregistrer tous les pas de temps puis de changer la phase. Les interféro-

5. Tektronix AFG 3022

6. RITEC GA 2500A Gated RF Pulse Amplifier

mètres sont également sujets à des dérives de phase dues aux variations de températures, de contraintes, etc, ... En modifiant d'abord le temps, puis la valeur de la phase, ces dérives de phases sont d'une certaine façon intégrées lors de l'ajustement des termes a et s de l'équation (4.7).

Un jeu de données est donc composé de $N_t \times N_p$ images de taille $N_l \times N_c$, qui ont typiquement pour valeurs 220×25 et 300×500 respectivement. Pour limiter le volume de données à stocker et pour améliorer les temps de traitement de données, les données sont stockées en binaire sur 32 bits. Les temps d'acquisition dépendent du rythme R auquel l'acquisition est effectuée et du nombre de phases N_p qui sont tous deux ajustables selon des critères expliqués dans la partie 5.1.1, les temps varient ainsi de 15 min à 1 h.

À titre illustratif, la figure 4.7 présente des images de références utilisées afin de calculer les paramètres a et s de la lame de phase. La figure présente également un exemple d'image interférométrique obtenue en présence d'un champ acoustique dans l'eau. Dans toute la suite x et z représenteront les

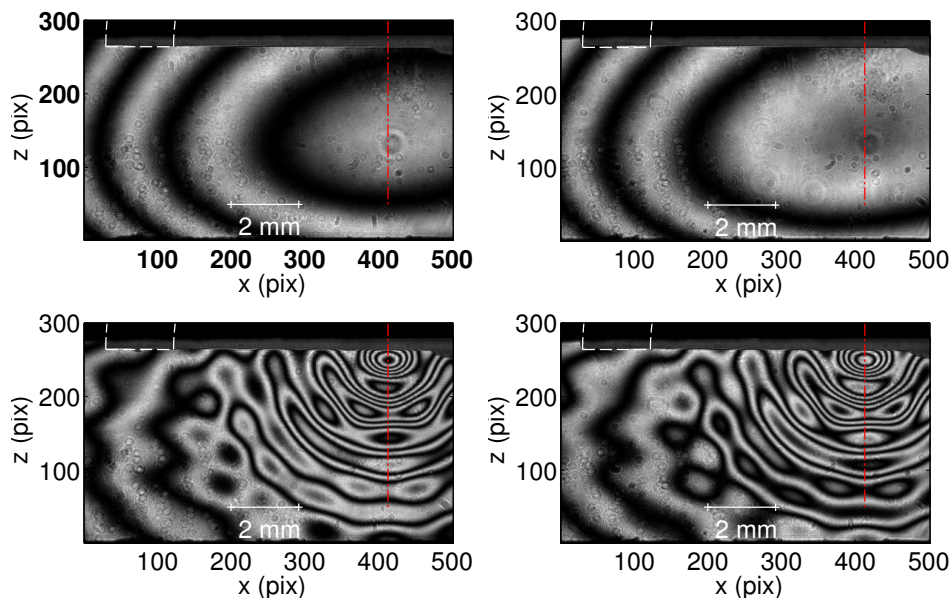


Figure 4.7. Expérience réalisée dans l'eau, on distingue en pointillés le bord de l'émetteur ainsi que son axe de symétrie à $x = 400$ px. En haut : Images interférentielles de référence pour deux pas de phase différents. En bas : Images interférentielles en présence d'une onde acoustique provoquant des déphasages nettement visibles.

coordonnées horizontale et verticale dans le plan de l'objet. Compte-tenu du grandissement de l'objectif et de la résolution de la caméra, $1 \text{ px} = 20 \mu\text{m}$.

4.3 Extraction des cartes de variations de phase

L'extraction des déphasages de l'objet de phase à partir des figures d'interférences enregistrées par la caméra est effectuée pixel par pixel indépendamment des autres et ne provoque donc pas de perte de résolution spatiale. Dans la suite il sera sous-entendu que le processus décrit est appliqué à

l'ensemble des pixels de l'image, bien qu'il ne soit jamais fait mention des coordonnées spatiales.

4.3.1 Extraction des variations de phase brutes

Pour un pixel donné, l'expression de l'intensité lumineuse des interférences entre deux ondes monochromatiques de même amplitude et de même vecteur d'onde k est :

$$I(\rho) = 2I_0 \left[1 + \cos(\Delta\varphi(\rho)) \right] \quad (4.8)$$

où $\Delta\varphi(\rho) = k\rho$ est la phase due à la différence de marche ρ entre les faisceaux, et I_0 l'intensité lumineuse. Dans le cas étudié les deux ondes peuvent rencontrer des défauts optiques qui modifient l'intensité lumineuse des faisceaux. Lorsque les deux ondes ont des intensités différentes I_1 et I_2 l'expression prend la forme :

$$I(\rho) = (I_1 + I_2) \left[1 + \frac{2\sqrt{I_1 I_2}}{I_1 + I_2} \cos(\Delta\varphi(\rho)) \right] \quad (4.9)$$

Pour des ondes non monochromatiques, dont la longueur de cohérence est finie, l'intensité s'écrit :

$$I(\rho) = I_b + (I_1 + I_2) \left[1 + \nu(\rho) \frac{2\sqrt{I_1 I_2}}{I_1 + I_2} \cos(\Delta\varphi(\rho) + \varphi_\nu(\rho)) \right] \quad (4.10)$$

Le terme $\nu(\rho)$, introduit précédemment, représente la visibilité des franges en fonction du retard ρ et est tracé sur la figure 4.4. La fonction $\Delta\varphi$ varie beaucoup plus rapidement que les fonctions φ_ν et ν , et pour les faibles différences de marche que nous aurons à considérer, ces deux fonctions seront prises constantes. On rajoute également un terme de fond I_b dans lequel se trouvent la lumière parasite, le courant d'obscurité de la caméra et autres parasites pouvant apparaître durant l'acquisition d'une image. Cette expression se ramène très simplement sous la forme d'interférence entre deux ondes de même amplitude effective $I_{eff}/2$ et de contraste de franges effectif C_{eff} :

$$I(\rho) = I_{eff} \left[1 + C_{eff} \cos(\Delta\varphi(\rho)) \right] \quad (4.11)$$

où la phase φ_ν considérée constante est incluse dans $\Delta\varphi(\rho)$. C'est cette expression qui sera utilisée pour décrire l'intensité des franges enregistrées par la caméra en fonction du déphasage entre faisceaux.

Les déphasages $\Delta\varphi$ (ou retard) ont deux origines différentes dans l'expérience. Il y a le déphasage $\phi(t)$ du faisceau signal, que l'on cherche à quantifier et le déphasage $\Psi(p)$ connu du faisceau référence, introduit par la lame de phase. L'intensité lumineuse est alors une fonction du temps et de la position de la lame de phase :

$$I(t, p) = I_{eff}(t) \left[1 + C_{eff}(t) \cos(\phi(t) - \Psi(p)) \right] \quad (4.12)$$

On souhaite maintenant déterminer la valeur des phases $\phi(t)$. Pour cela on va mettre l'expression sous une nouvelle forme en développant le cosinus :

$$\begin{aligned}
 I(t, p) &= I_{eff}(t) \\
 &+ I_{eff}(t)C_{eff}(t) \cos(\phi(t)) \cos(\Psi(p)) \\
 &+ I_{eff}(t)C_{eff}(t) \sin(\phi(t)) \sin(\Psi(p)) \\
 I(t, p) &= D(t) + E(t) \cos(\Psi(p)) + F(t) \sin(\Psi(p))
 \end{aligned} \tag{4.13}$$

Les termes $\cos(\Psi(p))$ et $\sin(\Psi(p))$ sont déterminés en utilisant les images de référence enregistrées à $t = 0$. Pour cela un ajustement non linéaire de $\Psi(p)$ est réalisé sur ces images en utilisant les équations 4.7 et 4.13 combinées. Cet ajustement donne la valeur des paramètres a et s . Ces valeurs sont homogènes sur l'ensemble de l'image (la variance de a est de quelques pourcents), une valeur moyennée sur l'ensemble de l'image est alors utilisée pour l'ensemble des pixels de l'image.

À partir de l'ensemble $\{I(t, p), \cos(\Psi(p)), \sin(\Psi(p))\}_{p=1, \dots, N_p}$, on calcule les trois paramètres $D(t), E(t), F(t)$ en utilisant une régression linéaire [100, 113]. Un programme en langage C optimisé en temps de calcul, utilisant la méthode des moindres carré, réalise la régression linéaire. Les paramètres de l'équation 4.12 sont retrouvés via :

$$\begin{aligned}
 I_{eff} &= D \\
 \phi_r &= \arctan2(F, E) \\
 C_{eff} &= \frac{\sqrt{E^2 + F^2}}{D}
 \end{aligned} \tag{4.14}$$

où $\arctan2$ est la variante de la fonction \arctan qui retourne des valeurs entre $[-\pi, \pi]$. Les images de la figure 4.8 présentent les cartes de ϕ_r et de C_{eff} calculées avec cette méthode, à un instant t . Le contraste des interférences est de l'ordre de 0.7. On constate qu'il est légèrement corrélé aux franges d'interférences, pour une raison qui n'a pas été élucidée. Sur la carte de phase, on note la présence de sauts abrupts de la valeur de la phase. Ces sauts ont pour valeur 2π et sont liés au fait que la phase $\phi_r(x, z)$ ne peut contenir que des valeurs entre $[-\pi, \pi]$, on parle alors de phase « repliée », indiquée par l'indice r .

4.3.2 Déroulement de la phase et soustraction de la phase initiale

L'extraction des déphasages $\delta\phi(t)$ introduits par l'onde sonore à partir de la phase repliée ϕ_r nécessite deux opérations. La première est le déroulement des sauts de phase contenus dans ϕ_r , ce qui conduit à une phase déroulée ϕ_d . La seconde est la soustraction des déphasages constants entre le faisceau signal et le faisceau référence ce qui conduit à $\delta\phi$.

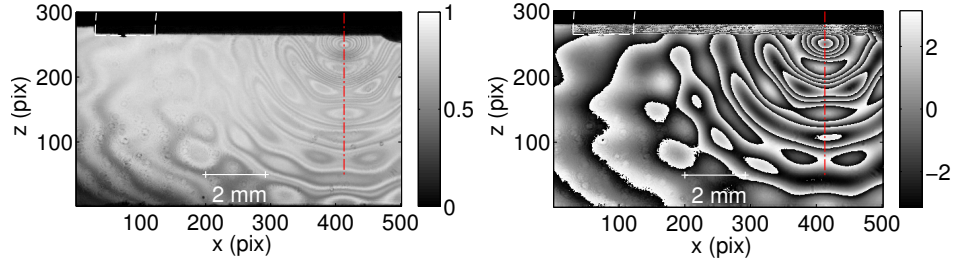


Figure 4.8. Expérience réalisée dans l'eau. On distingue en pointillés le bord de l'émetteur ainsi que son axe de symétrie à $x = 400$ px. À gauche : Carte de contraste. À droite : Carte de phase repliée.

Le problème du déroulement est rencontré dans de nombreuses applications qui doivent traiter des phases comme l'imagerie par résonance magnétique, l'interférométrie radar à synthèse d'ouverture, l'optique adaptative, etc. Ce problème est reconnu comme un problème difficile à résoudre et a fait l'objet de nombreuses publications [114–116]. La complexité vient principalement de la bi-dimensionnalité du problème et s'accroît avec l'intensité du bruit de phase présent. Il est généralement accepté qu'il n'existe pas d'algorithme universel et que l'efficacité d'un algorithme dépendra des propriétés des données à traiter.

Dans certains domaines les cartes de phase à calculer peuvent présenter naturellement des discontinuités (mesure d'un relief par exemple) qui sont très difficiles à discerner des sauts de phase ce qui engendre des erreurs. Pour des ondes sonores dans un milieu homogène, les déphasages introduits $\delta\phi$ ne peuvent pas présenter de discontinuités spatiales ni temporelles. Dans notre cas, une discontinuité peut apparaître lors de la formation d'une bulle de liquide. Le phénomène est nettement visible sur les images comme nous le verrons dans la section 5.2.1.

Le déroulement est réalisé en temps et pixel par pixel selon la procédure suivante. La phase déroulée ϕ_d est définie à partir de la phase repliée ϕ_r comme :

$$\phi_d(t) = \phi_r(t) + k(t)2\pi \quad (4.15)$$

où k est un entier définissant le nombre de repliements de la phase, qu'il est nécessaire de déterminer. À chaque pas t , une phase déroulée $\phi_{dex}(t+1)$ est extrapolée quadratiquement à partir des phases déroulées aux instants $t-2$, $t-1$, t . Le nombre de repliements à l'instant $t+1$ est tel que :

$$\begin{cases} k(t+1) = k(t) + 1 & \text{si } \phi_{dex}(t+1) - [\phi_r(t+1) - k(t)2\pi] > \pi \\ k(t+1) = k(t) - 1 & \text{si } \phi_{dex}(t+1) - [\phi_r(t+1) - k(t)2\pi] < -\pi \\ k(t+1) = k(t) & \text{sinon} \end{cases} \quad (4.16)$$

Le déroulement n'est ainsi possible que si les pas de temps vérifient la condition $|\delta\phi(t+1) - \delta\phi(t)| < \pi - 2\phi_B$, où ϕ_B est le bruit de phase. Cette condition détermine la valeur des pas de temps Δt_d des acquisitions et par conséquent leur nombre N_t total.

La seconde étape est la soustraction du fond de phase $\phi_r(0)$, qui est la carte de phase calculée en l'absence d'onde sonore (enregistrée au pas de temps $t = 0$). Les cartes de déphasages provoqués par l'onde sonore $\delta\phi(x, z, t)$ sont donc données par l'expression :

$$\delta\phi(x, z, t) = \phi_d(x, z, t) - \phi_r(x, z, 0) \quad (4.17)$$

Cette dernière étape permet d'obtenir la continuité spatiale des cartes puisque $\delta\phi(t)$ commence alors à zéro en tout point et ne présente plus de saut de phase par la suite.

La figure 4.9 présente les cartes des déphasages acoustiques obtenus à partir de la phase repliée. Le graphique montre le processus de déroulement en fonction du temps pour le pixel noté de la croix rouge. On est donc amené à corriger de très nombreux sauts de phase et la carte obtenue est régulière. On peut toutefois apercevoir dans l'angle inférieur gauche des déroulements de phase qui ont échoués, ce qui prend l'apparence d'une phase aléatoire. Ces erreurs viennent d'un bruit de phase ϕ_B trop important à cause d'un contraste C_{eff} trop faible, c'est à dire une absence de signal interférométrique. On constate alors un des avantages majeurs du déroulement en temps. Les erreurs de phase ne peuvent pas se propager à l'ensemble de l'image. On remarque également que les défauts optiques visibles sur les cartes de contraste (voir figure 4.8) n'apparaissent pas sur les déphasages $\delta\phi$. L'algorithme a été

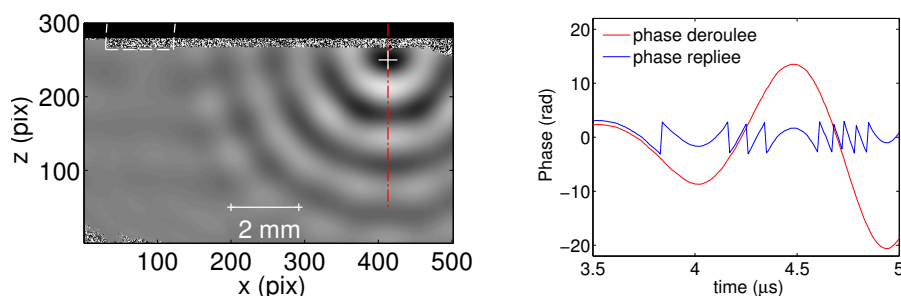


Figure 4.9. À gauche : Carte de phase obtenue à partir de la figure 4.8. À droite : En bleu est représenté l'évolution de la phase au niveau du pixel marqué d'une croix, en rouge la phase déroulée.

implémenté à l'aide d'un programme en langage C très léger, qui s'est montré performant puisque les temps de calcul pour mille images de plus de 100000 px sont d'une dizaine de secondes⁷ (à comparer au 2 ou 300 secondes pour une image de 20000 px évoqués dans la référence [116]). La robustesse et la rapidité de calcul font de cet algorithme, le bon choix pour dérouler des phases évoluant en fonction du temps.

4.3.3 Bruit de la mesure

Le bruit sur la phase calculée $\delta\phi$ a été évalué de la manière suivante. Une série d'acquisitions avec $N_t = 256$ pas de temps et un nombre variable de pas

7.

de phase N_p est enregistrée en l'absence d'onde acoustique. Pour chacune des acquisitions, les cartes de phase $\delta\phi(r, z, t)$ sont extraites et déroulées selon les méthodes décrites précédemment. Le bruit de phase $\Delta\phi$ en un point (r, z) est défini comme l'écart standard des valeurs prises par $\delta\phi(r, z)$ au cours du temps, soit :

$$\Delta\phi(r, z) = \sqrt{\langle \delta\phi(r, z)^2 \rangle_t - \langle \delta\phi(r, z) \rangle_t^2} \quad (4.18)$$

où $\langle \rangle_t$ désigne la moyenne temporelle. Une valeur de $\Delta\phi(r, z)$ moyennée sur l'ensemble de l'image est ensuite utilisée comme valeur de l'incertitude. La figure 4.10 présente l'évolution du bruit sur la phase en fonction de $1/\sqrt{N_p}$, N_p variant de 4 à 64. L'incertitude varie de manière quasi linéaire avec

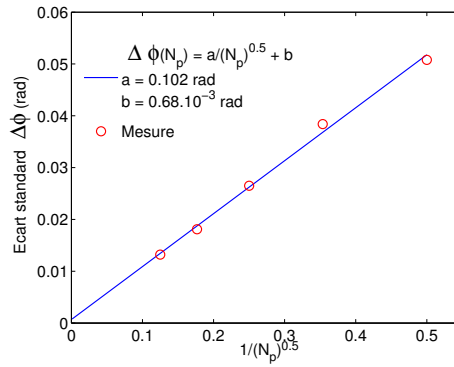


Figure 4.10. Les fluctuations de phase $\Delta\phi$ de la mesure évoluent linéairement avec $1/\sqrt{N_p}$ et sont ajustées par une fonction affine représentée en bleu. On montre qu'elles ont pour source principale les fluctuations d'intensité de l'éclairage de l'ordre de 6 %.

$(N_p)^{1/2}$ et l'ajustement des données par une fonction affine donne une pente de $0.102 \text{ rad} \cdot (N_p)^{1/2}$. Ces incertitudes peuvent avoir de nombreuses origines, comme par exemple les fluctuations d'intensité de la source lumineuse, le bruit de la caméra, le bruit de photon. Un traitement détaillé de l'influence de ces différentes sources de bruit sur la phase calculée pour les algorithmes multiphase est réalisé dans l'article [117]. Nous nous contentons d'analyser ici la source principale de bruit que sont les fluctuations de l'intensité lumineuse. La source lumineuse utilisée est une impulsion laser dont le profil transverse fluctue de manière inhomogène avec une amplitude relative $\Delta I/I \simeq 6 \%$, l'incertitude correspondante sur la phase calculée est donnée par [117] :

$$\Delta\phi = \frac{\Delta I}{I} \sqrt{\frac{2}{C_{eff}^2} + \frac{1}{2} \frac{1}{\sqrt{N_p}}} \quad (4.19)$$

C_{eff} représente le contraste des interférences, il vaut ici 0.75. L'incertitude associée aux fluctuations d'intensité varie linéairement en fonction de $(N_p)^{-1/2}$ selon une pente de $0.120 \text{ rad} \cdot (N_p)^{-1/2}$, comparable aux $0.102 \text{ rad} \cdot (N_p)^{-1/2}$ déterminés expérimentalement. L'incertitude sur la détermination de la phase est donc essentiellement due aux fluctuations d'intensité du laser, que l'on ne peut pas modifier simplement.

4.4 Profil radial des variations de pression

Le but de la mesure interférométrique est d'obtenir une mesure de pression locale et non invasive. Or le déphasage extrait pour un pixel (x, z) résulte d'une intégration des déphasages locaux le long de l'axe y parallèle au chemin optique (voir figure 4.11). Ces déphasages locaux peuvent néanmoins être déterminés grâce à la symétrie particulière du problème. Pour chaque pixel

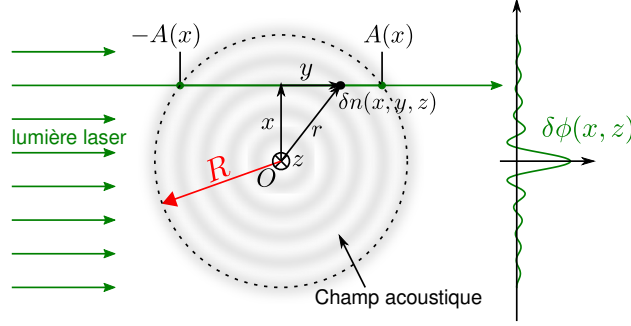


Figure 4.11. La phase mesurée $\delta\phi(x, z)$ résulte de l'intégration des déphasages optiques le long du trajet du faisceau dans la cellule. Le cercle en pointillé de rayon R délimite le champ acoustique.

de coordonnées (x, z) , les variations d'indice optique $\delta n(x, y, z)$ provoquées par l'onde acoustique sont intégrées par le faisceau tout au long de son trajet à travers l'onde. Dans notre cas, le champ acoustique étant invariant par rotation autour de l'axe de l'émetteur z , δn est une fonction de deux variables z et $r = \sqrt{x^2 + y^2}$. On suppose que les variations d'indice sont nulles pour $r > R$ où le son ne s'est pas encore propagé (cercle pointillé de la figure 4.11) et on se place dans l'approximation de Raman-Nath : on considère que le trajet du faisceau est rectiligne malgré les inhomogénéités d'indice. Cette approximation est discutée plus loin 4.4.1. Dans ces conditions le déphasage mesuré s'exprime simplement :

$$\delta\phi(x, z) = \frac{2\pi}{\lambda} \int_{-A(x)}^{A(x)} dy \delta n(\sqrt{x^2 + y^2}, z), \quad \text{avec} \quad x^2 + A(x)^2 = R^2 \quad (4.20)$$

L'équation peut être réécrite sous la forme :

$$\delta\phi(x, z) = \frac{2\pi}{\lambda} 2 \int_x^R r dr \frac{\delta n(r, z)}{\sqrt{r^2 - x^2}} \quad (4.21)$$

qui, au facteur $2\pi/\lambda$ près, est la transformée d'Abel [118] de la carte radiale d'indice $\delta n(r, z)$. La transformée d'Abel est rencontrée fréquemment dans les domaines de la physique des plasmas [119], pour la tomographie d'objets à symétrie de révolution. Pour trouver le profil radial, on peut inverser la formule 4.21 et exprimer le profil radial selon l'équation :

$$\delta n(r, z) = -\frac{1}{\pi} \frac{\lambda}{2\pi} \int_r^R dx \frac{\partial(\delta\phi(x, z))}{\partial x} \frac{1}{\sqrt{x^2 - r^2}} \quad (4.22)$$

Le calcul de cette intégrale est réalisé numériquement et est détaillé dans l'annexe B.

4.4.1 Conditions de l'inversion d'Abel

Gradients d'indice et ouverture angulaire de l'éclairage. L'équation 4.20 nous donne l'expression des déphasages lumineux en fonction des variations d'indice optique. Utiliser cette expression suppose implicitement que le faisceau lumineux qui traverse l'échantillon peut-être modélisé par un pinceau de lumière infiniment fin et se propageant en ligne droite comme cela est représenté sur la figure 4.11. Or le faisceau traverse des gradients d'indice qui ne doivent pas le dévier de manière significative de sa trajectoire rectiligne, ce qui rendrait l'inversion d'Abel injustifiée. Plus précisément, l'objet de phase doit vérifier la condition de Raman-Nath [120]. La déviation du faisceau par les gradients d'indices après traversée de l'échantillon de diamètre $2R$ doit être inférieure à la résolution optique δx . Cela revient à dire que l'objet de phase doit pouvoir être considéré comme un élément optique mince.

Supposons que le front d'onde lumineux subisse en entrée de la cellule un déphasage dû à l'onde sonore de la forme $\phi_m \sin(2\pi x/\lambda_s)$, où ϕ_m est l'amplitude des déphasages et λ_s la longueur d'onde du son. Le retard spatial de l'onde lumineuse associé à ce déphasage est $\phi_m \lambda / 2\pi \sin(2\pi x/\lambda_s)$ qui a pour pente maximale $\phi_m \lambda / \lambda_s$. La propagation se faisant de manière normale au front d'onde, après une propagation à travers l'objet sur une distance maximale de $2R$, la déviation de la trajectoire sera $2\phi_m \lambda R / \lambda_s$, qui doit être inférieure à δx . Ceci qui amène à la condition :

$$\phi_m < \frac{\lambda_s \delta x}{2\lambda R} \quad (4.23)$$

Il faut garder en tête que la configuration retenue pour déterminer cette condition est la plus défavorable puisque l'ensemble des déphasages est subi dès l'entrée de la cellule, ce qui ne sera jamais le cas. Pour une résolution meilleure que $\delta x = \lambda_s / 20$, la condition devient $\phi_m < \lambda_s^2 / 40\lambda R$. Pour les expériences réalisées dans l'hélium solide, on devra respecter $\phi_m < 2.5$ rad.

Une seconde condition nécessaire pour pouvoir appliquer l'inversion d'Abel, est que l'ensemble des faisceaux venant d'un point de l'objet et collectés par la lentille d'imagerie subissent le même retard de phase. L'extension transverse du faisceau à la sortie de l'échantillon de longueur $2R$ due à la divergence angulaire doit être inférieure à la résolution optique δx de l'imagerie. L'ouverture angulaire maximum acceptable de l'éclairage est donc telle que :

$$\theta_m < \frac{\delta x}{2R} \quad (4.24)$$

La condition 4.24 limite l'ouverture angulaire de l'éclairage à $\theta_m < 2.5$ mrad. L'ouverture angulaire de l'éclairage calculée dans la partie 4.2.2 étant 1.9 mrad, cette condition est remplie.

Effets de bords sur l'inversion. Afin de réaliser l'inversion d'Abel, il a été supposé que les variations de phase étaient nulles au-delà d'une certaine distance R . En pratique, cette condition est très difficile à réaliser. Il faudrait

un champ de vision très large pour imager les zones où le son ne s'est pas encore propagé. De plus, les variations de phase calculées ne s'annulent jamais en réalité à cause de l'inévitable présence de bruit sur les mesures. En pratique la partie manquante des images est complétée arbitrairement par une fonction identiquement nulle.

Pour quantifier les erreurs provoquées par cette mise à zéro sur les bords, l'essai suivant a été réalisé. Une inversion est effectuée sur des cartes de phase à champ large où la phase était quasi-nulle sur les bords, la carte de variations d'indice optique δn_{tot} obtenue est visible sur la figure 4.12. La même inversion

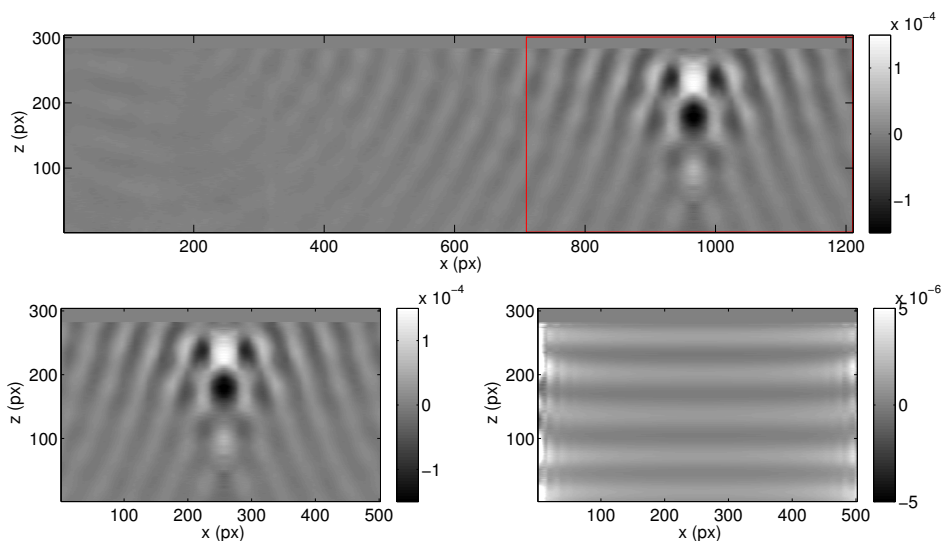


Figure 4.12. En haut : Inversion d'Abel δn_{tot} réalisée sur un champ de vision large, les variations d'indice sur les bords sont quasi-nulles. En bas-gauche : Inversion d'Abel δn_{lim} avec un champ limité représenté en rouge. En bas-droite : Différence entre δn_{tot} et δn_{lim} , avec une échelle de gris 30 fois plus sensible.

est réalisée sur un champ de vision réduit délimité par le rectangle rouge, dont le résultat δn_{lim} est également visible sur la figure 4.12. La différence à l'œil nu entre ces deux cartes n'est pas décelable, la dernière carte représente ainsi la différence $\delta n_{tot} - \delta n_{lim}$ avec une échelle de couleur augmentée 30 fois. On constate que les différences engendrées par la troncature des cartes se concentrent essentiellement sur les bords des cartes où elles peuvent monter jusqu'à 400 % d'erreur. Mais ces différences s'annulent rapidement lorsque l'on s'écarte des bords et au foyer acoustique qui est la zone d'intérêt, les écarts relatifs sont de quelques pourcents seulement.

4.4.2 Calcul de la pression

Les inversions d'Abel permettent de déterminer les variations locales d'indice optique δn . Afin de simplifier l'interprétation et de travailler avec des quantités physiques plus adaptées au problème, il est raisonnable de vouloir convertir ces données en variations locales de pression δP . Pour le cas d'un fluide, cette conversion est rapidement faite en utilisant la compressibilité du

liquide χ_{liq} :

$$\delta P_{liq} = \frac{1}{\chi_{liq}} \frac{\delta n}{(n-1)} \quad (4.25)$$

Dans un solide la présence de contraintes de cisaillement ne permet pas d'établir aussi directement ce résultat. La pression dans un solide se définit comme la trace du tenseur des contraintes σ [88], c'est à dire la moyenne des forces sur les trois faces du volume élémentaire. En utilisant la notation de Voigt pour les indices, cela s'écrit :

$$\delta P_{sol} = -\frac{(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)}{3} \quad (4.26)$$

Le tenseur des contraintes est relié aux déformations ϵ_β du milieu par la loi de Hooke $\sigma_\alpha = C_{\alpha\beta}\epsilon_\beta$. La relation utilise la règle de sommation d'Einstein et $C_{\alpha\beta}$ est l'élément du tenseur élastique. En utilisant les propriétés de symétrie uniaxiale (d'axe 3) du tenseur d'élasticité de l'hélium solide hcp décrit dans la partie 3.3.1, on réexprime δP :

$$\delta P_{sol} = -\frac{1}{3} [(c_{11} + c_{12} + c_{13})\epsilon_1 + (c_{11} + c_{12} + c_{13})\epsilon_2 + (2c_{13} + c_{33})\epsilon_3] \quad (4.27)$$

L'hélium solide hcp a la particularité d'avoir un rapport c/a de maille atomique quasi-indépendant de la pression, c'est à dire que sa compressibilité est quasi-isotrope [83]. Cette propriété se traduit par une relation entre les constantes élastiques du solide $c_{11} + c_{12} = c_{13} + c_{33}$, qui réduit l'expression de la pression à :

$$\delta P_{sol} = -\frac{1}{3}(c_{33} + 2c_{13})(\epsilon_1 + \epsilon_2 + \epsilon_3) \quad (4.28)$$

où la trace du tenseur des déformations ($\epsilon_1 + \epsilon_2 + \epsilon_3$) est égale à l'opposé des variations relatives d'indice optique $-\delta n/(n-1)$. Pour l'hélium solide, il est donc permis d'utiliser une expression équivalent à l'équation 4.25 pour exprimer la pression :

$$\delta P_{sol} = \frac{1}{\chi_{sol}} \frac{\delta n}{(n-1)} \quad \text{avec } \chi_{sol} = \frac{(c_{33} + 2c_{13})}{3} \quad (4.29)$$

Les cartes de pression sont calculées en appliquant cette conversion pixel par pixel sur les cartes d'indice. La relation 4.29 n'est valable que dans la limite élastique où la loi de Hooke reste vérifiée.

4.5 Comparaisons quantitatives

4.5.1 Confrontation à un hydrophone à fibre

L'obtention d'une carte d'indice $\delta n(r, z)$ nécessite plusieurs opérations numériques successives (extraction de la phase, inversion d'Abel) pouvant

produire des erreurs. Le champ de vision limité ainsi que la diffraction de la lumière par les ondes acoustiques peuvent aussi être sources d'erreur. Pour déterminer la précision des mesures interférométriques, une comparaison directe a été faite avec un hydrophone à fibre optique [121–123]. L'expérience a été réalisée en collaboration avec l'équipe de F. Caupin du Laboratoire de Physique Statistique.

Principe de l'hydrophone. L'hydrophone utilisé [123] est essentiellement constitué d'une fibre optique d'indice n_f dont l'extrémité (soigneusement cli-vée) est immergée dans l'eau d'indice n_e à mesurer. Le coefficient de réflexion R_0 à l'extrémité de la fibre est donné par la formule de Fresnel :

$$R_0 = \left(\frac{n_f - n_e}{n_f + n_e} \right)^2 \quad (4.30)$$

où $n_f = 1.453$ et $n_e = 1.3284$ à la longueur d'onde utilisée (808 nm). R_0 est de l'ordre de 0.2 %. Les variations d'indice $\delta n_e(t)$ entraînent une variation du coefficient de réflexion qui devient $R_0 + \delta R(t)$. Il faut tenir compte de la compressibilité de la fibre dont l'indice varie avec la pression. Les deux variations δn_e et δn_f sont liées par :

$$\delta n_f = \delta n_e \frac{\partial n_f / \partial P}{\partial n_e / \partial P} \quad (4.31)$$

Les dérivées des indices de réfraction par rapport à la pression valent $\partial n_e / \partial P \simeq 1.4 \times 10^{-4} \text{ MPa}^{-1}$ [124] et $\partial n_f / \partial P \simeq 1.5 \times 10^{-5} \text{ MPa}^{-1}$ [125]. La prise en compte d'une compressibilité non nulle apporte des corrections de l'ordre de 7 % aux variations d'indices $\delta n_e(t)$ calculées. En différenciant la formule 4.30, on obtient facilement la relation entre la variation du coefficient de réflexion $\delta R(t)$ et $\delta n_e(t)$:

$$\frac{\delta R(t)}{R_0} = \frac{-4n_f \delta n_e(t)}{n_f^2 - n_e^2} \left(1 - \frac{n_e}{n_f} \frac{\partial n_f / \partial P}{\partial n_e / \partial P} \right) \quad (4.32)$$

Pour mesurer le coefficient de réflexion, on utilise une diode laser de longueur d'onde $\lambda_d = 808 \text{ nm}$, couplée à la fibre à travers un coupleur 50/50 (voir figure 4.13). Le faisceau réfléchi est détecté par un photodétecteur. Le signal enregistré par un oscilloscope numérique⁸ est décomposé en une partie continue I_{dc} et une partie alternative I_{ac} correspondant à la modulation du coefficient de réflexion de la fibre. Cette modulation est donnée par :

$$\frac{\delta R}{R_0 + S} = \frac{I_{ac}}{I_{dc} - I_n} \quad (4.33)$$

où I_n est le courant d'obscurité du photodétecteur, et S un coefficient de réflexion parasite dû aux imperfections du montage. Ce coefficient a été mesuré indépendamment et est négligeable devant R_0 .

8. Lecroy Waverunner 104Xi

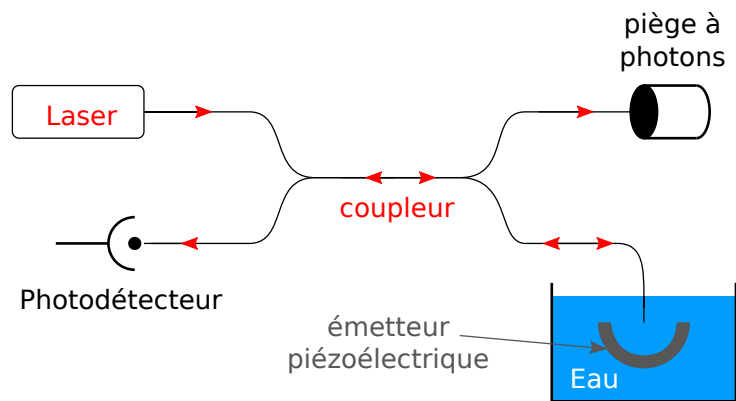


Figure 4.13. Schéma de principe de l'hydrophone. Un laser infrarouge est couplé dans une fibre optique dont une extrémité est immergée dans un liquide. Les variations d'indice optique du liquide sont déduites des variations de lumière réfléchie détectée par la photodiode.

Méthode de comparaison. La céramique hémisphérique (*Channel Industries Inc.*, diamètre intérieur 12 mm, épaisseur 2 mm) est excitée à résonance à 1.06 MHz par une salve de 4 périodes d'amplitude 170 V. L'extrémité de la fibre est repérée directement sur les images interférométriques et est positionnée 0.12 ± 0.03 mm sous le foyer acoustique. On moyenne le signal de l'hydrophone sur 100 salves, puis on enlève la fibre. On prend une série d'images interférométriques dont on extrait les variations d'indice au point où se trouvait l'extrémité de la fibre. On notera que pour les mesures dans l'eau, l'objectif utilisé est différent de celui décrit dans partie 4.2.2, le grandissement est ici de $\gamma_{obj} = 0.551$. La figure 4.14 présente les variations d'indice optique enregistrées avec les deux méthodes.

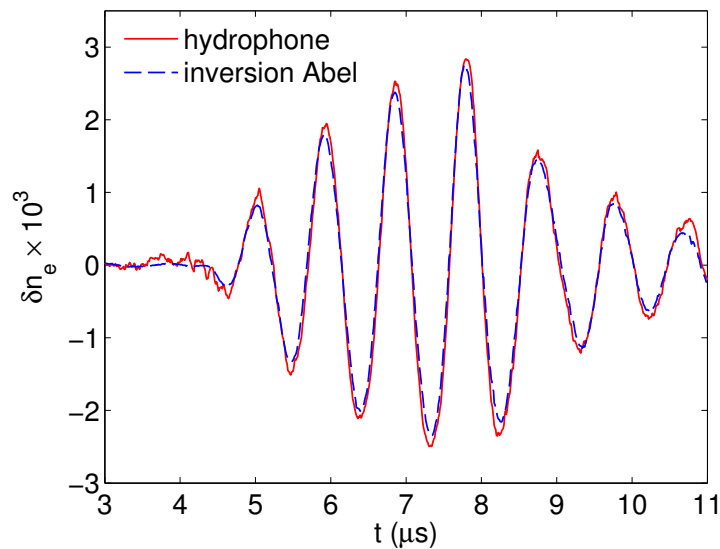


Figure 4.14. Évolution de l'indice de réfraction au foyer acoustique mesuré via l'hydrophone et via la méthode interférométrique. On trouve un bon accord entre les deux mesures.

Elles sont compatibles à 5 % près. Cet écart est à comparer à la reproductibilité des mesures de l'hydrophone (typiquement 10 %), et aux incertitudes de la transformée d'Abel inverse liées aux champs de vision incomplets (allant jusqu'à 5 %). L'accord entre les mesures est satisfaisant, la méthode de mesure interférométrique est donc une mesure fiable et qui fournit des données quantitativement exactes.

4.5.2 Comparaison à une simulation dans l'hélium superfluide

Avant d'appliquer la méthode d'imagerie à une mesure dans un cristal anisotrope d'hélium solide, cette méthode a été testée dans l'hélium liquide. Les conditions expérimentales sont similaires à celles de la mesure dans l'hélium solide, avec la présence du cryostat et l'objectif d'imagerie de grandissement ~ -2 . La différence est que le milieu propagatif est isotrope et l'émetteur hémisphérique ce qui simplifie l'interprétation des données expérimentales. Toutefois, même dans un milieu isotrope, il n'existe pas pour une source hémisphérique de solution analytique (voir partie 3.1) décrivant le champ acoustique en tout point. Les cartes d'indices sont donc comparées à une simulation numérique (voir section 3.3) de la propagation sonore dans cette géométrie.

Conditions expérimentales. L'émetteur piézoélectrique utilisé est identique à celui décrit dans la sous-section 4.5.1 mais a été modifié de deux façons. Premièrement, l'émetteur est percé au sommet d'un trou de 1 mm de diamètre utilisé pour les connections électriques et le maintien. Deuxièmement, son angle d'ouverture θ_{pzt} a été réduit de $\theta_{pzt} = 90^\circ$ à $\theta_{pzt} = 83^\circ$ pour avoir un bon accès optique au foyer acoustique comme on le voit sur la figure 4.15.

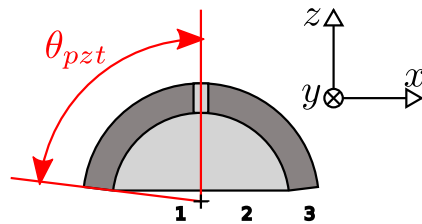


Figure 4.15. L'émetteur piézoélectrique est une portion de sphère avec un angle d'ouverture θ_{pzt} et un trou au sommet. 3 champs de vision différents représentés en bleu sont utilisés afin de synthétiser un champ de vision plus large.

La cellule expérimentale est remplie d'hélium superfluide à $T = 1.12$ K et $P = 25$ bar. La vitesse du son dans l'hélium est $v_s = 357.6$ m/s [126] et l'indice optique $n_0 = 1.033$. L'émetteur est excité à résonance à $f_1 = 1.15$ MHz par une salve de 4 périodes de 95 V d'amplitude. Le champ acoustique produit est trop étendu pour être imagé sur la caméra. Pour pouvoir enregistrer

l'ensemble du champ acoustique, trois mesures interférométriques sont réalisées. Entre chaque mesure l'interféromètre est translaté de quelques mm du centre vers le bord de l'émetteur (voir figure 4.15). Les trois acquisitions sont concaténées pour produire une animation avec un grand champ de vision de $\delta n(x, z, t)$.

Comparaison des champs acoustiques. La figure 4.16 présente les variations d'indice $\delta n(0, 0, t)$ enregistrées au foyer acoustique en fonction du temps t de propagation. L'onde atteint le foyer à $t \simeq 17 \mu s$, la valeur prédite étant $R_{pzt}/v_s = 16.78 \mu s$.

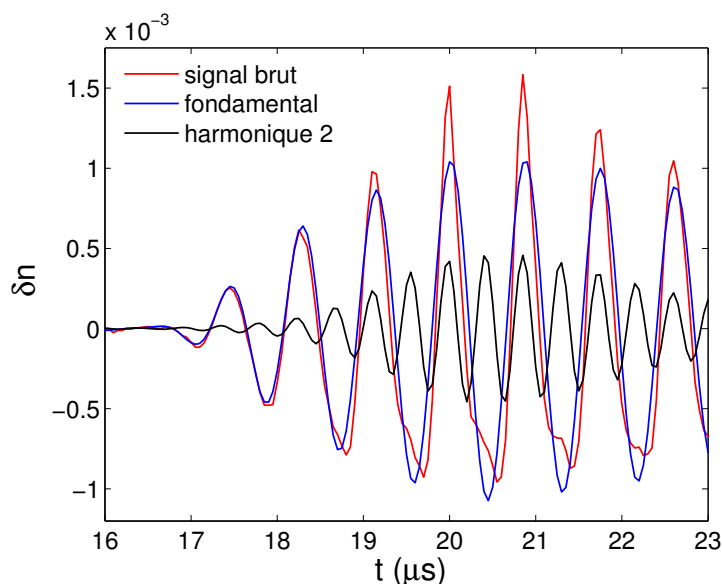


Figure 4.16. Variations de l'indice de réfraction $\delta n(0, 0, t)$ au foyer acoustique (rouge) en fonction du temps de vol. Les signaux filtrés à la fréquence fondamentale f_1 et harmonique f_2 sont également tracés.

Le comportement non-linéaire de l'oscillation est flagrant et on souhaite séparer les oscillations $\delta n_1(r, z, t)$ à la fréquence de résonance f_1 , de celles $\delta n_2(r, z, t)$ à la fréquence harmonique supérieure f_2 . Le signal est filtré numériquement par deux filtres passe-bande de largeur 1 MHz, centrés respectivement sur f_1 et f_2 . Les deux signaux obtenus au foyer acoustique sont présentés sur la figure 4.16. L'amplitude de l'harmonique atteint la moitié de l'amplitude du fondamental. Lors des premières oscillations l'harmonique peut toutefois être négligée.

La simulation numérique utilise des équations linéarisées, ainsi la comparaison avec l'expérience ne sera faite qu'avec les premières oscillations de δn_1 . Pour cette comparaison l'unique inconnue est l'amplitude d'oscillation de la surface de l'émetteur piézoélectrique δu_0^{exp} . Les variations d'indice δn_{sim} de la simulation sont ajustées sur la mesure interférométrique grâce à un facteur d'échelle $\alpha = 25$. Dans la simulation le déplacement maximal de la surface est $0.5 \mu m$, ce qui permet de déduire un déplacement maximal réel de la

céramique de 20 nm. Les données résultantes $\delta n_{sim}/\alpha$ sont comparées à δn_1 (figure 4.17).

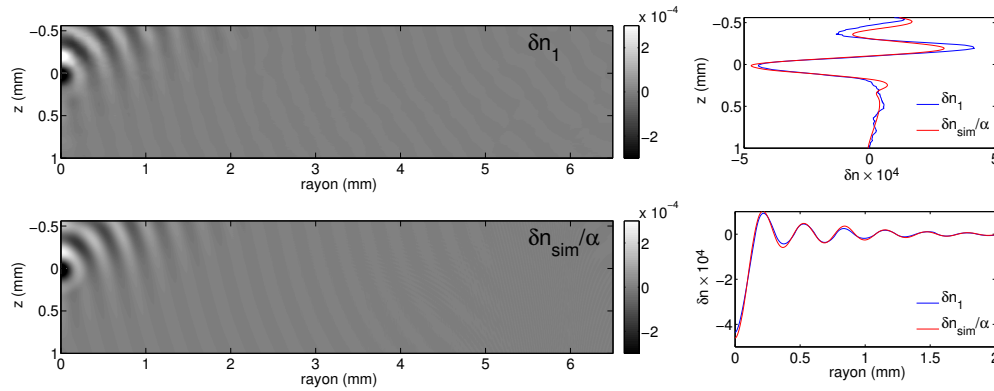


Figure 4.17. Comparaison à $t = 17.95 \mu s$ entre le champ acoustique expérimental δn_1 (en haut) et simulé $\delta n_{sim}/\alpha$ (en bas). Les profils le long des axes Or et Oz sont représentés.

Lors d'un premier examen rapide des deux cartes, la similarité est flagrante. Une analyse quantitative montre que les amplitudes des oscillations diffèrent de moins de 10 %, que ce soit à la surface de l'émetteur ou au foyer acoustique. L'amplitude varie sur deux ordres de grandeurs, puisque le facteur d'amplification de l'onde déduit de la simulation est $g = 104 \pm 5$. Ce résultat est en bon accord avec la valeur donnée par la formule approchée de Rayleigh $g = 2\pi(1 - \cos \theta_{pzt})R_{pzt}f_1/v_s = 105$. La figure 4.17 présente également les profils dans la zone focale, le long de l'axe radial et axial.

Chapitre 5

Observation d'hélium-4 hcp métastable, limite de stabilité

5.1 Exploration du domaine métastable de l'hélium solide

5.1.1 Procédure expérimentale

La mesure interférométrique décrite au chapitre 4 requiert quelques adaptations avant d'être utilisée pour mesurer les variations de densité dans un cristal d'hélium. En effet, la mesure nécessite l'envoi répété de salves acoustiques à un rythme R , ce qui augmente la température de la céramique piézoélectrique, de la cellule expérimentale et pourrait endommager le cristal d'hélium.

La puissance calorifique dissipée par l'émetteur dans la cellule est donc maintenue à un niveau faible et constant pour l'ensemble des expériences réalisées. Ce niveau de référence est défini comme la puissance calorifique moyenne dissipée par une acquisition à un rythme R^{ref} et à une tension d'excitation V^{ref} de l'émetteur. En pratique les valeurs de ces paramètres sont $V^{ref} = 30$ V et $R^{ref} = 10$ Hz, pour une élévation moyenne de la température de la cellule inférieure au mK. La puissance moyenne évolue quadratiquement avec V et linéairement avec R^{ref} . Pour garder une puissance moyenne constante, le rythme d'acquisition R d'une expérience doit être tel que :

$$R = R^{ref} \left(\frac{V^{ref}}{V} \right)^2 \quad (5.1)$$

où V est la tension d'excitation de l'acquisition.

La durée d'une acquisition dépend du rythme d'acquisition R et du nombre d'image interférométriques à enregistrer qui vaut $N_p \times N_t$, où N_p et N_t sont respectivement le nombre de pas de phase et le nombre de pas de temps d'une acquisition. Le nombre de pas de phase détermine le bruit sur la phase calculée, qui varie comme $1/\sqrt{N_p}$ (*cf.* section 4.3.3), la valeur de N_p est choisie de manière à avoir un rapport signal sur bruit S/B quasi constant de l'ordre

de 10. À la tension $V^{ref} = 30$ V où les déphasages obtenus sont de l'ordre de 0.2 rad, la valeur correspondante est $N_p^{ref} = 25$. L'amplitude des déphasages évolue linéairement avec V , pour garder S/B constant la valeur de N_p doit varier comme :

$$N_p = N_p^{ref} \left(\frac{V^{ref}}{V} \right)^2 \quad (5.2)$$

Le paramètre N_p est toutefois limité à une valeur minimum de 4.

La durée totale d'une acquisition vaut $N_p N_t / R = N_p^{ref} N_t / R^{ref}$, et est donc à peu près constante lorsque V varie, sauf lorsque N_p atteint sa valeur minimum de 4. La durée typique des acquisitions est de l'ordre de 15 min et peut aller jusqu'à ~ 60 min pour les tensions les plus élevées. Le nombre $N_p \times N_t$ de salves sonores émises dans un cristal lors d'une mesure varie alors typiquement entre ~ 1000 et ~ 5000 pour $N_t = 220$.

5.1.2 Observation d'un état métastable

La croissance du cristal pour cet expérience est réalisée en suivant le protocole décrit dans le chapitre 2. La température de la cellule est maintenue constante égale à $T_0 = 1.20$ K durant l'expérience et la différence de pression entre la pression du cristal P_0 et sa pression de fusion P_f est $P_0 - P_f \simeq 100$ mbar. L'émetteur est excité électriquement par une salve sinusoïdale de 4 cycles et d'amplitude $V = 10$ Volt, à la fréquence de résonance de l'émetteur piézoélectrique.

Les variations d'indice optique $\delta n(r, z)$ provoquées par le passage de l'onde acoustique sont calculés en utilisant la mesure interférométrique entre les temps $t = 8.35 \mu s$ et $t = 19.3 \mu s$ par pas de temps $\Delta t = 0.05 \mu s$. La figure 5.1 présente la carte des variations δn enregistrée à l'instant $t = 12.6 \mu s$ où l'onde devrait converger au foyer acoustique (le temps de propagation de l'onde jusqu'au foyer acoustique est $12.4 \mu s$). On peut voir qualitativement que l'onde acoustique semble bien se focaliser dans le cristal, compte-tenu de l'aspect concentrique des ondes acoustiques.

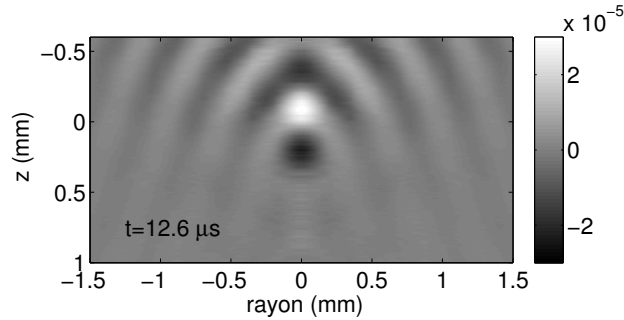


Figure 5.1. Carte représentant les variations d'indice optique δn du cristal d'hélium au niveau du foyer acoustique mesurées à l'instant $t = 12.6 \mu s$ après l'émission de l'onde acoustique. Qualitativement, on constate que l'onde acoustique semble bien se focaliser dans le cristal.

Une manière plus quantitative d'estimer la qualité de la focalisation des ondes sonores dans le cristal est de comparer la mesure aux résultats des simulations numériques, qui ont été présentés dans la partie 3.3.3. La comparaison se fonde sur les cartes des maxima d'amplitude atteints en chaque point au cours du temps, présentées sur la figure 5.2. Un facteur d'échelle global en amplitude a été appliqué à la simulation numérique pour correspondre à l'expérience. Sur cette figure, on constate que le foyer acoustique possède bien l'aspect ellipsoïdal prédit par la simulation, il s'étend latéralement sur une largeur d'une demi longueur d'onde et verticalement sur une hauteur de l'ordre d'une longueur d'onde. L'amplitude au foyer acoustique est 5 fois plus importante que l'amplitude des maxima latéraux et la valeur maximale atteinte est $\delta n = 0.94 \cdot 10^{-4}$. L'amplitude diminue très nettement lorsque l'on s'éloigne du foyer. Nous avons donc la preuve expérimentale de l'efficacité de la méthode développée pour focaliser une onde sonore dans le cristal d'hélium.

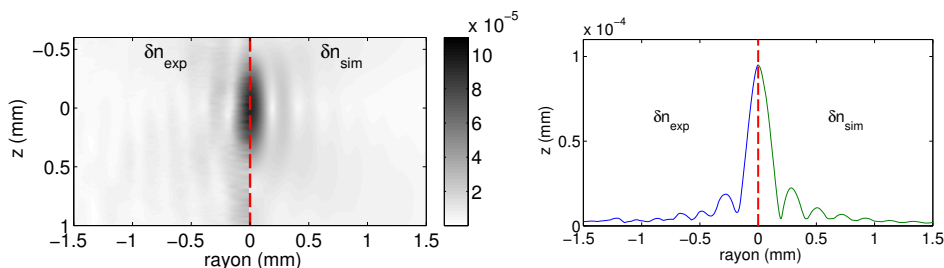


Figure 5.2. La première figure compare les cartes des maxima d'amplitude atteints au cours du temps au foyer acoustique pour la mesure (gauche), et la simulation (droite). Une forte similitude existe entre les deux cartes, le foyer acoustique possède un aspect allongé le long de l'axe vertical et est latéralement concentré sur une taille de l'ordre d'une demi longueur d'onde. Une coupe horizontale au niveau de l'origine permet de constater que les maxima latéraux ont une amplitude 5 fois plus faible que l'amplitude au foyer.

La mesure interférométrique permet de mesurer quantitativement les variations de densité de l'hélium solide au foyer acoustique. Toutefois, la pression est une quantité très utilisée qu'il est facile de se représenter. Dans la suite de ce chapitre nous convertirons les variations de δn en variations de pression en utilisant la formule 4.29. Pour ce calcul, l'extrapolation est faite en prenant la compressibilité du solide constante. Pour des variations allant jusqu'à $\delta n = 5.3 \cdot 10^{-4}$, correspondant à $\delta P = 4$ bar, l'erreur relative commise sur δP avec cette approximation reste inférieure à 4 %.

Les variations de pression au foyer acoustique en fonction du temps sont représentées sur la figure 5.3. À 11 μs , avant que l'onde sonore n'arrive au foyer, la pression du cristal est P_0 . La figure montre clairement que l'amplitude des oscillations de pression est telle que la pression du cristal descend transitoirement sous la pression de fusion du cristal P_f . Durant ces excursions à une pression inférieure à P_f , le cristal au foyer se trouve donc dans un état métastable par rapport à la fusion.

On note δP_{min} la dépression la plus importante produite par l'onde sonore en valeur absolue, et P_{min} la pression la plus basse à laquelle le cristal ait été porté. L'écart $P_f - P_{min}$ caractérise le degré de métastabilité atteint par le cristal, et pour des grandes amplitudes de pression cet écart est presque égal à δP_{min} . Dans cet exemple, on a $P_f - P_{min} = 0.5924$ bar et $\delta P_{min} = 0.692$ bar.

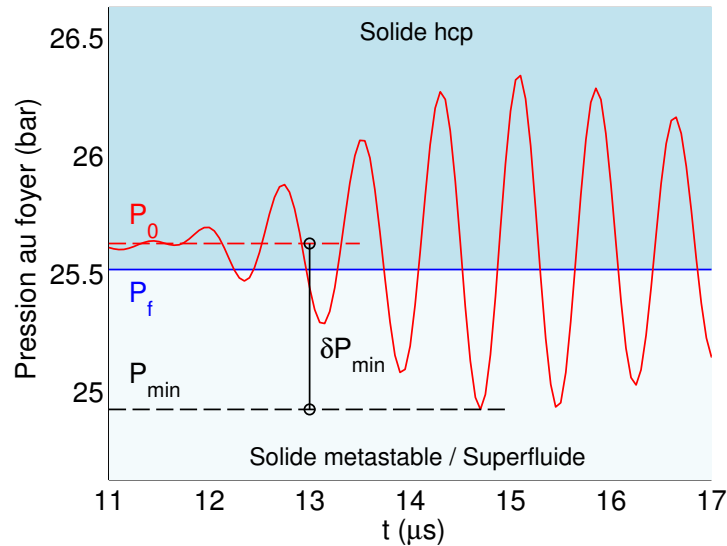


Figure 5.3. La pression au repos du cristal correspond à P_0 . Lors du passage de l'onde sonore, les variations de la pression au niveau du foyer acoustique sont telles que la pression du cristal descend transitoirement sous la pression de fusion P_f . Aux instants où $P < P_f$, une partie du cristal au niveau du foyer se trouve donc dans un état métastable par rapport à la fusion. On note δP_{min} l'amplitude minimale de pression produite par l'onde sonore et P_{min} la pression la plus faible atteinte par le cristal métastable.

Nous avons ainsi démontré la possibilité de produire un état métastable d'hélium solide par rapport à la fusion. L'exemple présenté correspond à un écart à la pression de fusion relativement faible, que l'on peut augmenter en variant l'amplitude V de l'excitation électrique. En extrapolant linéairement δP_{min} en fonction de la tension d'excitation, on peut ainsi espérer atteindre des diminutions de pression de ~ 6 bar pour une tension d'excitation de 100 V.

5.1.3 Expérience à un émetteur acoustique

5.1.3.1 Observations expérimentales

La tension de l'émetteur piézoélectrique a donc été augmentée afin d'augmenter le degré de métastabilité atteint par le cristal. L'amplitude V est augmentée par palier d'une dizaine de Volt, et à chaque palier une mesure interférométrique des variations de densité est réalisée. On peut ensuite étudier l'évolution de P_{min} et δP_{min} en fonction de la tension d'excitation V . Pour des raisons de commodité, nous travaillerons principalement avec les

valeurs de δP_{min} , car les valeurs dépendent de manière simple de la tension d'excitation.

Les cristaux ont été étudiés à des températures allant de 1.05 à 1.40 K, avec des écarts de la pression d'équilibre P_0 à la pression de fusion P_f de 40 à 270 mbar. L'expérience ayant été reproduite en utilisant deux émetteurs piézoélectriques différents (*cf.* sous-section 3.4.2), la figure 5.4 présente les résultats obtenus de manière séparée.

Pour ces deux expériences, l'évolution de δP_{min} avec la tension d'excitation V a un comportement qui s'écarte d'une évolution linéaire représentée en pointillés sur la figure 5.4. L'évolution linéaire est estimée en ajustant

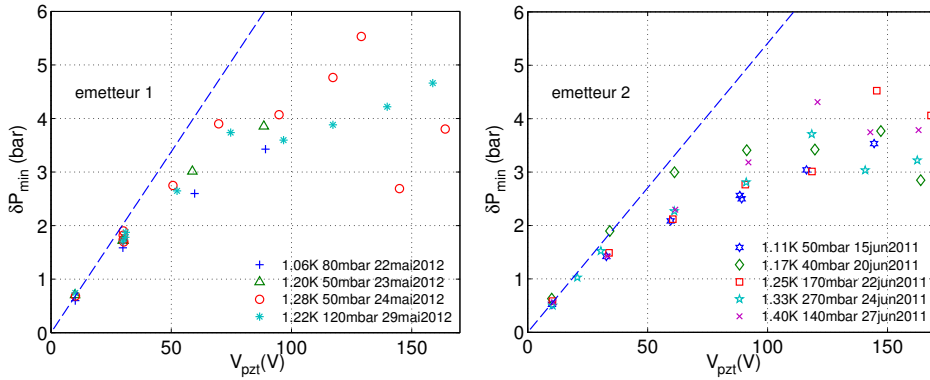


Figure 5.4. L'évolution de δP_{min} en fonction de la tension d'excitation V présente un comportement fortement non-linéaire. La droite en pointillés bleus représenterait l'évolution linéaire, obtenue par un ajustement sur les faibles amplitudes de 10 V. Les deux graphiques correspondent aux résultats obtenus avec les émetteurs 1 et 2.

l'ensemble des points pris à une tension d'excitation de 10 V pour chacun des émetteurs 1 et 2. On trouve des pentes respectives telles que :

$$\begin{aligned} \frac{d(\delta P_{min})}{dV} &= 0.067 \text{ bar/V pour l'émetteur 1} \\ \frac{d(\delta P_{min})}{dV} &= 0.054 \text{ bar/V pour l'émetteur 2} \end{aligned} \quad (5.3)$$

La différence entre les résultats de l'émetteur 1 et 2 peut avoir des origines diverses. Une possibilité est que l'efficacité de conversion électromécanique varie à cause d'un k_{eff} différent (à température ambiante les coefficients sont toutefois quasi identiques, *cf.* partie 3.4.3), ou d'une différence dans l'adaptation d'impédance entre l'amplificateur et l'émetteur. Une autre possibilité est que la qualité de focalisation de l'onde diffère à cause d'une géométrie imparfaite des surfaces émettrices.

Dans les deux cas, l'effet des non-linéarités est tel que la valeur de δP_{min} atteinte est diminuée de moitié à 100 V par rapport au cas idéal où l'évolution serait linéaire. En augmentant la tension au-delà, nous observons un effet de saturation à une valeur d'environ 4.5 bar. Dans ce domaine de tension où la dépression produite sature, la valeur de δP_{min} mesurée peut devenir irrégulière, et aller jusqu'à présenter des diminutions. En augmentant encore

la tension V , on finit par observer une instabilité du cristal sur laquelle nous reviendrons dans la section 5.2.

5.1.3.2 Discussion sur l'origine des nonlinéarités

Plusieurs phénomènes pourraient être à l'origine de ce comportement non-linéaire à forte amplitude :

Une détérioration de l'interface hélium solide/émetteur par un échauffement local et/ou une fusion de l'interface? L'échauffement de la céramique a été étudié dans la partie 3.5.4. Il est de l'ordre de 1 mK à 100 V et ne peut engendrer une fusion. Par ailleurs l'écart à la fusion $P_0 - P_f$ a toujours été maintenu à une valeur supérieure à l'amplitude de l'onde sonore à la surface de l'émetteur, de sorte qu'une fusion nucléée à l'interface est peu vraisemblable. Elle ne se traduirait d'ailleurs pas par un effet progressif.

Une détérioration progressive du cristal par l'onde sonore? On pourrait être tenté d'interpréter les irrégularités dans l'évolution de δP_{min} , par le fait que le cristal est divisé en de nombreux cristallites, ce qui altérerait la bonne focalisation de l'onde. Nous avons donc cherché à détecter une telle modification du cristal. Pour cela, nous avons pris des séries de mesures en augmentant progressivement la tension V . Entre les mesures d'amplitude croissante, des mesures de référence à une tension faible V sont enregistrées. Le résultat est que malgré l'apparition d'une saturation à forte amplitude, les mesures à basse tension ne sont pas modifiées dans la limite des incertitudes de mesures. Dans l'exemple présenté sur la figure 5.5, l'explication par une dégradation de la focalisation devrait réduire le signal mesuré à la tension V de 30 %. Le signal n'a pas varié de plus de 10 %, ce qui est de l'ordre du bruit de la mesure.

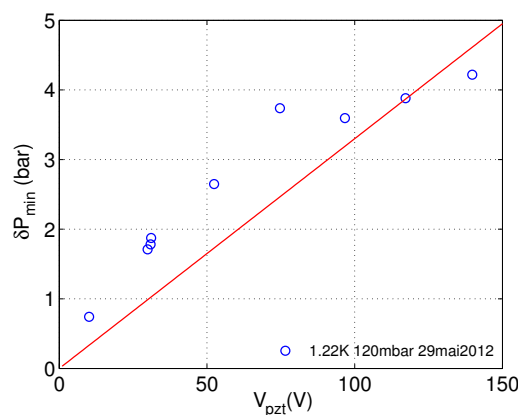


Figure 5.5. En augmentant la tension jusqu'à ~ 95 V, on voit apparaître une saturation de δP_{min} . Si la saturation était liée à une altération de la structure cristalline, les mesures à une tension faible de ~ 30 V, réalisées après la mesure à ~ 120 V devraient être affectées et se situer sur la droite rouge. L'amplitude des mesures à 30 V n'est pas modifiée.

Apparition d'un comportement plastique à forte amplitude? Un indice permet d'avoir une idée sur l'origine du comportement non linéaire observé pour les fortes tensions. La figure 5.6 présente les variations de pression δP enregistrées au niveau du foyer acoustique et normalisées par la tension V . On s'intéresse aux instants de $11.5 \mu s$ à $18 \mu s$ où l'onde acoustique passe

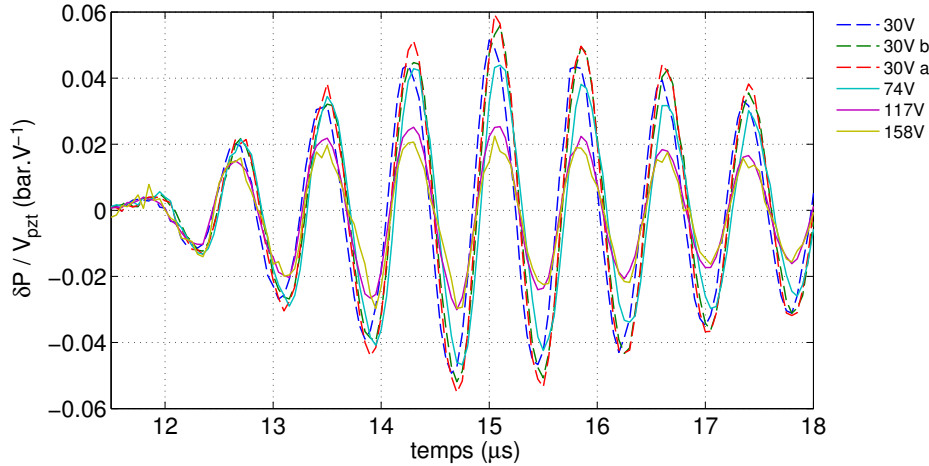


Figure 5.6. On représente l'évolution temporelle de la pression au foyer acoustique pour la série de mesure présentée sur la figure 5.5. Toutes les traces sont normalisées par la tension V à laquelle la mesure a été effectuée. On constate que pour les deux premières oscillations de l'onde acoustique, les signaux à différentes tensions sont identiques. Pour les plus grandes oscillations de pressions à partir de $\sim 13 \mu s$, un désaccord de plus en plus marqué apparaît, avec un effet de saturation des plus grandes tensions. L'effet pourrait s'expliquer par un seuil de plasticité.

par le foyer. On remarque que pour les premières oscillations de pression, l'ensemble des mesures s'accordent plutôt bien, leur évolution avec la tension V est donc quasi linéaire. Au fur et à mesure que l'amplitude de l'onde croît, un désaccord de plus en plus marqué apparaît entre les mesures à 30 V et celles à plus haute tension. Les oscillations qui devraient être de grande amplitude ont un aspect écreté. L'amplitude des oscillations semble ne pas pouvoir croître au-delà d'un certain seuil.

La saturation de la réponse de l'hélium solide à grande amplitude sonore a été étudiée par Hikata *et.al* [127] (bien que dans des conditions de température, pression et qualité du cristal différentes des nôtres). Elle est attribuée à la plasticité résultant du mouvement des dislocations et à leur dépiégeage partiel à grande amplitude. Dans un article plus récent, Varoquaux [128] rappelle que pour des fortes contraintes de cisaillement, les dislocations peuvent se regrouper en couches qui constituent alors des plans de glissement relatif pour les deux parties voisines du cristal.

En conclusion, la limitation des grandes amplitudes d'oscillation ne semble pas liée à une détérioration irréversible du cristal, mais plutôt à l'apparition de phénomènes plastiques associés à la présence de dislocations dans le cristal. Nous avons cherché un modèle qui permettrait de rendre compte, au moins qualitativement, de ces phénomènes de saturation de l'amplitude de

l'onde acoustique.

5.1.4 Modèle de la saturation de l'amplitude de pression

Propagation d'une onde d'amplitude finie. La propagation d'ondes de forte amplitude dans l'hélium solide a été étudiée par Hikata *et al.* [127] en 1980, dans l'hélium hcp à 1.68 K et 33 bar. En utilisant un montage de type émission/détection, ils mesurent la dépendance en amplitude de la propagation d'ondes planes. Ils observent une déplétion de l'amplitude de pression p_1 à la fréquence fondamentale de 10 MHz, qui est alors interprétée comme venant de l'absorption sonore et de la génération du second harmonique. Ils utilisent pour cela une équation donnant l'évolution de p_1 en fonction de la distance de propagation :

$$\frac{dp_1}{dx} = -\alpha p_1 - \frac{\pi\beta}{\lambda P_c} p_1^2 \quad (5.4)$$

où λ et P_c représentent la longueur d'onde et une pression caractéristique du milieu telle que $P_c = \rho_0 c_0^2$. Les paramètres α et β correspondent respectivement au coefficient linéaire d'absorption du son, et à un terme de nonlinéarité adimensionné. Dans le domaine d'amplitude étudié, allant jusqu'à 0.4 bar au niveau de la source, ils obtiennent un coefficient d'absorption $\alpha = 0.35 \text{ cm}^{-1}$ et un terme non linéaire tel que $\beta = 5.5$. Ce terme non linéaire est plus important que la valeur trouvée dans le liquide, où l'origine de la nonlinéarité est la courbure de l'équation d'état $P(\rho)$, et où il vaut $\beta = 2.86$.

Dans notre expérience, les amplitudes sonores sont supérieures aux amplitudes étudiées par Hikata *et al.*, et il est possible que d'autres mécanismes entrent en jeu. Pour Varoquaux [128], à des efforts de cisaillement de l'ordre de 0.2 – 0.5 bar, les dislocations se rassemblent pour former des couches contenant une forte densité de dislocations comparée au solide environnant. Ce type de comportement a été étudié par Iwasa [129] en observant la diffraction de Laue de rayons X sur des échantillons d'hélium solide. Ces couches ont une résistance mécanique au cisaillement très affaiblie, à cause de la présence d'une forte densité de dislocations. Tout se passe comme si le coefficient c_{44} s'annulait au-delà d'un certain seuil, permettant à la partie solide entre deux couches de « glisser ».

Une des conséquences de ce changement de module élastique serait une diminution de la vitesse du son longitudinale à forte amplitude. La vitesse du son étant anisotrope, on utilise une moyenne angulaire de la vitesse calculée en utilisant l'expression 3.4 de la section 3.2. Une annulation du coefficient c_{44} ferait passer la valeur de la vitesse moyenne de 471 m/s à 439 m/s, soit une variation de l'ordre de 7 %. On souhaite convertir cette variation en un coefficient nonlinéaire β , donnant la saturation quadratique de l'équation 5.4. Pour cette forme de saturation, on écrit la vitesse du son comme :

$$c = c_0 \left(1 - \beta \frac{p}{P_c} + \dots \right) \quad (5.5)$$

En considérant que le coefficient c_{44} s'annule pour la valeur supérieure de 0.5 bar estimée par Varoquaux, ce qui ferait passer la vitesse du son de 471 m/s à 439 m/s, on trouve un coefficient nonlinéaire $\beta = 59$. Ce coefficient est bien plus important que le coefficient $\beta = 5.5$ obtenu par Hikata.

Équation de Burgers en géométrie sphérique. La propagation de l'onde est modélisée en utilisant la généralisation de l'équation de Burgers à une géométrie sphérique [130]. L'équation ne prend pas en compte la diffraction de l'onde, sa validité est donc discutable lorsque $r \leq \lambda$, où r représente la coordonnée radiale. Nous l'utiliserons néanmoins de façon heuristique dans cette région (équation 5.8). Pour simplifier, nous considérons une propagation en l'absence de dissipation L'équation de Burgers se réécrit alors :

$$\frac{\partial p}{\partial r} + \frac{p}{r} = \pm \frac{\beta p}{\rho_0 c_0^3} \frac{\partial p}{\partial \tau} \quad (5.6)$$

où la pression p est décrite en fonction du temps retardé τ tel que $\tau = t \pm (r - r_0)/c_0$, où r_0 est le rayon de la source, et où le signe \pm différencie les ondes convergentes et divergentes. La solution de l'équation, pour une terme source du type $p(r_0, t) = p_0 f(t)$ est donnée sous sa forme implicite :

$$p(r, \tau) = p_0 \frac{r_0}{r} f \left(\tau \pm \frac{\beta r p(r, \tau)}{\rho_0 c_0^3} \ln \frac{r}{r_0} \right) \quad (5.7)$$

Dans la suite, on considère le cas d'une onde convergeant vers l'origine (signe $-$) à partir de r_0 avec $f(t) = \cos(\omega t)$. Dans le cas linéaire, c'est à dire pour $\beta = 0$, la valeur de p en $r = \lambda/2\pi$ vaut :

$$p(\lambda/2\pi, \tau) = p_0 2\pi r_0 / \lambda \cos(\omega \tau) \quad (5.8)$$

$$= p_0 g \cos(\omega \tau) \quad (5.9)$$

ce qui est l'expression pour la pression au foyer acoustique pour un émetteur hémisphérique de gain $g = 2\pi r_0 / \lambda$. En supposant que cette astuce soit valable dans le cas nonlinéaire, la pression maximum atteinte au foyer s'obtient en cherchant la solution maximale en fonction de τ de :

$$p_f = p_0 g \cos \left(\omega \tau - \frac{\beta p_f}{P_c} \ln g \right) \quad (5.10)$$

Cette solution devient multivaluée lorsque $p_0 > p_0^{cr} = P_c / (\beta g \ln g)$, ce qui indique la formation d'une onde de choc et pour des amplitudes p_0 supérieures à p_0^{cr} , nous retenons alors seulement la plus petite des solutions. Dans ce cas, la saturation de l'amplitude maximale tend vers une limite asymptotique $p_f^{sat} \simeq P_c \pi / (\beta \ln g)$.

Comparaison aux mesures expérimentales. Ce modèle pour les nonlinéarités a été confronté aux évolutions des dépressions maximales produites

dans le cristal. Le paramètre non linéaire β estimé au paragraphe précédent vaut $\beta = 59$, et le gain de focalisation obtenu à partir des simulations est $g = 87$. La pression caractéristique P_c de l'hélium solide est dans nos gammes de pression de l'ordre de $P_c = \rho_0 c_0^2 = 420$ bar. La solution de l'équation 5.10 est calculée numériquement.

Les données expérimentales sont exprimées en fonction de la tension appliquée à l'émetteur piézoélectrique. Pour rassembler les données et le modèle sur un même graphique, il est nécessaire de connaître la relation existant entre l'amplitude V de la tension, et l'amplitude de pression p_0 produite à la surface de l'émetteur. On utilise pour cela les valeurs de δP_{min} obtenues à basse tension (~ 10 V) fournies dans l'équation 5.3. On trouve que les dépressions maximales obtenues au foyer pour les émetteurs 1 et 2 valent respectivement 0.067 bar/V et 0.054 bar/V. En considérant un gain $g = 87$ identique pour les deux émetteurs, l'amplitude de pression au niveau de la surface émettrice est de 0.77 mbar/V pour l'émetteur 1 et de 0.63 mbar/V pour l'émetteur 2.

Les résultats du modèle pour les deux émetteurs sont présentés sur la figure 5.7. Le modèle développé semble reproduire de manière correcte le phénomène de saturation observé dans les expériences. Il donne une valeur asymptotique de la saturation qui vaut 4.93 bar. La contrainte seuil à partir de laquelle apparaît la saturation est située entre 40 et 50 V en fonction de l'émetteur utilisé. Toutefois, en l'absence de prise en compte de phénomènes de dissipation, la saturation est nulle sous le seuil p_0^{cr} alors que dans les expériences, des effets de saturation apparaissent déjà sous ce seuil. Une seconde critique est que le modèle de saturation de l'équation 5.6 décrit plutôt la courbure de l'équation d'état d'un matériau. Pour modéliser les phénomènes de plasticité, un modèle avec une dépendance quadratique de la vitesse du son en fonction de la pression serait plus satisfaisant.

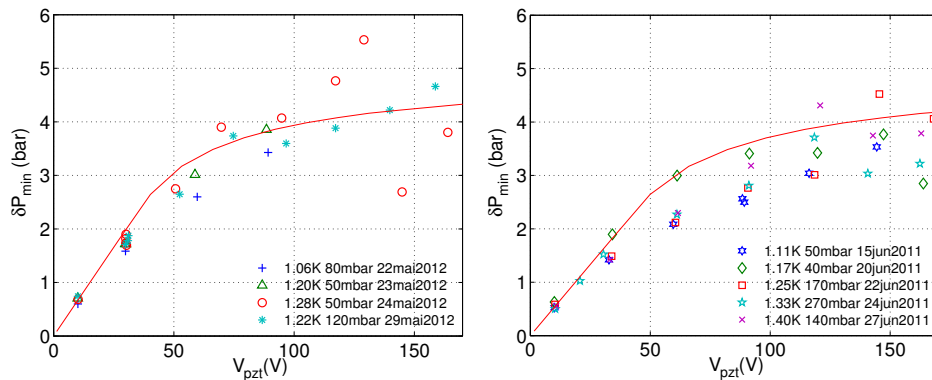


Figure 5.7. Le modèle proposé (en rouge), basé sur l'équation de Burgers [130], reproduit assez fidèlement le phénomène de saturation de l'amplitude de l'onde. La valeur asymptotique à laquelle la pression sature est de 4.93 bar et la tension seuil à partir de laquelle la saturation apparaît dans le modèle est située aux alentours de 40 – 50 V.

Le modèle fourni est une première tentative de prise en compte des effets de saturation, et compte tenu des approximations faites, son utilisation est à prendre avec précaution. Néanmoins, il semble que la plasticité de l'hélium

limite les dépressions que l'on peut produire avec l'onde acoustique, dans la configuration à un émetteur. Un effet de saturation assez marqué apparaît pour des amplitudes de tension de l'ordre de 50 V, et les plus grandes excursions réalisées dans la région métastable sont descendues environ 5 bar sous la pression de fusion. En augmentant encore l'amplitude de l'onde acoustique émise, nous observons une instabilité du cristal qui limite l'exploration du domaine métastable. On pourrait penser que l'instabilité observée est liée aux fortes nonlinéarités présentes durant la propagation de l'onde sonore. Pour le vérifier, il faut réaliser une expérience pour laquelle les effets nonlinéaires sont minimisés pour observer si l'instabilité est toujours présente. Les ondes sonores focalisées peuvent produire des effets de « streaming » acoustique dans les liquides, qui pourraient également être invoqués pour expliquer l'apparition d'une instabilité.

Une expérience dans laquelle la surface émettrice de l'onde est une surface d'onde complète permettrait d'obtenir potentiellement des pressions deux fois plus importantes au foyer acoustique, pour une même amplitude initiale de l'onde émise. La propagation de l'onde pour une telle géométrie a été simulée dans la sous-section 3.3.3, et l'effet qu'auraient les nonlinéarités dans une telle configuration d'après notre modèle est représentée sur la figure 5.8. On voit que cette situation permettrait de produire des dépressions de l'ordre de 5 bar, tout en conservant une évolution quasi-linéaire de δP_{min} avec V . Les contraintes s'appliquant de manière symétrique au niveau du foyer

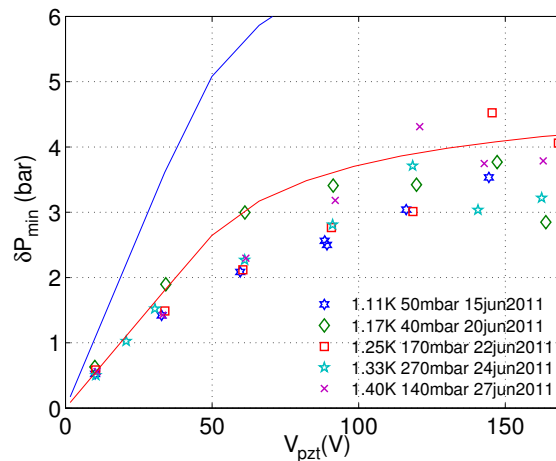


Figure 5.8. Dans le modèle d'évolution de δP_{min} proposé, l'effet de la plasticité de l'hélium solide aux grandes amplitudes limite les pressions atteignables au foyer acoustique pour l'expérience avec un émetteur acoustique (rouge). En utilisant deux émetteurs acoustiques, on peut espérer doubler l'amplitude au foyer pour une même amplitude initiale. Dans cette configuration les amplitudes de pression atteignables (bleu) sont bien plus importantes.

acoustique, cela permettrait d'écarter l'éventualité d'une instabilité liée à des effets de streaming acoustique. Enfin les résultats de la simulation montrent que le foyer acoustique est plus confiné dans cette géométrie.

5.1.5 Expérience à deux émetteurs symétriques

Dans cette expérience les émetteurs acoustiques 1 et 2 sont disposés l'un en face de l'autre, de la manière présentée dans la partie 3.3.3. Un espace de l'ordre de 2 mm entre les émetteurs permet d'avoir un accès optique au foyer acoustique. Une difficulté de l'expérience est qu'il est nécessaire d'avoir un positionnement relatif des céramiques précis à 0.2 mm, afin que leurs foyers acoustiques respectifs se superposent. Pour cela, la distance δh des foyers acoustiques par rapport aux bords de chaque émetteur est déterminée expérimentalement à partir des expériences précédentes. On trouve respectivement pour les émetteurs 1 et 2, $\delta h_1 = 0.56$ mm et $\delta h_2 = 0.6$ mm. L'alignement de leurs axes est assuré par les supports guidés des céramiques (*cf.* 2.1.2), leur position est ensuite ajustée afin que la distance entre les bords soit $\delta h_1 + \delta h_2 = 1.16$ mm.

Une seconde difficulté concerne la croissance d'un monocristal orienté, car la croissance du monocristal doit se faire à travers le trou de 1 mm de diamètre percé au sommet de la céramique inférieure. En calculant la différence de hauteur capillaire correspondante, nous nous sommes assurés que le cristal émerge du trou, avant que la partie du cristal à l'extérieur de la céramique atteigne le bord. Dans le cas contraire, le cristal pourrait « déborder » dans la céramique, et il en résulterait une croissance du cristal non contrôlée. Durant la phase de croissance à travers le trou de 1 mm, il faut aussi que le cristal conserve son orientation cristalline initiale pour pouvoir focaliser l'onde sonore.

Dans un premier temps, il est donc nécessaire de contrôler le champ acoustique émis par les émetteurs pour s'assurer que leur positionnement est correct, et qu'un monocristal orienté est présent dans le volume défini par les céramiques. Nous avons réalisé une mesure à une tension d'excitation de 5.5 V. De manière similaire aux expériences avec un seul émetteur acoustique, nous travaillons avec les cartes des maximums d'amplitude de δn atteints en chaque point. La figure 5.9 présente une comparaison de la carte expérimentale, et de la carte obtenue avec les résultats de la simulation numérique. L'accord entre les cartes est correct, et on retrouve bien la particularité d'un foyer acoustique qui est mieux concentré verticalement, comparé à la situation à un émetteur. Le foyer a un aspect circulaire de rayon $\lambda/4$, et sur la coupe on voit que l'amplitude à l'origine est 4 fois supérieure à l'amplitude sur les côtés. On constate un léger désaccord sur la longueur d'onde pouvant venir d'une incertitude sur le grandissement de l'objectif d'imagerie. Les nœuds de l'onde sont moins bien définis sur la carte expérimentale, ce qui peut résulter d'une amplitude un peu différente entre les ondes émises par chaque émetteur.

La focalisation de l'onde étant correcte, nous pouvons réaliser les expériences souhaitées. Une série d'expériences est faite à des températures variant entre 1.05 K et 1.33 K, pour des suppressions du cristal par rapport à la pression de fusion entre 110 mbar et 370 mbar. Sur la figure 5.10, nous avons représenté l'ensemble des expériences effectuées afin de rendre compte

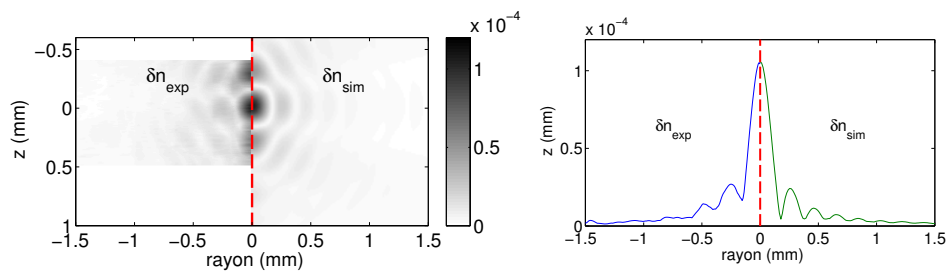


Figure 5.9. La première figure compare les cartes des maximums d'amplitude atteints au cours du temps au niveau du foyer acoustique pour la mesure (gauche), et la simulation (droite). La carte expérimentale est plus petite à cause du champ de vision limité. Le foyer acoustique a bien un aspect circulaire comme l'a prédit la simulation, et la coupe horizontale faite au niveau de l'origine montre que l'amplitude au centre est 4 fois supérieure à l'amplitude sur les maximums secondaires.

du comportement général de δP_{min} en fonction de V . La droite en poin-

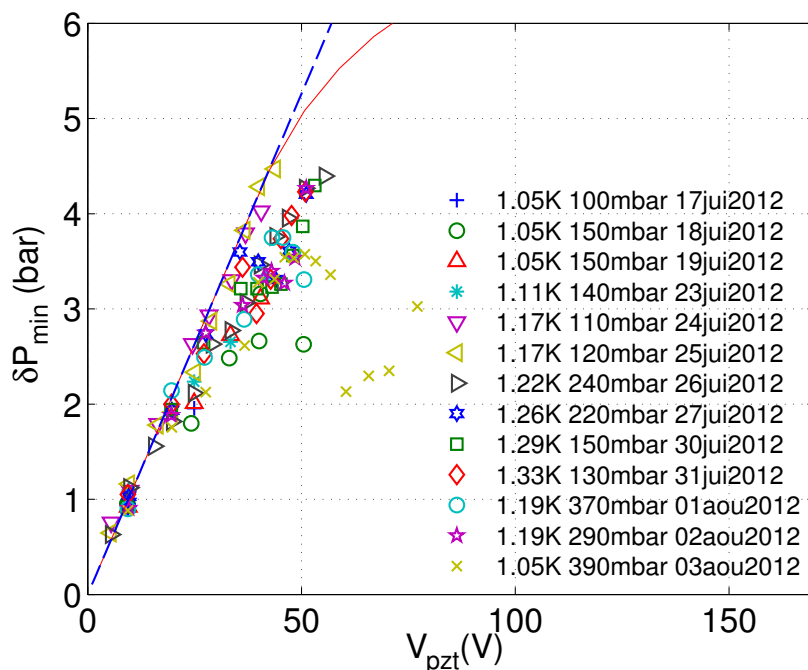


Figure 5.10. L'utilisation d'une configuration à deux émetteurs acoustiques a quasiment permis de doubler les valeurs obtenues de δP_{min} pour une même tension d'excitation V . Les valeurs obtenues ont un comportement bien plus proche d'une évolution linéaire représentée en pointillé bleu. Dans le modèle proposé pour l'évolution de δP_{min} , représenté en rouge, l'effet de saturation est censé apparaître pour des tensions de 50 V et des pressions au foyer de 5 bar. Les points expérimentaux ne vont pas à des valeurs supérieures à 4.5 bar, car on observe alors l'instabilité de l'hélium solide, déjà observée avec un seul émetteur.

tillées bleus représente l'évolution linéaire estimée à partir de l'ensemble des mesures à 10 V. L'ajustement donne une pente :

$$\frac{d(\delta P_{min})}{dV} = 0.1052 \text{ bar/V} \quad (5.11)$$

qui diffère légèrement de la valeur 0.12168 bar/V que l'on aurait obtenu si l'addition des ondes émises par les émetteurs 1 et 2 était parfaite. L'écart relatif de 13.5 % est cependant relativement satisfaisant.

Comme pour les expériences à un émetteur (*cf.* partie 5.1.4), nous représentons sur le même graphique l'évolution de δP_{min} prévue par le modèle de nonlinéarités. L'évolution prévue est quasi linéaire jusqu'à des amplitudes de pression de 5 bar, obtenues pour 50 V. Bien que les mesures de δP_{min} ont tendance à être sous le comportement linéaire, force est de constater que l'évolution est beaucoup moins nonlinéaire que pour les expériences précédentes à un émetteur. Dans le cas présent, pour plusieurs mesures les points suivent bien une évolution linéaire, ce qui n'a jamais pu être observé en utilisant un seul émetteur.

Nous avons la situation expérimentale souhaitée, où les valeurs atteignables de δP_{min} ne sont plus limitées par l'effet des nonlinéarités. On souhaite augmenter encore le degré de métastabilité atteint. En fait, si sur le graphique 5.10, les données expérimentales se limitent à une valeur d'environ 4.5 bar, c'est parce que nous sommes à nouveau confrontés à l'apparition d'une instabilité de l'hélium. Donc on en conclut que l'instabilité n'est pas liée à la présence de fortes nonlinéarités, puisqu'elle apparaît même si l'évolution de δP_{min} est quasi linéaire. Le fait d'avoir utilisé une surface d'onde complète comme surface émettrice élimine également la possibilité que l'instabilité puisse s'expliquer par du streaming acoustique.

Cette instabilité semble donc être une limite fondamentale à l'exploration du domaine de métastabilité de l'hélium solide, et non un artefact lié à la façon de produire l'état métastable. Le plus grand volume molaire auquel a été porté l'hélium solide est $V_m = 21.32 \text{ cm}^3$, et les plus grands écarts à la pression de fusion obtenus dans l'ensemble des expériences sont tels que $P_f - P_{min} = 4.4 \text{ bar}$. Cette valeur est encore éloignée des 22 cm^3 souhaités pour réduire sensiblement l'énergie d'activation des lacunes, en se basant sur l'évolution de cette énergie dans la phase stable. Néanmoins, l'apparition de cette instabilité inattendue de l'hélium solide est intéressante, puisqu'elle suggère l'apparition de phénomènes nouveaux ou tout du moins non pris en compte dans les modèles existants. Dans la section suivante, nous discutons les caractéristiques observées de cette déstabilisation de la phase solide.

5.2 Instabilité du cristal d'hélium-4

5.2.1 Description du phénomène

L'instabilité est un défaut localisé qui apparaît sur les images interférométriques enregistrées par la caméra, dont la présence empêche alors le calcul correct des cartes de phases. La caméra ne peut enregistrer qu'une seule image par impulsion sonore émise, ainsi l'évolution de l'instabilité est observée impulsion après impulsion. Sur la figure 5.11, nous montrons un exemple d'instabilité apparue dans le cristal « 1.05K 150mbar 18jui2012 », corres-

pendant à une expérience avec deux émetteurs piézoélectriques. Sur cette

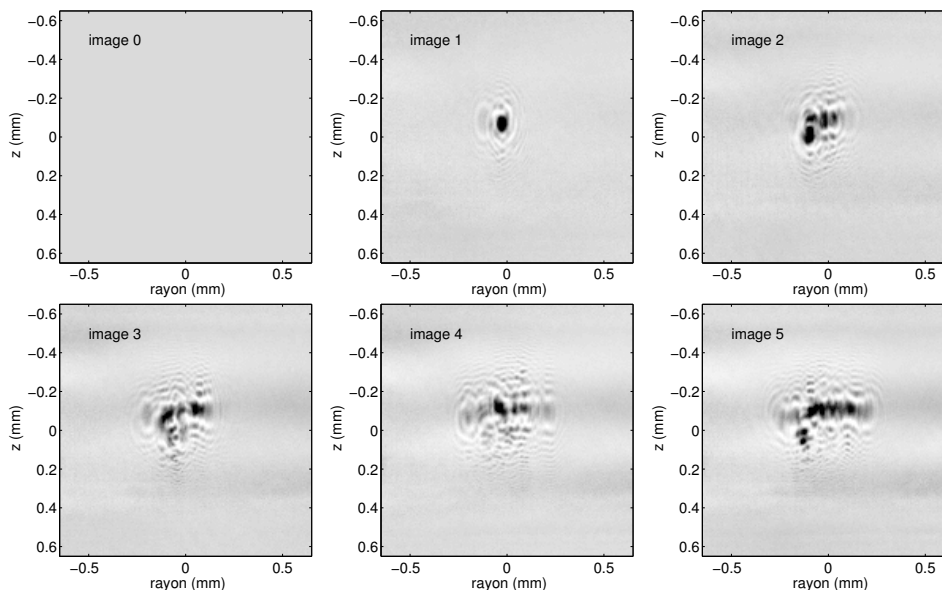


Figure 5.11. La série d'images illustre l'apparition d'une instabilité dans le cristal d'hélium. À l'image 0, celle-ci n'est pas encore visible. L'instabilité apparaît à l'image 1 sous la forme d'un défaut ovale visible au centre de l'image. Typiquement, la taille de ce défaut est de l'ordre de 0.1 mm de diamètre. Si l'émission d'ondes sonores se poursuit, le défaut s'étend sur la zone définie comme le foyer acoustique où les oscillations de pression ont des amplitudes importantes.

figure, l'image 0 est enregistrée avant l'apparition du défaut. À l'image 1, le passage de l'onde acoustique a créé un petit défaut localisé nettement visible au centre de l'image. De manière générale, le défaut a un aspect ovale plus étendu verticalement qu'horizontalement et semble être formé d'une seule et unique partie. Sa taille caractéristique lorsque l'image est enregistrée est 0.1 mm.

Sa formation semble être relativement brutale et discontinue, de manière similaire aux processus de nucléation dans les liquides. En effet, nous n'avons jamais observé de dégradation progressive du cristal, menant à la formation du défaut décrit. Une expérience très simple a été faite afin d'écarter la possibilité que l'instabilité soit une altération progressive du cristal. Nous avons émis une unique salve acoustique de 60 V d'amplitude dans un cristal fraîchement cristallisé, pour une configuration à deux émetteurs. Cette amplitude est légèrement au-dessus des seuils de tension où les instabilités apparaissent. Pour cette unique impulsion, nous avons observé la déstabilisation du solide au niveau du foyer acoustique. L'instabilité n'est donc pas liée à l'émission répétée d'onde sonore dans le cristal et se forme pendant les quelques μs de propagation de l'onde.

La visibilité du défaut vient du fait qu'il diffuse assez fortement la lumière incidente, ce qui implique que la densité du milieu constituant le défaut est assez différente de la densité du solide. L'apparition d'un défaut est irréversible, et si la sonification du cristal se poursuit, le défaut s'étend dans le

cristal. Si l'on cesse d'émettre des impulsions, le défaut s'estompe peu à peu à une vitesse dépendant de l'écart à la pression de fusion $P_0 - P_f$, mais réapparaît dès qu'une nouvelle impulsion est émise. L'extension du défaut se limite généralement à la zone définie comme le foyer acoustique, et peut se propager jusqu'aux premiers maxima secondaires. L'instabilité prend alors l'aspect d'une multitude de petits défauts rassemblés comme on peut le voir sur la série d'images. Après chaque apparition d'une instabilité, la réalisation d'une nouvelle expérience nécessite de fondre presque entièrement le cristal, et d'en faire croître un nouveau en suivant la procédure décrite au chapitre 2.

L'instabilité correspond donc à la formation relativement brutale et discontinue d'un nucléus de ~ 0.1 mm, ce qui rappelle les phénomènes de nucléation présents dans les liquides. Ce nucléus est de densité différente et très probablement inférieure à celle du solide, et nous avons constaté que l'apparition de l'instabilité n'a pas de lien avec l'« histoire » d'un cristal. Dans la partie suivante, nous avons déterminé la gamme de pressions à laquelle une déstabilisation du cristal se produit.

5.2.2 Pression limite de stabilité du cristal

Encadrement de la pression d'apparition de l'instabilité. Dans la procédure d'acquisition utilisée, la tension appliquée à l'émetteur piézoélectrique est augmentée petit à petit par paliers d'une dizaine de Volt. Ainsi, lorsque qu'une instabilité apparaît, il est seulement possible de donner un encadrement $[P_{r-} P_{r+}]$ de la pression de rupture du cristal d'hélium. La borne inférieure P_{r-} de l'intervalle est simplement définie comme étant la plus petite pression obtenue sans que le cristal devienne instable. La borne supérieure P_{r+} est estimée en extrapolant la valeur de P_{min} à partir des deux derniers points pour lesquels le cristal est resté stable jusqu'à la tension V_r où l'instabilité est apparue.

En guise d'exemple, la figure 5.12 présente la détermination de l'intervalle de la pression de rupture pour l'expérience « 19jui2012 ». L'expérience est faite à une température de 1.05 K, pour laquelle la pression de fusion du cristal est $P_f = 25.37$ bar. Le cristal au repos est à une pression P_0 qui se situe 120 mbar au dessus de la P_f . Dans cette expérience l'instabilité est apparue pour une tension de $V_r = 50.8$ V. La dernière mesure réalisée donne une borne inférieure $P_{r-} = 22.39$ bar et l'extrapolation permet d'estimer $P_{r+} = 21.82$ bar. Le centre de l'intervalle est situé à 22.10 bar, soit -3.27 bar sous la pression de fusion du cristal.

Étude en température de la pression limite de stabilité. Cette procédure de traitement des données a été appliquée à l'ensemble des expériences effectuées avec un et deux émetteurs. Sur la figure 5.13, nous avons représenté dans le diagramme de phase P, T les intervalles d'instabilité obtenus, afin de déterminer une éventuelle dépendance des pressions de rupture en fonction de la température. Pour chaque intervalle placé, l'état du cristal au

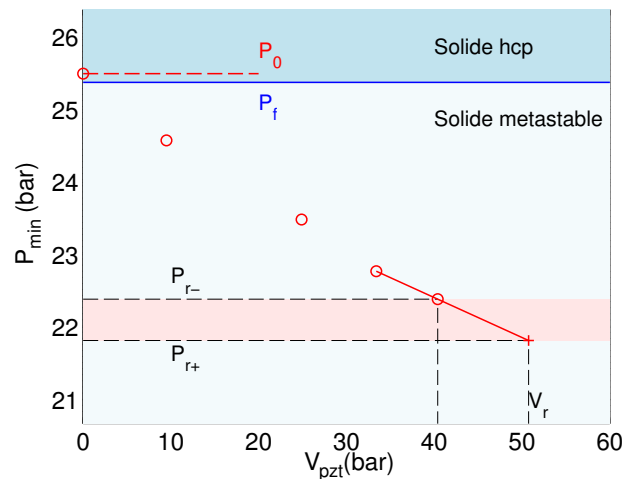


Figure 5.12. Comme la tension d'excitation est augmentée par paliers, lorsqu'une instabilité survient on peut seulement donner un encadrement de la pression de rupture du cristal. La borne inférieure P_{r-} correspond à la plus petite pression obtenue sans apparition d'instabilité. La borne supérieure P_{r+} est estimée par extrapolation de P_{min} jusqu'à la tension V_r où la rupture a été observée, à partir des deux derniers points où le cristal est resté stable. La zone rose représente l'intervalle estimé de la pression de rupture.

repos est également visible juste au-dessus de la ligne de fusion. Les couleurs différencient les expériences faites avec un et deux émetteurs.

La pression d'apparition des instabilités des cristaux ne présente pas de dépendance marquée en fonction de la température et semble être quasi horizontale dans le diagramme de phase. En prenant le point milieu de chaque intervalle mesuré, l'ensemble des mesures donne une pression d'instabilité moyenne de 21.43 bar, avec un écart standard de 0.36 bar.

Les configurations utilisant un et deux émetteurs ont des géométries différentes, et les expériences avec un émetteur présentent de fortes nonlinéarités dans la propagation de l'onde, contrairement aux expériences avec deux émetteurs. Malgré cela, on constate que les résultats obtenus pour ces expériences sont compatibles entre eux, ce qui confirme l'absence de lien entre les nonlinéarités et l'instabilité du cristal.

Bien que nous n'ayons pas fait d'étude systématique à température fixe, les pressions d'instabilité ne montrent pas de dépendance à l'écart à la pression de fusion. Une expérience intéressante serait de faire varier $P_0 - P_f$ d'une quantité grande devant l'incertitude sur la pression d'instabilité et de vérifier si P_r est modifiée. Cette expérience semble malheureusement impossible à réaliser, car les refroidissements à volume constant des cristaux ne peuvent pas commencer au-dessus de ~ 1.464 K, qui marque la transition vers une structure cristalline bcc.

À partir de ce graphique, il semble peu probable que l'apparition de l'instabilité puisse être reliée à la courbe de coexistence bcc/hcp ou à son extrapolation dans le domaine métastable. Dans une telle situation, on pourrait s'attendre à une augmentation de la pression d'instabilité lorsque la tempé-

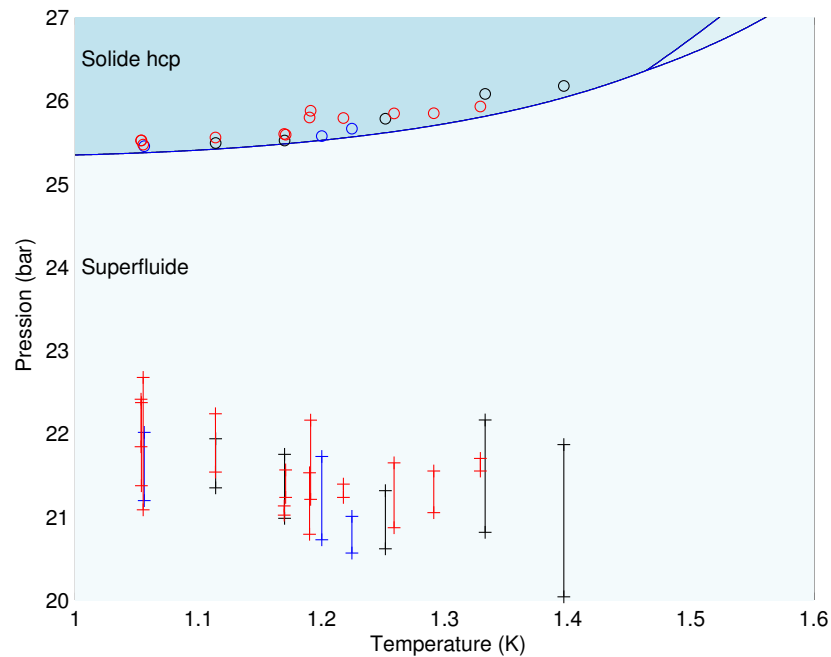


Figure 5.13. Les encadrements des pressions d'apparition des instabilités sont placés dans le diagramme P, T. Pour chaque intervalle, l'état du cristal au repos est représenté sous la forme d'un cercle, dont un détail est visible sur la figure de droite. Les données en bleu et en noir sont issues respectivement des expériences avec l'émetteur 1 et l'émetteur 2, et les données en rouge correspondent aux expériences avec les deux émetteurs. Les intervalles d'apparition des instabilités ne montrent pas de dépendance marquée en fonction de la température.

rature augmente.

L'ensemble des mesures réalisées montrent que nous observons l'apparition d'une instabilité, de manière relativement indépendante des conditions expérimentales de l'expérience. Celle-ci apparaît en moyenne pour une pression d'environ 21.5 bar dans le domaine métastable, avec un écart standard de 0.36 bar. Nous n'observons pas de variation marquée de ce seuil avec la température, dans la limite de nos incertitudes de mesure. Il est possible que cette limite de pression soit intrinsèque à l'hélium solide. Néanmoins pour atteindre de telles pressions, l'hélium est également soumis à des contraintes de cisaillement. Pour vérifier si l'apparition de l'instabilité est corrélée aux contraintes de cisaillement, une étude de l'ensemble des lieux d'apparition des instabilités a été effectuée.

5.2.3 Localisation des défauts

Pour chaque mesure effectuée, lorsqu'une instabilité survient nous mesurons ses coordonnées dans l'image. Ceci permet de déterminer sa position relative par rapport au foyer acoustique. C'est ce que représente la figure 5.14, où les positions des instabilités sont placées sur les cartes des maxima d'amplitude atteints, décrites dans les parties 5.1.3 et 5.1.5. La carte de gauche regroupe les observations faites durant les expériences avec un seul émetteur

acoustique, et celle de droite correspond aux expériences à deux émetteurs acoustiques.

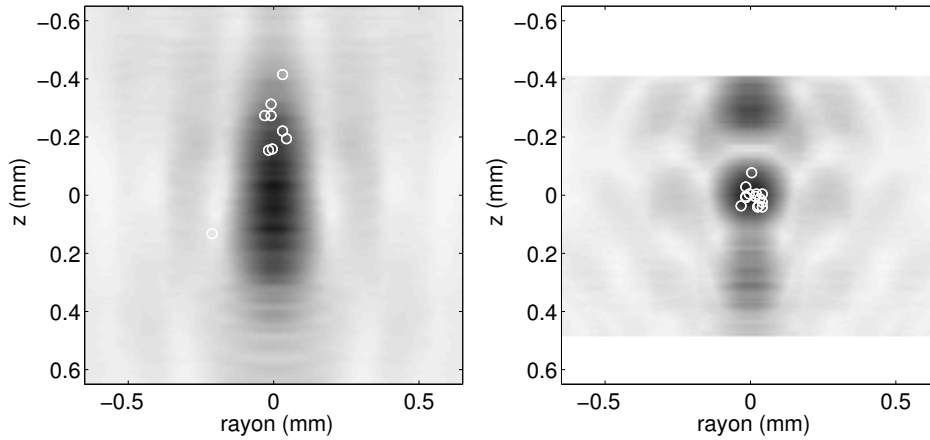


Figure 5.14. Les lieux d'apparitions des instabilités, représentés par des cercles, sont placés sur les cartes des variations maximales de densité du solide. Dans les expériences à un seul émetteur (gauche), les instabilités apparaissent majoritairement en amont, car c'est là que les plus fortes oscillations ont lieu en premier. En utilisant deux émetteurs, on localise les fortes variations de densité. En conséquence, les défauts apparaissent uniquement à l'origine, qui est l'endroit où les variations de volume du solide sont les plus importantes.

Pour les expériences avec un seul émetteur, les lieux d'apparitions sont tous situés sur l'axe de symétrie à 0.1 mm près. Les positions selon l'axe vertical sont plus dispersées, elles fluctuent d'environ 0.3 mm. On constate que les instabilités sont systématiquement apparues dans la partie située juste au dessus de l'origine, qui est choisie comme étant le point où les variations de pressions sont maximales. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que le son se propageant du haut vers le bas, les fortes amplitudes de pression sont d'abord obtenues en amont du foyer. Si le cristal se déstabilise au-delà d'une amplitude seuil, pour une amplitude supérieure, la déstabilisation doit avoir lieu en amont plutôt qu'exactement au foyer.

Dans l'expérience à deux émetteurs, la situation est tout autre. L'utilisation d'une configuration symétrique fait qu'un système d'ondes stationnaires d'amplitude croissante s'installe autour du foyer acoustique (*cf.* partie 3.3.3). Ainsi, à la différence de la configuration à un seul émetteur, les plus grandes amplitudes de pression sont obligatoirement obtenues à l'origine, ce qui se confirme en regardant les lieux d'apparition des instabilités. Les endroits où apparaissent les instabilités sont remarquablement confinés près de l'origine dans une zone de $\lesssim 0.1$ mm diamètre. Cette observation indique clairement que la formation de l'instabilité est liée aux variations de volume molaire de l'hélium. Comme le montrent les résultats de la simulation, l'origine est l'endroit où les variations relatives de volume sont les plus importantes, et les efforts de cisaillement quasi nuls. Dans le cas où les efforts de cisaillement seraient responsables de l'instabilité observée, les instabilités apparaîtraient à l'extérieur du foyer.

Avec deux émetteurs acoustiques, le défaut apparaît systématiquement tout près de l'origine avec une fluctuation de position de l'ordre de 0.1 mm. À cet endroit, nous savons d'après nos simulations que le cisaillement du cristal est négligeable. Cela tend à prouver que ce sont les variations de densité du solide qui induisent sa déstabilisation.

5.2.4 Discussions sur l'origine de l'instabilité

Les limites de stabilité de l'hélium solide que nous observons dans nos expériences, ne sont clairement pas celles discutées dans leurs articles par Pollet *et al.* [40] et Maris [59]. Les pressions d'instabilité que nous mesurons sont de l'ordre de 21.5 bar, en comparaison des -10 bar et ~ 0 bar proposés par ces auteurs. Différentes possibilités pourraient expliquer ces désaccords.

La limite de stabilité évoquée par Pollet *et al.* est donnée comme étant la densité n_c du solide à laquelle le gap lacune/intersticiel se referme. Dans ce scénario, c'est la prolifération de lacunes attractives dans le solide qui mène à une déstabilisation. La détermination de n_c se base sur une extrapolation linéaire des potentiels chimiques de création de lacunes et d'intersticiels dans le domaine métastable. Une telle variation linéaire se vérifie pour la phase stable dans la simulation numérique, mais il est possible que l'évolution des énergies de création dans le domaine métastable puisse s'en écarter, et refermer plus rapidement le gap, c'est à dire à des densités plus importantes du solide.

Dans la discussion de son modèle de nucléation de la phase liquide, Maris précise qu'à l'approche de la pression spinodale qui vaut environ -10 bar, des incertitudes liées à la chute de l'approximation de paroi mince apparaissent. Toutefois, pour des pressions de 21.5 bar, ce genre de considérations peut être écarté. Il imagine également plusieurs mécanismes susceptibles d'abaisser l'énergie élastique δW nécessaire pour former une bulle liquide. L'un d'eux est que si l'énergie des lacunes est suffisamment abaissée, les lacunes créées pourraient migrer vers le nucléus pour réduire l'énergie élastique de déformation du solide. Dans un autre mécanisme, la réduction de δW viendrait de la possibilité qu'aurait le solide de se déformer plastiquement durant l'expansion de la bulle de liquide. Dans ces deux cas, une des conséquences de la diminution de δW serait un abaissement de l'énergie de barrière, qui permettrait à la nucléation de se produire à des seuils de pression plus élevés. Une autre possibilité imaginée, est une nucléation avec un palier par la phase bcc de l'hélium solide. Cependant, l'allure dans le diagramme de phase de la limite de stabilité que nous observons, tend à écarter cette possibilité.

Nous pouvons rajouter aux propositions faites que d'autres formes de nucléus ont été proposées pour les solides, qui seraient également susceptibles de diminuer la contribution de l'énergie élastique. Brener *et al.* [131] proposent que le nucléus a une forme lenticulaire en analogie avec le problème de fracture [132]. La forme d'un nucléus liquide dans le solide a été calculée numériquement par Zhang *et al.* [133], en tenant compte de l'anisotropie de la matrice cristalline.

Dans les phénomènes de fusion, les surfaces et les joints de grains sont des sites favorisant l'apparition de liquide à cause de la présence de défauts. D'une façon similaire, on peut imaginer une situation où le nucléus apparaîtrait de manière facilitée au niveau de joints de grains, entre deux cristallites d'orientations légèrement différentes. Dans ce cas, Fan *et al.* [61] ont calculé la taille critique du nucléus menant à la fusion d'un joint de grains. Il est possible que l'énergie élastique nécessaire pour nucléer sur un défaut soit substantiellement diminuée.

À l'évidence de nouvelles expériences seront nécessaires pour élucider les questions qui se posent autour de cette instabilité.

Conclusion

Nous avons produit et observé pour la première fois de l'hélium solide hcp dans un état métastable, à une pression inférieure à sa pression de fusion. Cette étude a été rendue possible grâce au développement des techniques expérimentales décrites dans ce manuscrit.

L'hélium solide est détendu localement en focalisant efficacement une onde ultrasonore, et ce malgré l'anisotropie de la vitesse du son. Cela est obtenu grâce à un émetteur piézoélectrique dont la surface interne épouse la surface d'onde de l'hélium solide que nous avons fabriqué au laboratoire. Les variations de densité de l'hélium solide produites par l'onde sonore, sont mesurées en utilisant une méthode d'imagerie interférométrique.

Dans l'hélium solide, nous avons produit des oscillations de pression d'amplitude allant jusqu'à 4.4 bar au foyer acoustique. Durant les oscillations négatives de pression de l'onde, l'hélium solide est porté jusqu'à des volumes molaires de 21.32 cm^3 , ce qui correspond à des variations de 1.7 % du volume molaire au repos. En utilisant un émetteur acoustique unique, les pressions minimales P_{min} atteintes au foyer acoustique sont limitées par l'apparition d'un phénomène de saturation de l'amplitude de l'onde, suivi d'une instabilité de l'hélium solide. L'effet de saturation a été attribué à des phénomènes plastiques dans la propagation se produisant pour les fortes amplitudes de l'onde acoustique. Avec deux émetteurs acoustiques placés en configuration confocale, l'effet de saturation de P_{min} est évité, mais l'instabilité du cristal est toujours présente, pour les mêmes valeurs de la pression minimum.

Cette instabilité limite l'exploration du domaine métastable à des valeurs du volume molaire inférieures à 21.32 cm^3 , ou des pressions du solide supérieures à 21.5 bar. L'apparition d'une instabilité dans un tel domaine de pression est inattendue, puisque les prédictions théoriques estiment que celle-ci devrait être inférieure à 0 bar absolu. Une première étude montre qu'elle est quasi indépendante de la température du cristal. L'instabilité est systématiquement localisée à l'endroit où les variations de densité sont les plus fortes, et où les contraintes de cisaillement sont quasi-nulles. Des mécanismes comme la prolifération de lacunes ou la nucléation sur des défauts du cristal, seraient des possibilités pour expliquer une telle différence entre nos mesures expérimentales et les prédictions théoriques.

En utilisant un laser passant par le foyer acoustique et en observant la lumière diffusée avec un photorécepteur, on devrait pouvoir déterminer l'instant précis d'apparition de l'instabilité. Cela permettrait d'apporter la

confirmation que l'instabilité est nucléée durant les oscillations négatives de pression, et donnerait accès à la cinétique de l'apparition d'un défaut.

Des expériences de diffusion Brillouin stimulée ont déjà été réalisés dans l'hélium solide. Une telle mesure permettrait de sonder la compressibilité de l'hélium solide, et de reconstituer son équation d'état dans le domaine métastable. On pourrait vérifier si sa compressibilité augmente à l'approche de l'instabilité observée, ce qui pourrait aider à comprendre son origine.

Bibliographie

- [1] J De Boer. Quantum theory of condensed permanent gases I the law of corresponding states. *Physica*, 14(2-3) :139–148, April 1948.
- [2] F. A. Lindemann. The calculation of molecular natural frequencies. *Physikalische Zeitschrift*, 11 :609, 1910.
- [3] C. A. Burns and E. D. Isaacs. Debye-Waller factor in solid ^4He crystals. *Physical Review B*, 55(9) :5767–5771, March 1997.
- [4] D.J Thouless. The flow of a dense superfluid. *Annals of Physics*, 52(3) :403–427, May 1969.
- [5] Aleksandr F Andreev and I M Lifshitz. Quantum Theory of Defects in Crystals. *Sov. Phys. JETP*, 29(6) :1107–1113, May 1969.
- [6] G. V. Chester. Speculations on Bose-Einstein Condensation and Quantum Crystals. *Physical Review A*, 2(1) :256–258, July 1970.
- [7] A. Andreev, K. Keshishev, L. Mezhev-Deglin, and A. Shal'nikov. Attempts at Observing Vacancies in He4 Crystals. *Sov. Phys. JETP Lett.*, 9(9) :306, 1969.
- [8] Hideji Suzuki. Plastic Flow in Solid Helium. *Journal of the Physical Society of Japan*, 35(5) :1472–1479, May 1973.
- [9] V.L. Tsymbalenko. Plastic flow of crystalline He4 . *Sov. Phys. JETP Lett.*, 23(12) :653, 1976.
- [10] D. Greywall. Search for superfluidity in solid ^4He . *Physical Review B*, 16(3) :1291–1292, August 1977.
- [11] D. Bishop, M. Paalanen, and J. Reppy. Search for superfluidity in hcp ^4He . *Physical Review B*, 24(5) :2844–2845, September 1981.
- [12] A. J. Leggett. Can a Solid Be "Superfluid"? *Physical Review Letters*, 25(22) :1543–1546, November 1970.
- [13] Mark W. Meisel. Supersolid ^4He : an overview of past searches and future possibilities. *Physica B : Condensed Matter*, 178(1-4) :121–128, May 1992.
- [14] E Kim and M H W Chan. Observation of superflow in solid helium. *Science (New York, N.Y.)*, 305(5692) :1941–4, September 2004.
- [15] E Kim and M H W Chan. Probable observation of a supersolid helium phase. *Nature*, 427(6971) :225–7, January 2004.

- [16] Sébastien Balibar and Frédéric Caupin. Supersolidity and disorder. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 20(17) :173201, April 2008.
- [17] James Day and John Beamish. Low-temperature shear modulus changes in solid ^4He and connection to supersolidity. *Nature*, 450(7171) :853–6, December 2007.
- [18] Xavier Rojas, Ariel Haziot, Victor Bapst, Sébastien Balibar, and Humphrey J. Maris. Anomalous Softening of ^4He Crystals. *Physical Review Letters*, 105(14) :1–4, September 2010.
- [19] Oleksandr Syshchenko, James Day, and John Beamish. Frequency Dependence and Dissipation in the Dynamics of Solid Helium. *Physical Review Letters*, 104(19), May 2010.
- [20] J. R. Beamish, A. D. Fefferman, A. Haziot, X. Rojas, and S. Balibar. Elastic effects in torsional oscillators containing solid helium. *Physical Review B*, 85(18), May 2012.
- [21] Humphrey J. Maris and Sebastien Balibar. Effect of Helium Elasticity on Torsional Oscillator Measurements. *Journal of Low Temperature Physics*, 162(1-2) :12–22, November 2010.
- [22] Sébastien Balibar, A. D. Fefferman, Ariel Haziot, and X. Rojas. Disorder, Supersolidity, and Quantum Plasticity in Solid Helium 4. *Journal of Low Temperature Physics*, 168(3-4) :221–234, April 2012.
- [23] R.O. Simmons. Thermal vacancies in quantum solid helium. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 55(10) :895–906, October 1994.
- [24] P W Anderson, W F Brinkman, and David A Huse. Thermodynamics of an incommensurate quantum crystal. *Science (New York, N.Y.)*, 310(5751) :1164–6, November 2005.
- [25] B. Fraass, P. Granfors, and R. Simmons. X-ray measurements of thermal vacancies in hcp He_4 . *Physical Review B*, 39(1) :124–131, January 1989.
- [26] E. Blackburn, J. Goodkind, S. Sinha, J. Hudis, C. Broholm, J. van Duijn, C. Frost, O. Kirichek, and R. Down. Absence of a low-temperature anomaly in the Debye-Waller factor of solid He_4 down to 140mK. *Physical Review B*, 76(2), July 2007.
- [27] V. N. Grigor'ev and Ye. O. Vekhov. The Universality of Energy Spectrum of Phonon and Vacancy Excitations in Solid Helium. *Journal of Low Temperature Physics*, 149(1-2) :41–51, July 2007.
- [28] J. H. Hetherington. Vacancy bandwidth in BCC ^3He as determined by specific heat. *Journal of Low Temperature Physics*, 32(1-2) :173–183, July 1978.
- [29] J. Hetherington. Formation of Nonlocalized Vacancies in bcc He_3 . *Physical Review*, 176(1) :231–238, December 1968.
- [30] Davide Emilio Galli and Luciano Reatto. Solid ^4He and the Supersolid Phase : from Theoretical Speculation to the Discovery of a New State

- of Matter? —A Review of the Past and Present Status of Research—. *Journal of the Physical Society of Japan*, 77(11) :111010, November 2008.
- [31] D. E. Galli and L. Reatto. Recent progress in simulation of the ground state of many Boson systems. *Molecular Physics*, 101(11) :1697–1703, June 2003.
- [32] Davide Emilio Galli and Luciano Reatto. Disorder Phenomena in Quantum Solids with Vacancies. *Journal of Low Temperature Physics*, 134(1/2) :121–131, January 2004.
- [33] Bryan K. Clark and David M. Ceperley. Path integral calculations of vacancies in solid Helium. *Computer Physics Communications*, 179(1-3) :82–88, July 2008.
- [34] M. Boninsegni, A. Kuklov, L. Pollet, N. Prokof'ev, B. Svistunov, and M. Troyer. Fate of Vacancy-Induced Supersolidity in He4. *Physical Review Letters*, 97(8), August 2006.
- [35] C Cazorla, G E Astrakharchik, J Casulleras, and J Boronat. Bose–Einstein quantum statistics and the ground state of solid 4 He. *New Journal of Physics*, 11(1) :013047, January 2009.
- [36] Y. Lutsyshyn, R. Rota, and J. Boronat. On the Stability of Small Vacancy Clusters in Solid 4He. *Journal of Low Temperature Physics*, 162(5-6) :455–463, November 2010.
- [37] Y. Lutsyshyn, C. Cazorla, and J. Boronat. Instability of Vacancy Clusters in Solid 4He. *Journal of Low Temperature Physics*, 158(3-4) :608–614, October 2009.
- [38] R. Pessoa, M. de Koning, and S. Vitiello. Zero-point divacancy concentration in the shadow wave function model for solid H4e. *Physical Review B*, 80(17), November 2009.
- [39] M. Rossi, E. Vitali, D. E. Galli, and L. Reatto. Zero-Point Vacancies in Quantum Solids. *Journal of Low Temperature Physics*, 153(5-6) :250–265, October 2008.
- [40] L. Pollet, M. Boninsegni, a. B. Kuklov, N. Prokof'ev, B. Svistunov, and M. Troyer. Local Stress and Superfluid Properties of Solid He4. *Physical Review Letters*, 101(9) :1–4, August 2008.
- [41] Nikolay Prokof'ev. What makes a crystal supersolid? *Advances in Physics*, 56(2) :381–402, March 2007.
- [42] J. Dash. History of the search for continuous melting. *Reviews of Modern Physics*, 71(5) :1737–1743, October 1999.
- [43] Robert W. Cahn. Materials science : Melting and the surface. *Nature*, 323(6090) :668–669, October 1986.
- [44] J. Daeges, H. Gleiter, and J.H. Perepezko. Superheating of metal crystals. *Physics Letters A*, 119(2) :79–82, December 1986.

- [45] Q Mei and K. Lu. Melting and superheating of crystalline solids : From bulk to nanocrystals. *Progress in Materials Science*, 52(8) :1175–1262, November 2007.
- [46] Bradley J Siwick, Jason R Dwyer, Robert E Jordan, and R J Dwayne Miller. An atomic-level view of melting using femtosecond electron diffraction. *Science (New York, N.Y.)*, 302(5649) :1382–5, November 2003.
- [47] S. Williamson, G. Mourou, and J. Li. Time-Resolved Laser-Induced Phase Transformation in Aluminum. *Physical Review Letters*, 52(26) :2364–2367, June 1984.
- [48] David Boness and J. Brown. Bulk superheating of solid KBr and CsBr with shock waves. *Physical Review Letters*, 71(18) :2931–2934, November 1993.
- [49] Sheng-Nian Luo, Thomas Ahrens, Tahir Çağın, Alejandro Strachan, William Goddard, and Damian Swift. Maximum superheating and undercooling : Systematics, molecular dynamics simulations, and dynamic experiments. *Physical Review B*, 68(13), October 2003.
- [50] Pablo G. Debenedetti. *Metastable Liquids*. Princeton University Press, 1996.
- [51] J. Nissen, E. Bodegom, L. Brodie, and J. Semura. Tensile strength of liquid He4. *Physical Review B*, 40(10) :6617–6624, October 1989.
- [52] Sébastien Balibar. Nucleation in Quantum Liquids. *Journal of Low Temperature Physics*, 129(5-6) :363–421, 2002.
- [53] Max Born. Thermodynamics of Crystals and Melting. *The Journal of Chemical Physics*, 7(8) :591, 1939.
- [54] Frederick Milstein and Rodney Hill. Divergences Among the Born and Classical Stability Criteria for Cubic Crystals under Hydrostatic Loading. *Physical Review Letters*, 43(19) :1411–1413, November 1979.
- [55] Jinghan Wang, Ju Li, Sidney Yip, Simon Phillpot, and Dieter Wolf. Mechanical instabilities of homogeneous crystals. *Physical Review B*, 52(17) :12627–12635, November 1995.
- [56] L. L. Boyer. Theory of melting based on lattice instability. *Phase Transitions*, 5(1) :1–47, January 1985.
- [57] K. Lu and Y. Li. Homogeneous Nucleation Catastrophe as a Kinetic Stability Limit for Superheated Crystal. *Physical Review Letters*, 80(20) :4474–4477, May 1998.
- [58] Xian-Ming Bai and Mo Li. Nature and extent of melting in superheated solids : Liquid-solid coexistence model. *Physical Review B*, 72(5), August 2005.
- [59] Humphrey J. Maris. Properties of Metastable Solid Helium Below the Normal Melting Pressure. *Journal of Low Temperature Physics*, 155(5-6) :290–302, April 2009.

- [60] Satoshi Sasaki, Frédéric Caupin, and Sébastien Balibar. Wetting Properties of Grain Boundaries in Solid He4. *Physical Review Letters*, 99(20) :4–7, November 2007.
- [61] Wei Fan and Xin-Gao Gong. Superheated melting of grain boundaries. *Physical Review B*, 72(6), August 2005.
- [62] Mattias Forsblom and Göran Grimvall. How superheated crystals melt. *Nature materials*, 4(5) :388–90, May 2005.
- [63] L. Burakovsky and D.L. Preston. Analysis of dislocation mechanism for melting of elements. *Solid State Communications*, 115(7) :341–345, July 2000.
- [64] Fernando Lund. Instability driven by dislocation loops in bulk elastic solids : Melting and superheating. *Physical Review Letters*, 69(21) :3084–3087, November 1992.
- [65] R. M. J. COTTERILL. Cooperativity in the dislocation theory of melting. *Nature*, 273(5661) :371–371, June 1978.
- [66] Mathieu Melich. *Implantation d’atomes de césium dans un cristal d’hélium*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie, 2008.
- [67] E. Dwight Adams. High-resolution capacitive pressure gauges. *Review of Scientific Instruments*, 64(3) :601, 1993.
- [68] Joelle Surrel and Hervé Sauer. Archive Ouverte de la Société Française d’Optique, 2009.
- [69] Keshishev K.O., Parshin A. Ya., and Babkin A.B. Crystallization waves in He4. *Sov. Phys. JETP*, 53(2) :362, 1981.
- [70] Robert W. Boyd. *Nonlinear Optics*. Academic Press, 2008.
- [71] Yutaka Sasaki and Takao Mizusaki. Temperature Independent Nucleation of Solid Helium 4 Below 1K. *Journal of Low Temperature Physics*, 110(1) :491–496, 1998.
- [72] Sébastien Balibar, Harry Alles, and Alexander Parshin. The surface of helium crystals. *Reviews of Modern Physics*, 77(1) :317–370, May 2005.
- [73] E. R. Grilly. Pressure-volume-temperature relations in liquid and solid ^4He . *Journal of Low Temperature Physics*, 11(1-2) :33–52, April 1973.
- [74] W. R. Gardner, J. K. Hoffer, and N. E. Phillips. Thermodynamic Properties of ^4He . The hcp Phase at Low Densities. *Physical Review A*, 7(3) :1029–1043, March 1973.
- [75] P. Remeijer. The properties of vacancies in solid ^4He as studied by pressure measurements. *Low Temperature Physics*, 23(5) :438, May 1997.
- [76] Johannes Gruetzmacher. Piezoelektrischer Kristall mit Ultraschallkonvergenz. *Zeitschrift für Physik*, 96(5-6) :342–349, May 1935.
- [77] H. T. O’Neil. Theory of Focusing Radiators. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 21(5) :516, 1949.

- [78] G. W. Willard. Focusing Ultrasonic Radiators. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 21(4) :360, 1949.
- [79] D Cathignol. Lamb waves in piezoelectric focused radiator as a reason for discrepancy between O’Neil’s formula and experiment. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 101(3) :1286, March 1997.
- [80] Eric Herbert, Sébastien Balibar, and Frédéric Caupin. Cavitation pressure in water. *Physical Review E*, 74(4), October 2006.
- [81] R. Ishiguro, Frédéric Caupin, and Sébastien Balibar. Homogeneous nucleation of crystals by acoustic waves. *Europhysics Letters (EPL)*, 75(1) :91–97, July 2006.
- [82] R. Crepeau and D. M. Lee. Consequences of Anisotropic Sound Velocities in hcp Solid He^4 . *Physical Review A*, 6(1) :516–519, July 1972.
- [83] J. Franck and R. Wanner. Elastic Constants of hcp He^4 . *Physical Review Letters*, 25(6) :345–348, August 1970.
- [84] M. J. P. Musgrave. On the Propagation of Elastic Waves in Aeolotropic Media. II. Media of Hexagonal Symmetry. *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 226(1166) :356–366, November 1954.
- [85] William S. Slaughter. *The Linearized Theory of Elasticity*. Birkhäuser Boston, 2001.
- [86] Allen Taflove and Susan Hagness. *Computational Electrodynamics : The Finite-Difference Time-Domain Method*. Artech House, 1995.
- [87] A E Taylor. L’Hospital’s Rule. *The American Mathematical Monthly*, 59(1) :20–24, January 1952.
- [88] L D Landau, L. P. Pitaevskii, E.M. Lifshitz, and A. M. Kosevich. *Theory of Elasticity, Third Edition : Volume 7 (Theoretical Physics)*. Butterworth-Heinemann, 1986.
- [89] M. H. Edwards. Refractive Index of He^4 : Liquid. *Canadian Journal of Physics*, 36(7) :884–898, July 1958.
- [90] O. Heybey and D. Lee. Optical Birefringence and Crystal Growth of Hexagonal-Close-Packed He^4 from Superfluid Helium. *Physical Review Letters*, 19(3) :106–108, July 1967.
- [91] Sedat Alkoy. Fabrication and properties of thin-shell monolithic piezoelectric ceramic transducers. *Journal of Materials Science*, 42(16) :6742–6748, April 2007.
- [92] K.S. Van Dyke. The Piezo-Electric Resonator and Its Equivalent Network. *Proceedings of the IRE*, 16(6) :742–764, June 1928.
- [93] Charles Sherman and John L. Butler. *Transducers and Arrays for Underwater Sound (Underwater Acoustics) (The Underwater Acoustics Series)*. Springer, 2007.
- [94] Frédéric Caupin. *Cavitation dans l’hélium 3 : un liquide de Fermi à pression négative*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie, January 2001.

- [95] Ernst Hegenbarth. Glasslike behaviour of ferroelectrics at low temperatures. *Ferroelectrics*, 168(1) :25–37, June 1995.
- [96] E. Fischer, W. Hässler, E. Hegenbarth, and V. I. Fritsberg. Amorphous behaviour of PLZT demonstrated by thermal conductivity measurements. *Physica Status Solidi (a)*, 66(2) :K169–K171, August 1981.
- [97] I. Henning, P. Frach, E. Hegenbarth, and V. I. Fritsberg. Glass-like behaviour of PLZT demonstrated by heat capacity measurements. *physica status solidi (a)*, 70(1) :K7–K9, March 1982.
- [98] F. J. Webb, K. R. Wilkinson, and J. Wilks. The Thermal Conductivity of Solid Helium. *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 214(1119) :546–563, October 1952.
- [99] G. Armstrong, A. Helmy, and A. Greenberg. Boundary-limited thermal conductivity of hcp ^4He . *Physical Review B*, 20(3) :1061–1064, August 1979.
- [100] Katherine Creath. Phase-measurement interferometry techniques. In Emil Wolf, editor, *Progress in Optics Volume 26*, volume 26 of *Progress in Optics*, pages 349–393. Elsevier, 1988.
- [101] J. Schwider. Advanced evaluation techniques in interferometry. In Emil Wolf, editor, *Progress in Optics Volume 28*, volume 28 of *Progress in Optics*, pages 271–359. Elsevier, 1990.
- [102] Valentin I. Vlad and Daniel Malacara. Direct spatial reconstruction of optical phase from phase-modulated images. In Emil Wolf, editor, *Progress in Optics Volume 33*, volume 33 of *Progress in Optics*, pages 261–317. Elsevier, 1994.
- [103] Roman C. Gutierrez, Kirill V. Shcheglov, and Tony Tang. Interferometric system for precision imaging of vibrating structures, 2001.
- [104] Josh A. Conway, Jon V. Osborn, and Jesse David Fowler. Stroboscopic Imaging Interferometer for MEMS Performance Measurement. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 16(3) :668–674, June 2007.
- [105] Osuk Y. Kwon, Dean M. Shough, and Rick A. Williams. Stroboscopic phase-shifting interferometry. *Optics Letters*, 12(11) :855, November 1987.
- [106] J. S. Harris, R. L. Fusek, and J. S. Marcheski. Stroboscopic interferometer. *Applied Optics*, 18(14) :2368, July 1979.
- [107] E Abraham, K Minoshima, and H Matsumoto. Femtosecond laser-induced breakdown in water : time-resolved shadow imaging and two-color interferometric imaging. *Optics Communications*, 176(4-6) :441–452, April 2000.
- [108] K. T. Gahagan, D. S. Moore, D. J. Funk, J. H. Reho, and R. L. Rabie. Ultrafast interferometric microscopy for laser-driven shock wave characterization. *Journal of Applied Physics*, 92(7) :3679, 2002.

- [109] V.V. Temnov, K. Sokolowski-Tinten, P. Zhou, and D. von der Linde. Femtosecond time-resolved interferometric microscopy. *Applied Physics A : Materials Science & Processing*, 78(4) :483–489, March 2004.
- [110] D.J. Funk, D.S. Moore, S.D. McGrane, J.H. Reho, and R.L. Rabie. Ultra-fast spatial interferometry : a tool for characterizing material phase and hydrodynamic motion in laser-excited metals. *Applied Physics A*, 81(2) :295–302, April 2005.
- [111] Jules Célestin Jamin. Description d'un nouvel appareil de recherches, fondé sur les interférences. *Comptes-Rendus de l'Académie des sciences*, 42 :482, 1856.
- [112] P. Hariharan, B. F. Oreb, and T. Eiju. Digital phase-shifting interferometry : a simple error-compensating phase calculation algorithm. *Applied Optics*, 26(13) :2504, July 1987.
- [113] C. J. Morgan. Least-squares estimation in phase-measurement interferometry. *Optics Letters*, 7(8) :368, August 1982.
- [114] Dennis C. Ghiglia and Mark D. Pritt. *Two-Dimensional Phase Unwrapping : Theory, Algorithms, and Software*. Wiley-Interscience, 1998.
- [115] Jaime Meneses, Tijani Gharbi, and Philippe Humbert. Phase-unwrapping algorithm for images with high noise content based on a local histogram. *Applied optics*, 44(7) :1207–15, March 2005.
- [116] Jin-Jung Chyou, Shean-Jen Chen, and Yi-Kuang Chen. Two-dimensional phase unwrapping with a multichannel least-mean-square algorithm. *Applied optics*, 43(30) :5655–61, October 2004.
- [117] Erwin Hack and Jan Burke. Invited review article : measurement uncertainty of linear phase-stepping algorithms. *The Review of scientific instruments*, 82(6) :061101, June 2011.
- [118] Rudolf Gorenflo and Sergio Vessella. *Abel Integral Equations*, volume 1461 of *Lecture Notes in Mathematics*. Springer Berlin Heidelberg, 1991.
- [119] A Sáinz, A Díaz, D Casas, M Pineda, F Cubillo, and M D Calzada. Abel inversion applied to a small set of emission data from a microwave plasma. *Applied spectroscopy*, 60(3) :229–36, March 2006.
- [120] C. V. Raman and N.S. Nagendra Nath. The Diffraction of Light by High Frequency Sound Waves : Part I. *Proceedings of the Indian Academy of Science, Section A*, 2 :406–412, 1935.
- [121] J. Staudenraus and W. Eisenmenger. Fibre-optic probe hydrophone for ultrasonic and shock-wave measurements in water. *Ultrasonics*, 31(4) :267–273, July 1993.
- [122] Kristina Davitt, Arnaud Arvengas, and Frédéric Caupin. Water at the cavitation limit : Density of the metastable liquid and size of the critical bubble. *Europhysics Letters (EPL)*, 90(1) :16002, April 2010.

- [123] Arnaud Arvengas. *Cavitation acoustique dans l'eau et quelques liquides organiques : densité et limite de rupture*. PhD thesis, Université Denis Diderot, 2011.
- [124] Fernández-Prini Roberto. Release on the Refractive Index of Ordinary Water Substance as a Function of Wavelength, Temperature and Pressure. *The International Association for the Properties of Water and Steam*, (September) :7, 1997.
- [125] Kristina Davitt, Etienne Rolley, Frédéric Caupin, Arnaud Arvengas, and Sébastien Balibar. Equation of state of water under negative pressure. *The Journal of chemical physics*, 133(17) :174507, November 2010.
- [126] J. Maynard. Determination of the thermodynamics of He II from sound-velocity data. *Physical Review B*, 14(9) :3868–3891, November 1976.
- [127] A. Hikata, H. Kwun, and C. Elbaum. Finite amplitude wave propagation in solid and liquid ^4He . *Physical Review B*, 21(9) :3932–3940, May 1980.
- [128] Eric Varoquaux. Dislocation model of the low-temperature elastic anomalies of solid helium. *Physical Review B*, 86(6) :064524, August 2012.
- [129] Izumi Iwasa, Hideji Suzuki, Takayoshi Suzuki, Tetsuo Nakajima, Ichiro Yonenaga, Haruhiko Suzuki, Hirokazu Koizumi, Yuji Nishio, and Joji Ota. Subboundaries in hcp4He crystals studied by SR X-ray topography. *Journal of Low Temperature Physics*, 100(1-2) :147–165, July 1995.
- [130] M F Hamilton and M F H David T. Blackstock. *Nonlinear Acoustics : Theory and Applications*. Elsevier Science & Tech, 1998.
- [131] E. A. Brener, V. I. Marchenko, and D. Parsons. Formation of nucleation centers in a crystal. *JETP letters*, 56(7) :368–372, 1992.
- [132] I N Sneddon. The Distribution of Stress in the Neighbourhood of a Crack in an Elastic Solid. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 187(1009) :229–260, October 1946.
- [133] Lei Zhang, Long-Qing Chen, and Qiang Du. Morphology of Critical Nuclei in Solid-State Phase Transformations. *Physical Review Letters*, 98(26) :1–4, June 2007.
- [134] Moshe Deutsch and Israel Beniaminy. Inversion of Abel's integral equation for experimental data. *Journal of Applied Physics*, 54(1) :137, 1983.
- [135] I. S. Gradshteyn, I. M. Ryzhik, Alan Jeffrey, and Daniel Zwillinger. *Table of Integrals, Series, and Products, Sixth Edition*. Academic Press, 2000.

Annexe A

Algorithme de déroulement de la phase

```
1 #include <math.h>
2 #include <stdio.h>
3 #include <stdlib.h>
4 #include <string.h>
5 #include <parameters.h>
6
7 #define CONFIG "/config.cfg"
8 #define PHASES "/phases/phase_%.4d.dat"
9 #define PHASES_DEROULEES "/phases_deroulees/phase_deroulee_%.4d.dat"
10
11 ///////////////////////////////////////////////////////////////////
12 //
13 // deroulPhase.c est un programme destine a derouler temporellement la
14 // phase.
15 // C est a dire que le deroulement d'un pixel s'effectue a partir des
16 // valeur
17 // de ce pixel a differents instants, et non a partir de la valeur de ses
18 // voisins.
19 // Pour affiner le deroulement de phase on compare la valeur ph de la phase
20 // a l instant t+1 a une valeur phex extrapolee quadratiquement a partir de
21 // la phase deroulee a t, t-1, t-2.
22 //
23 ///////////////////////////////////////////////////////////////////
24
25 int main(int argc, char **argv)
26 {
27     // tableaux utilisees pour le deroulement
28     // ph : phase repliee au temps t+1
29     // phd : phase deroulee au temps t
30     // phold : phase deroulee au temps t-1
31     // phold2 : phase deroulee au temps t-2
32     // phex : phase deroulee extrapolee a t+1
33     // en utilisant phd, phold, phold2
34     // phd0 : phase sans onde sonore
35     // k : nombre de repliement de la phase au temps t
36     // dps : ecart a t+1 entre phex et
37     // la phase ph repliee avec le k de l instant t
38     float *ph, *phd, *phex, *phold, *phold2, *phd0, *k, dps;
39
40     int tp1; // index de temps t+1
41     int i; // index du pixel
42
43     char path[1024]; // chaine contenant le chemin vers repertoire de
44     // donnees
45     char filename[1024]; // chaine contenant le nom du fichier
46 }
```

```

43 FILE *fphases; // descripteur du fichier des phases
44 FILE *fdphases; // descripteur du fichier des phases deroulees
45
46 // on lit le chemin path vers le repertoire de donnees
47 // fourni en argument a l execution du programme
48 if (argc != 2)
49     strcpy(path, "./");
50 else
51     strcpy(path, argv[1]);
52
53 // on ecrit dans filename le chemin d acces
54 // vers le fichier de configuration.
55 strcpy(filename, path);
56 strcat(filename, CONFIG);
57 // on recupere les donnees de configuration
58 // telle que: le nombre de pixels Ndata
59 //           le nombre de pas de temps Nt
60 getParameters( filename );
61
62 //allocation memoire de tous les tableaux
63 phex = (float*)calloc( Ndata, sizeof(float));
64 phold = (float*)calloc( Ndata, sizeof(float));
65 phold2 = (float*)calloc( Ndata, sizeof(float));
66 ph = (float*)calloc( Ndata, sizeof(float));
67 phd = (float*)calloc( Ndata, sizeof(float));
68 phd0 = (float*)calloc( Ndata, sizeof(float));
69 k = (float*)calloc( Ndata, sizeof(float));
70
71
72 // on stocke dans phd0 la phase sans onde sonore
73 sprintf(filename, "%s"PHASES, path, 0);
74 fphases = fopen(filename, "rb");
75 fread( phd0, Ndata, sizeof(float), fphases);
76 fclose( fphases );
77
78
79 // boucle sur l ensemble des pas de temps restants
80 // on commence a 1, 0 est deja traite
81 for (tp1 = 1; tp1 < Ntemps; tp1++)
82 {
83     // on stocke dans ph la phase de l instant t+1
84     sprintf(filename, "%s"PHASES, path, tp1);
85     fphases = fopen(filename, "rb");
86     fread( ph, Ndata, sizeof(float), fphases);
87     fclose( fphases );
88
89     // boucle sur l'ensemble des pixels de l image
90     for ( i = 0; i < Ndata; i++)
91     {
92         // on calcule phex l extrapolation quadratique a t+1
93         // on gere les 2 cas limite quand l extrapolation
94         // quadratique est impossible
95         if ( tp1 == 1 )
96             phex[i] = phd[i];
97         else if (tp1 == 2 )
98             phex[i] = 2.0*phd[i] - phold[i];
99         else
100             phex[i]=4./3.*(phold2[i]+phold[i]+phd[i]) -2.0*phold2[i]-
                phold[i];
101
102         // dpsi est l ecart a t+1 entre phex et
103         // la phase ph depliee avec le k de l instant t
104         dpsi = ph[i] - phd0[i] + k[i]*2*M_PI - phex[i];
105
106         // on incremente ou decremente k de 1 si on
107         // detecte un saut de phase
108         if (dpsi > M_PI)
109             k[i] -= 1;
110

```

```
111         else if (dpsi < -M_PI)
112             k[i] += 1;
113
114             // on reactualise les valeurs des tableaux
115             // pour le pas suivant
116             phold2[i] = phold[i];
117             phold[i] = phd[i];
118             phd[i] = ph[i] - phd0[i] + k[i]*2*M_PI;
119
120         //fin boucle sur les pixels
121     }
122
123     // on ecrit toute les valeurs de phase deroulee de
124     // l instant t+1
125     sprintf(filename, "%s"PHASES_DEROULEES, path, tp1);
126     fdphases = fopen(filename, "wb");
127     fwrite( phd, Ndata, sizeof(float), fdphases);
128     fclose( fdphases );
129
130     //fin boucle sur les pas de temps
131 }
132
133 // on libere la memoire allouee
134 free( ph );
135 free( phd );
136 free( phd0 );
137 free( k );
138 free( phex );
139 free( phold );
140 free( phold2 );
141
142 // fin du programme
143 return 0;
144 }
```


Annexe B

Calcul de la transformée d'Abel inverse

Positionnement du problème

La détermination de l'indice $\delta n(r, z)$ nécessite le calcul de l'intégrale suivante :

$$\delta n(r, z) = -\frac{1}{\pi} \frac{\lambda}{2\pi} \int_r^R dx \frac{\partial(\delta\phi(x, z))}{\partial x} \frac{1}{\sqrt{x^2 - r^2}} \quad (\text{B.1})$$

Le calcul de l'intégrale est effectué numériquement. Toutefois, sous cette forme le calcul serait très sensible au bruit sur la phase, à cause de la présence de la dérivée de $\delta\phi(x, z)$. Une intégration par parties permet d'éliminer la dérivée et améliore la robustesse de l'inversion :

$$\begin{cases} \delta n(r, z) = -\frac{1}{\pi} \frac{\lambda}{2\pi} \left[\frac{\delta\phi(R, z) - \delta\phi(r, z)}{\sqrt{R^2 - r^2}} + \int_r^R x dx \frac{\delta\phi(x, z) - \delta\phi(r, z)}{(x^2 - r^2)^{3/2}} \right] & \text{pour } r < R \\ \delta n(r, z) = 0 & \text{pour } r > R \end{cases} \quad (\text{B.2})$$

En remplaçant $\delta\phi(x, z)$ par une somme de polynômes de degré 3, on se ramène à intégrer $x^n/(x^2 - r^2)^{3/2}$ avec $n = 1, 2, 3$ et 4, ce qu'on peut faire explicitement. C'est la base de la méthode d'inversion d'Abel de la référence [134]. En outre on diminue encore l'influence du bruit.

Conditionnement des données

Les cartes de $\delta\phi(x, z)$ sont des matrices $N_l \times N_c$, dont on suppose les lignes perpendiculaires à l'axe de symétrie. Cette supposition est vraie si l'angle soit petit par rapport à λ_s/L_x , où λ_s est la longueur d'onde sonore et L_x la largeur de l'objet selon x . Le calcul de la transformée inverse des données est ensuite réalisé ligne par ligne, indépendamment les unes des autres.

La première étape de l'inversion consiste à rechercher la position x_0 de l'axe de symétrie des cartes de phases. Cette détermination doit être faite soigneusement. En effet, si on déplace artificiellement l'axe d'un seul pixel on constate une variation de 10 % des valeurs de δn calculées sur l'axe. La

recherche est réalisé en déterminant le zéro de la fonction :

$$A(x) = \sum_{x_i=x-l}^x \delta\phi(x_i, z) - \sum_{x_i=x}^{x+l} \delta\phi(x_i, z) \quad (\text{B.3})$$

où x_i représente la coordonnée d'un pixel. De cette manière, la coordonnée x_0 de l'axe est déterminée avec une précision meilleure qu'un pixel. Pour la totalité des calculs qui suivent, un changement de repère place l'axe de symétrie à l'origine de x .

Pour simplifier les expressions, on introduit les fonctions réduites $\varphi(x) = \delta\phi(x, z)/2\pi$ et $s(r) = \delta n(r, z)/\lambda$. En supposant que $\varphi(R) = 0$, la formule d'inversion de l'équation B.2 se réécrit :

$$s(r) = -\frac{1}{\pi} \left[-\frac{\varphi(r)}{\sqrt{R^2 - r^2}} + \int_r^R x dx \frac{\varphi(x) - \varphi(r)}{(x^2 - r^2)^{3/2}} \right] \quad (\text{B.4})$$

Ajustement d'une ligne par des splines

Les N données d'une ligne sont réduites en les ajustant par une fonction f définie comme la juxtaposition de N_j splines, formant une fonction continue, à dérivée continue. L'ajustement consiste à minimiser l'écart quadratique :

$$E = \sum_{i=1}^N (\varphi_i - f(x_i))^2 \quad (\text{B.5})$$

tout en imposant la continuité de f et de sa dérivée f' aux frontières des intervalles. Dans chacun des intervalles, une spline est déterminée de façon unique par les valeurs de f et f' aux deux extrémités de l'intervalle.

Expression d'une spline. On peut vérifier que les quatre splines suivantes forment une base des splines sur l'intervalle $[0 a]$:

$$\begin{aligned} P(x) &= 1 - 3(x/a)^2 + 2(x/a)^3 \\ Q(x) &= (x/a)(1 - x/a)^2 \\ R(x) &= P(a - x) = (x/a)^2(3 - 2x/a) \\ S(x) &= -Q(a - x) = (x/a)^2(x/a - 1) \end{aligned} \quad (\text{B.6})$$

où $a = w * \delta x$

De ces quatre splines, P est la seule être non nulle en 0, et R en a , elles valent alors 1. De même, Q est la seule à avoir une dérivée non nulle en 0, et S en a , elles valent alors $1/a$. La spline sur l'intervalle $[x_j x_{j+1}]$ peut s'exprimer directement en fonction f et f' à ses bornes :

$$\begin{aligned} f(x) &= f_j P(x - x_j) + a f'_j Q(x - x_j) + f_{j+1} R(x - x_j) + a f'_{j+1} S(x - x_j) \\ \text{pour } x &\in [x_j x_{j+1}] \text{ et } j = 1, \dots, N_j \end{aligned} \quad (\text{B.7})$$

L'ajustement consiste à déterminer les $2N_j + 2$ coefficients de la fonction f pour l'ensemble des intervalles, qui vont minimiser l'écart quadratique B.5.

Minimisation de l'écart quadratique moyen des splines aux données. Le nombre de paramètres à déterminer se réduit en fait à $2N_j$. En effet, si on admet que $\delta n(x, y, z)$ est dérivable en $r = 0$, la symétrie cylindrique impose que $s'(0) = 0$, et que la transformée d'Abel $f(x)$ vérifie $f'(0) = 0$. Cela impose que la valeur du coefficient à l'origine soit telle que $af'_1 = 0$. Le fait qu'on ait $\varphi(R) = 0$ en $r = R$, impose que la valeur du coefficient à l'autre extrémité soit $f_N = 0$.

On réexprime l'équation B.5 en décomposant la somme sur l'ensemble des valeurs, en une somme sur les intervalles et une somme sur éléments contenus dans chaque intervalle :

$$E = \sum_{j=1}^{N_j} \sum_{q=1}^w \left[\varphi_{(j-1)w+q} - \left(f_j P((q-1)dx) + f_{j+1} R((q-1)dx) + af'_j Q((q-1)dx) + af'_{j+1} S((q-1)dx) \right) \right]^2 \quad (\text{B.8})$$

Pour simplifier, on introduit les notations :

$$\begin{aligned} P_q &= P((q-1)dx) \\ Q_q &= Q((q-1)dx) \\ R_q &= R((q-1)dx) \\ S_q &= S((q-1)dx) \end{aligned} \quad (\text{B.9})$$

Dans la somme sur les intervalles, chacun des paramètres f_j et af'_j apparaît dans deux termes de la somme. La minimisation de E s'écrit $\delta E = 0$, soit :

$$\begin{aligned} 0 &= \sum_{j=1}^{N_j} \sum_{q=1}^w \left[\varphi_{(j-1)w+q} - \left(f_j P_q + f_{j+1} R_q + af'_j Q_q + af'_{j+1} S_q \right) \right] \times \\ &\quad \times \left(\delta f_j P_q + \delta f_{j+1} R_q + a\delta f'_j Q_q + a\delta f'_{j+1} S_q \right) \quad (\text{B.10}) \end{aligned}$$

En annulant les coefficients de chacune des variables δf_j et $\delta f'_j$, on obtient $2N_i$ équations linéaires. Pour annuler les différents coefficients $\delta f_1, \delta f_j, \delta f'_j, \delta f'_{N_i+1}$,

on doit avoir :

$$\begin{aligned}
\delta f_j : \quad 0 &= \sum_{q=1}^w [\varphi_q - (f_1 P_q + f_2 R_q + a f'_2 S_q)] P_q \\
\delta f_j : \quad 0 &= \sum_{q=1}^w \left[\varphi_{(j-1)w+q} - (f_j P_q + f_{j+1} R_q + a f'_j Q_q + a f'_{j+1} S_q) \right] P_q + \\
&\quad + \left[\varphi_{(j-2)w+q} - (f_{j-1} P_q + f_j R_q + a f'_{j-1} Q_q + a f'_j R_q) \right] R_q \\
\delta f'_j : \quad 0 &= \sum_{q=1}^w \left[\varphi_{(j-1)w+q} - (f_j P_q + f_{j+1} R_q + a f'_j Q_q + a f'_{j+1} S_q) \right] Q_q + \\
&\quad + \left[\varphi_{(j-2)w+q} - (f_{j-1} P_q + f_j R_q + a f'_{j-1} S_q + a f'_j S_q) \right] S_q \\
\delta f'_{N_i+1} : \quad 0 &= \sum_{q=1}^w \left[\varphi_{(N_i-1)w+q} - (f_{N_i} P_q + a f'_{N_i} Q_q + a f'_{N_i+1} S_q) \right] S_q
\end{aligned} \tag{B.11}$$

Réécriture sous forme matricielle du système linéaire. On obtient donc un système linéaire pour déterminer les f_j et $a f'_j$, que l'on peut écrire sous forme matricielle :

$$\mathbf{F} = \mathbf{MA} \cdot \mathbf{f} \tag{B.12}$$

Le premier élément \mathbf{F} de ce système est un vecteur tel que :

$$\begin{pmatrix} F_1 \\ \vdots \\ F_j \\ G_j \\ \vdots \\ G_{N_i+1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sum_{q=1}^w \varphi_q P_q \\ \vdots \\ \sum_{q=1}^w \varphi_{(j-1)w+q} P_q + \varphi_{(j-2)w+q} R_q \\ \sum_{q=1}^w \varphi_{(j-1)w+q} Q_q + \varphi_{(j-2)w+q} S_q \\ \vdots \\ \sum_{q=1}^w \varphi_{(N_i-1)w+q} S_q \end{pmatrix} \tag{B.13}$$

Les éléments de la matrice \mathbf{MA} sont constitués de sommes que l'on notera $\overline{PP} = \sum_{q=1}^w P_q P_q$, $\overline{PQ} = \sum_{q=1}^w P_q Q_q$, ... Les propriétés des polynômes P, Q, R et S font que l'on a les relations suivantes :

$$\begin{aligned}
D_1 &= \overline{PP} + \overline{RR} = 2\overline{PP} - 1 \\
D_2 &= \overline{QQ} + \overline{SS} = 2\overline{QQ} \\
\overline{PQ} &= -\overline{RS} \\
\overline{PS} &= -\overline{RQ}
\end{aligned} \tag{B.14}$$

En utilisant les notations introduites et compte tenu des relations précédentes, l'équation matricielle B.12 s'écrit finalement :

$$\begin{vmatrix} F_1 \\ F_2 \\ G_2 \\ \vdots \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} \overline{PP} & \overline{PR} & \overline{PS} & 0 & 0 & \dots & \dots \\ \overline{PR} & D_1 & 0 & \overline{PR} & \overline{PS} & 0 & \dots \\ \overline{PS} & 0 & D_2 & -\overline{PS} & \overline{QS} & 0 & \dots \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \end{vmatrix} \begin{vmatrix} f_1 \\ f_2 \\ a f'_2 \\ \vdots \end{vmatrix}$$

$$\begin{array}{c} \vdots \\ F_{j-1} \\ G_{j-1} \\ F_j \\ G_j \\ F_{j+1} \\ G_{j+1} \\ \vdots \end{array} = \begin{array}{c} \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \\ \cdots \quad D_1 \quad 0 \quad \overline{PR} \quad \overline{PS} \quad 0 \quad \cdots \quad \cdots \\ \cdots \quad 0 \quad D_2 \quad -\overline{PS} \quad \overline{QS} \quad 0 \quad \cdots \quad \cdots \\ 0 \quad \overline{PR} \quad -\overline{PS} \quad D_1 \quad 0 \quad \overline{PR} \quad \overline{PS} \quad 0 \\ 0 \quad \overline{PS} \quad \overline{QS} \quad 0 \quad D_2 \quad -\overline{PS} \quad \overline{QS} \quad 0 \\ \cdots \quad \cdots \quad 0 \quad \overline{PR} \quad -\overline{PS} \quad D_1 \quad 0 \quad \cdots \\ \cdots \quad \cdots \quad 0 \quad \overline{PS} \quad \overline{QS} \quad 0 \quad D_2 \quad \cdots \\ \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \end{array} \begin{array}{c} \vdots \\ f_{j-1} \\ af'_{j-1} \\ f_j \\ af'_j \\ f_{j+1} \\ af'_{j+1} \\ \vdots \end{array}$$

$$\begin{array}{c} \dots \\ F_{N_i} \\ G_{N_i} \\ G_{N_i+1} \end{array} = \begin{array}{c} \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \quad \vdots \\ \cdots \quad 0 \quad \overline{PR} \quad -\overline{PS} \quad D_1 \quad 0 \quad \overline{PS} \\ \cdots \quad 0 \quad \overline{PS} \quad \overline{QS} \quad 0 \quad D_2 \quad \overline{QS} \\ \cdots \quad 0 \quad 0 \quad 0 \quad \overline{PS} \quad \overline{QS} \quad \overline{QQ} \end{array} \begin{array}{c} \vdots \\ f_{N_i} \\ af'_{N_i} \\ af'_{N_i+1} \end{array}$$

L'ajustement de la fonction $f(x)$ sur les données consiste tout d'abord à calculer les éléments de la matrice \mathbf{MA} et le vecteur \mathbf{F} à partir des données, puis à inverser le système linéaire B.12 pour obtenir les paramètres optimaux \mathbf{f} .

Détermination explicite de la transformée d'Abel inverse

En remplaçant dans la formule B.4 la fonction $\varphi(x)$ par la fonction lissée $f(x)$ donnée par B.7, on a ramené le calcul de l'inversion d'Abel au calcul d'intégrales du type :

$$K_n(\zeta, r) = \int_r^\zeta \frac{x^n dx}{a^{n-1}(x^2 - r^2)^{3/2}} \quad \text{où } n = 1, 2, 3, \text{ ou } 4, \text{ et } r < \zeta \quad (\text{B.15})$$

Le facteur $1/a^{n-1}$ assure que les K_n sont homogènes à $1/a$. Les expressions des K_n sont données dans la référence [134] ou dans Gradshteyn [135] :

$$K_1(\zeta, r) = -\frac{1}{\sqrt{\zeta^2 - r^2}} \quad (\text{B.16})$$

$$aK_2(\zeta, r) = -\frac{\zeta}{\sqrt{\zeta^2 - r^2}} + \ln(\zeta + \sqrt{\zeta^2 - r^2}) \quad (\text{B.17})$$

$$a^2K_3(\zeta, r) = \sqrt{\zeta^2 - r^2} - \frac{r^2}{\sqrt{\zeta^2 - r^2}} \quad (\text{B.18})$$

$$a^3K_4(\zeta, r) = \frac{\zeta}{2}\sqrt{\zeta^2 - r^2} - \frac{r^2\zeta}{\sqrt{\zeta^2 - r^2}} + \frac{3r^2}{2}\ln(\zeta + \sqrt{\zeta^2 - r^2}) \quad (\text{B.19})$$

De façon plus précise, pour calculer la valeur de $s(r)$ à une valeur de r donnée, on commence par déterminer dans quel segment $[x_{j_1-1} \ x_{j_1}]$ se trouve r . On

réécrit l'expression B.4 :

$$s(r) = -\frac{1}{\pi} \left[-\frac{\varphi(r)}{\sqrt{R^2 - r^2}} + \int_r^{x_{j_1}} x dx \frac{\varphi(x) - \varphi(r)}{(x^2 - r^2)^{3/2}} + \int_{x_{j_1}}^R dx \frac{x\varphi(x)}{(x^2 - r^2)^{3/2}} - \varphi(r) \int_{x_{j_1}}^R \frac{x dx}{(x^2 - r^2)^{3/2}} \right] \quad (\text{B.20})$$

La dernière intégrale se calcule explicitement et se regroupe avec le premier terme de l'expression précédente pour donner :

$$\varphi(r) \left(-\frac{1}{\sqrt{R^2 - r^2}} + \frac{1}{\sqrt{R^2 - r^2}} - \frac{1}{\sqrt{x_{j_1}^2 - r^2}} \right) = -\frac{\varphi(r)}{\sqrt{x_{j_1}^2 - r^2}} \quad (\text{B.21})$$

Le troisième terme de l'équation B.20 est un intégrale sur l'intervalle $[x_{j_1} R]$, que l'on découpe en une série d'intervalles $[x_j x_{j+1}]$. Dans chacun de ces intervalles j , la fonction à intégrer est un polynôme de degré 4 que l'on écrit :

$$x\varphi(x) = a \left[C(j, 1) \frac{x}{a} + C(j, 2) \left(\frac{x}{a} \right)^2 + C(j, 3) \left(\frac{x}{a} \right)^3 + C(j, 4) \left(\frac{x}{a} \right)^4 \right] \quad (\text{B.22})$$

pour $x_j \leq x < x_{j+1}$

Les coefficients $C(j, k)$ se calculent en fonction de $f_j, af'_j, f_{j+1}, af'_{j+1}$ et des coefficients des polynômes P, Q, R, S (voir paragraphe suivant). Le résultat de cette somme d'intégrales est :

$$\sum_{j=j_1}^{N_i} C(j, 1)K_1(x_{j+1}, r) + C(j, 2)K_2(x_{j+1}, r) + C(j, 3)K_3(x_{j+1}, r) + C(j, 4)K_4(x_{j+1}, r) - [C(j, 1)K_1(x_j, r) + C(j, 2)K_2(x_j, r) + C(j, 3)K_3(x_j, r) + C(j, 4)K_4(x_j, r)] \quad (\text{B.23})$$

Enfin la deuxième intégrale peut s'écrire de la même façon :

$$[C(j_1 - 1, 1)K_1(x, r) + C(j_1 - 1, 2)K_2(x, r) + C(j_1 - 1, 3)K_3(x, r) + C(j_1 - 1, 4)K_4(x, r)]_r^{x_{j_1}} - [\varphi(r)K_1(x, r)]_r^{x_{j_1}} \quad (\text{B.24})$$

La borne supérieure ne pose pas de problème : la contribution de la première ligne complète la somme B.23, et celle de la deuxième ligne compense exactement B.21. La borne inférieure est plus délicate : elle présente des singularités qui, heureusement, se compensent toutes entre la première et la deuxième ligne. Il reste seulement :

$$-C(j_1 - 1, 2) \ln(r)/a - C(j_1 - 1, 4) \frac{3}{2} \left(\frac{x}{a} \right)^2 \ln(r)/a \quad (\text{B.25})$$

L'expression à calculer est ainsi :

$$\begin{aligned}
s(r) = & -\frac{1}{\pi} \sum_{j=j_1-1}^{N_i} (C(j, 1)K_1(x_{j+1}, r) + C(j, 2)K_2(x_{j+1}, r) + \\
& + C(j, 3)K_3(x_{j+1}, r) + C(j, 4)K_4(x_{j+1}, r)) + \\
& + \frac{1}{\pi} \sum_{j=j_1}^{N_i} (C(j, 1)K_1(x_j, r) + C(j, 2)K_2(x_j, r) + \\
& + C(j, 3)K_3(x_j, r) + C(j, 4)K_4(x_j, r)) + \\
& + \frac{1}{\pi} \left[C(j_1-1, 2) \frac{\ln(r)}{a} + C(j_1-1, 4) \frac{3}{2} \left(\frac{r}{a} \right)^2 \frac{\ln(r)}{a} \right] \quad (\text{B.26})
\end{aligned}$$

Remarque 1 Le premier terme de la dernière ligne peut sembler singulier lorsque $r = 0$. En fait, dans ce cas $j_1 = 2$, et comme on a imposé $af'_1 = 0$, $C(1, 2) = 0$. Tous les autres termes sont réguliers.

Remarque 2 Dans le cas où $\varphi(R) \neq 0$, il faut ajouter dans le crochet de la dernière ligne $-\varphi(R)/\sqrt{R^2 - r^2}$. Ceci n'ajoute qu'une petite correction près du centre.

Calcul des coefficients $C(j, k)$. La définition des $C(j, k)$ résulte de l'expression suivante :

$$\begin{aligned}
f_j P(x - x_j) + af'_j Q(x - x_j) + f_{j+1} R(x - x_j) + af'_{j+1} S(x - x_j) = \\
= C(j, 1) + C(j, 2) \frac{x}{a} + C(j, 3) \left(\frac{x}{a} \right)^2 + C(j, 4) \left(\frac{x}{a} \right)^3 \quad (\text{B.27})
\end{aligned}$$

que l'on peut simplifier en utilisant le fait que $P(x) + R(x) = 1$. On explicite les coefficients de $1, x, x^2, x^3$ dans chaque terme du premier membre.

$$\begin{aligned}
P(x - x_j) &= P(x - (j-1)a) \\
&= j^2(3-2j) + 6j(j-1) \frac{x}{a} + 3(1-2j) \left(\frac{x}{a} \right)^2 + 2 \left(\frac{x}{a} \right)^3 \\
Q(x - x_j) &= j^2(1-j) + j(3j-2) \frac{x}{a} + (1-3j) \left(\frac{x}{a} \right)^2 + \left(\frac{x}{a} \right)^3 \\
S(x - x_j) &= -j(j-1)^2 + (3j-1)(j-1) \frac{x}{a} + (2-3j) \left(\frac{x}{a} \right)^2 + \left(\frac{x}{a} \right)^3
\end{aligned} \quad (\text{B.28})$$

En identifiant les termes des deux membres, on met l'expression des $C(j, k)$ sous la forme :

$$\begin{pmatrix} C(j, 1) \\ C(j, 2) \\ C(j, 3) \\ C(j, 4) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} j^2(3-2j) & j^2(1-j) & 1+j^2(2j-3) & -j(j-1)^2 \\ 6j(j-1) & j(3j-2) & 6j(1-j) & (3j-1)(j-1) \\ 3(1-2j) & (1-3j) & 3(2j-1) & (2-3j) \\ 2 & 1 & -2 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} f_j \\ af'_j \\ f_{j+1} \\ af'_{j+1} \end{pmatrix} \quad (\text{B.29})$$

ce qui permet de calculer complètement l'expression B.26.

Adaptations pour le calcul numérique. La somme de la formule B.26 fait apparaître des différences de fonctions $K_k(x, r)$ entre deux noeuds voisins, du type $K_k(x_j, r) - K_k(x_{j+1}, r)$. Ces différences sont d'ordre a/x_j par rapport à chacun des termes. Pour minimiser les erreurs numériques, il est préférable de calculer analytiquement cette différence avant de l'évaluer plutôt que de calculer chacun des termes, puis leur différence. On trouve ainsi pour l'expression des différences en notant $d_j = \sqrt{x_j^2 - r^2}$ et $L_{j,j+1} = \ln\left(\frac{x_{j+1} + d_{j+1}}{x_j + d_j}\right)$:

$$\begin{aligned}
L_{j+1,j} &= \ln\left(1 + \frac{a}{x_j + d_j} + \frac{a(x_{j+1} + x_j)}{(x_j + d_j)(d_{j+1} + d_j)}\right) \\
K_1(x_j, r) - K_1(x_{j+1}, r) &= -\frac{a(x_{j+1} + x_j)}{d_{j+1}d_j(d_{j+1} + d_j)} \\
K_2(x_j, r) - K_2(x_{j+1}, r) &= -\frac{r^2(x_j + x_{j+1})}{d_{j+1}d_j(x_jd_{j+1} + x_{j+1}d_j)} - \frac{1}{a}L_{j,j+1} \\
K_3(x_j, r) - K_3(x_{j+1}, r) &= -\frac{x_{j+1} + x_j}{a(d_{j+1} + d_j)} \left[1 - \frac{r^2}{d_{j+1}d_j}\right] \\
K_4(x_j, r) - K_4(x_{j+1}, r) &= \frac{(x_j + x_{j+1})(r^2 - x_{j+1}^2 - x_j^2)}{2a^2(x_jd_j + x_{j+1}d_{j+1})} \\
&\quad - \frac{r^2}{a^2} \left[\frac{r^2(x_j + x_{j+1})}{d_{j+1}d_j(x_{j+1}d_j + x_jd_{j+1})} + \frac{3}{2a}L_{j,j+1}\right]
\end{aligned} \tag{B.30}$$

De la même façon, les termes $j = j_1 - 1$ dans la somme (B.26) peuvent s'écrire :

$$\begin{aligned}
&\frac{C(j_1 - 1, 1)}{\pi} \times \left[\frac{1}{d_{j_1}}\right] \\
&\frac{C(j_1 - 1, 2)}{\pi} \times \left[\frac{x_{j_1}}{ad_{j_1}} - \frac{1}{a} \ln\left(1 + \frac{x_{j_1} - r + d_{j_1}}{r}\right)\right] \\
&\frac{C(j_1 - 1, 3)}{\pi} \times \left[-\frac{d_{j_1}}{a^2} + \frac{r^2}{a^2d_{j_1}}\right] \\
&\frac{C(j_1 - 1, 4)}{\pi} \times \left[-\frac{x_{j_1}d_{j_1}}{2a^3} + \frac{r^2x_{j_1}}{a^3d_{j_1}} - \frac{3r^2}{2a^3} \ln\left(1 + \frac{x_{j_1} - r + d_{j_1}}{r}\right)\right]
\end{aligned} \tag{B.31}$$

On peut remarquer que l'ensemble de la procédure se décompose en deux étapes :

Calcul des paramètres \mathbf{f} des splines à partir de φ : Dans cette partie, les valeurs des polynomes P, Q, R, S sur un segment de longueur w , et la matrice \mathbf{MA} sont indépendants des données. Ils peuvent être calculés à l'avance et stockés en mémoire.

Calcul de $s(r)$ à partir des coefficients \mathbf{f} : Le résultat est linéaire vis à vis des coefficient \mathbf{f} . On peut donc représenter cette partie par une matrice $N \times 2N_i$ \mathbf{H} dont les éléments sont indépendants des données. \mathbf{H} peut être aussi calculée une fois pour toute, pour N et w donnés. Les colonnes de cette matrice sont les transformmées d'Abel inverse des $2N_i$ fonctions telles les vecteurs \mathbf{f} ont un seul élément non nul qui vaut 1.

Le programme utilisé met en œuvre les remarques de la section B. Une image 250×250 est traitée en 0.5 s sans tenir compte du temps de précalcul des éléments fixes qui prend une dizaine de seconde. Le matériel utilisé est un ordinateur *Dell Optiplex GX75* doté d'un processeur *Intel Core CPU2 6400* cadencé à 2.13 GHz et de 1 Go de mémoire vive. Le programme est écrit et exécuté sous *Matlab*.