



**HAL**  
open science

# Contribution à l'étude de la propagation des ultrasons à une interface liquide-solide composite

Cécile Lesueur

► **To cite this version:**

Cécile Lesueur. Contribution à l'étude de la propagation des ultrasons à une interface liquide-solide composite. Acoustique [physics.class-ph]. Université Aix-Marseille III, 2004. Français. NNT : . tel-03338082

**HAL Id: tel-03338082**

**<https://theses.hal.science/tel-03338082>**

Submitted on 8 Sep 2021

**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.

---

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA PROPAGATION DES ULTRASONS  
A UNE INTERFACE LIQUIDE-SOLIDE COMPOSITE

---

THESE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE DROIT, D'ECONOMIE ET DES SCIENCES  
D'AIX-MARSEILLE

*Discipline : Chimie-Physique*

présentée et soutenue publiquement par

**Cécile LESUEUR**

le 2 juillet

*Directeur de thèse : Dominique CHATAIN*

*Ecole Doctorale Sciences de l'Environnement*

**JURY**

<b>F. BAQUE</b>	Ingénieur	CEA Cadarache	
<b>C. BERGMAN</b>	Directeur de Recherche	CNRS Marseille	<b>Rapporteur</b>
<b>D. CHATAIN</b>	Directeur de Recherche	CNRS Marseille	<b>Directeur</b>
<b>G. CORNELOUP</b>	Professeur des Universités	Université de la Méditerranée	<b>Président</b>
<b>R. EL GUERJOUA</b>	Maître de Conférences, HDR	INSA Lyon	<b>Rapporteur</b>
<b>J. MOYSAN</b>	Maître de Conférences, HDR	Université de la Méditerranée	

## ***Introduction générale***

L'exploitation des centrales nucléaires nécessite un contrôle permanent pour vérifier le fonctionnement sûr du réacteur. L'examen des structures importantes du réacteur (principalement le bloc réacteur, les circuits secondaires et les générateurs de vapeur) est effectué lors des périodes d'arrêt. Cet examen permet de vérifier le bon état des structures, de repérer d'éventuels défauts (fissures par exemple) et éventuellement d'effectuer des réparations.

Le contrôle des réacteurs nucléaires refroidis par les métaux liquides se heurte aux problèmes d'inspection et d'intervention en milieu opaque, chaud, difficile à vidanger et parfois corrosif. Le choix de la méthode d'inspection est délicat car il faut disposer d'outils d'inspection résistant à haute température et permettant de contrôler les structures baignant dans le métal liquide. Les techniques de contrôle non destructif comme les ultrasons sont bien connues et conviennent à ce type d'inspection. Elles permettent de “voir” les différents éléments noyés dans le métal liquide, en obtenant un écho d'ondes ultrasonores émises dans le métal liquide.

Cependant, la difficulté liée à l'utilisation des ultrasons est de disposer de transducteurs immergeables à haute température et surtout d'obtenir un bon couplage entre le transducteur et le métal liquide mais aussi entre le métal liquide et le matériau à inspecter. L'expérience acquise avec l'utilisation du sodium (liquide exclusif de refroidissement des réacteurs à neutrons rapides français à ce jour) a montré que le couplage acoustique était difficilement obtenu et que les signaux ultrasonores étaient très souvent instables et faibles. Le couplage acoustique était obtenu dans la durée, en augmentant la température du métal liquide ou en revêtant la surface du transducteur d'une couche d'or. Cependant, ces conditions ne sont pas applicables industriellement car l'inspection doit être rapide, s'effectuer à la température du métal liquide et à moindre coût.

Pour pouvoir améliorer la technique de contrôle par ultrasons en sodium liquide et l'utiliser pour d'autres métaux liquides caloporteurs des réacteurs nucléaires de quatrième

génération (réacteurs refroidis au plomb ou au plomb-bismuth), il est nécessaire d'identifier l'origine des problèmes du couplage acoustique.

Il semblerait que les faibles amplitudes des signaux reçus soient dues à un mauvais mouillage du métal liquide sur la surface du transducteur ou sur la surface du matériau à inspecter. La diminution du couplage acoustique proviendrait ainsi d'un mauvais contact entre le liquide et le solide. L'interface liquide-solide serait partiellement liquide-solide et partiellement liquide-vapeur : dans ce cas, le mouillage est dit composite. La phase vapeur présente entre le liquide et le solide serait responsable de la faiblesse des signaux obtenus. L'existence du mouillage composite et donc d'une interface composite dépend de la nature des milieux liquide et solide et de l'état de surface du matériau.

L'objectif de cette étude est de comprendre les mécanismes d'interaction de l'onde ultrasonore avec une interface composite. Nous étudions une configuration usuelle de contrôle : les ondes ultrasonores ont une incidence normale à l'interface. L'onde incidente est une onde de compression (onde longitudinale). Notre travail comportera deux parties, tout d'abord l'étude sur le mouillage composite puis l'étude du comportement des ultrasons à une telle interface.

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique et expérimentale sur le mouillage composite. Nous rappelons tout d'abord les définitions du mouillage composite et d'une interface composite, nous précisons les conditions d'obtention d'une telle interface et décrivons une méthode permettant de la caractériser. La partie expérimentale de l'étude a été réalisée au Centre de Recherche sur la Matière Condensée et Nanosciences (CRM-CN). Nous présentons les méthodes et le dispositif expérimental utilisés. Nous décrivons les substrats modèles élaborés de manière à présenter une interface composite avec du plomb liquide et nous présentons les résultats des expériences effectuées avec ces substrats et le plomb liquide pour caractériser la nature de l'interface entre le plomb et les substrats (composite ou non).

Le deuxième chapitre a pour but d'étudier la propagation des ultrasons à travers une interface composite qui peut être vue par les ondes longitudinales comme un réseau de défauts coplanaires entre les milieux liquide et solide. La recherche bibliographique montre qu'aucune étude spécifique n'a été faite sur le comportement des ultrasons pour ce type d'interface. Nous présentons dans ce chapitre les études sur la propagation des ultrasons dans des cas d'interfaces proches d'une interface composite afin d'aider à identifier les

phénomènes mis en jeu. La propagation des ultrasons à l'interface liquide-solide est tout d'abord rappelée dans le cas modèle d'une surface solide plane. Nous nous intéressons ensuite aux travaux relatifs à l'influence de la rugosité sur le comportement des ondes car celle-ci est à l'origine de l'existence d'un mouillage composite dans le cas des métaux liquides. Enfin, nous décrivons le cas d'une interface partielle entre deux milieux solides, considérée comme un réseau de défauts et nous mettons en évidence les différents paramètres du réseau influençant la propagation des ultrasons.

L'originalité du problème posé et l'absence de modèles existants nous amène à envisager une stratégie d'étude en trois étapes pour aborder la compréhension des phénomènes mis en jeu. Dans les deux premières étapes, nous étudions le comportement des ondes ultrasonores aux échelles usuelles du contrôle non destructif : avec une fréquence de 1MHz et des obstacles de taille millimétrique. Nous étudions dans la troisième étape des interfaces composites à l'échelle micrométrique, plus proche de la rugosité réelle.

La première étape de notre stratégie est présentée dans le troisième chapitre. Elle consiste à élaborer un modèle simple de la transmission des ultrasons à une interface composite pour des pièces composées de créneaux. Ce modèle est comparé à des simulations effectuées avec le code de calcul ATHENA du département SINETICS d'EDF. La position de la pièce par rapport au transducteur et l'influence de la géométrie de celle-ci sont étudiées. Une étude expérimentale sur une pièce est effectuée afin d'étudier les limites de cette modélisation.

Le quatrième chapitre présente les deux étapes expérimentales de cette stratégie d'étude dans le cas d'une interface composite. La deuxième étape de notre stratégie consiste en l'étude expérimentale sur des pièces en acier présentant une interface composite artificielle à une échelle millimétrique. La troisième étape est consacrée aux substrats modèles étudiés au premier chapitre et présentant une interface composite réelle à une échelle micrométrique. Deux bancs d'essais ultrasonores ont été utilisés. Le premier au Laboratoire de Caractérisation Non Destructive (LCND) pour des essais dans l'eau. Le second a été spécialement étudié et réalisé pour ces travaux au Commissariat à l'Energie Atomique (CEA) de Cadarache (installation "LIQUIDUS") pour des essais en métal liquide. Les dispositifs expérimentaux permettent de comparer le modèle théorique aux résultats obtenus. Nous décrivons les résultats obtenus pour les pièces et les substrats sur les deux dispositifs

expérimentaux et nous analysons le comportement des ultrasons à une interface composite pour les deux échelles étudiées.

Finalement, nous dégageons les principales conclusions des simulations et expériences réalisées sur la propagation des ondes longitudinales à travers une interface composite. Nous discutons des différentes perspectives d'étude pour améliorer la compréhension des phénomènes.

I.1. INTRODUCTION .....	8
I.2. DEFINITION DU MOUILLAGE COMPOSITE .....	8
I.2.1. Définition du mouillage.....	8
I.2.2. Définition d'une interface composite .....	9
I.2.3. Conditions d'apparition d'une interface composite.....	10
a) <i>Cas d'une surface rugueuse modèle</i> .....	11
b) <i>Cas d'une surface rugueuse réelle</i> .....	15
I.2.4. Caractérisation d'une interface composite par mesure de l'hystérésis de mouillage .....	16
a) <i>Définition de l'hystérésis de mouillage</i> .....	16
b) <i>Etude thermodynamique de l'hystérésis de mouillage</i> .....	18
c) <i>Evolution de l'hystérésis de mouillage en fonction de la rugosité de la surface</i> .....	19
I.3. METHODES ET DISPOSITIF EXPERIMENTAUX.....	21
I.3.1. Méthode du pont liquide.....	22
I.3.2. Dispositif expérimental.....	24
I.3.3. Méthodes de traitement des images et de calcul des angles de contact.....	27
I.4. ETUDE DU MOUILLAGE DU PLOMB SUR DES SUBSTRATS RUGUEUX MODELES .....	28
I.4.1. Choix des substrats rugueux modèles.....	28
a) <i>Les substrats et leur méthode d'élaboration</i> .....	29
b) <i>Substrats réalisés</i> .....	30
c) <i>Impact de la géométrie du réseau sur la mesure des angles de contact</i> .....	32
I.4.2. Résultats et discussion.....	32
a) <i>Substrat comprenant 38% de plots de 30 microns de hauteur (M1P30_38)</i> .....	32
b) <i>Substrat comprenant 62% de trous de 30 microns de profondeur (M2T30_38)</i> .....	36
c) <i>Autres substrats</i> .....	39
I.5. CONCLUSION .....	40

**Chapitre I :*****Mouillage composite***

---

**I.1. INTRODUCTION**

Ce chapitre rassemble une étude bibliographique et une étude expérimentale sur le mouillage composite. Nous rappelons dans une première partie la définition du mouillage composite ainsi qu'une méthode permettant de le caractériser. Nous présentons dans une deuxième partie les outils expérimentaux nous permettant de déterminer la nature de l'interface entre le milieu liquide et le milieu solide (composite ou non composite). Enfin, dans une troisième partie nous analysons les résultats des expériences de mouillage réalisées avec des substrats modèles et du plomb liquide dans le but de caractériser la nature de l'interface (composite ou non) entre le plomb et les substrats.

**I.2. DEFINITION DU MOUILLAGE COMPOSITE****I.2.1. Définition du mouillage**

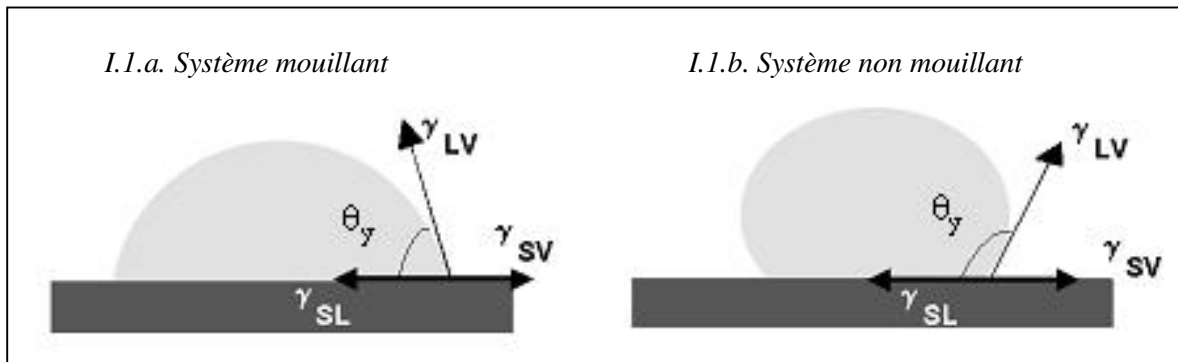
Le mouillage définit l'aptitude d'un liquide à s'étaler sur un substrat solide. Il est caractérisé par un angle de contact  $\theta$  pris au niveau de la ligne triple, ligne de coexistence des trois phases liquide, solide et vapeur. Cet angle est relié aux énergies interfaciales solide-liquide ( $\gamma_{SL}$ ), solide-vapeur ( $\gamma_{SV}$ ) et liquide-vapeur ( $\gamma_{LV}$ ) par la relation de Young (I.1) définie en 1805. Cette relation est valable dans le cas de surfaces chimiquement homogènes et atomiquement lisses.

$$\cos\theta_y = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \quad (I.1)$$

Suivant les valeurs de l'angle de contact, les systèmes peuvent être séparés en deux catégories, les systèmes dits mouillants lorsque  $\theta_y < 90^\circ$  (figure I.1.a) et les systèmes dits non



mouillants lorsque  $\theta_y > 90^\circ$  (figure I.1.b). On parle de mouillage total (ou complet) lorsque  $\theta_y = 0^\circ$  et de mouillage “nul” lorsque  $\theta_y = 180^\circ$ .



**Figure I.1 :** Schémas des systèmes dits mouillant et non mouillant

A titre d'exemples, les systèmes “eau liquide / verre solide” [Guy01], “métal liquide / métal solide” [Nai81] sont mouillants et les systèmes “mercure liquide / verre solide” [Guy01], et plus généralement “métal liquide / oxyde solide” [Nai81] sont non mouillants.

### I.2.2. Définition d'une interface composite

Dans les systèmes **non mouillants**, au-delà d'un certain seuil de rugosité de la surface solide, le liquide ne peut plus épouser les irrégularités de cette surface. L'interface entre le liquide et le solide est alors composite : partiellement liquide-solide, et partiellement liquide-vapeur et solide-vapeur. On parle alors de mouillage composite.

L'angle apparent  $\theta_{\text{apparent}}^{\text{composite}}$  d'équilibre sur une telle surface est supérieur à l'angle de Young  $\theta_y$  obtenu sur une surface lisse de même nature (figure I.2). D'après les expériences de Shibuishi *et al.* [Shi96], cet angle peut atteindre une valeur très élevée de  $174^\circ$ .

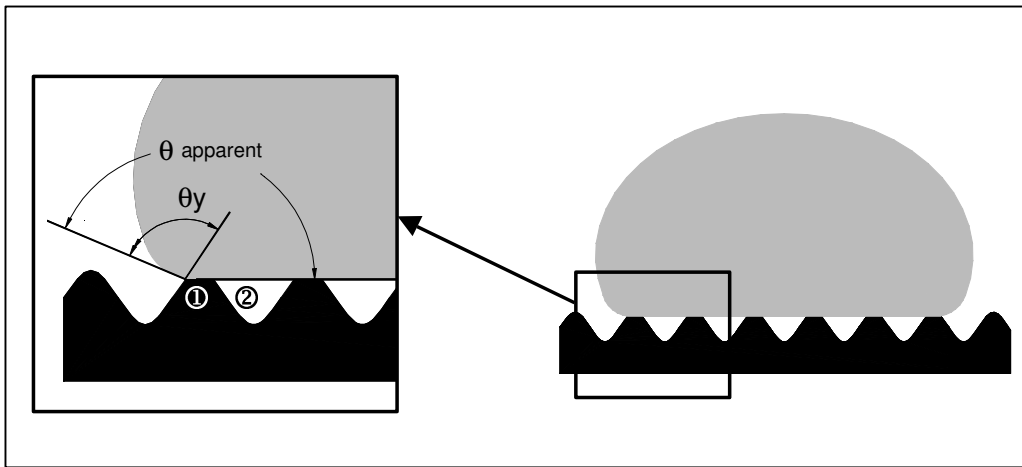
Cet angle d'équilibre apparent a été défini par Cassie et Baxter [Cas44] en considérant une surface composée de deux zones et (figure I.2) présentant un mouillage différent :

$$\cos \theta_{\text{CB}} = \cos \theta_{\text{apparent}}^{\text{composite}} = \phi_1 \cos \theta_{y1} + \phi_2 \cos \theta_{y2} \quad \text{avec } \phi_1 + \phi_2 = 1 \quad (\text{I.2})$$

avec  $\phi_1$  : fraction d'interface liquide-solide (zone 1) sous la goutte,  $\theta_{y1}$  : angle de Young du liquide sur la zone 1,  $\phi_2$  : fraction d'interface liquide-vapeur (zone 2) sous la goutte,  $\theta_{y2}$  : angle de Young du liquide sur la zone 2.

Les deux types de zones sont : liquide-solide (1) et liquide-vapeur (2), où l'angle  $\theta_{y2} = 180^\circ$  (mouillage nul). D'après l'équation (I.2) il vient :

$$\cos \theta_{CB} = \cos \theta_{\text{apparent}}^{\text{composite}} = \phi_1 \cos \theta_{y1} - \phi_2 \quad (\text{I.3})$$



**Figure I.2 :** Schéma d'une interface composite

Le mouillage composite est très recherché en industrie, par exemple pour accélérer le séchage des surfaces. On étudie ce type de mouillage avec de l'eau pour déterminer le caractère hydrophobe des surfaces [Ond96, Shi96, Che99, You99, Cou00, Öne00, He 03].

### I.2.3. Conditions d'apparition d'une interface composite

Pour un système liquide-solide donné, une interface composite est obtenue lorsque la largeur moyenne des cavités de la surface du solide est bien inférieure à la longueur capillaire  $l_c$  du liquide étudié. La longueur capillaire [Bou24] se définit comme suit :

$$l_c = \sqrt{\frac{\gamma_{LV}}{\rho g}} \quad (\text{I.4})$$

avec  $\gamma_{LV}$  : énergie de l'interface liquide-vapeur ( $\text{J.m}^{-2}$ ),  $\rho$  : masse volumique du liquide ( $\text{kg.m}^{-3}$ ),  $g$  : accélération de la pesanteur ( $\text{m.s}^{-2}$ ).

Pour définir plus précisément quelles doivent être les caractéristiques de la surface du solide pour obtenir une interface composite, nous discutons les cas :

- des surfaces à rugosité contrôlée (cas d'une surface modèle),
- des surfaces à rugosité aléatoire (cas d'une surface réelle).

*a) Cas d'une surface rugueuse modèle*

Il est possible d'élaborer une surface rugueuse modèle et de déterminer la géométrie de la texture de cette surface de manière à obtenir un mouillage composite pour un système liquide-solide donné [Ext02, Pat03].

1) Surface comprenant des trous cylindriques

Une surface rugueuse modèle simple peut être une surface comprenant des trous cylindriques. Pour observer une interface composite sur ce type de surface, le diamètre des trous doit être bien inférieur à la longueur capillaire du liquide étudié. Les pressions mises en jeu au niveau des trous sont :

- la pression hydrostatique  $\Delta P_H$  due à la colonne de liquide au-dessus des trous, qui pousse le liquide à rentrer dans les trous,
- la pression capillaire  $\Delta P_C$  due à la courbure de l'interface liquide-vapeur au niveau des trous, qui résiste à la pénétration du liquide.

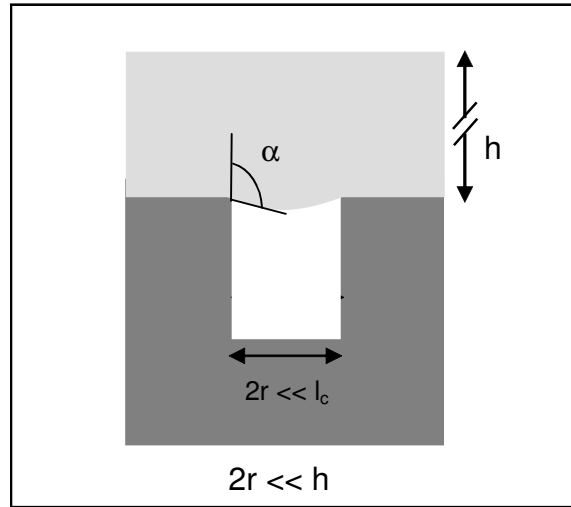
La courbure de l'interface liquide-vapeur au-dessus des trous satisfait l'équilibre entre la pression hydrostatique  $\Delta P_H$  et la pression capillaire  $\Delta P_C$  (figure I.3). Cette égalité s'écrit :

$$\Delta P_H = \Delta P_C \quad (I.5)$$

Pour un trou cylindrique de rayon  $r$  la relation précédente devient :

$$\rho g h = \frac{-2\pi r \gamma_{LV} \cos\alpha}{\pi r^2} = \frac{-2\gamma_{LV} \cos\alpha}{r} = \frac{2\gamma_{LV}}{R} \quad (I.6)$$

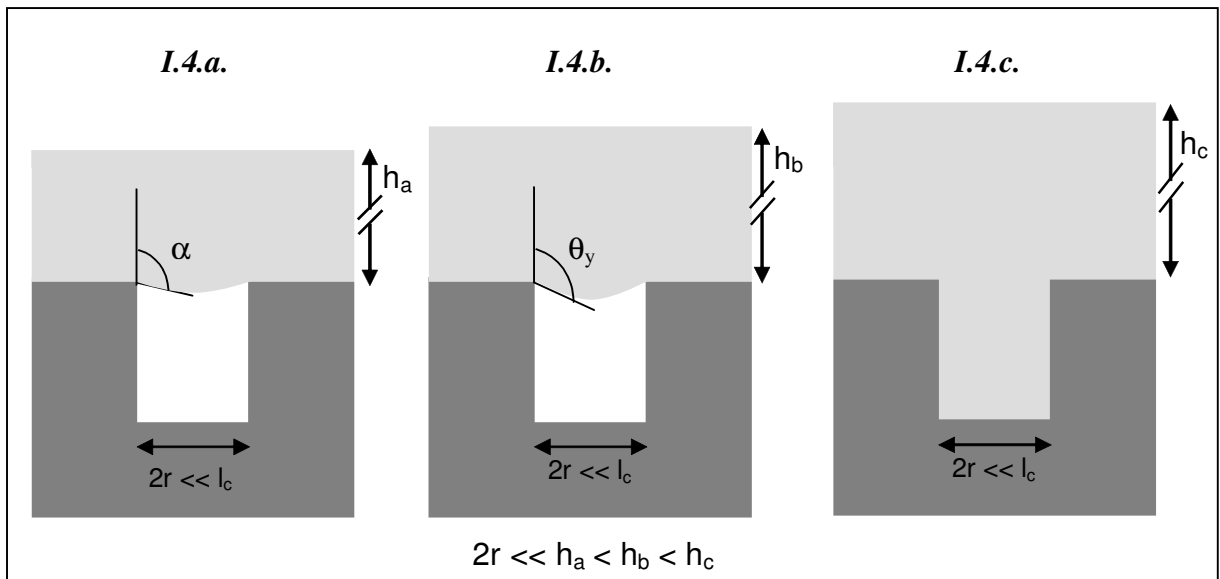
avec  $\alpha$ : angle de raccordement du liquide sur le bord vertical du trou,  $h$ : hauteur de liquide au-dessus du trou,  $\rho$ : masse volumique du liquide,  $R$  : rayon de courbure de l'interface liquide-vapeur sous le liquide.



**Figure I.3:** Schéma de l'interface liquide-vapeur au-dessus d'un trou cylindrique

D'après l'équation (I.6), pour une hauteur de liquide  $h$  donnée, il existe une valeur de l'angle de raccordement  $\alpha$  associée (figure I.4.a). Plus la hauteur de liquide est grande, plus la valeur de  $\alpha$  augmente ; lorsque  $\alpha$  devient supérieur à l'angle de Young  $\theta_y$  (figure I.4.b), la pression hydrostatique dépasse la pression capillaire et le liquide pénètre dans le trou (figure I.4.c). Il existe donc une hauteur maximale de liquide  $h_{\max}$  à ne pas dépasser si nous voulons conserver un mouillage composite sur une telle surface. Elle s'écrit :

$$h_{\max} = \frac{-2\gamma_{LV} \cos\theta_y}{\rho g r} = \frac{2\gamma_{LV}}{\rho g R} \quad (I.7)$$



**Figure I.4 :** Schémas des différentes configurations possibles pour un trou cylindrique

Sur la figure I.4 :

- la hauteur de liquide  $h_a$  au-dessus du trou est égale à la hauteur  $h$  définie dans l'équation I.6 associée à l'angle de raccordement  $\alpha$  (inférieur à  $\theta_y$ ). La hauteur de liquide  $h_a$  est inférieure à  $h_{\max}$  définie dans l'équation I.7,
- la hauteur de liquide  $h_b$  au-dessus du trou est associée à l'angle de raccordement  $\theta_y$ . Elle est égale à  $h_{\max}$ ,
- la hauteur de liquide  $h_c$  au-dessus du trou est supérieure à  $h_{\max}$ .

Avec ce type de surfaces modèles, le liquide ne pénétrera dans les trous que si la hauteur de liquide dépasse  $h_{\max}$ . La proportion d'interface liquide-vapeur sous le liquide est connue. Nous utiliserons ce type de surface modèle pour notre étude.

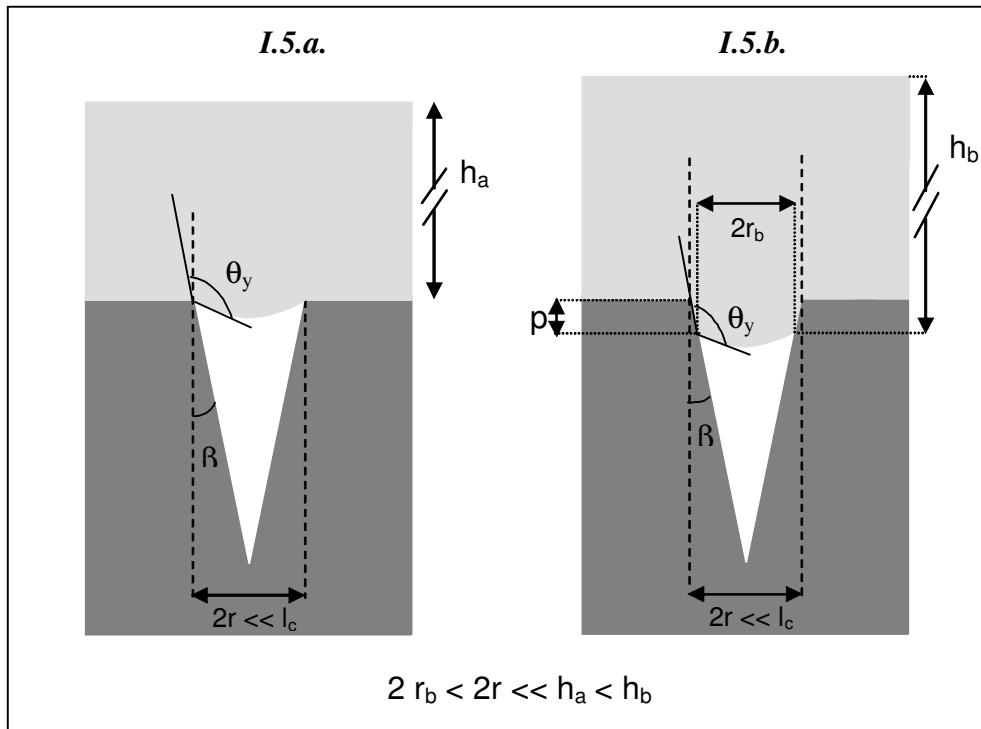
## 2) Surface comprenant des trous coniques

Une autre surface modèle simple dont nous allons discuter parce qu'elle se rapproche d'une surface rugueuse réelle est une surface comprenant de trous coniques. En effet, une surface rugueuse réelle présente des aspérités de pentes variables et non verticales comme dans le cas simple précédemment traité.

Avec ce type de surface, le liquide dont l'angle de Young est supérieur à  $90+\beta$  pénètre dans le trou conique jusqu'à ce que l'angle de Young soit atteint sur la paroi du trou (figure I.5.a.). La profondeur de pénétration augmente si l'on augmente la pression hydrostatique (figure I.5.b). En effet, le rayon du trou et le rayon de courbure de l'interface liquide-vapeur diminuent lorsque le liquide pénètre dans le trou. La pression capillaire augmente alors et le liquide pénètre dans le trou jusqu'à ce que la pression hydrostatique égalise la pression capillaire.

Pour la figure I.5.b, l'égalité entre la pression hydrostatique et la pression capillaire s'écrit :

$$\rho g h_b = \frac{-2\gamma_{LV} \cos(\theta_y - \beta)}{r_b} \quad (I.8)$$



**Figure I.5 :** Schémas des différentes configurations possibles pour un trou conique

D'après l'équation I.8, si l'angle  $\beta$  augmente, la pression capillaire diminue et la hauteur de liquide à partir de laquelle le liquide pénètre dans le trou diminue. Pour éviter que le liquide ne pénètre profondément dans le trou conique, il faut que l'angle  $\beta$  soit le plus faible possible.

Pour une surface constituée de trous coniques, la proportion d'interface liquide-vapeur dépend de la profondeur de pénétration du liquide  $p$  prise au niveau du raccordement du liquide sur la paroi du trou conique (figure I.5.b), qui est fonction de l'angle  $\beta$  et du rayon du cône. La profondeur de pénétration du liquide a pour expression :

$$p = \frac{r - r_b}{\tan \beta} \quad (\text{I.9})$$

En combinant les équations I.8 et I.9, nous pouvons exprimer l'égalité entre la pression hydrostatique et la pression capillaire en fonction de la profondeur de pénétration du liquide  $p$ . Cette égalité s'écrit :

$$\rho g h_b = \frac{-2\gamma_{LV} \cos(\theta_y - \beta)}{r - p \tan \beta} \quad (\text{I.10})$$

Il est à noter que le liquide ne remplira jamais totalement le trou conique. En effet, d'après l'équation I.8, il faudrait une hauteur de liquide infinie pour remplir complètement le cône et avoir  $r_b$  nul.

### ***b) Cas d'une surface rugueuse réelle***

Contrairement aux surfaces modèles présentées précédemment, une surface rugueuse réelle a une distribution aléatoire de dépressions et de "collines" dont les pentes sont variables d'un défaut à l'autre.

Les surfaces rugueuses réelles peuvent être caractérisées par des paramètres qui supposent une forme et une répartition moyenne de la rugosité de la surface. Ces paramètres de rugosité sont mesurés à l'aide d'un palpeur mécanique ou d'un profilomètre optique selon des critères définis dans la norme en vigueur ISO 4288. En pratique trois d'entre eux sont couramment pris en compte dans le milieu industriel : Ra, Rt et Rz.

Le paramètre Ra représente la moyenne arithmétique des valeurs absolues des écarts, entre les pics et les creux de la surface. Il mesure la distance entre cette moyenne et une ligne médiane définie de telle sorte que l'aire des pics, intégrée sur une longueur géométrique donnée, soit égale à celle des creux.

Le paramètre Rt représente la distance entre le plus haut sommet d'un pic et le fond le plus bas d'un creux sur la longueur d'évaluation (longueur mesurée utilisée pour le calcul des paramètres de rugosité. Elle est définie dans la norme ISO 4288).

Le paramètre Rz représente la distance entre le plus haut sommet d'un pic et le fond le plus bas d'un creux sur la longueur de base (la longueur de base est égale à un sous multiple de la longueur d'évaluation. Elle est définie dans la norme ISO 4288).

Ces trois paramètres sont insuffisants pour décrire la géométrie fine de la surface. Ils n'offrent qu'une description moyenne simplifiée de la réalité physique et donnent très peu d'informations sur la forme des irrégularités de la surface. En effet, une même valeur d'un paramètre de rugosité peut caractériser deux surfaces de profils différents et ceci a une influence sur les valeurs des angles de mouillage [Rup04].

De Jonghe et Chatain [DeJ90-1] et De Jonghe *et al.* [DeJ90-2] ont réalisé des expériences de mouillage avec différents métaux liquides purs sur de l'alumine avec différents degrés de rugosité aléatoire. Dans leurs expériences, la rugosité est caractérisée par le rapport des paramètres  $Ra/\lambda_a$  (où  $\lambda_a$  est la longueur d'onde moyenne entre les aspérités de la surface) qui est une mesure moyenne de la pente des défauts de la surface. Ces expériences ont permis de mettre en évidence l'apparition du mouillage composite au-delà d'un certain seuil de rugosité, mais ne permettent pas de connaître le rôle des "détails" des défauts de la surface.

Ainsi, pour une surface à rugosité aléatoire, il est difficile de prédire l'existence d'une interface composite et de connaître la proportion d'interface liquide-vapeur sous le liquide puisque les paramètres de rugosité mesurés ne décrivent pas la géométrie de la surface réelle. D'après les discussions précédentes dans le cas de surfaces modèles constituées de trous coniques et les expériences de De Jonghe et Chatain [DeJ90-1] et De Jonghe *et al.* [DeJ90-2], un des paramètres important de rugosité est la pente des aspérités de la surface en tout point.

#### **I.2.4. Caractérisation d'une interface composite par mesure de l'hystérésis de mouillage**

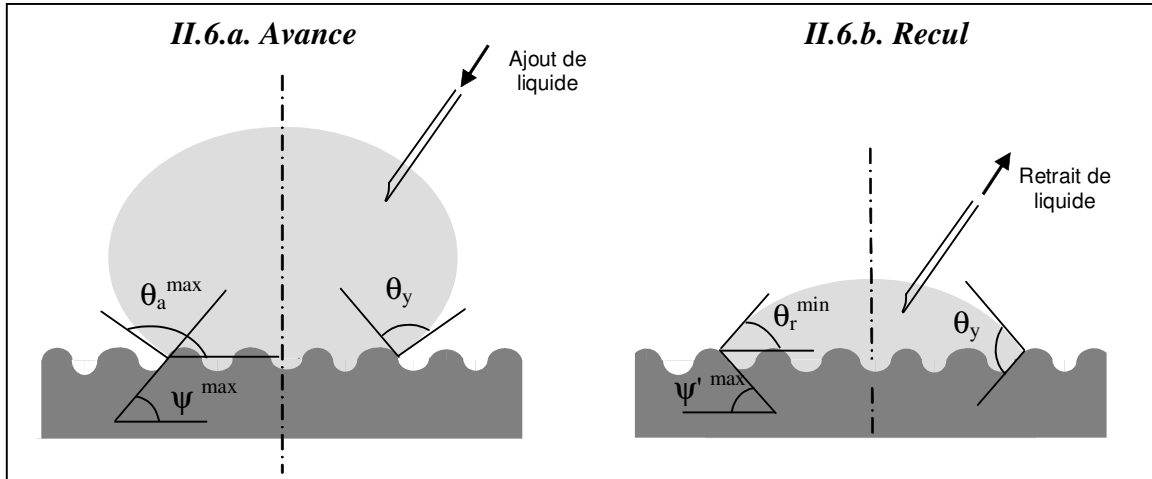
Dans ce paragraphe nous présentons une méthode permettant de caractériser une interface composite par la mesure de l'hystérésis de mouillage.

##### ***a) Définition de l'hystérésis de mouillage***

Lorsque l'on dépose une goutte sur une surface qui n'est pas parfaitement lisse et présente des aspérités ou des hétérogénéités, l'angle de contact mesuré est fonction de la manière dont le liquide a été déposé sur la surface. En effet, les défauts peuvent ancrer la ligne triple sur la surface ou au contraire favoriser son déplacement. Ce phénomène est dû au fait qu'à l'échelle de chaque défaut, l'angle local est égal à l'angle de Young. L'ancrage produit une augmentation de la longueur de la ligne triple et donc de l'aire de la surface du liquide ce qui augmente l'énergie de la goutte.



Shuttleworth et Bailey [Shu48] ont suggéré l'existence de deux valeurs possibles de l'angle de contact dans le cas d'une surface constituée de sillons parallèles à la ligne triple, et de pentes maximales  $\psi^{\max}$  et  $\psi'^{\max}$  suivant l'avance ou le recul du liquide sur la surface (figure I.6). Ils supposent que le liquide se déplace perpendiculairement aux sillons et épouse toutes les irrégularités de la surface du solide.



**Figure I.6 :** Positions du liquide en avance et en recul

Un angle d'avance  $\theta_a$  (figure I.6.a) serait obtenu lorsque l'on fait avancer le liquide sur la surface (par exemple en ajoutant du liquide à la goutte avec un capillaire), et un angle de recul  $\theta_r$  (figure I.6.b) serait obtenu lorsque l'on fait reculer le liquide sur la surface (par exemple en retirant du liquide à la goutte avec un capillaire). Les deux angles  $\theta_a$  et  $\theta_r$  ont pour expression :

$$\theta_a = \theta_y + \psi^{\max} \quad (\text{I.11})$$

$$\theta_r = \theta_y - \psi'^{\max} \quad (\text{I.12})$$

$$\text{avec } \theta_r < \theta_y < \theta_a \quad (\text{I.13})$$

La différence entre les angles d'avance et de recul est appelée **hystérésis de mouillage** et caractérise la rugosité de la surface.

En pratique, l'angle de mouillage augmente jusqu'à une valeur maximale (angle d'avance maximum :  $\theta_a^{\max}$ ) au-delà de laquelle la ligne triple avance sur la surface. À l'inverse, l'angle de mouillage diminue jusqu'à une valeur minimale (angle de recul minimum :  $\theta_r^{\min}$ ) au-delà de laquelle la ligne triple recule sur la surface. L'angle de mouillage peut donc prendre toutes les valeurs possibles, comprises entre  $\theta_r^{\min}$  et  $\theta_a^{\max}$ . Ces deux valeurs

permettent de définir un hystérésis maximum reproductible. Pour caractériser l'effet de la rugosité d'une surface sur son mouillage par un liquide, il est donc préférable de mesurer ces deux angles extrêmes.

Il est à noter que les angles d'avance et de recul mesurés sur une surface rugueuse encadrent l'angle d'équilibre apparent mesuré sur cette même surface. Cet angle d'équilibre apparent est :

- l'angle  $\theta_{\text{apparent}}^{\text{composite}}$  dans le cas du mouillage composite (équation I.2),

- l'angle  $\theta_{\text{apparent}}^{\text{non composite}}$  dans le cas du mouillage non composite.

L'angle d'équilibre apparent  $\theta_{\text{apparent}}^{\text{non composite}}$  dans le cas du mouillage non composite a été défini par Wenzel en 1936 [Wen36]. Il a pour expression :

$$\cos\theta_{\text{apparent}}^{\text{non composite}} = \cos\theta_w = r \cos\theta_y \quad (\text{I.14})$$

Le terme  $r$  dans l'équation I.14 représente le rapport entre l'aire réelle de la surface rugueuse et l'aire géométrique ( $r > 1$ ).

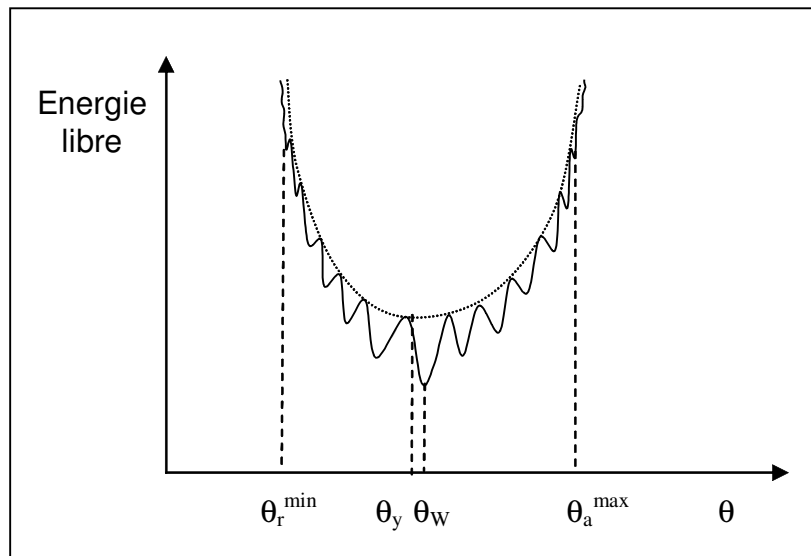
### ***b) Etude thermodynamique de l'hystérésis de mouillage***

Une étude thermodynamique conduite par Good [Goo52] a montré l'existence de plusieurs états métastables séparés par des barrières d'énergie. Dans son étude, Good détermine la variation d'énergie libre d'une goutte posée au centre d'une surface rugueuse constituée de sillons concentriques.

Johnson et Dettre [Joh64] ont repris l'étude de Good en considérant une goutte de liquide posée sur une surface rugueuse constituée de sillons concentriques dont le profil est sinusoïdal. Ils ont établi pour ce système les positions métastables caractérisées par des angles apparents et les barrières d'énergie qui existent entre ces états métastables.

La courbe schématique de la figure I.7 représente l'évolution de l'énergie libre d'une goutte posée sur une surface rugueuse en fonction de l'angle de contact apparent, dans le cas d'un système non mouillant lorsque le liquide épouse toutes les irrégularités de la surface du solide. La courbe présente un certain nombre de minima locaux qui correspondent à des

valeurs d'angles métastables. La hauteur des barrières d'énergie est maximale autour de l'angle  $\theta_w$  (équation I.14) et diminue lorsque l'on se rapproche des angles d'avance maximum et de recul minimum. Le minimum de "l'enveloppe" de la courbe correspond à l'angle de Young et le minimum minimum de la courbe correspond à l'angle  $\theta_w$ .



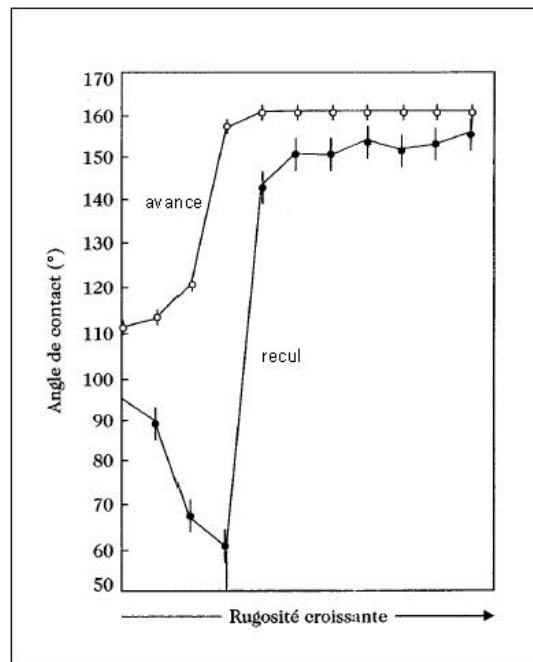
**Figure I.7 :** Courbe schématique de l'énergie libre d'une goutte posée sur une surface rugueuse en fonction de l'angle apparent (pour  $\theta_y > 90^\circ$ ) (d'après [DeJ90-2])

Les valeurs des angles d'avance et de recul mesurés dépendent de la vitesse de déplacement de la ligne triple [Cha84]. La hauteur des barrières d'énergie étant très faible pour les angles  $\theta_r^{\min}$  et  $\theta_a^{\max}$ , le déplacement de la ligne triple doit être suffisamment lent pour pouvoir les mesurer.

### c) Evolution de l'hystérésis de mouillage en fonction de la rugosité de la surface

Des expériences ont montré que la valeur de l'hystérésis dépend de la direction d'observation de la ligne triple et de la texture de la surface [Oli80, Nak98, Bic99, Yos02].

Dans le cas d'un système non mouillant, la première expérience étudiant l'effet de la rugosité a été réalisée en 1964 par Dettre et Johnson [Det64]. Ces derniers ont mesuré les angles d'avance et de recul d'une goutte d'eau posée sur une surface de cire initialement rugueuse. Des recuits successifs de la surface ont permis d'en diminuer la rugosité. La figure I.8 montre l'évolution des angles de contact, et donc de l'hystérésis de mouillage maximum, en fonction du paramètre qualitatif de rugosité.

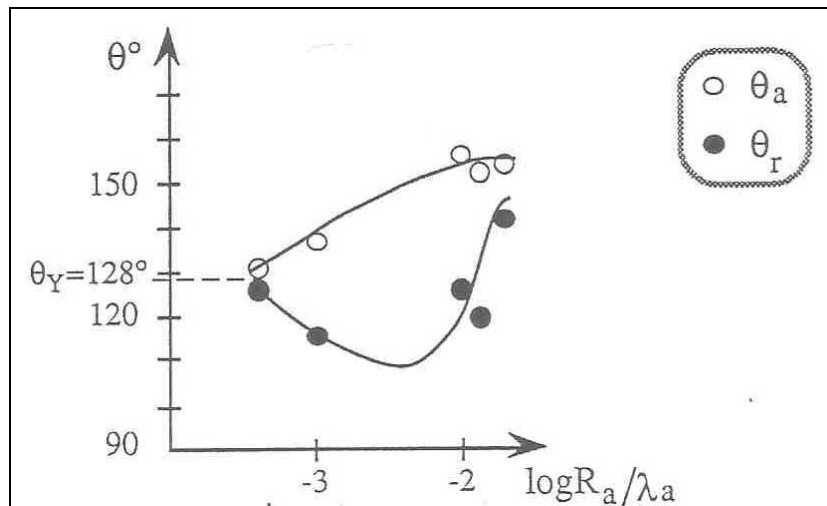


**Figure I.8 :** Evolution des angles d'avance et de recul en fonction du paramètre de rugosité de la surface (d'après [Det64])

Il apparaît deux régions sur la figure I.8 :

- une région (partie gauche de la figure) dans laquelle l'hystérésis augmente avec la rugosité. L'angle d'avance augmente et l'angle de recul diminue. Ceci est caractéristique de la présence d'une interface liquide-solide totale (le liquide épouse toutes les irrégularités de la surface du solide). L'interface n'est pas composite,
- une région (partie droite de la figure) dans laquelle l'hystérésis est faible et les angles d'avance et de recul sont **supérieurs** à l'angle de Young. Ceci est caractéristique de la présence d'une interface composite : une partie de l'interface liquide-solide est remplacée par une interface liquide-vapeur. Dans la région de la transition, l'angle de recul diminue car l'interface devient composite.

D'autres expériences de mouillage concernant l'évolution de l'hystérésis en fonction de la rugosité de la surface donnent des allures de courbes similaires à celle décrite par Dettre et Johnson comme le montrent les travaux de De Jonghe et Chatain [DeJ90-1] illustrés sur la figure I.9.



**Figure I.9:** Evolution des angles d'avance et de recul en fonction de la rugosité de la surface dans le cas du mouillage de l'alumine par de l'étain [DeJ90-1]

La figure I.9 montre clairement qu'il n'est pas nécessaire que les angles d'avance et de recul soient supérieurs à l'angle de Young pour observer une interface composite. La transition vers le mouillage composite sur une surface rugueuse n'est pas discontinue.

En résumé, lorsque les angles d'avance et de recul sont supérieurs à l'angle de Young l'interface est composite. Par contre, si l'angle de recul est très proche ou inférieur à l'angle de Young, nous ne pouvons pas affirmer que l'interface est composite. Pour le vérifier, il faut réaliser des expériences dans lesquelles la rugosité varie de manière à obtenir des courbes du même type que les courbes des figures I.8 et I.9. La nature de l'interface pourra être déterminée à partir des courbes pour une valeur de rugosité donnée. Dans le cas de notre étude où la goutte est solide à température ambiante (goutte de plomb), il est aussi possible de vérifier la présence d'une interface composite par observation ex-situ au microscope électronique à balayage.

### I.3. METHODES ET DISPOSITIF EXPERIMENTAUX

Pour mesurer les angles d'avance maximum et de recul minimum, et en déduire l'hystérésis maximum de l'angle de contact, plusieurs techniques expérimentales existent comme la méthode d'immersion-émersion [Cha84, DeJ90-2], la méthode de la seringue [Det64, Öne00] et la méthode du pont liquide [DeJ95, Les02].

Pour effectuer les expériences de mouillage et ultrasonores, les substrats modèles que nous utilisons sont plans, rugueux sur une face, et poli miroir ( $Ra \approx 0,8$  nm) sur l'autre face.

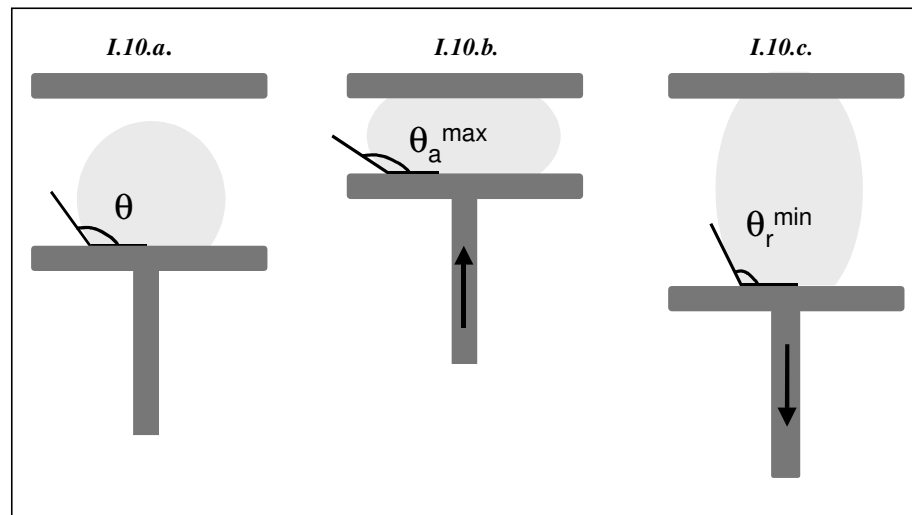
La méthode d'immersion-émersion consiste comme son nom l'indique à immerger partiellement un solide dans un liquide. Cette technique nécessite un dispositif complexe comprenant une microbalance électronique permettant d'enregistrer les variations de la force verticale à laquelle le solide immergé est soumis. Cette force dépend du périmètre de la section horizontale du solide. Pour des raisons pratiques, le solide immergé doit avoir un état de surface identique sur toutes ses faces immergées. Cette méthode n'est donc pas adaptée à l'utilisation de nos substrats modèles.

La méthode de la seringue consiste à augmenter ou à diminuer le volume d'une goutte posée sur une surface à l'aide d'un capillaire jusqu'à ce que la ligne triple se déplace sur la surface. Cette méthode difficile à mettre en œuvre avec des métaux liquides n'a pas été utilisée pour notre étude.

La méthode du pont liquide quant à elle, s'utilise avec des substrats plans et permet l'utilisation des métaux liquides [DeJ95]. Nous avons donc choisi cette méthode pour mesurer l'hystérésis de mouillage.

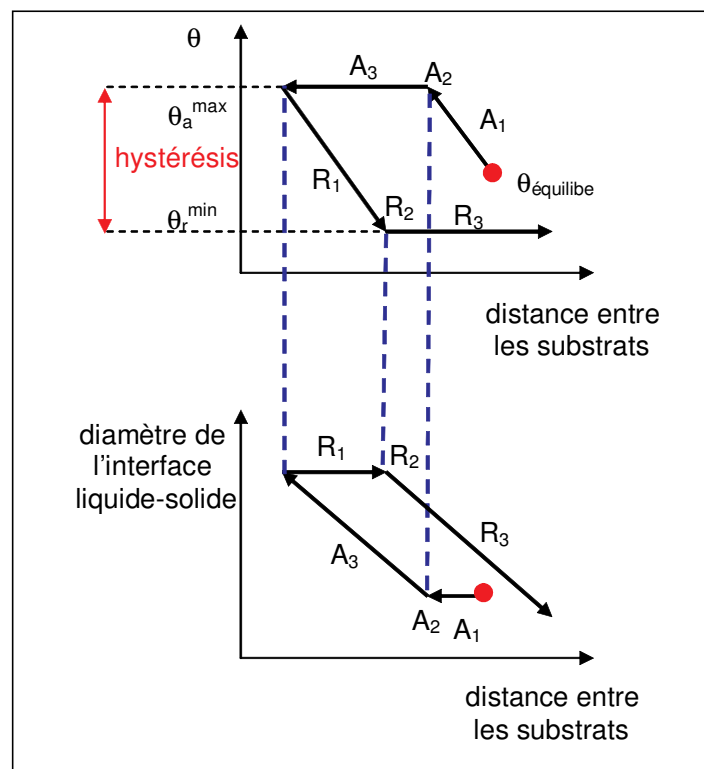
### **I.3.1. Méthode du pont liquide**

La méthode du pont liquide s'utilise avec deux substrats identiques et parallèles disposés l'un au-dessus de l'autre tête-bêche. Une goutte de liquide est déposée sur le substrat inférieur et présente un angle de contact,  $\theta$  (Figure I.10.a). L'ensemble substrat-goutte est déplacé verticalement à vitesse constante vers l'autre substrat. Dès la mise en contact de la goutte et du substrat supérieur, un pont liquide se forme et présente deux angles de contact (un angle sur le substrat supérieur et un angle sur le substrat inférieur). Le pont liquide est ensuite comprimé à vitesse constante (figure I.10.b) pour pouvoir mesurer l'angle d'avance maximum  $\theta_a^{\max}$  (figure I.10.b), puis étiré pour pouvoir mesurer l'angle de recul minimum  $\theta_r^{\min}$  (figure I.10.c).



**Figure I.10:** Schéma du principe du pont liquide (d'après [DeJ95])

Les variations idéales des angles de contact et des diamètres des interfaces liquide-solide correspondant, en fonction de la distance entre les substrats sont schématisées sur la figure I.11. Dès la formation du pont liquide, l'angle de contact est égal à l'angle d'équilibre quel que soit le substrat (supérieur ou inférieur). Si l'interface n'est pas composite, cet angle est égal à l'angle de Wenzel ( $\theta_W$  ou  $\theta^{\text{non composite apparent}}$  défini dans l'équation I.14). Si l'interface est composite, il est égal à l'angle de Cassie et Baxter ( $\theta_{CB}$  ou  $\theta^{\text{composite apparent}}$  défini dans l'équation I.2).



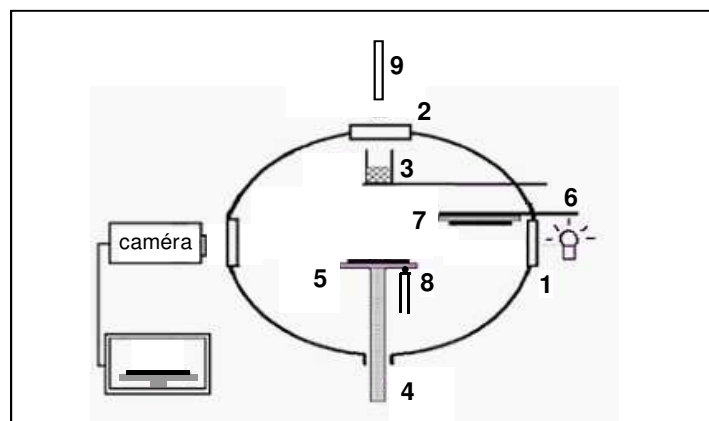
**Figure I.11 :** Schéma des variations des angles de contact et des diamètres des interfaces liquide-solide en fonction de la distance entre les substrats

Au début de la compression, le diamètre de l'interface liquide-solide reste constant (A1) (les lignes triples ne bougent pas) tandis que l'angle de contact augmente (A1) jusqu'à atteindre une valeur maximum,  $\theta_a^{\max}$  (A2). Lorsque cette valeur est atteinte, l'angle de contact est constant (A3) pendant que le diamètre de l'interface liquide-solide augmente (A3) (les lignes triples avancent). Nous mesurons l'angle d'avance maximum  $\theta_a^{\max}$  lorsque les deux diamètres des interfaces liquide-solide sur les substrats supérieur et inférieur sont égaux et les lignes triples avancent simultanément (mais à vitesse presque nulle).

Ensuite le pont liquide est étiré à la même vitesse et la surface du liquide se déforme. Le diamètre de l'interface liquide-solide est constant (R1) tandis que l'angle de contact diminue jusqu'à atteindre une valeur minimum :  $\theta_r^{\min}$  (R2). L'angle de contact est ensuite constant (R3) pendant que le diamètre de l'interface liquide-solide diminue (R3) (les lignes triples reculent). Nous mesurons l'angle de recul minimum  $\theta_r^{\min}$  lorsque les diamètres des interfaces liquide-solide sur les substrats supérieur et inférieur sont égaux et les lignes triples reculent simultanément.

### I.3.2. Dispositif expérimental

Les expériences de pont liquide ont été effectuées au CRMCN dans une enceinte ultravide (figure I.12) afin de s'affranchir des problèmes d'oxydation des métaux liquides. Le vide est obtenu à l'aide d'un système de pompe à palettes, turbomoléculaire et ionique ce qui permet de travailler sous une pression résiduelle de  $10^{-5}$ - $10^{-6}$  Pa.



**Figure I.12:** Schéma de l'enceinte ultravide pour les expériences de mouillage (1-2: hublots, 3: creuset de plomb, 4: axe de translation, 5: élément chauffant et substrat inférieurs, 6: axe de translation, 7: élément chauffant et substrat supérieurs, 8: thermocouple, 9: pyromètre)

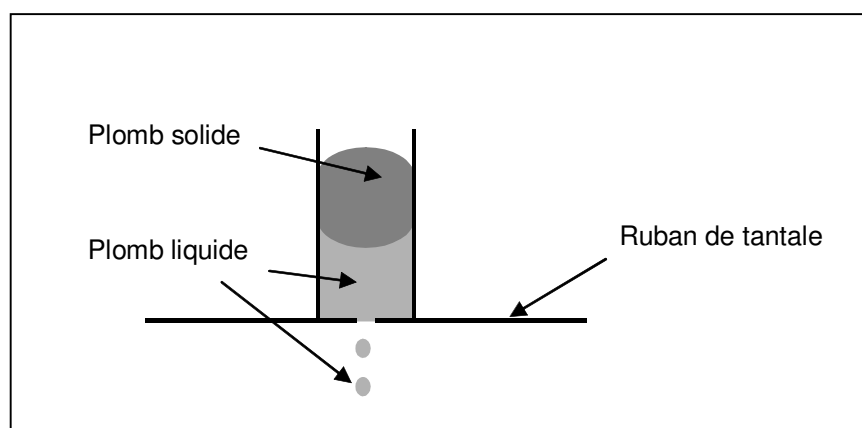


L'enceinte est pourvue de trois hublots : deux verticaux (1) alignés dans un axe optique, et un horizontal (2), qui permettent l'observation des expériences de mouillage. Elle est équipée de plusieurs manipulateurs ultravides permettant le mouvement des éléments internes. Ces éléments sont :

- le creuset de plomb (3) (translation horizontale) contenant le plomb qui sera déposé sur les substrats,
- l'axe de translation (4) (translation-rotation) supportant l'élément chauffant et le substrat inférieurs (5),
- l'axe de translation (6) (translation horizontale) supportant l'élément chauffant et le substrat supérieurs (7).

Deux dispositifs permettent de mesurer la température des substrats : un thermocouple (8), disposé sous l'élément chauffant inférieur, et un pyromètre (9) fixé au niveau du hublot horizontal.

Le système de formation in-situ d'une goutte de plomb exempt de couche d'oxyde a été mis au point par Chatain et Métois [Cha93]. Il consiste en un creuset de molybdène rempli de plomb de forme cylindrique, de 12 mm diamètre interne, et de 17 mm de hauteur. Sa base est percée d'un trou d'environ 0,4 mm et est soudée par points à un ruban de tantale de dimensions : 50 x 13 x 0,25 mm (figure I.13). Ce ruban, connecté à deux arrivées de courant, sert d'élément chauffant du creuset par effet joule.



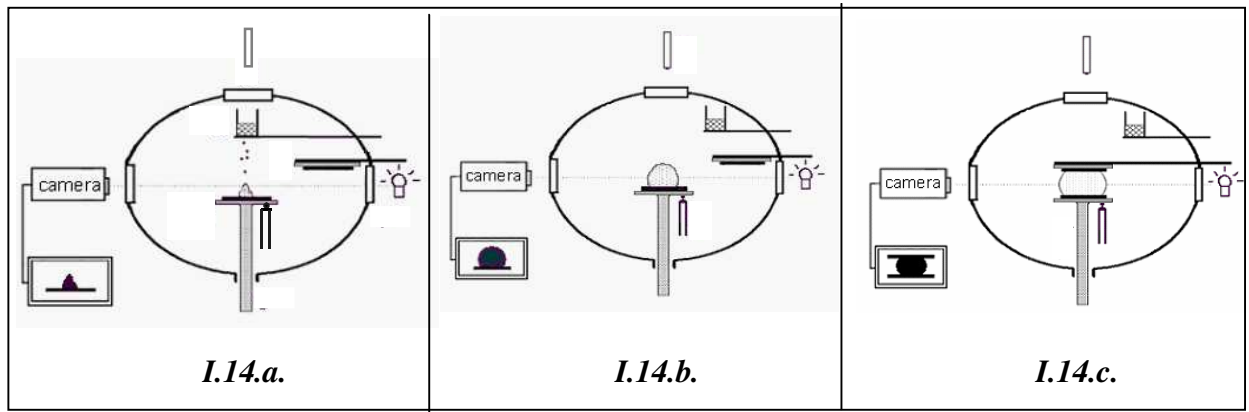
**Figure I.13 :** Schéma du creuset de plomb

Au passage d'un courant continu d'environ 10 A sous 24 V, le ruban de tantale chauffe, et par conduction, fait fondre par le bas le plomb situé dans le creuset. Le plomb se dilate en devenant localement liquide et sort sous forme de gouttelettes par le fond du creuset

(figure I.13). Cette “éjection” a lieu tant qu’il reste une fraction suffisante de solide pour boucher le haut du creuset et maintenir la pression. Ce système permet :

- de percer la couche d’oxyde présente à la surface du plomb au fond du creuset et d’extraire du plomb “propre”,
- de former des gouttes de plomb pur qui en tombant sur le substrat inférieur se solidifient (figure I.14.a).

Il est à noter que dans le cas de métaux présentant une réduction de volume à la fusion, comme le gallium et le bismuth, le système de creuset décrit pour le plomb ne peut pas être utilisé comme technique de dépôt de gouttes. Il faut donc envisager l’utilisation d’une seringue dotée d’un piston pour expulser le liquide une fois fondu.



**Figure I.14:** Schéma de l’enceinte ultravide pour les expériences de mouillage en configurations différentes: **I.14.a** : Formation de la goutte, **I.14.b** : Goutte posée, **I.14.c** : Pont liquide

Les éléments sur lesquels sont fixés les substrats sont chauffés jusqu’au point de fusion du plomb (600K). A cette température, les petites gouttelettes de plomb forment une goutte (volume de l’ordre de quelques dizaines de  $\text{mm}^3$ ) (figure I.14.b). Les éléments chauffants sont connectés en série, et leur température est mesurée au cours du temps, à l’aide d’un thermocouple pour l’élément inférieur, et d’un pyromètre pour l’élément supérieur.

Le pont liquide est formé en déplaçant l’ensemble substrat inférieur - goutte pour mettre en contact la goutte avec le substrat supérieur (figure I.14.c).

### I.3.3. Méthodes de traitement des images et de calcul des angles de contact

Chaque séquence de pont liquide est filmée grâce à une caméra CCD équipée d'un capteur 512 x 512 pixels et d'un objectif photographique zoom 70 - 210 mm. Cette caméra est reliée à un moniteur vidéo, à un ordinateur et à un magnétoscope. Les images obtenues à l'écran de l'ordinateur sont telles que un pixel représente environ 10  $\mu\text{m}$ .

Les substrats sont très légèrement inclinés faisant un angle "aigu" entre eux (environ  $1^\circ$ ), ouvert vers la caméra afin de voir le reflet de la goutte sur les substrats. Ceci permet de déterminer les points de rebroussement correspondant au lieu des lignes triples (supérieure et inférieure) où les angles de contact doivent être mesurés (figure I.15.a).

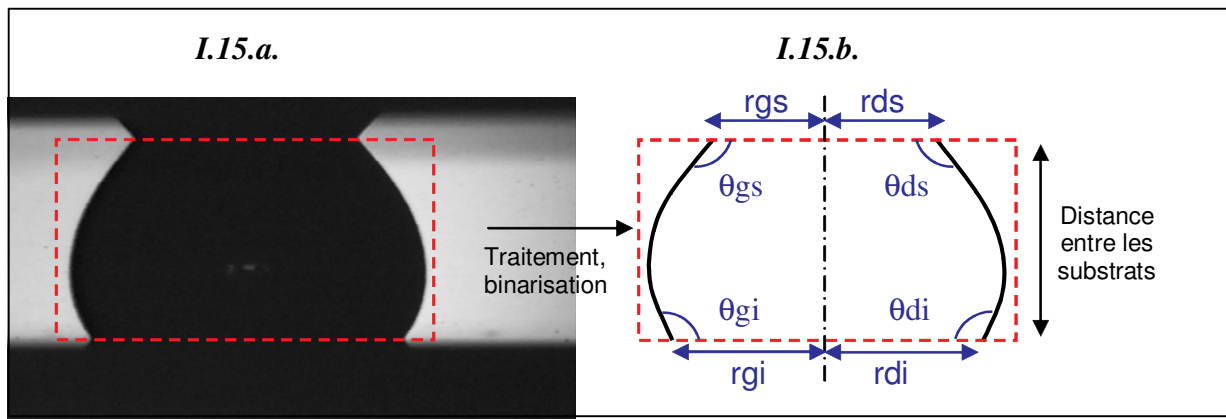
Les images des séquences de pont liquide sont sélectionnées à intervalles de temps réguliers (100 images environ pour une séquence) et enregistrées sur l'ordinateur à l'aide du logiciel NIH Image [NIH].

Chaque image est ensuite traitée avec un programme que nous avons mis au point en utilisant une succession de "macros" du logiciel NIH Image. Les étapes de traitement sont les suivantes :

- définition des contours du pont liquide (limités par les points de rebroussement sur les substrats inférieur et supérieur) (figure I.15.a),
- binarisation de l'image (figure I.15.b),
- acquisition et écriture des coordonnées des points du contour du pont liquide dans un fichier.

Les fichiers contenant les coordonnées des points du contour du pont liquide sont utilisés par un autre programme mis au point par nos soins qui permet de déterminer l'équation du contour du pont liquide et de calculer :

- les quatre angles de mouillage (gauche supérieur ( $\theta_{gs}$ ), droit supérieur ( $\theta_{ds}$ ), gauche inférieur ( $\theta_{gi}$ ) et droit inférieur ( $\theta_{di}$ )) (figure I.15.b),
- les quatre rayons des interfaces liquide-solide (gauche supérieur ( $r_{gs}$ ), droit supérieur ( $r_{ds}$ ), gauche inférieur ( $r_{gi}$ ) et droit inférieur ( $r_{di}$ )) (figure I.15.b),
- la distance entre les substrats (figure I.15.b).



**Figure I.15 :** Schéma de traitement d'une image du pont liquide

Des tests ont montré qu'une fonction polynomiale du quatrième degré peut être utilisée pour lisser le contour du pont liquide. Les coefficients du polynôme sont calculés en excluant les deux premiers et les deux derniers points du contour du pont liquide, ceux-ci pouvant être flous sur l'image. En extrapolant la fonction aux ordonnées des points de rebroussement situés aux deux extrémités du contour du pont liquide, nous pouvons déterminer les abscisses de ces points et calculer les angles de contact.

Les courbes d'évolution des angles et des rayons des interfaces liquide-solide en fonction de la distance entre les substrats sont ensuite tracées afin de déterminer l'hystérésis de mouillage.

## I.4. ETUDE DU MOUILLAGE DU PLOMB SUR DES SUBSTRATS RUGUEUX MODELES

### I.4.1. Choix des substrats rugueux modèles

Les substrats rugueux modèles ont été choisis de manière à étudier l'influence du mouillage composite sur la propagation des ondes ultrasonores. Leur choix est inspiré des travaux d'Öner et McCarthy [Öne00] sur l'étude du mouillage de l'eau sur des substrats ultrahydrophobes comprenant un réseau hexagonal de plots de différentes formes et répartitions. Le dimensionnement est basé sur un calcul en considérant un trou cylindrique de dimension inférieure à la longueur capillaire du plomb. Selon l'équation I.4,  $l_c$  est égale à 2,06 mm ( $\rho = 10665 \text{ kg.m}^{-3}$  [Luc72],  $\gamma_{LV} = 445 \text{ mJ.m}^{-2}$  [Pas83]) à la température de fusion du plomb (600K).

### *a) Les substrats et leur méthode d'élaboration*

Les substrats rugueux utilisés pour les expériences de mouillage ont été fabriqués à partir de plaquettes de silicium monocristallin car les procédés de gravure du silicium sont bien maîtrisés dans le domaine de la micro-électronique. Les plaquettes de silicium utilisées (d'orientation [100]) ont un état de surface poli miroir ( $R_a \approx 0,8$  nm) sur les deux faces, et sont gravées sur une seule face. En raison de leur exposition à l'air, elles sont couvertes d'une fine couche d'oxyde natif  $\text{SiO}_2$ . Le système plomb liquide – silice est un système du type métal-oxyde non mouillant. L'angle de Young sur surface poli miroir a été mesuré avant et après des séquences de pont liquide réalisées pour trois tailles de goutte de plomb (de 10 à 49  $\text{mm}^3$ ). Cet angle a pour valeur :  $\theta_y = 115 \pm 3^\circ$  (moyenne réalisée sur 14 valeurs mesurées pour les trois tailles de goutte).

Les substrats rugueux modèles ont été élaborés par le Laboratoire d'Analyses et d'Architecture des Systèmes (LAAS) de Toulouse, par les techniques de photolithographie et de gravure par voie sèche : RIE (Reactive Ion Etching). Cette dernière technique permet de graver des trous profonds (jusqu'à une centaine de microns) et à parois verticales.

Deux masques photolithographiques constitués de motifs circulaires ont été utilisés pour élaborer les substrats. Nous avons choisi de disposer les motifs en réseau hexagonal dont la maille élémentaire est un triangle équilatéral. Une telle disposition permet d'avoir un déplacement de la ligne triple symétrique. Les répartitions des motifs souhaitées étaient de 50% pour un masque et 70% pour l'autre masque.

Nous avons choisi une taille de motifs de 32  $\mu\text{m}$  de diamètre ce qui permet d'obtenir une interface composite entre le plomb et la silice. En effet, si l'on considère un trou cylindrique de 32  $\mu\text{m}$  de diamètre, l'interface est composite tant que la hauteur de liquide (hauteur de la goutte pour les expériences de mouillage et profondeur d'immersion pour les expériences ultrasonores) est inférieure à la hauteur maximale  $h_{\text{max}}$  à partir de laquelle le liquide rentre dans le trou (cf équation I.7). Pour notre système, cette hauteur maximale  $h_{\text{max}}$  vaut 0,22 m.

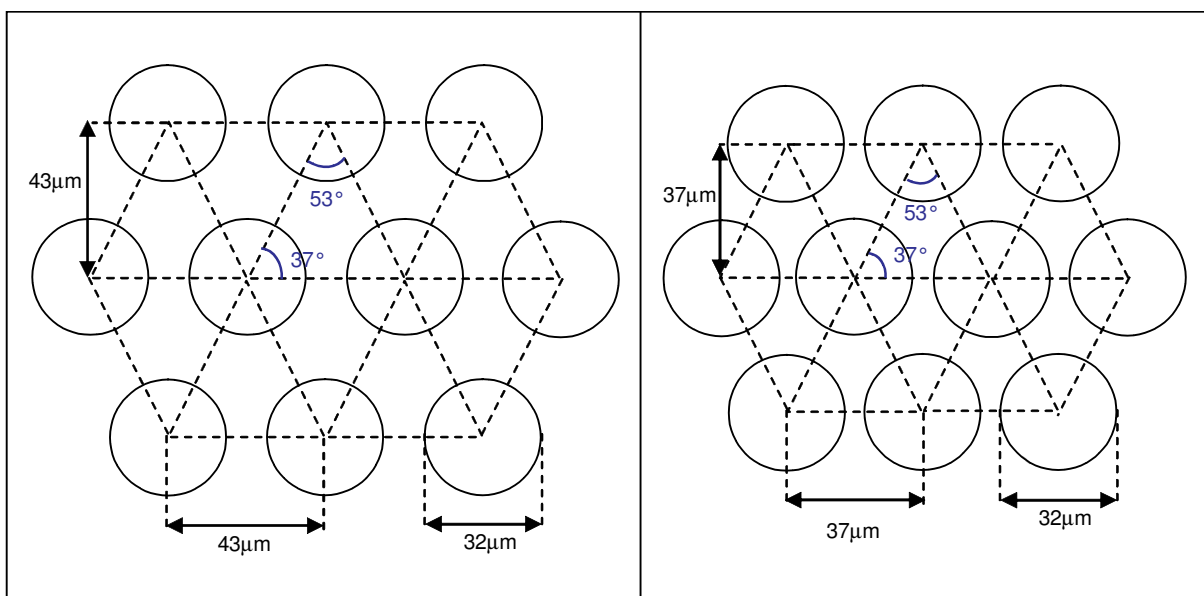
Pour les expériences de mouillage, la hauteur de la goutte est de l'ordre de la longueur capillaire du plomb (de 2 à 4 mm). Pour les expériences ultrasonores, la profondeur d'immersion des substrats dans le plomb-bismuth liquide (dont les propriétés de mouillage sont équivalentes à celles du plomb) est inférieure à 0,22 m.

Les motifs de  $32\ \mu\text{m}$  de diamètre ont été transposés sur les substrats par la technique de photolithographie. La technique RIE a ensuite été utilisée pour creuser les substrats à deux profondeurs différentes ( $3$  et  $30\ \mu\text{m}$ ) et former soit des plots (le substrat a été creusé à l'extérieur des motifs des masques) soit des trous (le substrat a été creusé dans les motifs des masques). Les plots et les trous formés ont permis d'étudier l'influence de la texture de la surface sur l'hystérésis de mouillage et la propagation des ondes ultrasonores.

### *b) Substrats réalisés*

Des analyses effectuées **après les expériences** de pont liquide ont révélé une erreur dans la conception des masques, et donc des substrats. La maille du réseau élémentaire des masques est un triangle isocèle et non un triangle équilatéral. Le déplacement de la ligne triple sur la surface n'est donc pas symétrique.

Les répartitions des motifs des deux masques photolithographiques M1 et M2 réalisés sont présentées sur les figures I.16 et I.17.



**Figure I.16 :** Schéma des motifs du masque M1

**Figure I.17 :** Schéma des motifs du masque M2

Pour désigner les différents substrats étudiés, nous adoptons la notation suivante : la première partie de la notation indique le masque utilisé pour élaborer les substrats (M1 ou M2). Elle est suivie par une lettre qui indique le relief des défauts circulaires (plot : P ou trou : T), puis d'un nombre qui indique la profondeur de gravure du substrat ( $3$  ou  $30$ ). La dernière partie de la notation représente la fraction de surface solide.

Les caractéristiques des substrats élaborés sont présentées dans le tableau I.1. Les fractions de surface solide ont été calculées d'après des mesures faites au microscope électronique à balayage (cf Annexe).

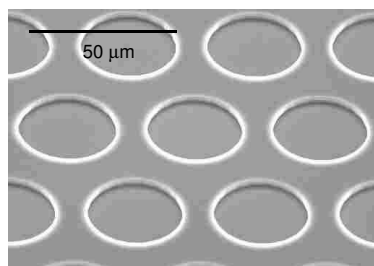
Noms des substrats	Composition des substrats	Fraction de surface solide ( $\tau$ )
M1T3_56	44% de trous de 3 $\mu$ m de profondeur	56 $\pm$ 2%
M1T30_56	44% de trous de 30 $\mu$ m de profondeur	56 $\pm$ 2%
M2T3_40	60% de trous de 3 $\mu$ m de profondeur	40 $\pm$ 5%
M2T30_38	62% de trous de 30 $\mu$ m de profondeur	38 $\pm$ 5%
M2P3_53	53% de plots de 3 $\mu$ m de hauteur	53 $\pm$ 4%
M2P30_53	53% de plots de 30 $\mu$ m de hauteur	53 $\pm$ 4%
M1P3_39	39% de plots de 3 $\mu$ m de hauteur	39 $\pm$ 2%
M1P30_38	38% de plots de 30 $\mu$ m de hauteur	38 $\pm$ 4%

**Tableau I.1 :** Description des substrats étudiés

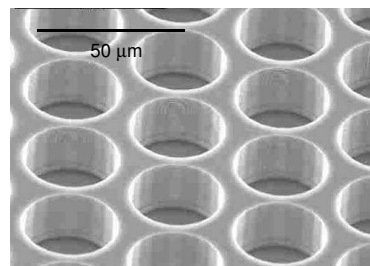
Il est à noter que :

- les substrats comprenant des trous à partir du masque M1 présentent des fractions de surface solide identiques (aux erreurs de mesure près) aux substrats comprenant des plots à partir du masque M2,
- les substrats comprenant des plots à partir du masque M1 présentent des fractions de surface solide identiques (aux erreurs de mesure près) aux substrats comprenant des trous à partir du masque M2.

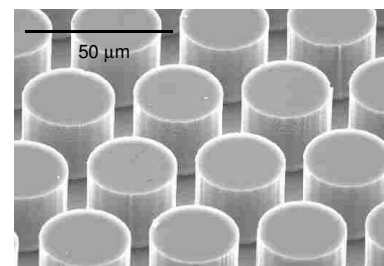
Les images des substrats M1T3\_56, M2T30\_38 et M1P30\_38 prises au microscope électronique à balayage (MEB) avec un angle d'inclinaison de 30° sont présentées respectivement sur les figures I.18, I.19 et I.20.



**Figure I.18 :** M1T3\_56



**Figure I.19 :** M2T30\_38



**Figure I.20 :** M1P30\_38

### ***c) Impact de la géométrie du réseau sur la mesure des angles de contact***

Les mesures des angles de contact sont effectuées dans une seule direction d'observation (perpendiculaire à un seul diamètre équatorial si le pont liquide est supposé axi-symétrique). Les "défauts" de la surface étant discontinus, il existe une variation des angles de contact suivant la direction d'observation de la ligne triple. De plus, selon la dissymétrie de la ligne triple (que nous ne savons pas estimer), les angles de contact mesurés ne correspondent pas toujours aux angles dans le plan perpendiculaire à la direction d'observation.

Pour minimiser les erreurs, nous avons choisi de mesurer les angles d'avance maximum en fin d'écrasement de la goutte, et les angles de recul minimum au début de l'étirement de la goutte. A ces stades, la longueur de la ligne triple est très grande devant la distance entre les motifs et nous pouvons supposer que sa forme est relativement circulaire. En effet, en fin d'écrasement et au début de l'étirement de la goutte, le diamètre des interfaces liquide-solide est de 5 à 7 mm environ pour les tailles de gouttes étudiées. La longueur de la ligne triple est donc de 16 à 22 mm environ, ce qui est très grand devant la taille des motifs et la distance entre les motifs.

## **I.4.2. Résultats et discussion**

Des expériences de pont liquide ont été effectuées au CRMCN sur les substrats M2T30\_38, M1T30\_56, M1T3\_56, M2P30\_53, M1P30\_38 et M1P3\_39 à une température proche de 620K (environ 20K supérieure au point de fusion du plomb). Les substrats ont été nettoyés par ultrasons dans de l'acétone puis de l'alcool avant d'être introduits dans l'enceinte ultravide.

Sur chaque substrat, les angles de contact, les rayons des interfaces liquide-solide et la distance entre les substrats ont été mesurés. Nous ne détaillons ici que les résultats des expériences réalisées à l'aide des substrats M1P30\_38 et M2T30\_38 présentant la même fraction de surface solide (38%).

### ***a) Substrat comprenant 38% de plots de 30 microns de hauteur (M1P30\_38)***

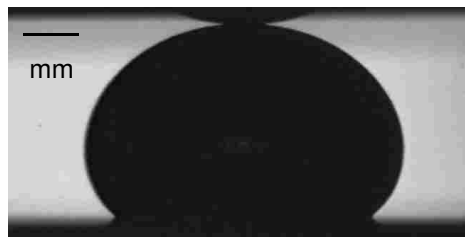
Pour effectuer les expériences de pont liquide, nous avons testé deux vitesses de déplacement du substrat inférieur : 0,065 mm/min et 0,13 mm/min. Les deux vitesses testées



donnent des résultats similaires et permettent d'obtenir un déplacement de la ligne triple suffisamment lent pour pouvoir mesurer les angles souhaités.

Trois tailles de gouttes de plomb de 14, 35 et 54 mm<sup>3</sup> ont été déposées sur le substrat M1P30\_38 et deux séquences de pont liquide ont été réalisées pour chaque taille de goutte. La vitesse de déplacement du substrat inférieur était de 0,13 mm/min et les images du pont liquide ont été enregistrées toutes les 50 secondes.

Lorsque la goutte de plomb entre en contact avec le substrat supérieur, le liquide devrait former l'angle de Cassie-Baxter  $\theta_{\text{apparent}}^{\text{composite}}$  (cf équation I.2). Pour atteindre cet angle, la ligne triple doit pouvoir s'étaler sur la surface solide et donc "sauter" vers les plots voisins. Le contact du liquide sur le substrat supérieur se faisant à vitesse pratiquement nulle, la ligne triple n'a pas d'énergie cinétique lui permettant de "sauter" vers les plots voisins et s'étaler sur la surface. Les angles de contact sont proches de l'angle sur la surface continue (à mouillage nul :  $\theta = 180^\circ$ ) et le diamètre de l'interface liquide-solide est faible (figure I.21).



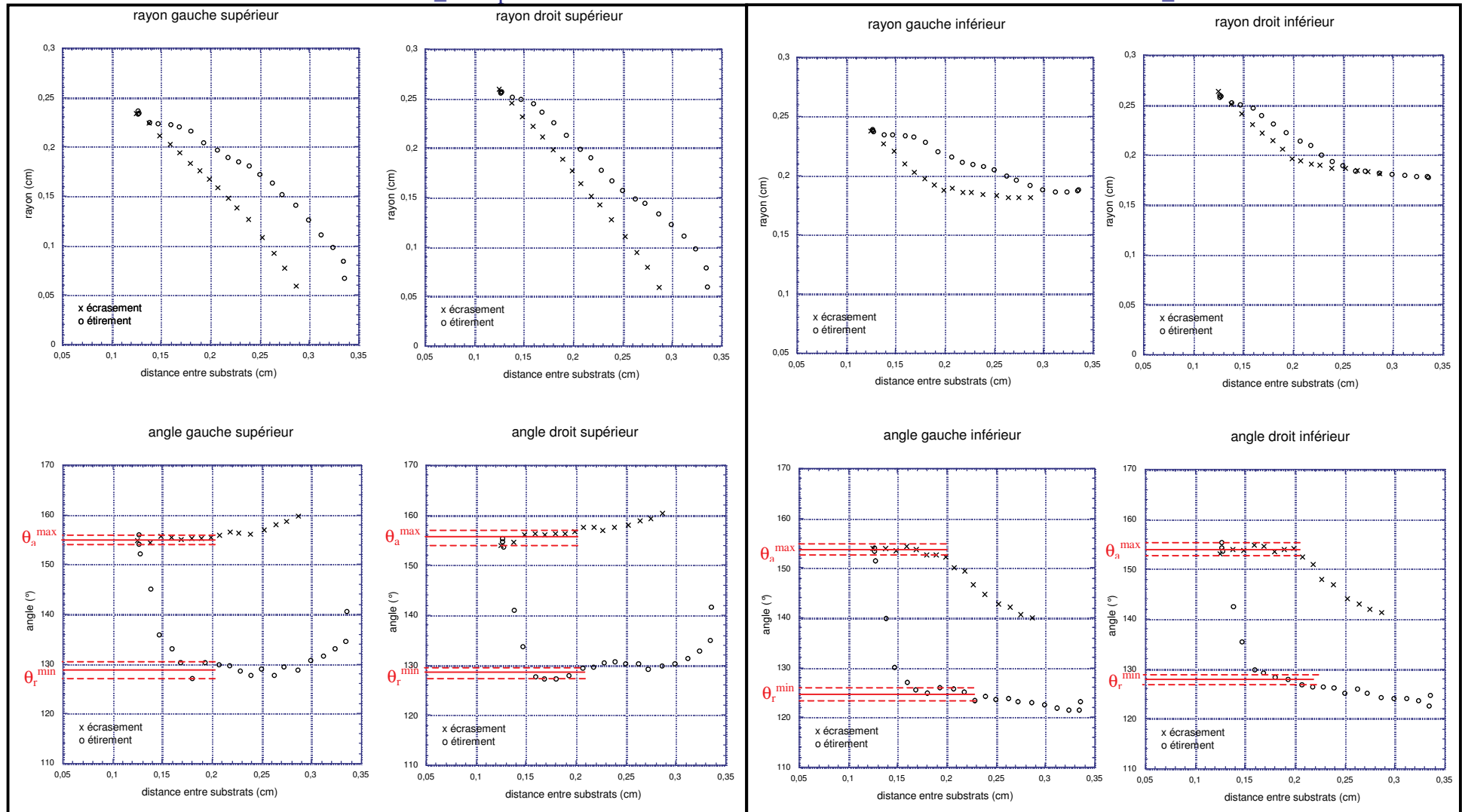
**Figure I.21 :** Image de la goutte de plomb dès la formation du pont liquide pour les substrats M1P30\_38

Les valeurs des rayons des interfaces liquide-solide et des angles de contact en fonction de la distance entre les substrats ont été mesurées pour chaque séquence. Nous avons choisi de ne présenter que les résultats obtenus pour une taille de goutte de plomb de 35 mm<sup>3</sup> (figure I.22).

D'après les graphiques de la figure I.22, l'évolution des rayons des interfaces liquide-solide et des angles de contact correspondants est cohérente et correspond globalement aux variations attendues, schématisées sur la figure I.11. Compte tenu de la fréquence d'enregistrement des images, le déplacement de la ligne triple apparaît continu lors de l'avance et du recul bien que la surface solide soit discontinue. S'il y a un effet d'ancrage de la ligne triple sur les plots, il n'est pas observé. Une des raisons pourrait être que l'espace

Substrat M1P30\_38 supérieur

Substrat M1P30\_38 inférieur



**Figure I.22** : Evolution des angles et des rayons des interfaces liquide-solide en fonction de la distance entre les substrats pour les substrats M1P30\_38

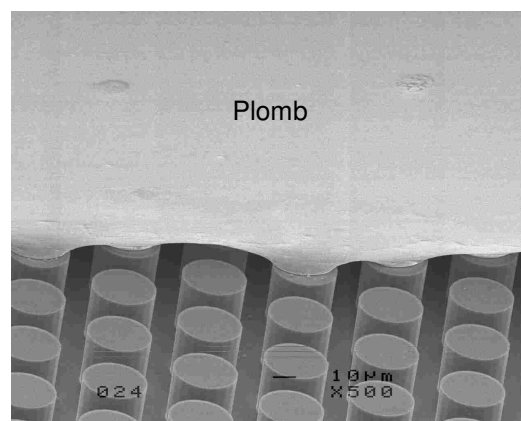
entre les plots est très faible devant la taille de la goutte. La ligne triple passe donc facilement d'un plot à l'autre lors de son avance et son recul sur la surface.

Les quatre valeurs des angles d'avance maximum et de recul minimum ainsi que l'hystérésis mesurés sur les graphiques de la figure I.22 sont présentées sur le tableau I.2.

	Angle d'avance maximum $\theta_a^{\max}$ (°)	Angle de recul minimum $\theta_r^{\min}$ (°)	Hystérésis (°)
Angle gauche supérieur	$155 \pm 1^\circ$	$129 \pm 2^\circ$	$26 \pm 3^\circ$
Angle droit supérieur	$156 \pm 2^\circ$	$129 \pm 1^\circ$	$27 \pm 3^\circ$
Angle gauche inférieur	$154 \pm 2^\circ$	$125 \pm 2^\circ$	$29 \pm 4^\circ$
Angle droit inférieur	$154 \pm 2^\circ$	$128 \pm 1^\circ$	$26 \pm 3^\circ$

**Tableau I.2 :** Récapitulatif des valeurs des angles de contact et de l'hystérésis mesurés pour les substrats MIP30\_38

D'après le tableau I.2 les angles d'avance maximum et de recul minimum sont supérieurs à l'angle de Young ( $\theta_y = 115 \pm 3^\circ$ ) ce qui est caractéristique de la **présence d'une interface composite**. Des observations effectuées au microscope électronique à balayage (MEB) sur une goutte de plomb solidifiée sur le substrat inférieur après les expériences de pont liquide ont confirmé la présence d'une interface composite. En effet, la figure I.23 montre que le plomb ne pénètre pas entre les plots.



**Figure I.23 :** Image MEB d'une goutte de plomb solidifiée sur le substrat MIP30\_38

***b) Substrat comprenant 62% de trous de 30 microns de profondeur (M2T30\_38)***

Trois tailles de goutte de plomb de 16, 51 et 69 mm<sup>3</sup> ont été déposées sur le substrat M2T30\_38. Deux séquences de pont liquide ont été effectuées pour chaque taille de goutte.

Nous avons choisi la vitesse la plus faible de déplacement du substrat inférieur (0,065 mm / min) car la ligne triple se déplace de façon discontinue : elle “saute” sur la surface. Les sauts de la ligne triple sont moins fréquents à cette vitesse qu’à 0,13 mm / min. Les images des séquences de pont liquide sont enregistrées toutes les 50 secondes.

Nous avons choisi de ne présenter que les résultats obtenus pour une goutte de plomb de 51 mm<sup>3</sup> (figure I.24).

Les angles de contact sur le substrat supérieur au début de la séquence de pont liquide sont différents de ceux mesurés pour le substrat M1P30\_38. Dès que le liquide entre en contact avec le substrat supérieur, celui-ci s’étale jusqu’à présenter un angle de  $141 \pm 1^\circ$  ( $140^\circ$  pour l’angle gauche supérieur et  $142^\circ$  pour l’angle droit supérieur). La surface solide étant continue, le liquide peut s’étaler sur la surface et acquérir de l’énergie cinétique. L’angle d’équilibre  $\theta_{\text{apparent}}^{\text{composite}}$  pour le substrat M2T30\_38 calculé d’après l’équation I.3 a une valeur de  $141^\circ$ . Il correspond à l’angle mesuré sur le substrat supérieur dès la formation du pont liquide.



***Figure I.25 : Image de la goutte de plomb dès la formation du pont liquide sur les substrats M2T30\_38***

Les valeurs des angles d’avance maximum, de recul minimum et de l’hystérésis mesurées sur les graphiques de la figure I.24 sont présentées dans le tableau I.3.

Substrat M2T30\_38 supérieur

Substrat M2T30\_38 inférieur

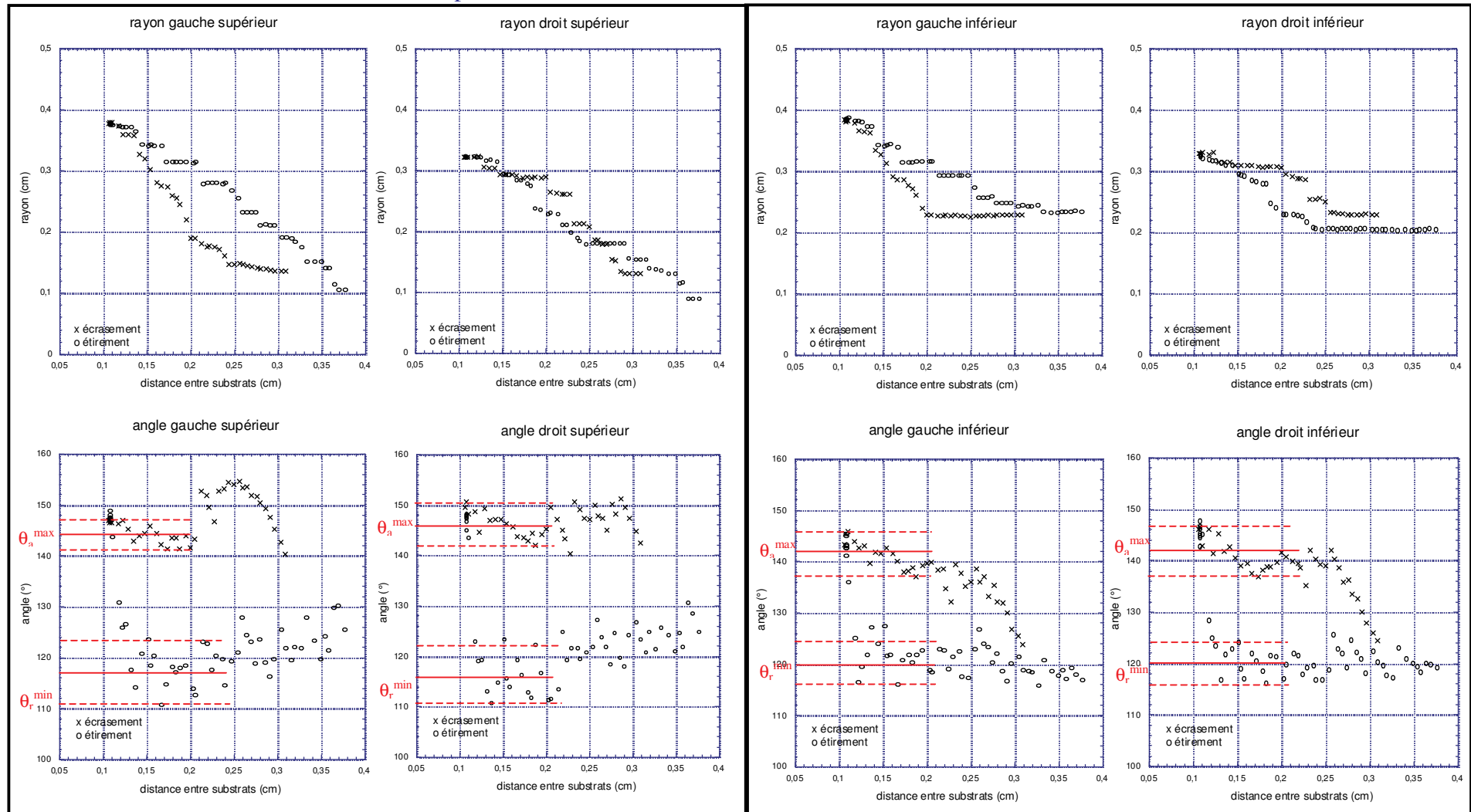


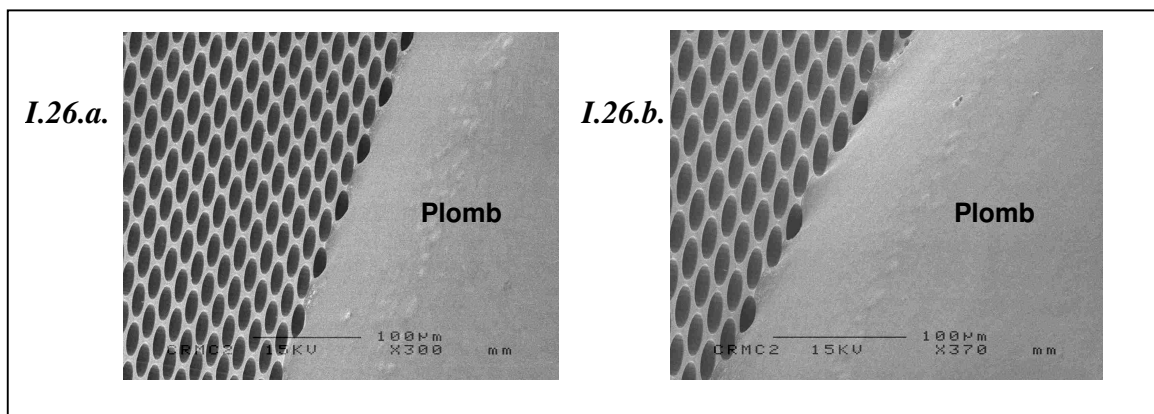
Figure I.24 : Evolution des angles et des rayons des interfaces liquide-solide en fonction de la distance entre les substrats pour les substrats M2T30\_38

	Angle d'avance maximum $\theta_a^{\max}$ (°)	Angle de recul minimum $\theta_r^{\min}$ (°)	Hystérésis (°)
Angle gauche supérieur	144±3°	117±6°	27±9°
Angle droit supérieur	146±3°	116±6°	30±9°
Angle gauche inférieur	142±4°	120±4°	22±8°
Angle droit inférieur	142±5°	120±4°	22±9°

**Tableau I.3 :** Récapitulatif des valeurs des angles de contact et de l'hystérésis mesurés pour les substrats M2T30\_38

Les valeurs des angles d'avance maximum sont supérieures à l'angle de Young. Par contre les angles de recul minimum sont très proches de l'angle de Young, notamment pour les angles mesurés sur le substrat supérieur. D'après ces seules analyses, nous ne pouvons pas conclure que l'interface entre le plomb et la silice est composite.

Nous avons observé une goutte de plomb solidifiée après une séquence de pont liquide en microscopie électronique à balayage. Les images de la figure I.26 montrent que les trous sur lesquels la ligne triple a avancé puis reculé ne sont pas remplis de plomb. Nous en déduisons que **l'interface est composite** pour le substrat M2T30\_38.



**Figure I.26 :** Images MEB d'une goutte de plomb solidifiée sur le substrat M2T30\_38

Les images montrent aussi que la ligne triple s'aligne sur les rangées de trous en se positionnant derrière les trous : elle s'ancre sur leurs bords. La ligne triple a un comportement analogue à celui observé sur une surface chimiquement hétérogène comprenant des défauts tels que l'angle de mouillage du liquide sur les défauts ( $\theta_{\text{défauts}}$ ) est supérieur à l'angle de

mouillage du liquide sur la surface sans défauts ( $\theta_{\text{surface sans défauts}}$ ). Les trous constitueraient ici les défauts ( $\theta_{\text{défauts}} = 180^\circ > \theta_{\text{surface sans défaut}} = 115^\circ$ ).

Plusieurs études expérimentales ont été conduites sur des surfaces comprenant des défauts (disposés en réseau hexagonal) tels que  $\theta_{\text{défauts}} > \theta_{\text{surface sans défaut}}$ . Cubaud et Fermigier [Cub01] ont montré que sur ce type de surface la ligne triple avance de manière discontinue en raison des ancrages-désancrages sur les rangées de défauts. Ceci est en accord avec nos observations des “sauts” de la ligne triple sur la surface.

De Jonghe et Chatain [DeJ95] ont montré que l’angle de recul sur ce type de surface est égal à l’angle mesuré sur la surface sans défauts. C’est également ce que nous observons (tableau I.3) : les angles de recul sont très proches de l’angle de contact sur la surface sans défauts ( $\theta_{\text{surface sans défauts}} = 115 \pm 3^\circ$ ).

### *c) Autres substrats*

Les résultats des expériences réalisées sur les substrats M1P3\_39, M2P30\_53, M1T3\_56 et M1T30\_56 montrent que **l’interface est composite pour tous ces substrats**.

Les résultats des expériences réalisées avec les substrats M1P3\_39 et M2P30\_53 sont similaires à ceux obtenus pour le substrat M1P30\_38 (les graphiques ont les mêmes allures). Ceci montre qu’une hauteur de plots de 3 ou 30  $\mu\text{m}$  et une fraction de surface solide de 38, 39 ou 53% conduisent à des interfaces composites. De même, les résultats des expériences réalisées avec les substrats M1T3\_56 et M1T30\_56 sont similaires à ceux obtenus pour le substrat M2T30\_38. Une profondeur de trous de 3 ou 30  $\mu\text{m}$  et une fraction de surface solide de 38 ou 56% conduisent à des interfaces composites.

Nous n’avons pas détaillé l’analyse de l’hystérésis, car pour la suite de notre étude nous ne sommes intéressés que par le caractère composite de l’interface. En particulier, la répartition “isocèle” des défauts nécessite un travail conséquent qui n’a pu être réalisé dans le cadre de cette étude.

## I.5. CONCLUSION

Nous avons rappelé dans la partie bibliographique de ce chapitre la définition d'une interface composite, les conditions d'obtention d'une telle interface ainsi qu'une méthode permettant de la caractériser. Les expériences réalisées sur les substrats rugueux modèles élaborés dans le but d'obtenir une interface composite entre le plomb et les substrats ont montré que la méthode de pont liquide permet de caractériser la nature de l'interface. Les mesures de l'hystérésis de mouillage montrent que tous les substrats élaborés présentent une interface composite.

Les analyses détaillées sur deux types de substrats (M1P30\_38 et M2T30\_38) présentant des valeurs similaires de proportion d'interface liquide-solide mais une géométrie de surface différente ont révélé des comportements très différents de la ligne triple lors de son déplacement sur la surface et notamment lors de la formation du pont liquide. Pour les substrats composés de plots, le déplacement de la ligne triple sur la surface apparaît continu. S'il existe un effet d'ancrage de la ligne triple sur le bord des plots, celui-ci n'est pas observé. Ceci est sans doute lié aux distances entre les plots, très faibles comparées à la taille de la goutte. Par contre, pour les substrats composés de trous, nous constatons que la ligne triple se déplace de manière discontinue en raison des ancrages-désancrages sur les rangées de trous. La ligne triple a un comportement similaire à un déplacement sur une surface chimiquement hétérogène composée de défauts (*pourquoi cumuler les 2 : une hétérogénéité chimique – ou la présence de défauts - n'aurait-elle pas suffi ?*) dont l'angle de mouillage du liquide sur les défauts est supérieur à l'angle de mouillage du liquide sur la surface sans défauts.

En raison de la géométrie du réseau de plots et de trous, une analyse précise de l'hystérésis de mouillage n'a pas pu être réalisée. Pour approfondir les analyses, il faudrait réaliser d'autres substrats dont la maille du réseau de plots et de trous serait un triangle équilatéral. Le déplacement de la ligne triple serait alors symétrique.

La première étape de notre étude consistait à caractériser la nature de l'interface liquide-solide entre le plomb et la silice. Sachant que l'interface est composite pour tous les substrats, ceux-ci vont être utilisés pour réaliser des expériences ultrasonores en plomb-bismuth liquide à 180°C. La seconde étape de l'étude consiste à étudier l'influence de la présence d'une interface composite sur la propagation des ultrasons. Pour cela, il est



nécessaire de bien comprendre les phénomènes ultrasonores mis en jeu. Nous présentons dans le chapitre suivant l'étude bibliographique ultrasonore.

II.1. INTRODUCTION .....	41
II.2. ULTRASONS DE PUISSANCE .....	41
II.3. PROPAGATION DES ULTRASONS .....	43
II.3.1. Transducteur ultrasonore .....	43
a) <i>Phénomène piézo-électrique</i> .....	43
b) <i>Caractéristiques du transducteur ultrasonore</i> .....	44
II.3.2. Nature des ondes ultrasonores .....	44
II.3.3. Caractéristiques du champ ultrasonore dans un milieu homogène .....	45
II.3.4. Atténuation des ondes ultrasonores .....	47
II.4. PROPAGATION DES ULTRASONS AUX INTERFACES LIQUIDE-SOLIDE .....	48
II.4.1. Surface solide plane .....	48
a) <i>Une seule interface</i> .....	48
b) <i>Interfaces successives</i> .....	50
II.4.2. Surface solide rugueuse .....	52
a) <i>Diffusion du champ ultrasonore par la rugosité de la surface</i> .....	53
b) <i>Influence de la rugosité sur le coefficient de transmission</i> .....	54
II.5. PROPAGATION DES ULTRASONS A UNE INTERFACE PARTIELLE ENTRE DEUX MILIEUX SOLIDES .....	55
II.5.1. Déviation des ondes ultrasonores par un défaut .....	55
II.5.2. Paramètres influençant la propagation des ultrasons .....	58
a) <i>Taille, forme des défauts et distance entre les défauts</i> .....	58
b) <i>Répartition des défauts</i> .....	59
II.5.3. Expression du coefficient de réflexion .....	60
a) <i>Cas d'un réseau de fissures de forme circulaire</i> .....	60
b) <i>Cas d'un réseau de fissures de forme linéaire</i> .....	62
II.6. CONCLUSION .....	6564

## **Chapitre II :**

# ***Propagation des ultrasons aux interfaces***

---

## **II.1. INTRODUCTION**

Il n'existe aucune étude bibliographique décrivant le comportement des ondes à une interface composite. Nous présentons donc dans ce chapitre les études qui se rapprochent des phénomènes rencontrés pour ce type d'interface afin d'apporter des éléments de réflexion pour comprendre la propagation des ultrasons à une interface composite.

Dans une première partie, nous présentons une technique ultrasonore. Nous décrivons ensuite les phénomènes de propagation des ultrasons dans un milieu homogène, puis à l'interface liquide-solide dans le cas d'une surface solide lisse puis rugueuse. Nous traitons enfin le cas d'une interface partielle (*à définir*) entre deux milieux solides comme un réseau de défauts et nous mettons en évidence les paramètres influençant la propagation des ondes ultrasonores.

## **II.2. ULTRASONS DE PUISSANCE**

Des études réalisées au CEA [Duc79, Duc88, Ber93] sur le contrôle par ultrasons dans le sodium liquide ont montré que le couplage ultrasonore entre le transducteur et le milieu liquide ou entre le milieu liquide et le matériau à inspecter était difficilement obtenu. L'absence de couplage ultrasonore proviendrait sans doute d'un mouillage incomplet (*le mouillage ne peut être ni complet ni incomplet : on doit plutôt parler de bon ou mauvais*

*mouillage, selon qu'il s'agit d'un système mouillant ou non, cf §I.2.1)* (nous entendons ici : présence d'une interface composite) entre les milieux liquide et solide mais il n'existe aucune étude bibliographique sur ce phénomène.

Les seules études relevées dans la bibliographie sur les techniques ultrasonores mentionnant le phénomène de mouillage traitent d'une technique appelée ultrasons de puissance (intensité supérieure à  $1 \text{ W / cm}^2$  [Mul99]).

La technique des ultrasons de puissance est très utilisée dans le milieu industriel. Les applications [Biq41] concernent le nettoyage de surfaces, la synthèse de matériaux nanostructurés, l'accélération de réactions chimiques, la décontamination, la dépollution de liquides, l'homogénéisation, l'émulsification ou encore l'inactivation de miro-organismes [Gou00].

L'application principale des ultrasons de puissance concerne le décapage des surfaces. Lorsque la densité d'énergie transportée par les ondes ultrasonores se propageant dans un milieu liquide est suffisamment élevée, le passage de l'onde provoque une modification irréversible du milieu de propagation. Il apparaît des bulles micrométriques qui entrent en vibration radiale à la suite d'une baisse locale de pression. Ce phénomène est appelé cavitation. Si la puissance ultrasonore est suffisamment élevée, certaines de ces bulles vont croître et brusquement imploser en créant localement des conditions extrêmes (quelques milliers de degrés et quelques milliers de bars) [Gon98]. Lors de la phase d'implosion, les bulles restituent leur énergie sous forme d'ondes de choc qui découpent la surface d'un matériau immergé dans un liquide. La vibration permet d'endommager la couche d'oxyde présente à la surface du solide et de passer d'un système non mouillant à un système mouillant (la couche d'oxyde superficielle de la surface solide est enlevée).

L'effet de la mise en vibration des bulles micrométriques est utilisé pour fabriquer des matrices composites en métal en incorporant du métal liquide dans les interstices des constituants de la matrice. Plus la puissance ultrasonore est élevée, plus le mouillage est amélioré. Tsunekawa *et al.* [Tsu95] ont utilisé cette technique pour infiltrer de l'aluminium liquide dans des particules d'alumine ou pour incorporer des particules de silice dans des alliages d'aluminium liquide [Tsu01]. Polakovic *et al.* [Pol78] ont étudié l'effet des ultrasons

de puissance sur le mouillage du graphite par de l'aluminium liquide pour fabriquer des matériaux composites avec une matrice métallique.

### II.3. PROPAGATION DES ULTRASONS

Notre travail consiste à étudier la propagation des ondes ultrasonores à travers des pièces immergées dans un milieu liquide. Pour comprendre les phénomènes mis en jeu, nous devons tout d'abord savoir comment générer des ultrasons, connaître la nature des ondes émises ainsi que les caractéristiques du champ ultrasonore.

#### II.3.1. Transducteur ultrasonore

##### *a) Phénomène piézo-électrique*

Le phénomène piézo-électrique, mis en évidence par Pierre et Jacques Curie en 1880 sur le quartz, se définit comme la capacité d'un matériau à se polariser électriquement sous l'action d'une pression mécanique. Le phénomène inverse a été démontré en 1881 par Lippman. Ces deux propriétés permettent de convertir des oscillations mécaniques en oscillations électriques ainsi que l'inverse, rendant possible la détection et la génération d'ondes ultrasonores.

La déformation (compression puis dilatation) du matériau piézo-électrique génère des ondes de pression qui vont se propager dans le milieu élastique auquel il est couplé. Le milieu de propagation de l'onde ultrasonore est soumis à une succession de surpressions et de dépressions qui animent ses particules constitutives d'un mouvement de va et vient de type sinusoïdal dans l'axe de déplacement des ultrasons. Les ondes émises sont caractérisées par leur fréquence, leur amplitude et la vitesse à laquelle elles se propagent [Biq41].

Il existe plusieurs méthodes autres que la piézo-électricité pour générer des ultrasons comme la magnétostriction et la thermodilatation, mais la nécessité d'avoir une traduction dans les deux sens et l'intérêt de pouvoir contrôler tous les types de matériaux avec un bon rendement font que la "piézo-électricité" est pratiquement la seule méthode utilisée dans l'industrie [Per93].

### ***b) Caractéristiques du transducteur ultrasonore***

Un transducteur ultrasonore, ou capteur, permet d'émettre et de recevoir les ondes ultrasonores. Il convertit une grandeur électrique en une grandeur mécanique et inversement. Il est constitué :

- d'un oscillateur (matériau piézo-électrique), comprenant deux faces métallisées dont l'épaisseur régit la fréquence des ultrasons produits,
- d'un amortisseur disposé sur la face arrière de l'oscillateur, qui permet d'ajuster la bande passante, la résolution temporelle et la sensibilité.

Il est possible de prévoir l'amplitude du signal reçu en fonction des paramètres acoustiques et électriques par simulation numérique, en intégrant toute la chaîne de mesure [Jay89].

### **II.3.2. Nature des ondes ultrasonores**

Dans une direction quelconque d'un milieu isotrope élastique et homogène, il peut se propager deux types d'ondes ultrasonores fondamentales : les ondes longitudinales et les ondes transversales.

Une onde est dite longitudinale, ou de compression, lorsque les particules du milieu se déplacent parallèlement à la direction de propagation. Dans le cas d'une onde transversale, ou onde de cisaillement, le déplacement principal des particules s'effectue perpendiculairement à la direction de propagation. Ce type d'ondes est généré soit directement à partir d'un élément piézo-électrique adapté, soit par conversion de mode à une interface (transformation d'une onde longitudinale en onde transversale).

Les vitesses des ondes longitudinales et transversales sont déterminées à partir des caractéristiques du matériau dans lequel elles se propagent (masse volumique, constantes d'élasticité). Les ondes longitudinales existent dans les milieux solides, liquides et gazeux. Les ondes transversales se rencontrent uniquement dans les milieux solides et leur vitesse de propagation est inférieure à celle des ondes longitudinales.

D'autres types d'ondes comme les ondes guidées, peuvent également se rencontrer dans les milieux finis (les ondes sont guidées par les côtés limitant le milieu) [Roy96] :

- les ondes de surface, ou ondes de Rayleigh, se propagent sur une profondeur de l'ordre de la longueur d'onde. Elles résultent de l'interaction d'ondes de compression et d'ondes de cisaillement,
- les ondes de plaque ou ondes de Lamb, se propagent dans toute l'épaisseur de plaques minces (dont l'épaisseur est de l'ordre de la longueur d'onde).

### II.3.3. Caractéristiques du champ ultrasonore dans un milieu homogène

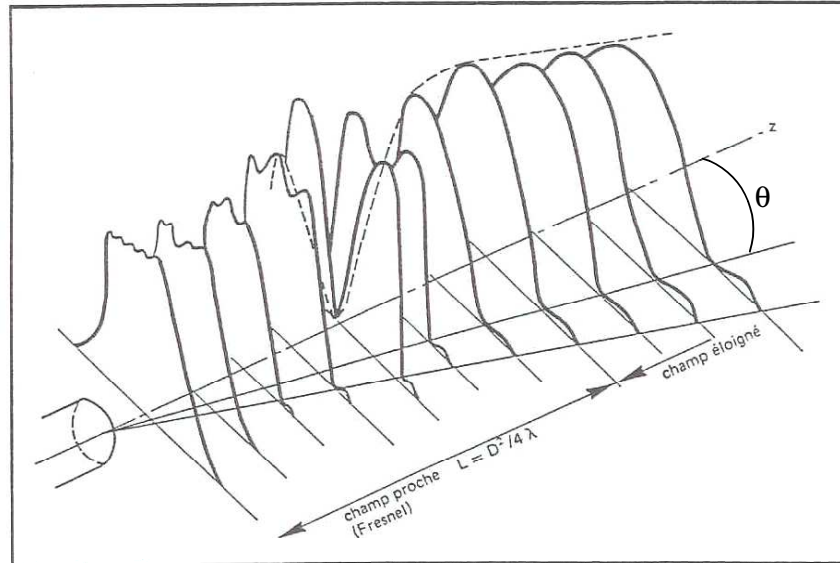
Le champ ultrasonore émis par un transducteur plan circulaire fait apparaître deux régions distinctes : le champ proche et le champ lointain. La région de champ proche ou zone de Fresnel, comprend des alternances minimales et maximales d'amplitude de la pression ultrasonore relevée sur l'axe (figure II.1). Elles correspondent à des interférences négatives ou positives des ondes émises par chaque point du transducteur. Après remise en phase, la région de champ proche est globalement de forme cylindrique et constitue la partie utile du faisceau ultrasonore. La longueur  $L$  du champ proche dépend du diamètre  $D$  du transducteur et de la longueur d'onde  $\lambda$  dans le milieu de propagation considéré selon la relation II.1.

$$L = \frac{D^2}{4\lambda} = \frac{D^2 f}{4c} \quad (\text{II.1})$$

avec  $c$  : célérité des ondes dans le milieu considéré,  $f$  : fréquence ultrasonore.

Au-delà du champ proche du transducteur, le faisceau ultrasonore est de forme conique : il s'élargit selon un angle de divergence  $\theta$  qui est constant. Dans cette région appelée champ lointain, ou zone de Fraunhofer, cette divergence est inversement proportionnelle à la fréquence et au diamètre du transducteur selon l'équation II.2.

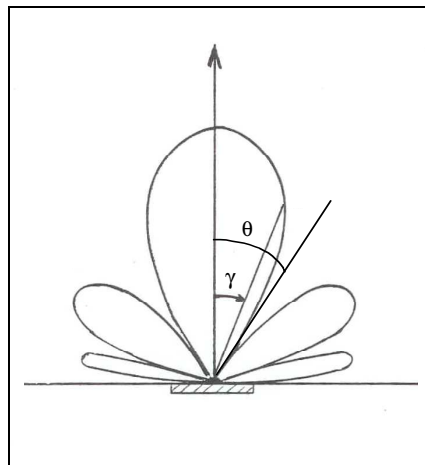
$$\sin\theta = 1,22 \frac{\lambda}{D} \quad (\text{II.2})$$



**Figure II.1 :** Champ ultrasonore théorique d'un transducteur plan circulaire [AFN87]

La configuration du champ lointain peut être représentée en coordonnées polaires en portant, pour une distance au transducteur donné  $r$ , le rapport de l'amplitude de la pression dans un angle  $\gamma$  à l'amplitude de la pression sur l'axe (figure II.2). Ce rapport appelé directivité de l'émetteur  $\mathcal{D}$  s'écrit :

$$\mathcal{D}(\gamma) = \frac{P_{r,\gamma}}{P_{r,0}} = \frac{2J_1(kD\sin\gamma/2)}{kD\sin\gamma/2} \quad (\text{II.3})$$



**Figure II.2 :** Diagramme de directivité d'un transducteur plan circulaire (d'après [Roy96])

Dans l'équation II.3,  $J_1$  représente la fonction de Bessel de première espèce et  $k$  est le nombre d'onde ( $k=2\pi/\lambda$ ). La fonction de Bessel représente la répartition de l'amplitude de la



pression ultrasonore perpendiculairement à l'axe de propagation. Elle est représentée sur la figure II.1 à différentes distances du transducteur.

En raison des interférences de la pression ultrasonore dans le champ proche, la zone de travail est plutôt située dans le champ lointain. Elle est définie par la longueur à prise à - 6 dB (50% de l'amplitude maximum).

### II.3.4. Atténuation des ondes ultrasonores

L'amplitude des ondes ultrasonores se propageant dans un milieu décroît lorsque l'on s'éloigne de l'émetteur. En effet, les ondes sont atténuées en raison des phénomènes d'absorption et de diffusion. De plus, l'ouverture du faisceau ultrasonore entraîne une divergence du faisceau lorsqu'on s'éloigne de l'émetteur et on constate une perte d'énergie le long de l'axe de propagation.

L'atténuation due à l'absorption et à la diffusion est décrite par la loi de Lambert. La pression  $P$  à la distance  $x$  du milieu traversé par les ondes vaut :

$$P = P_0 \exp(-\alpha x) \quad (\text{II.4})$$

avec  $P_0$ : pression ultrasonore initiale,  $\alpha$ : coefficient d'atténuation global (absorption ( $\alpha_a$ )+diffusion ( $\alpha_d$ )).

L'absorption représente la dissipation d'une partie de l'énergie ultrasonore sous forme de chaleur. Elle est liée essentiellement à des mécanismes de conduction thermique et ces mécanismes sont étroitement dépendants de la fréquence (le coefficient d'absorption augmente avec la fréquence).

La diffusion est liée aux microhétérogénéités de la pièce à contrôler. Lorsqu'une onde ultrasonore rencontre une discontinuité d'impédance acoustique, elle est diffusée et donc affaiblie. Ces discontinuités peuvent être des inclusions, des pores, des défauts ou les grains constitutifs des matériaux polycristallins.

## II.4. PROPAGATION DES ULTRASONS AUX INTERFACES LIQUIDE-SOLIDE

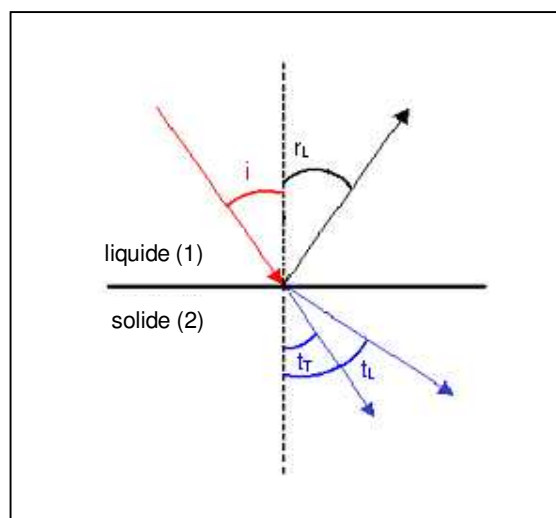
Notre travail consiste à étudier le comportement des ondes ultrasonores à travers un milieu solide immergé dans un milieu liquide. Pour comprendre les phénomènes mis en jeu, nous décrivons tout d'abord la propagation des ultrasons dans le cas d'une surface solide plane en considérant une seule interface liquide-solide puis des interfaces successives. Nous étudions ensuite la propagation des ondes lorsque la surface solide est rugueuse.

### II.4.1. Surface solide plane

#### a) Une seule interface

Considérons deux milieux liquide et solide dont la surface est supposée plane. Lorsqu'un faisceau incident dans le milieu liquide faisant un angle  $i$  avec la normale au plan frappe l'interface entre ces deux milieux, une partie de ce faisceau est réfléchi et l'autre partie est transmise (réfractée). L'onde incidence (longitudinale) donne naissance à des ondes longitudinales L et transversales T (figure II.3). Selon l'incidence de l'onde initiale, il est possible de prévoir les directions de propagation des ondes réfléchies et transmises en fonction de leur célérité  $c$ , selon la loi de Snell-Descartes.

$$\frac{\sin i_L}{c_{1L}} = \frac{\sin r_L}{c_{1L}} = \frac{\sin t_T}{c_{2T}} = \frac{\sin t_L}{c_{2L}} \quad (\text{II.5})$$



**Figure II.3 :** Comportement des ondes ultrasonores à une interface liquide-solide

Les angles d'incidence et de réflexion sont égaux s'il n'y a pas de conversion de mode de l'onde à l'interface.

L'onde incidente plane de vitesse  $v_i$  crée une surpression  $\delta p$  qui a pour expression :

$$\delta p_i = \frac{Z_i}{v_i} = \frac{\rho_i c_i}{v_i} \quad (\text{II.6})$$

avec  $Z_i$ : impédance acoustique caractéristique du milieu traversé par l'onde incidente,  $c_i$ : vitesse des ondes dans le milieu,  $\rho_i$ : masse volumique du milieu.

Dans le cas d'une incidence normale, les équations de continuité des pressions et des vitesses à l'interface ont pour expression [Pie91, Roy96] :

$$\begin{cases} \delta p_i + \delta p_r = \delta p_t & (\text{II.7}) \\ v_i + v_r = v_t & (\text{II.8}) \end{cases}$$

Avec  $v_i = \frac{\delta p_i}{Z_1}$ ,  $v_r = \frac{\delta p_r}{Z_2}$  et  $v_t = \frac{\delta p_t}{Z_1}$ , on définit un coefficient de transmission  $t$  et un coefficient de réflexion  $r$  (avec  $t = 1 + r$ ), fonctions des impédances acoustiques  $Z$  des milieux. Ils sont exprimés dans les équations (II.9) et (II.10).

$$r = \frac{\delta p_r}{\delta p_i} = \frac{Z_1 - Z_2}{Z_1 + Z_2} \quad (\text{II.9})$$

$$t = \frac{\delta p_t}{\delta p_i} = \frac{2Z_2}{Z_1 + Z_2} \quad (\text{II.10})$$

D'après le principe de conservation de l'énergie à l'interface, on peut aussi définir les coefficients de transmission  $T$  et de réflexion  $R$  en énergie, avec  $T + R = 1$ .

$$R = \frac{I_r}{I_i} = \frac{(Z_1 - Z_2)^2}{(Z_1 + Z_2)^2} \quad (\text{II.11})$$

$$T = \frac{I_t}{I_i} = 1 - R = \frac{4Z_1 Z_2}{(Z_1 + Z_2)^2} \quad (\text{II.12})$$

L'énergie, ou intensité ultrasonore  $I$  figurant dans les équations II.11 et II.12 a pour expression :

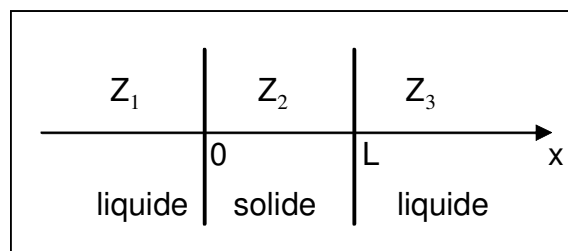
$$I = \frac{1}{2} \rho c \omega^2 A^2 \quad (\text{II.13})$$

avec  $\rho$ : masse volumique du matériau,  $c$  : célérité de l'onde dans le matériau,  $\omega$ : pulsation,  $A$  : amplitude de l'onde ultrasonore.

La transmission des ondes est totale lorsque les impédances acoustiques des deux milieux sont égales. Ainsi, pour optimiser la transmission des ultrasons, il faut choisir deux milieux d'impédances acoustiques proches. L'impédance acoustique des gaz étant très faible devant celle des solides, il suffit d'une très mince couche de gaz pour annuler pratiquement tout transfert d'énergie à l'interface.

### b) Interfaces successives

Considérons une succession de trois milieux isotropes: liquide 1, solide 2 (plan à faces parallèles) et liquide 3 (figure II.4). La notion de parallélisme des faces est importante et a été étudiée par Perdrix *et al.* [Per81]. Ces auteurs, considérant trois milieux successifs ont déterminé l'amplitude du signal réfléchi à travers ces trois milieux. Ils ont montré qu'un très faible défaut de parallélisme d'environ  $0,02^\circ$  entraîne une variation de l'amplitude du signal reçu de 3%.



**Figure II.4 :** Succession de trois milieux liquide et solide

A l'intérieur de chaque milieu liquide et solide on peut définir une impédance acoustique caractéristique  $Z_1$ ,  $Z_2$  et  $Z_3$ .

L'impédance acoustique ramenée en un point quelconque d'abscisse  $x < L$ , s'écrit [Pie91, Roy96] :

$$Z(x) = Z_2 \frac{Z_3 \cos k(L-x) + iZ_2 \sin k(L-x)}{Z_2 \cos k(L-x) + iZ_3 \sin k(L-x)} \quad 0 < x < L \quad (\text{II.14})$$

D'après l'équation II.11 le coefficient de réflexion en énergie a pour expression :

$$R = \frac{(Z(0) - Z_1)^2}{(Z(0) + Z_1)^2} = \frac{Z_2^2 (Z_3 - Z_1)^2 \cos^2 kL + (Z_2^2 - Z_1 Z_3)^2 \sin^2 kL}{Z_2^2 (Z_3 + Z_1)^2 \cos^2 kL + (Z_2^2 + Z_1 Z_3)^2 \sin^2 kL} \quad (\text{II.15})$$

A partir de l'équation II.15, on peut déterminer l'expression du coefficient de transmission en énergie à travers les trois milieux. Il a pour expression :

$$T = 1 - R = \frac{4Z_1 Z_3 Z_2^2}{Z_2^2 (Z_3 + Z_1)^2 \cos^2 kL + (Z_2^2 + Z_1 Z_3)^2 \sin^2 kL} \quad (\text{II.16})$$

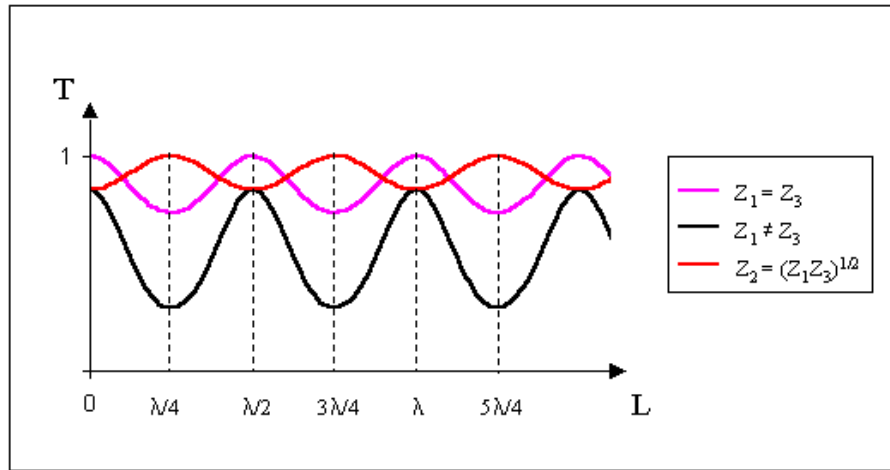
L'expression (II.16) montre que l'intensité des ondes transmises dépend de la valeur de l'épaisseur du milieu intermédiaire L. Contrairement au coefficient de transmission défini précédemment pour une seule interface (équation II.12), ce coefficient de transmission dépend du nombre d'onde k, donc de la fréquence.

A partir de cette équation, la transmission est totale ( $T = 1$ ) et les réflexions entre les milieux 1 et 3 sont supprimées si :

- les milieux liquides 1 et 3 ont les mêmes propriétés ( $Z_1 = Z_3$ ) et si l'épaisseur du milieu solide 2 est telle que  $L = k' \lambda_2 / 2$  ( $k' = 0, 1, 2, \dots, n$ ), avec  $\lambda_2$ , la longueur d'onde du milieu 2,
- l'impédance acoustique du milieu solide est telle que  $Z_2 = (Z_1 Z_3)^{1/2}$  et si son épaisseur est telle que  $L = (2k'+1) \lambda_2 / 4$  ( $k' = 0, 1, 2, \dots, n$ ).

La transmission est maximale ( $T < 1$ ) si les impédances acoustiques des trois milieux sont différentes et si l'épaisseur du milieu 2 est un multiple de la demi-longueur d'onde.

Nous illustrons dans la figure II.5 le résultat de la formule II.16 pour les cas particuliers présentés ci-dessus.



**Figure II.5 :** Calcul de l'évolution du coefficient de transmission pour 3 milieux

Huang et Rokhlin [Hua93] ont démontré que dans le cas d'un substrat d'épaisseur  $L$  telle que  $kL \ll 1$ , immergé dans un milieu liquide (avec  $Z_1 = Z_3$ ), le rapport  $|r/t|$  varie linéairement avec la fréquence  $f$  et a pour expression :

$$\left| \frac{r}{t} \right| = \frac{\pi L}{c_2} \left| \frac{Z_1}{Z_2} - \frac{Z_2}{Z_1} \right| f \quad (\text{II.17})$$

Suivant les valeurs de  $Z_2$  par rapport à  $Z_1$ , la pente de la droite donne des informations sur les propriétés du substrat : masse volumique  $\rho$  et module élastique  $C$  ( $C = \rho_2 c_2^2$ ). Si  $Z_2 \gg Z_1$ , la pente de la droite est égale à  $\frac{\pi L \rho}{Z_2}$ , et si  $Z_2 \ll Z_1$ , la pente de la droite est égale à  $\frac{\pi L Z_2}{C}$ .

#### II.4.2. Surface solide rugueuse

Plusieurs auteurs se sont intéressés à la modification du champ ultrasonore par la rugosité de la surface qui affecte la fiabilité du contrôle ultrasonore [Bro03]. Nous montrons deux études simples qui concernent une simulation du champ diffusé par la rugosité de la surface et une étude sur le coefficient de transmission d'une surface rugueuse.

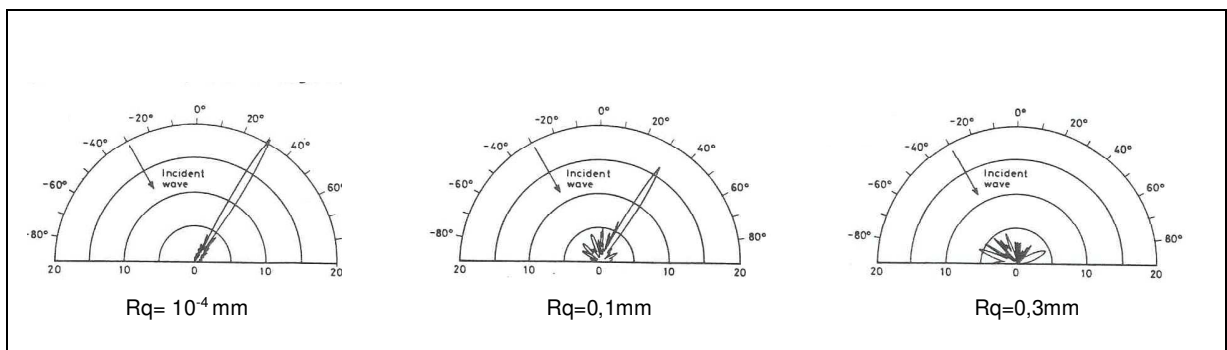
### a) Diffusion du champ ultrasonore par la rugosité de la surface

Lorsqu'une onde incidente arrive sur une surface rugueuse, la réflexion et la transmission des ondes sont modifiées par rapport au cas précédemment étudié : les ondes sont diffusées. L'amplitude du signal diminue et l'énergie est redistribuée dans un champ diffus.

Une surface rugueuse peut être considérée comme un réseau de sources secondaires d'amplitude et phase spécifique. Ces amplitudes et phases varient le long de la surface en fonction de la hauteur, de la position et de l'orientation locale de la surface par rapport à l'onde incidente.

Dans le cas d'une surface plane, les ondes interfèrent de manière constructive dans la direction spéculaire. La présence de la rugosité détruit cette sommation constructive car la phase de l'onde sur la surface varie avec la position le long de la surface. Plus la surface est rugueuse plus la diffusion est importante [Ogi86, Ogi89].

La figure II.6 montre une simulation de la distribution du champ diffusé pour trois surfaces de rugosité différente, caractérisées par le paramètre de rugosité  $R_q$  (écart quadratique moyen), pour une onde incidente monochromatique de  $30^\circ$  et de fréquence 2 MHz [Ogi89]. La perte du champ spéculaire et l'augmentation du champ diffus sont clairement vues sur la figure II.6.



**Figure II.6 :** Champ diffusé pour trois surfaces de rugosité différente (d'après [Ogi89])

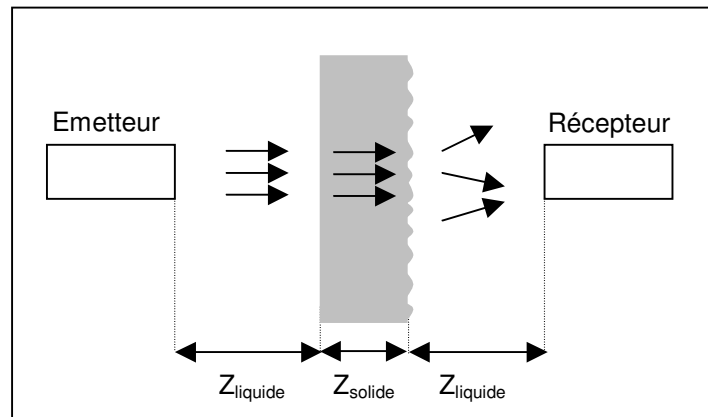
### b) Influence de la rugosité sur le coefficient de transmission

A la suite de Nagy et Adler [Nag87] et Nagy et Rose [Nag93], Hollman *et al.* [Hol96] ont étudié l'effet de la rugosité sur le coefficient de transmission en considérant une onde en incidence normale sur une pièce immergée dans un milieu liquide présentant une face rugueuse et une face plane (figure II.7).

Ils ont relié l'amplitude du signal  $A_t$  transmis à travers une pièce possédant une de ses deux faces rugueuses à l'amplitude du signal transmis  $A_0$  à travers la même pièce possédant deux faces planes selon l'équation II.18 :

$$A_t = t_r(\omega) A_0 \quad (\text{II.18})$$

Le terme  $t_r(\omega)$  dans l'équation correspond au coefficient de transmission effectif. Il dépend de la fréquence et tient compte de la rugosité de la surface.



**Figure II.7 :** Schéma du dispositif étudié par Hollman *et al.* [Hol96]

En incidence normale et en considérant une distribution gaussienne de la rugosité, Hollman *et al.* [Hol96] définissent le coefficient de transmission effectif comme suit:

$$t_r \approx \exp \left[ -\frac{\omega^2 h^2}{2} \left( \frac{1}{c_{\text{liq}}} - \frac{1}{c_{\text{sol}}} \right)^2 \right] \quad (\text{II.19})$$

avec  $h$  : hauteur moyenne des aspérités de la surface (correspondant au paramètre de rugosité  $R_q$  : écart quadratique moyen),  $\omega$  : pulsation,  $c_{\text{liq}}$  : célérité des ondes dans le milieu liquide,  $c_{\text{sol}}$  : célérité des ondes dans le milieu solide.



D'après l'équation II.19, le coefficient de transmission effectif  $t_r$  varie avec la fréquence. Hollman *et al.* [Hol96] ont montré qu'il est indépendant de la taille et de la forme du transducteur, de la distance entre le transducteur et la pièce et de la position de la pièce (face rugueuse positionnée face au transducteur émetteur ou récepteur).

## II.5. PROPAGATION DES ULTRASONS A UNE INTERFACE PARTIELLE ENTRE DEUX MILIEUX SOLIDES

Nous venons de présenter l'état de la littérature concernant la propagation des ondes à une interface liquide-solide lorsque le liquide épouse toutes les aspérités de la surface du solide. Lorsque le contact entre le liquide et le solide n'est pas complet, l'interface est composite (partiellement liquide-solide et partiellement solide-vapeur et liquide-vapeur) et il n'existe à notre connaissance aucune étude concernant la propagation des ultrasons à travers une interface composite. De nombreux travaux ont été conduits sur la propagation des ondes ultrasonores dans des milieux contenant une distribution périodique ou non de défauts (de type fissure ou inclusion). La plupart d'entre eux traitent d'une distribution de fissures à l'interface entre deux matériaux solides [Sot88, Lit95, Dri96] et pourraient s'apparenter au cas d'une interface composite. Nous présentons ces études afin de nous donner quelques éléments de réflexion pour comprendre les phénomènes ultrasonores à une interface composite.

Nous présentons les travaux décrivant l'influence de la présence de défauts sur la propagation des ondes ultrasonores ainsi que les différents paramètres du réseau de défauts influençant la propagation des ondes aux interfaces partielles (*à définir*) entre deux milieux solides. Nous présentons ensuite l'expression du coefficient de réflexion dans le cas d'un réseau de fissures de forme circulaire puis linéaire.

### II.5.1. Déviation des ondes ultrasonores par un défaut

Lorsque l'interface entre deux milieux solides est partielle, des défauts (de type fissure ou inclusion) sont présents à l'interface et modifient la propagation des ondes. Selon

les auteurs, on parle de phénomène de diffusion ou de diffraction. Une définition sémantique est donnée par Bruneau [Bru98] :

- le mot diffusion vient du latin “diffusio (onis)” qui traduit l’action de répandre ; cette “expansion” concerne ici la répartition spatiale de l’énergie acoustique en provenance de “sources” localisées,
- le mot diffraction vient du latin “diffractus” qui signifie “mis en morceaux” ; il traduit la déviation que subissent les ondes lorsqu’elles rencontrent un obstacle ou un bord de fissure.

La diffraction est définie selon Laval [Lav92], Ogilvy [Ogi83] et Rossi [Ros86] comme la déviation des ondes par un bord. Bruneau [Bru98] étend cette définition au cas d’un obstacle. Morse *et al.* [Mor68] et Rose [Ros99], quant à eux, définissent la diffusion comme la déviation des ondes ultrasonores par un obstacle, un bord ou les irrégularités de la surface.

Nous choisirons pour la suite du mémoire de définir la déviation des ondes ultrasonores par un bord plan sous le terme **diffraction**. Le terme **diffusion** désigne la répartition spatiale de l’énergie ultrasonore pour un défaut de nature quelconque.

La nature précise de la diffusion des ondes dépend de la taille  $\bar{d}$  des défauts devant la longueur d’onde. On distingue trois domaines de diffusion :

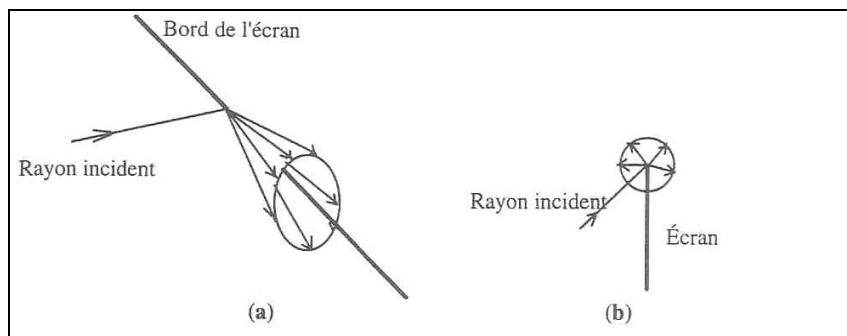
- le domaine de Rayleigh où la taille  $\bar{d}$  des défauts est petite devant la longueur d’onde ( $\lambda \gg \bar{d}$ ). La diffusion est faible dans ce domaine,
- le domaine stochastique où la taille  $\bar{d}$  des défauts correspond à la longueur d’onde ( $\lambda \approx \bar{d}$ ). La diffusion est importante dans ce domaine et le défaut est qualifié de résonant,
- le domaine géométrique où la longueur d’onde est petite devant la taille  $\bar{d}$  des défauts ( $\lambda \ll \bar{d}$ ). L’onde “voit” les défauts comme une interface.

Dans le cas d’un défaut de type fissure de forme linéaire, si la longueur d’onde est de l’ordre de la dimension de la fissure trois processus peuvent être identifiés [Ogi83] :

- la réflexion spéculaire des faces de la fissure obéit aux lois géométriques de l’optique,
- les ondes de Rayleigh (cf § II.3.2) se propagent le long de la surface de la fissure et l’énergie est rayonnée quand elle atteint le bord de la fissure,
- les ondes cylindriques diffractées proviennent du bord de la fissure.

En supposant que la fissure ne se ferme pas sous l'action de l'onde incidente et que chaque face de la fissure agit indépendamment de l'autre, plusieurs auteurs ont calculé la répartition de l'amplitude diffusée pour une onde en incidence oblique [Ogi83, DeV90].

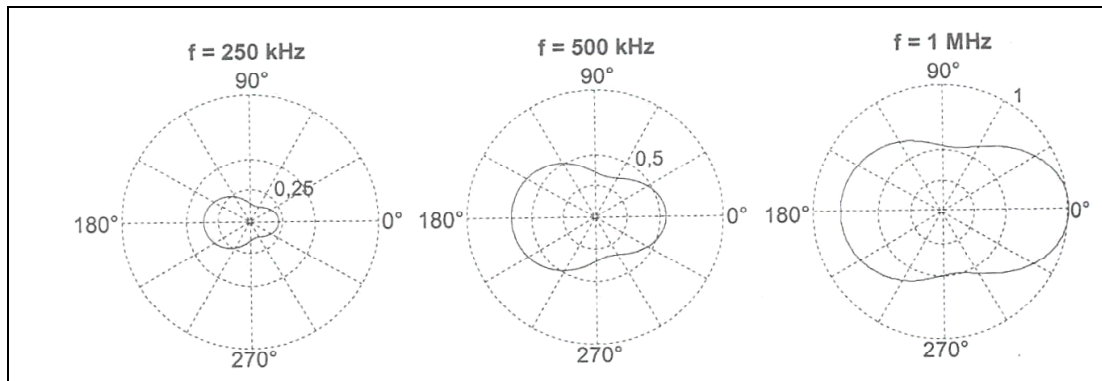
Selon la théorie géométrique de la diffraction de Keller associant chaque surface d'onde à un rayon fictif, les rayons diffractés par le bord d'un écran ou d'une fissure sont répartis sur la surface d'un cône [DeV90, Bru98] (figure II.8).



**Figure II.8 :** Schéma de la diffraction d'un rayon sur le bord d'un écran  
(a) vue de côté (b) vue de face [Bru98]

L'interaction entre plusieurs défauts est difficile à prendre en compte. Des travaux existent dans le cas de la multidiffusion [Fol45, Lax51] et ont montré que l'on pouvait appliquer les résultats de Waterman et Truell [Wat61] dans les milieux liquides pour des matrices solides comportant des inclusions [Cha03]. Ces travaux considèrent un réseau de défauts aléatoires dans l'espace mais ne peuvent pas s'appliquer au cas d'un réseau de défauts coplanaires.

Les travaux de Chaix [Cha03] sur la multidiffusion nous donnent une indication sur la répartition spatiale des ondes diffusées par une inclusion en fonction de la fréquence utilisée. Chaix considère un défaut de type sphère d'air de 2,8 mm inclus dans une matrice de ciment dont la taille se situe dans les domaines de Rayleigh et stochastique. Il a représenté sur la figure II.9 la répartition du module de l'amplitude de diffusion (normalisée). Sur la figure, l'onde incidente est une onde plane longitudinale se propageant vers la direction  $0^\circ$ . Les valeurs des amplitudes sont normalisées par rapport à la valeur maximale obtenue pour 1 MHz. La diffusion est globalement croissante avec la fréquence et la répartition est de plus en plus orientée dans la direction de l'onde incidente ( $\theta = 0^\circ$ ).



**Figure II.9 :** Modules de l'amplitude de diffusion (normalisée) d'une sphère d'air dans du ciment [Cha03]

### II.5.2. Paramètres influençant la propagation des ultrasons

Nous définissons une interface partielle comme un réseau de défauts coplanaires entre deux milieux (*les défauts étant compris comme des milieux pleins de gaz ?*). Nous tentons de faire un bilan de la littérature décrivant l'influence des paramètres tels que la taille et la forme des défauts par rapport à la longueur d'onde, la distance entre les défauts et leur répartition sur la propagation des ondes à l'interface entre deux milieux contenant ce type de défauts.

#### a) Taille, forme des défauts et distance entre les défauts

Suivant le domaine de diffusion, les proportions des ondes transmises et réfléchies dépendent de différentes caractéristiques des défauts [Dri96].

Dans le domaine de Rayleigh, les proportions des ondes réfléchies et transmises sont indépendantes de la taille et de la forme des défauts. Drinkwater *et al.* [Dri96] ont étudié l'évolution du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence dans ce domaine et ont montré que lorsque la fréquence augmente, la diffusion et le coefficient de réflexion augmentent.

Dans le domaine stochastique, la diffusion est complexe et des résonances entre les défauts voisins ont lieu. Dans ce domaine, la forme des défauts peut affecter significativement les proportions d'énergie réfléchie ou transmise.

Dans le domaine géométrique, l'amplitude du signal transmis est proportionnelle à la surface réelle de contact.

La distance entre les défauts est aussi un paramètre influant. Sotiropoulos *et al.* [Sot88] ont montré qu'il peut exister des effets d'interaction entre les défauts. Dans le domaine de Rayleigh, pour des défauts de petite dimension (de quelques dizaines de microns) de demi largeur  $s$ , les interactions entre les défauts sont négligeables si la distance  $D$  de centre à centre de défauts satisfait la relation II.20.

$$\frac{D}{2s} \geq 1,25 \quad (\text{II.20})$$

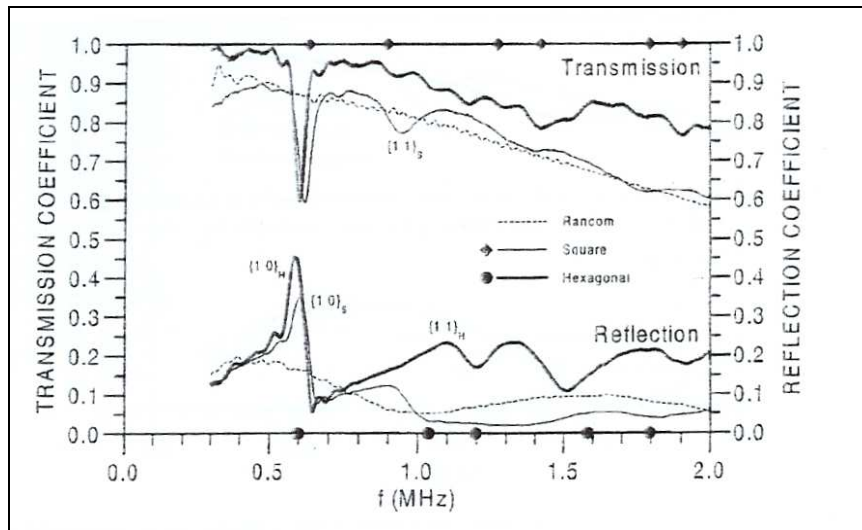
Dans le domaine stochastique, les effets d'interaction entre les défauts sont négligeables pour des distances de séparation deux fois supérieures à celles satisfaisant l'équation II.20.

### ***b) Répartition des défauts***

Maslov *et al.* [Mas99] ont étudié la transmission des ondes à travers un matériau composite constitué de défauts coplanaires (sphères de verre) distribuées en réseau périodique ou de manière aléatoire. Ils ont montré que lorsque les sphères de verre sont disposées en réseau, des fréquences de résonance apparaissent pour lesquelles des ondes transversales sont émises dans le plan du réseau. Les résonances du réseau résultent d'une conversion de mode d'ondes longitudinales en ondes transversales dans le plan du réseau. Les fréquences de résonance dépendent des différentes directions du plan du réseau et des dimensions caractéristiques du réseau.

Pour une même fraction surfacique de défauts mais pour des répartitions différentes (réseau ou aléatoire), les évolutions des coefficients de réflexion et de transmission en fonction de la fréquence diffèrent. Les spectres obtenus par Kinra *et al.* [Kin99] sont présentés sur la figure II.10 pour un composite constitué de sphères de verre coplanaires de répartition

surfactive de 22, 28 et 24% pour une distribution en réseau hexagonal, carré et aléatoire respectivement. La figure II.10 montre que pour une répartition en réseau, les spectres présentent des maxima correspondant aux fréquences de résonance dans une direction particulière du plan du réseau.

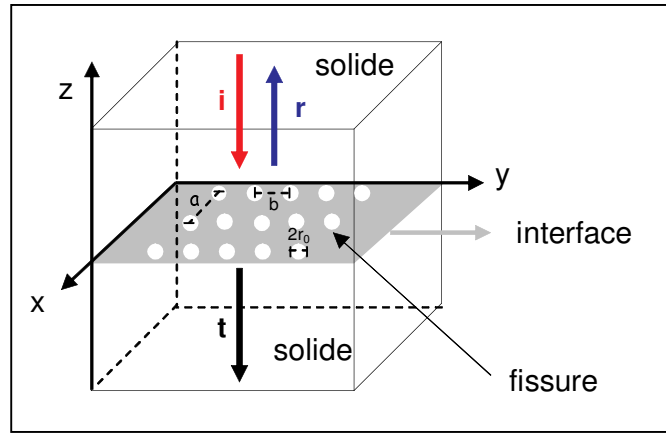


**Figure II.10 :** Spectres de transmission et de réflexion pour une distribution de sphère de verre en réseau carré, hexagonale ou aléatoire [Kin99]

### II.5.3. Expression du coefficient de réflexion

#### a) Cas d'un réseau de fissures de forme circulaire

Le cas d'un réseau de fissures de forme circulaire à une interface plane entre deux milieux solides identiques et homogènes a été étudié par Sotiropoulos *et al.* [Sot88]. Ils ont exprimé le coefficient de réflexion pour une incidence normale dans le domaine de Rayleigh en considérant un réseau de fissures (de quelques dizaines de microns) (figure II.11) et en négligeant les effets d'interaction entre les fissures.



**Figure II.11 :** Schéma du réseau de fissures étudiées par Sotiropoulos *et al.* [Sot88]

Les composantes de déplacement loin du plan des fissures s'écrivent pour une incidence normale :

$$u_i = u_0 e^{ikz} + u_0 r e^{-ikz} \quad \text{pour } z > 0 \quad (\text{II.21})$$

$$u_i = u_0 t e^{ikz} \quad \text{pour } z < 0 \quad (\text{II.22})$$

avec  $r$  : coefficient de réflexion,  $t$  : coefficient de transmission,  $u_0$  : amplitude de l'onde plane incidente.

Le terme dépendant du temps  $e^{i\omega t}$  est commun à tous les termes de déplacement et est omis par les auteurs pour simplification.

Sotiropoulos *et al.* [Sot88] ont exprimé le coefficient de réflexion qui a pour expression :

$$r = \frac{V}{2u_0 ab} \quad (\text{II.23})$$

avec  $a$  : distance de centre à centre de fissures selon l'axe  $x$ ,  $b$  : distance de centre à centre de fissures selon l'axe  $y$  (figure II.11).

Le terme  $V$  dans la formule (II.23) représente le volume d'ouverture d'une fissure selon l'axe  $z$ . Il s'obtient comme suit :

$$V = \int_A \Delta u(\xi_1, \xi_2) dA_\xi \quad (\text{II.24})$$

avec  $A$  : aire de la fissure,  $\xi_1$  et  $\xi_2$  : coordonnées locales de la surface de la fissure,  $\Delta u$  : ouverture de la fissure (selon l'axe  $z$ ).

Pour des fissures circulaires de rayon  $r_0$ , le terme  $V$  a pour expression :

$$V = \frac{4(\lambda + 2\mu)^2}{3\mu(\lambda + \mu)} ikr_0^3 u_0 \quad (\text{II.25})$$

avec  $\lambda$  et  $\mu$  : constantes de Lamé du matériau.

D'après les équations (II.23) et (II.25), le coefficient de réflexion pour des fissures circulaires a pour expression :

$$r = \frac{2i}{3} \frac{(\lambda + 2\mu)^2}{\mu(\lambda + \mu)} \left( \frac{r_0^3}{ab} \right) k \quad (\text{II.26})$$

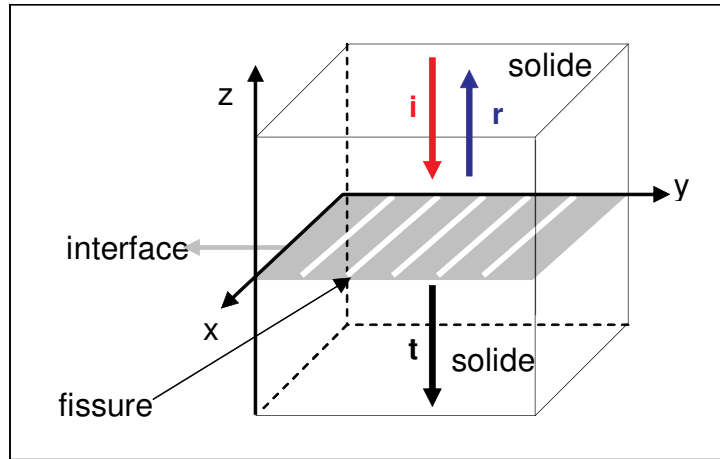
L'équation (II.26) montre que le coefficient de réflexion dépend de la taille des fissures et de leur répartition à l'interface.

Notons que dans le cas d'une distribution aléatoire de fissures, le coefficient de réflexion dépend des valeurs moyennes de  $a$ ,  $b$  et  $V$  [Sot88].

### ***b) Cas d'un réseau de fissures de forme linéaire***

Le cas d'un réseau de distribution de fissures de forme linéaire (de largeur 1 mm) à une interface plane entre deux milieux solides a été étudié par Little *et al.* [Lit95]. Ils ont établi une expression du coefficient de réflexion pour une incidence normale et ont étudié sa validité dans les domaines de Rayleigh et stochastique (figure II.12).





**Figure II.12 :** Schéma du réseau de fissures linéaires coplanaires étudiées par Littles *et al.* [Lit95]

Les composantes de déplacement loin du plan des fissures pour ce type de réseau sont les mêmes que celles exprimées dans les équations II.21 et II.22. En considérant que les fissures ne sont soumises à aucune traction, Littles *et al.* [Lit95] ont exprimé à partir de la formule de rétrodiffusion de Auld, la variation du rapport entre le signal électrique reçu et le signal électrique émis.

$$\delta\Gamma = -\frac{i\omega}{4P} \int_{-s}^{+s} (\sigma_{zz}^{(1)} \Delta u_z^{(2)})_{z=0} dx \quad (\text{II.27})$$

avec P : puissance du champ incident,  $\sigma$  : contrainte, s : demi-largeur de la fissure, (1) et (2) relatent du champ en l'absence de fissure et en présence de fissure respectivement.

Dans l'expression (II.27), le terme  $\Delta u_z^{(2)}$  dépend du coefficient de réflexion r et du déplacement de la fissure  $\Delta u$  selon la formule:

$$\Delta u_z^{(2)} = (1 - r) \Delta u \quad (\text{II.28})$$

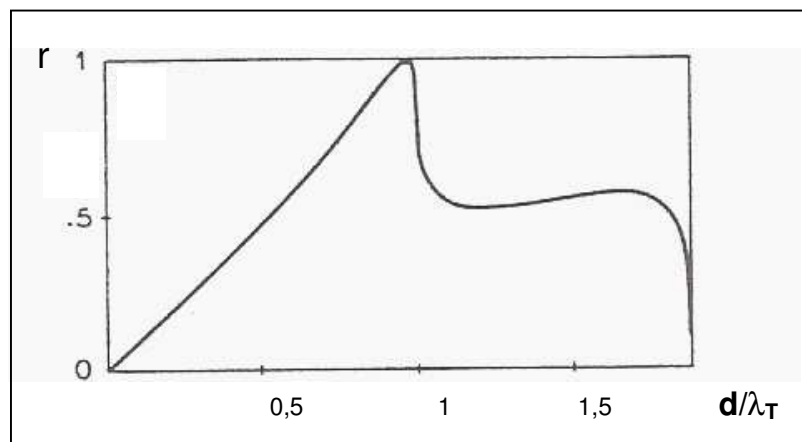
Littles *et al.* [Lit95] utilisent ensuite la méthode DSCS (Differential Self-Consistent Scheme) [Ros52], pour déterminer l'effet d'une fissure sur la transmission des ultrasons. Cette méthode suppose que la diffusion due à n+1 fissures est obtenue en ajoutant la diffusion de n fissures et d'une fissure. D'après leurs calculs, ils aboutissent à l'expression du coefficient de réflexion :

$$r = \frac{-V \ln(1-B)}{4 - V \ln(1-B)} \quad (\text{II.29})$$

avec B : pourcentage surfacique de fissures, V : volume d'ouverture d'une fissure défini par l'expression II.25.

Dans l'équation II.29, le terme V est évalué numériquement par les auteurs grâce à une méthode d'éléments finis. Les expériences réalisées par Little *et al.* [Lit95] ont montré que cette équation est vérifiée pour des pourcentages de fissures B de 10 et 20% et pour une taille demi-largeur de fissure inférieure à la longueur d'onde.

Les travaux élaborés par Angel *et al.* [Ang85] considèrent une disposition de fissures similaire à celle de Little *et al.* [Lit95]. Leurs calculs numériques d'un champ réfléchi pour un tel réseau montrent que le coefficient de réflexion peut varier grandement lorsque le rapport entre la demi-largeur des fissures s et la distance de centre à centre de fissures d est proche de 0,5 (figure II.13).



**Figure II.13 :** Evolution du coefficient de réflexion lorsque  $2s/d = 0,5$  [Ang85]

Dans tous les cas, les conditions aux limites prises pour ces calculs ne rendent pas compte de ce que nous aurons lorsque les défauts sont à l'interface entre un milieu solide et un milieu liquide. Ces résultats théoriques ne peuvent que nous alerter sur la sensibilité du coefficient de transmission avec le rapport entre la longueur d'onde et les dimensions caractéristiques des défauts.

## II.6. CONCLUSION

Nous avons présenté dans ce chapitre les phénomènes mis en jeu lors de la propagation des ultrasons à une interface liquide-solide et à une interface partielle (*à définir*) entre deux milieux solides en considérant une distribution de défauts (de type fissures ou inclusions) à l'interface. L'étude bibliographique sur ce dernier type d'interface a montré que la transmission et la réflexion des ondes dépendent de plusieurs paramètres comme la taille des défauts, la distance entre les défauts et leur répartition.

Les études relevées dans la bibliographie ne considèrent pas les défauts à une interface entre deux milieux liquide et solide. Une telle problématique est en effet inédite et nous rencontrons donc un nouveau sujet d'étude. Les modèles présentés pour les interfaces partielles entre deux milieux solides ne peuvent pas être si simplement étendus à notre application car nos "défauts" ne se comportent pas comme des fissures. En ce qui concerne notre étude sur une interface composite, nous déduisons de ce qui précède que la taille et la répartition des plots et des trous des substrats en silicium modèles étudiés au premier chapitre aura une influence sur la propagation des ondes.

III.1. INTRODUCTION .....	66
III.2. DEFINITION D'UN MODELE SURFACIQUE ET D'UNE FONCTION DE TRANSFERT DE L'INTERFACE.....	66
III.2.1. Définition d'une fonction de transfert de l'interface (FTI) .....	66
III.2.2. Définition d'un modèle surfacique.....	67
III.2.3. Expression de la FTI à partir du modèle surfacique.....	69
III.3. SIMULATION DE LA PROPAGATION DES ULTRASONS A TRAVERS DES PIÈCES EN ACIER.....	70
III.3.1. Généralités sur les codes de calcul existants .....	70
III.3.2. Méthodes d'analyses des résultats de simulation.....	71
III.3.3. Description de la géométrie des pièces étudiées .....	73
III.3.4. Modification du champ ultrasonore dans une pièce comprenant un trou.....	74
III.3.5. Modification du champ ultrasonore dans une pièce comprenant un réseau de trous .....	76
III.3.6. Détermination de la FTI pour différentes proportions d'interface liquide-solide .....	79
III.4. ETUDE EXPERIMENTALE DE LA PROPAGATION DES ONDES A TRAVERS UNE PIÈCE COMPRENANT UN RESEAU DE TROUS .....	82
III.4.1. Description du dispositif expérimental .....	82
III.4.2. Résultats expérimentaux .....	82
III.5. CONCLUSION.....	84

**Chapitre III :**

***Propagation des ultrasons dans des pièces  
en acier : simulations et expérience***

---

**III.1. INTRODUCTION**

Nous présentons dans ce chapitre la première étape de la stratégie de l'étude. Dans une première partie, un modèle surfacique permettant de relier la proportion d'interface liquide-solide avec l'amplitude des ondes transmises est présenté. Dans une deuxième partie, nous décrivons les simulations effectuées sur différentes pièces en acier afin d'étudier l'influence de la position de la pièce par rapport au transducteur ainsi que l'influence de la géométrie de la pièce sur la propagation des ondes. Enfin dans une dernière partie nous interprétons les résultats d'une étude expérimentale sur la propagation des ondes dans une pièce comprenant un réseau de trous.

**III.2. DEFINITION D'UN MODELE SURFACIQUE ET D'UNE FONCTION DE TRANSFERT DE L'INTERFACE**

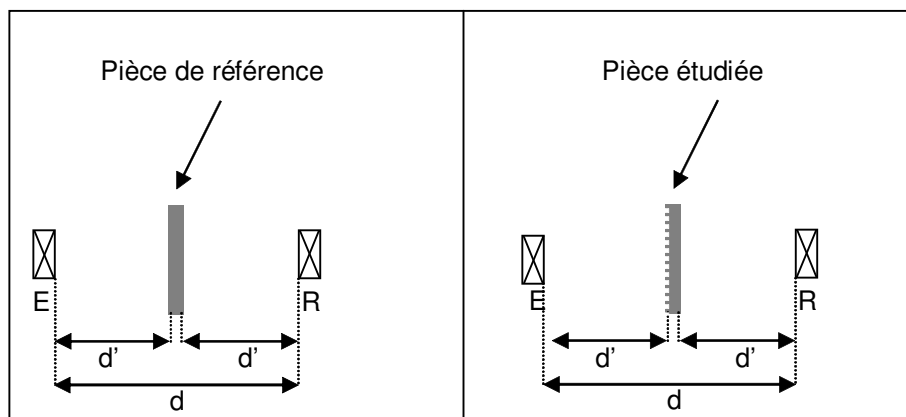
**III.2.1. Définition d'une fonction de transfert de l'interface (FTI)**

Pour notre étude sur les pièces en acier, nous utilisons le principe de mesure par comparaison (figure III.1). Il consiste à comparer les signaux obtenus pour une pièce de référence (dont l'interface liquide-solide est plane : *dans quelle limite ? on aurait aussi pu écrire : « dont la surface baignant dans le liquide est plane », car l'interface fait intervenir le liquide et pas seulement cette pièce de référence*) et les signaux obtenus pour la pièce étudiée. Le but est de réduire les causes de variations entre les deux signaux (cf modèle surfacique proposé § II.2.2).

La comparaison entre les deux signaux caractérise la différence entre une interface plane et l'interface étudiée. Le signal temporel n'étant pas monochromatique, il est plus intéressant de réaliser une spectroscopie ultrasonore, c'est-à-dire d'utiliser la transformée de Fourier du signal pour les analyses.

Nous définissons la fonction de transfert de l'interface (FTI) qui s'écrit comme le rapport des spectres des modules de la transformée de Fourier des signaux (équation III.1). Nous désignons  $A(f)$  l'amplitude du module de la transformée de Fourier pour la pièce étudiée et  $A_{référence}(f)$  l'amplitude du module de la transformée de Fourier pour la pièce de référence. L'équation III.1 est applicable pour la bande passante du transducteur.

$$FTI(f) = \frac{A(f)}{A_{référence}(f)} \quad (III.1)$$



**Figure III.1 :** Mesure par comparaison

### III.2.2. Définition d'un modèle surfacique

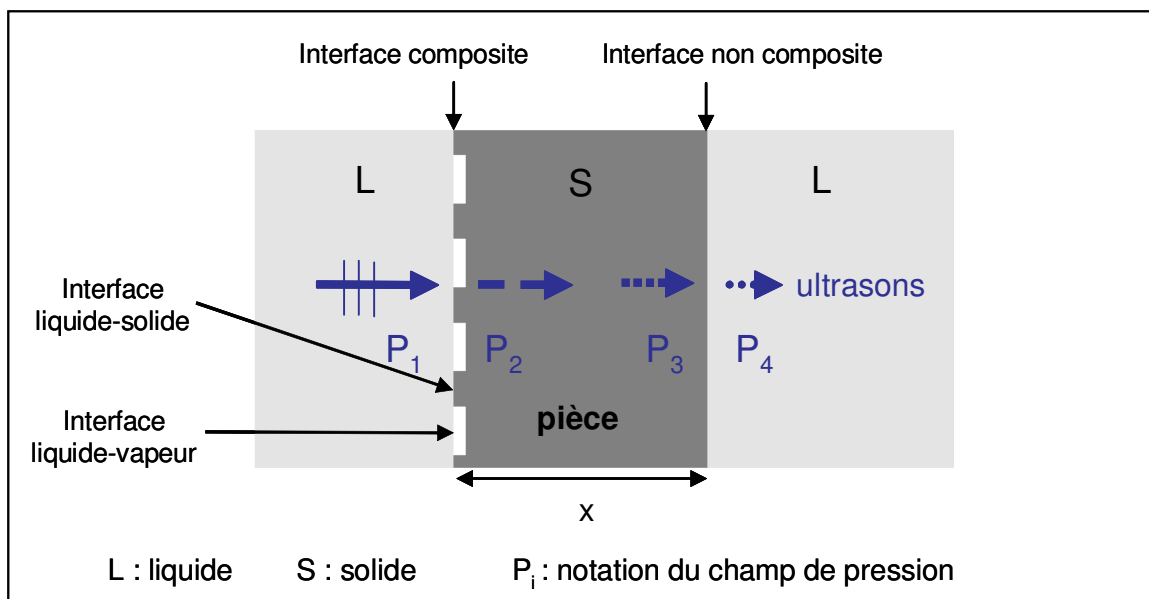
Nous cherchons à définir un modèle surfacique nous permettant d'exprimer la FTI en fonction de la proportion d'interface liquide-solide. Dans notre modèle, nous considérons une pièce en acier composée d'un réseau de trous. La première interface traversée par le faisceau ultrasonore est composite (partiellement liquide-vapeur et partiellement liquide-solide) et la deuxième interface ne l'est pas (figure III.2). Nous définissons une fraction surfacique  $\tau$  pour la première interface qui correspond à la proportion d'interface liquide-solide avec  $0 < \tau < 1$ .

Nous verrons dans le chapitre suivant comment obtenir expérimentalement une interface composite pour ce type de pièces.

Pour mettre en équation le système, nous considérons une onde plane en incidence normale et nous nous intéressons uniquement au trajet direct des ondes transmises dans la pièce. Nous faisons trois hypothèses simplificatrices importantes :

- la divergence des ondes dans la pièce étudiée est très proche de la divergence des ondes dans la pièce de référence,
- la multidiffusion entre les trous est négligée : une onde diffusée par un obstacle interagit faiblement avec les obstacles voisins,
- les ondes sont totalement réfléchies dans les zones d'interface liquide-vapeur (car l'impédance acoustique de la phase vapeur est très faible devant les impédances acoustiques des phases liquide et solide).

L'hypothèse sur la divergence des ondes est réaliste si la géométrie des trous est petite devant l'épaisseur de la pièce.



**Figure III.2 :** Schéma du trajet direct des ondes ultrasonores à travers la pièce étudiée

Nous définissons quatre pressions :

- $P_1$  : pression incidente,
- $P_2$  : pression transmise à la première interface,
- $P_3$  : pression incidente de la deuxième interface,
- $P_4$  : pression transmise à la deuxième interface.

Nous notons  $Z_S$  et  $Z_L$  les impédances acoustiques des milieux solide et liquide respectivement,  $x$  l'épaisseur de la pièce et  $\alpha$  le coefficient d'atténuation dans le milieu solide. Avec les hypothèses formulées ci-dessus, la fraction surfacique réduit proportionnellement à  $\tau$  le rapport des pressions  $P_1$  et  $P_2$ . Le rapport  $P_2 / P_1$  est ainsi donné par le coefficient de transmission  $t$  (cf chapitre II équation II.10) tel que :

$$\frac{P_2}{P_1} = \tau \times t = \tau \frac{2Z_S}{Z_L + Z_S} \quad (\text{III.2})$$

L'atténuation dans le solide nous donne une chute de la pression telle que :

$$P_3 = P_2 \exp(-\alpha x) \quad (\text{III.3})$$

La transmission à l'interface solide-liquide nous donne le rapport  $P_4 / P_3$  :

$$\frac{P_4}{P_3} = \frac{2Z_L}{Z_L + Z_S} \quad (\text{III.4})$$

A partir de ces équations, nous pouvons déterminer le rapport entre la pression ultrasonore  $P_4$  transmise à travers la pièce et la pression incidente  $P_1$  :

$$\frac{P_4}{P_1} = \frac{P_2}{P_1} \times \frac{P_3}{P_2} \times \frac{P_4}{P_3} = \frac{4Z_L Z_S}{(Z_L + Z_S)^2} \times \exp(-\alpha x) \times \tau \quad (\text{III.5})$$

### III.2.3. Expression de la FTI à partir du modèle surfacique

Si l'on considère une pièce de référence (sans trous) de même épaisseur  $x$  et de même matériau que la pièce comportant les trous, les deux interfaces liquide-solide sont non composite ( $\tau = 1$ ). Le rapport entre la pression ultrasonore  $(P_4)_{\text{référence}}$  transmise à travers la pièce de référence et la pression incidente  $P_1$  s'écrit d'après l'équation III.5 :

$$\frac{(P_4)_{\text{référence}}}{P_1} = \frac{4Z_L Z_S}{(Z_L + Z_S)^2} \times \exp(-\alpha x) \quad (\text{III.6})$$



A partir des équations III.5 et III.6 et en considérant que le rapport entre les signaux mesurés est proportionnel au rapport des pressions de l'onde ultrasonore [Jay89], nous pouvons exprimer la FTI en fonction de la proportion d'interface liquide-solide  $\tau$  :

$$FTI(f) = \frac{P_4}{(P_4)_{référence}} = \tau(f) \quad (\text{III.7})$$

### III.3. SIMULATION DE LA PROPAGATION DES ULTRASONS A TRAVERS DES PIÈCES EN ACIER

Le modèle surfacique ci-dessus comporte une approximation sur la divergence des ondes. Les conséquences de celle-ci ne sont pas simples à prévoir dans des pièces comportant des réseaux, en particulier lorsque la géométrie des trous de la pièce devient importante vis à vis de l'épaisseur de la pièce. Nous avons donc cherché à utiliser les codes de calcul existants pour simuler la propagation du champ ultrasonore dans nos géométries complexes.

#### III.3.1. Généralités sur les codes de calcul existants

Il existe plusieurs codes de calcul permettant de simuler la propagation des ultrasons dans des milieux liquide et solide. Le recensement de ces codes et leurs descriptions ont été réalisés par Gengembre [Gen99] et Spies et al. [Spi00]. Nous pouvons les classer en trois catégories : les codes semi-analytiques, les codes rayons, et les codes en éléments finis.

Les codes semi-analytiques comme le code CHAMPS-SONS 3D développé par le CEA permettent de calculer le champ ultrasonore rayonné dans une pièce anisotrope et hétérogène par un transducteur au contact ou immergé dans un couplant liquide. Associé au code MEPHISTO qui modélise l'interaction du faisceau avec les défauts, le code CHAMPS-SONS 3D permet de calculer pour chaque position le signal ultrasonore reçu par le transducteur résultant de l'interaction entre le faisceau incident et un défaut (plan, volumique, ou multi-facetté) ou entre le faisceau incident et les limites de la pièce [Cha00, Lhe00].

Les codes rayons décomposent le faisceau en pinceaux et permettent de calculer la direction de propagation des ultrasons. Schmitz et al. [Sch99] utilisent le code rayon 3D-Ray-SAFT dans le cas des soudures.

Les codes en éléments finis discrétisent les équations de l'élastodynamique comme les codes EFIT (Elastodynamic Finite Integration Technique) [Lan00], ULTSON 2D, et ATHENA. Le code ULTSON 2D développé par EDF permet de travailler en mode transmission ou en mode échographique dans une géométrie 2D en immersion ou au contact. Il simule toutes les configurations du contrôle, notamment les interactions avec des défauts de type trous ou entailles [Cha00]. Dans le cas de matériaux isotropes, il est possible d'introduire un coefficient d'atténuation dans le code. Le code ATHENA a été créé par EDF-INRIA et permet de simuler la propagation des ondes dans des milieux anisotropes hétérogènes en 2D et de visualiser le faisceau entier [Tso99].

Les simulations s'orientent aujourd'hui sur la prise en compte des effets des irrégularités de la surface [Lhe02] et sur les capteurs multi-éléments. Mais à notre connaissance aucun code de calcul ne permet de simuler la propagation des ultrasons aux interfaces composites. La difficulté réside dans le fait de définir des zones de phase vapeur dans un plan à une interface entre un milieu liquide et un milieu solide.

### III.3.2. Méthodes d'analyses des résultats de simulation

Nous avons choisi d'utiliser le code de calcul ATHENA sur des pièces composées d'un réseau de trous afin d'étudier l'effet de la répartition des trous sur la transmission des ondes ultrasonores.

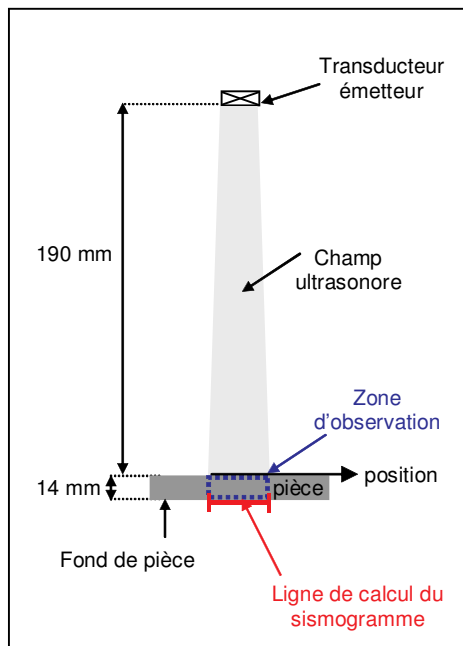
Ce code actuellement développé par le département SINETICS de EDF permet d'effectuer des simulations en deux dimensions sur des pièces immergées de différentes géométries en considérant une interface liquide-solide totale entre le liquide et la pièce. Nous ne pouvons pas étudier les effets de diffraction par les trous car ces phénomènes ne sont pas pris en compte par le code de calcul.

Toutes les simulations sont effectuées en immersion, avec une pièce disposée dans le champ lointain à 190 mm du transducteur émetteur de fréquence 1 MHz et de 25,4 mm de diamètre. La zone d'observation de la propagation des ondes ultrasonores est située sur toute l'épaisseur de la pièce et sur une largeur tenant compte de la divergence du faisceau ultrasonore (27 mm) (figure III.3). Le maillage de la zone d'observation est fixé à 0,25 mm et

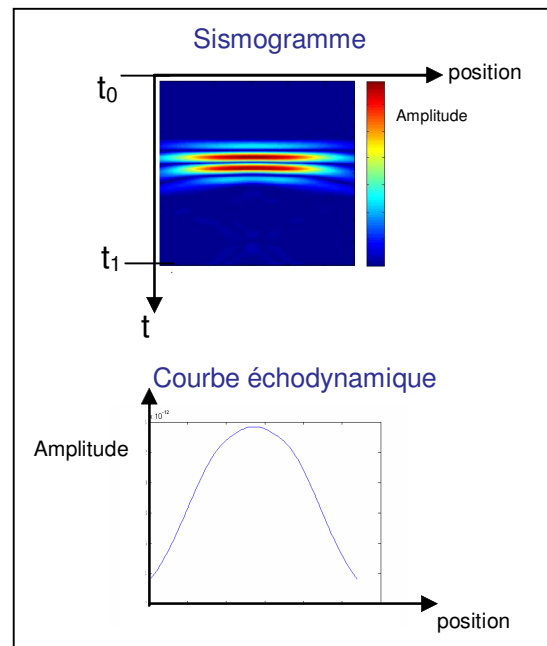
correspond aux ordres de grandeur généralement utilisés (douzième de la longueur d'onde :  $\lambda_{\text{acier}} = 5,7 \text{ mm}$ ). Les performances actuelles des calculs ne permettent pas de simuler la propagation des ondes à l'échelle des substrats en silicium. Les dimensions des plots et des trous varient entre 3 et 30  $\mu\text{m}$  et, en conséquence, le nombre de mailles nécessaires pour la simulation et les temps de calculs sont beaucoup trop élevés.

Deux moyens d'analyse sont utilisés pour interpréter les résultats d'ATHENA : un sismogramme et une courbe échodynamique. Un sismogramme est une image (temps, espace) reproduisant les amplitudes de l'onde traversant une ligne à une profondeur choisie entre deux temps  $t_0$  et  $t_1$ . Une courbe échodynamique représente le maximum d'amplitude obtenu pour chaque position spatiale entre les temps  $t_0$  et  $t_1$ .

Nous choisissons de définir une ligne de calcul au bas de la zone d'observation et nous visualisons le sismogramme et la courbe échodynamique à l'aide de fonctions programmées sous le logiciel Matlab (figure III.4).



**Figure III.3 :** Configuration des simulations effectuées avec ATHENA



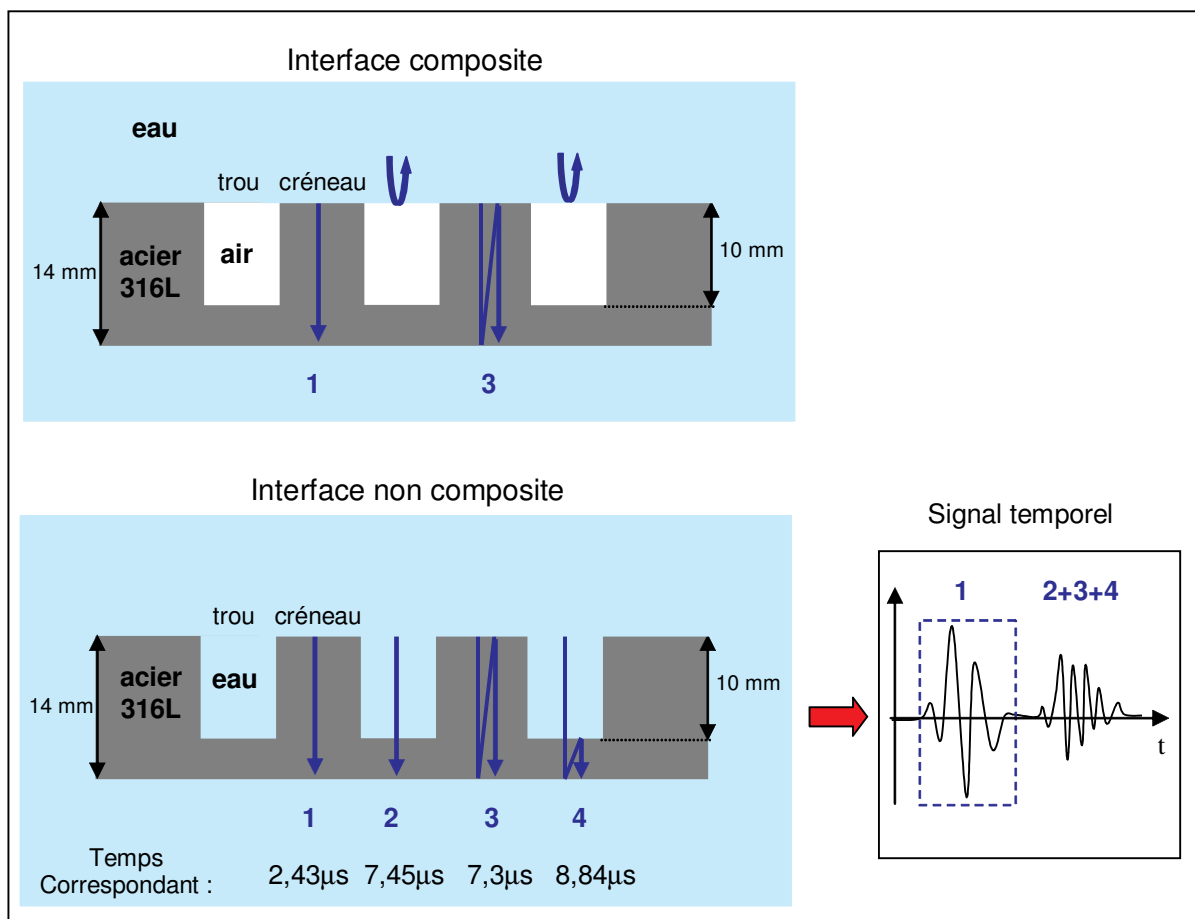
**Figure III.4 :** Exemples d'un sismogramme et d'une courbe échodynamique

Pour simuler l'amplitude du signal ultrasonore reçu par un transducteur récepteur situé derrière la pièce, la courbe échodynamique réalisée en fond de pièce est convoluée avec une fonction de Bessel reproduisant la sensibilité du transducteur récepteur (choisi à une fréquence de 1 MHz et un diamètre de 25,4 mm). Nous notons le maximum d'amplitude de la

courbe résultant du produit de convolution  $A_{conv}^{max}$  et nous obtenons une grandeur proportionnelle à l'amplitude du signal reçu par le récepteur.

### III.3.3. Description de la géométrie des pièces étudiées

Nous cherchons à reproduire artificiellement une interface composite avec des pièces en acier composées d'un réseau de trous et de créneaux (figure III.5) dont les dimensions sont inférieures à la taille du transducteur. Pour cela, nous souhaitons isoler le signal correspondant au trajet direct des ondes dans les créneaux (trajet 1) des autres trajets (trajets 2, 3 et 4). Nous reproduisons ainsi la réflexion des ondes au niveau des trous, comme si l'interface était composite. Nous avons étudié une géométrie de pièce dépendant de la fréquence du transducteur utilisé.



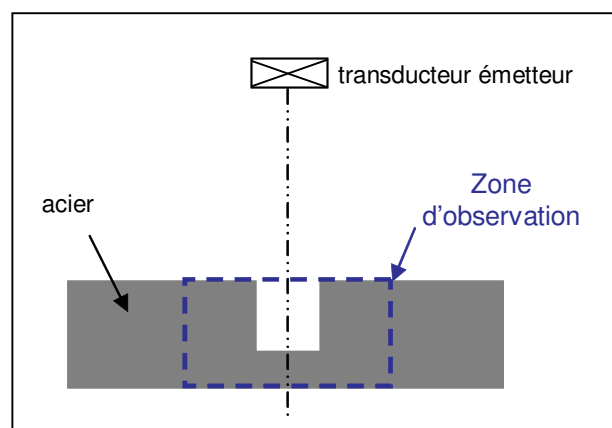
**Figure III.5 :** Caractéristiques des pièces en acier étudiées

Les simulations sont effectuées à une fréquence de 1 MHz et la durée du signal ultrasonore simulé est de deux périodes, soit 2  $\mu$ s pour cette fréquence. Les pièces étudiées ont une largeur de 100 mm et une épaisseur de 14 mm. Cette épaisseur permet d'isoler temporellement le signal correspondant au trajet direct des ondes à travers la pièce du trajet des ondes réfléchies dans la pièce (figure III.5). Les pièces comportent des trous dont la profondeur (10 mm) permet d'isoler temporellement le signal correspondant au trajet direct des ondes passant dans les créneaux des autres trajets. Elles sont en acier 316L qui est en première approximation globalement isotrope car il n'y a pas d'orientation préférentielle des grains. Nous utilisons pour les simulations les coefficients d'élasticité de cet acier définis par Chassignole [Cha00].

Il est à noter que la durée de deux périodes du signal imposée par le code ATHENA ne permet de séparer les signaux simulés que pour des fréquences supérieures ou égales à 0,6 MHz dans le cas de la géométrie choisie. Notons aussi que les trajets 3 et 4 ne sont pas pris en compte lors des simulations car le code considère que l'interface en fond de pièce est totalement absorbante.

### III.3.4. Modification du champ ultrasonore dans une pièce comprenant un trou

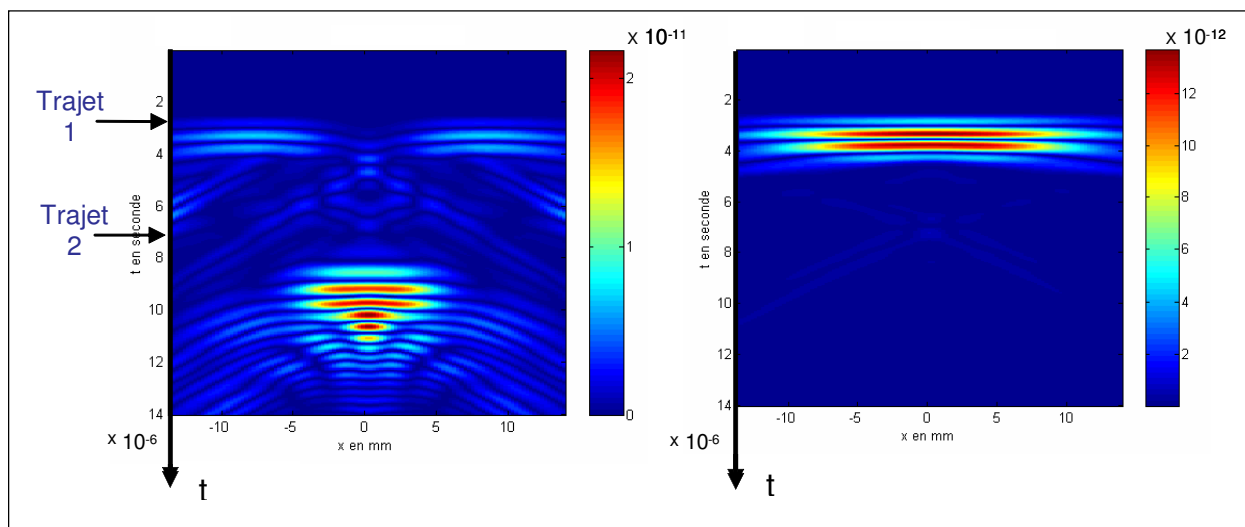
Avant d'étudier un réseau de trous, nous simulons la propagation des ultrasons pour une pièce comprenant un seul trou afin d'obtenir une référence. Les simulations sont effectuées pour un trou de 8 mm de diamètre et de 10 mm de profondeur dans le plan équatorial du trou pour une position du transducteur centrée par rapport au trou (figure III.6). Nous considérons que la pièce est immergée dans l'eau et que le trou est rempli d'eau.



**Figure III.6 :** Schéma d'un transducteur centré par rapport au trou de la pièce

Pour effectuer les simulations avec le code de calcul ATHENA, les matériaux compris dans la zone d'observation doivent être définis par une vitesse des ondes longitudinale et une vitesse des ondes transversale. L'eau remplissant le trou dans la zone d'observation ne répond pas à cette condition. Nous contournerons les limites d'ATHENA en définissant que le matériau remplissant le trou a une vitesse longitudinale égale à celle de l'eau et une vitesse transversale non nulle ( $1 \text{ m.s}^{-1}$ ). De cette façon nous pouvons simuler une pièce immergée dans de l'eau avec une interface eau-acier totale.

Le sismogramme obtenu en fond de pièce est présenté sur la figure III.7. Son allure est très différente de celle obtenue pour une pièce de mêmes caractéristiques sans trou (figure III.8). Les "traits" obliques présents sur les côtés du sismogramme de la pièce sont interprétés comme les ondes émises par les bords du transducteur. L'expérience du département SINETICS prouve que ces ondes théoriques sont plus faibles en réalité. Le point  $x = 0$  des sismogrammes correspond au centre de la zone d'observation.



**Figure III.7 :** Sismogramme pour la pièce comprenant un trou

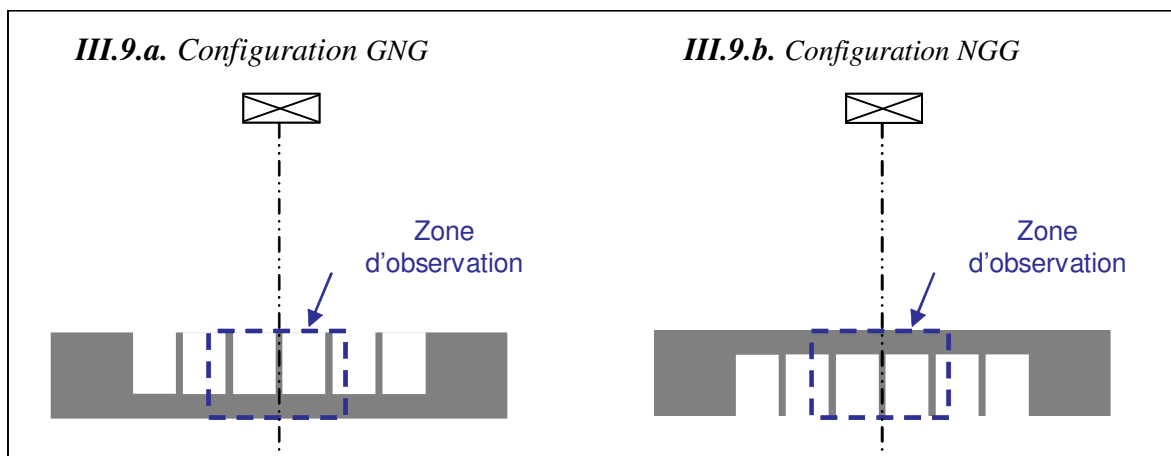
**Figure III.8 :** Sismogramme pour la pièce sans trou

Le sismogramme obtenu est filtré temporellement de manière à isoler le signal ultrasonore correspondant au trajet 1 des ondes autour du trou. Le temps 0 correspond à l'entrée des ondes dans la pièce. Les parties des signaux correspondant à un temps supérieur à  $7,45 \mu\text{s}$  (trajet 2 figure III.7) ne sont pas prises en compte pour la suite. Ce filtrage temporel permet de ne s'intéresser qu'aux ondes passant autour du trou (trajet 1 d'après la figure III.5) et ainsi de reproduire le cas d'une interface composite.

### III.3.5. Modification du champ ultrasonore dans une pièce contenant un réseau de trous

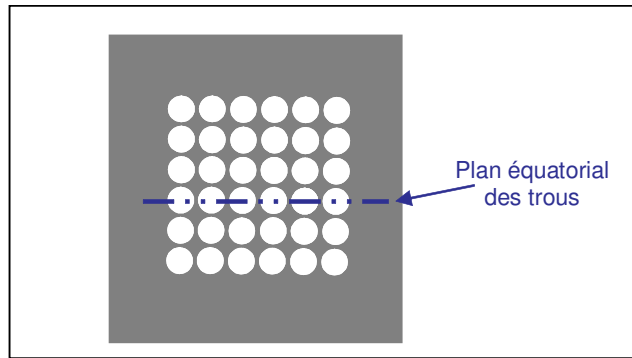
Nous considérons une pièce contenant un réseau de trous. Ce type de pièces sera étudié expérimentalement dans le chapitre IV. Nous étudions ici l'influence de la position de la pièce par rapport au transducteur. Dans une première configuration, la face gravée de la pièce (contenant les trous) est disposée en regard du transducteur émetteur : les ultrasons traversent une première surface de la pièce gravée G puis une deuxième surface non gravée NG. Cette configuration sera désignée GNG. La seconde configuration, inverse de la première sera notée NGG (figure III.9).

Si l'on considère le modèle surfacique défini précédemment, la configuration GNG ou NGG n'a pas d'influence sur l'amplitude du signal transmis.



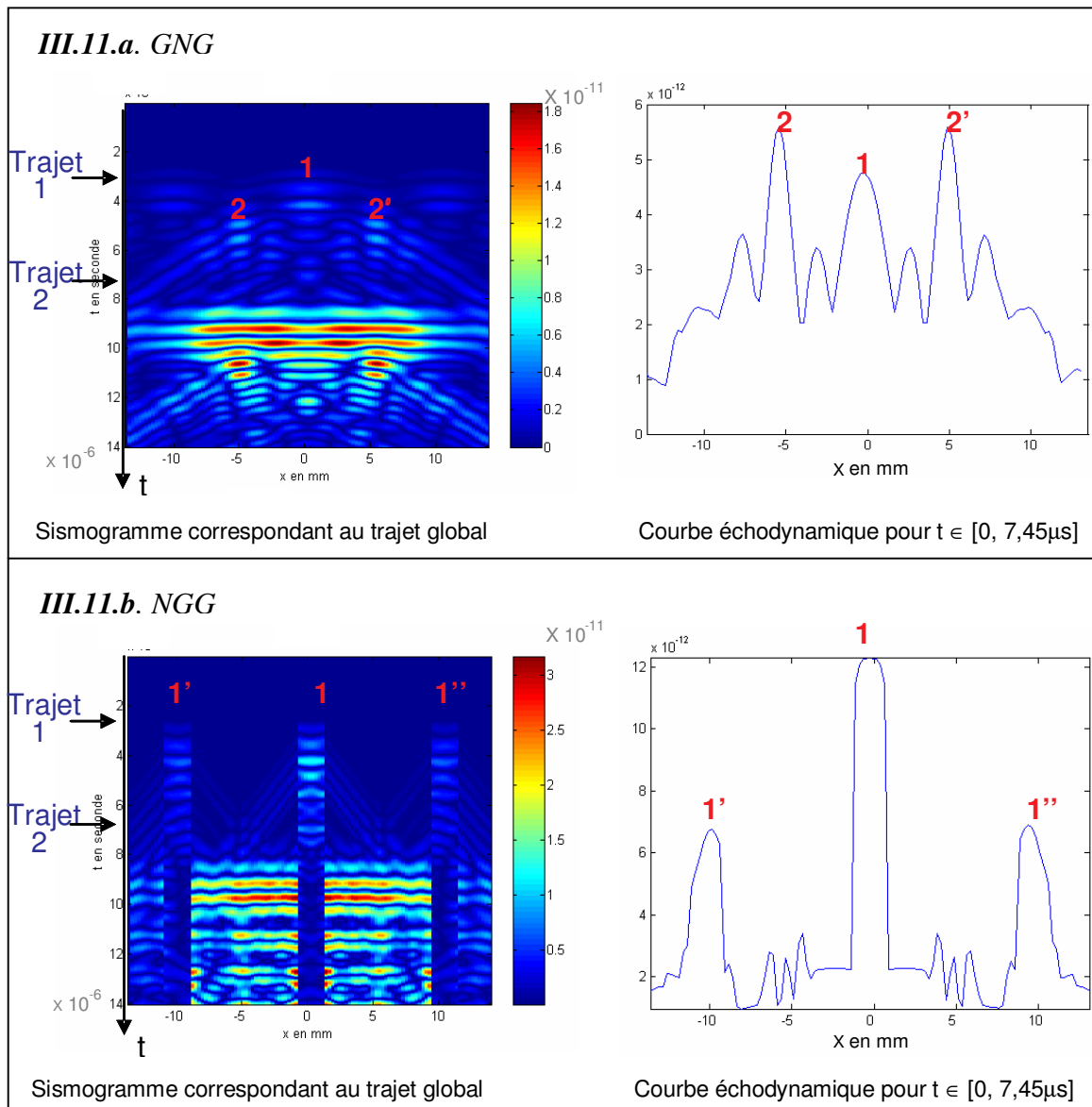
**Figure III.9 :** Schémas des configurations étudiées

La pièce étudiée comprend un réseau de 50% de trous de 8 mm de diamètre et de 10 mm de profondeur espacés de 10 mm de centre à centre de trous disposés en réseau carré. La pièce comporte des rangées de 6 trous suivant les axes x et y de manière à obtenir une surface de réseau supérieure à la surface vue par les ultrasons. Les simulations sont effectuées en deux dimensions suivant le plan équatorial des trous dans les mêmes conditions que les simulations précédentes (figure III.10).



**Figure III.10 :** Schéma de la pièce étudiée comprenant 50% de trous

Les sismogrammes obtenus pour les deux configurations (figure III.11) et les courbes échodynamiques correspondantes filtrées temporellement au temps  $t = 7,45\mu\text{s}$  sont présentés sur la figure III.11.



**Figure III.11 :** Sismogrammes et courbes échodynamiques pour les configurations GNG et NGG



La figure III.11 montre que les courbes échodynamiques filtrées temporellement ont une allure très différente selon la position du substrat. La profondeur des trous provoque une modification de la divergence des ondes non symétrique dans la pièce. Sans divergence du faisceau d'ondes incident, les courbes échodynamiques auraient la même allure et présenteraient des transitions franches pour les positions face à un créneau ou face à un trou.

Nous pouvons imaginer qu'un code rayon (cf § III.3.1) prévoirait des réflexions successives dans les créneaux. Le nombre de réflexions dépend de la divergence et des dimensions des créneaux. Le pic central **1** de la courbe échodynamique filtrée à  $7,45\mu\text{s}$  pour la configuration GNG correspond au trajet direct de l'onde dans le créneau central (cf figure III.9.a). En revanche, les pics **2** et **2'** ne correspondent pas au trajet direct de l'onde dans les créneaux car leurs positions correspondent à des positions face à un trou (cf figure III.9.a). Ceci confirme la divergence des ondes car l'amplitude de la courbe échodynamique devrait être nulle pour des positions correspondant aux positions des trous.

La divergence des ondes semble moins importante pour la configuration NGG car les amplitudes de la courbe échodynamique sont quasi nulles pour des positions correspondant aux positions des trous (figure II.11.b). Contrairement à la configuration GNG, les pics **1**, **1'** et **1''** correspondent au trajet direct de l'onde dans les créneaux. Ceci peut s'expliquer par le fait que l'onde plane est moins déformée pour cette position de pièce car elle rencontre une première interface plane homogène.



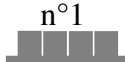

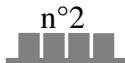

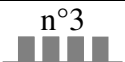

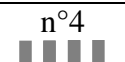

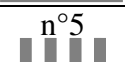

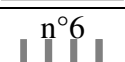

Il est très important de noter qu'en convoluant les courbes échodynamiques par une fonction de Bessel pour simuler l'amplitude du signal vu par un transducteur récepteur en mode transmission, les valeurs des amplitudes  $A_{conv}^{\max}$  sont du même ordre de grandeur pour les deux configurations ( $A_{conv}^{\max} = 2,87.10^{-10}$  pour une configuration GNG et  $A_{conv}^{\max} = 2,28.10^{-10}$  pour une configuration NGG). En effet la convolution moyenne les différences d'amplitude des courbes échodynamiques et le récepteur ne "perçoit" que très peu l'influence de la position de la pièce.

Il faut tenir compte de la taille du transducteur récepteur vis-à-vis des créneaux pour bien analyser les phénomènes de propagation. Nous avons un effet d'homogénéisation à l'échelle de la longueur d'onde qui peut être utile pour concevoir des expériences simples.

### III.3.6. Détermination de la FTI pour différentes proportions d'interface liquide-solide

Afin d'étudier l'influence de la répartition et de la taille des trous sur l'amplitude du signal transmis nous avons effectué des simulations sur la pièce comprenant le réseau de 50% de trous décrite précédemment. Les calculs étant réalisés en deux dimensions, nous avons étudié la propagation des ondes suivant six coupes différentes de la pièce afin d'obtenir différentes largeurs de trous  $tr$  et de créneaux  $cr$ , ce qui nous permet d'avoir six profils différents de pièce associés à chaque coupe (tableau III.1).

Les simulations réalisées en 2D pour ces différents profils reviennent à simuler en 3D la propagation des ondes à travers des pièces comprenant des créneaux rectangulaires (cf tableau III.1). Nous pouvons donc définir une proportion d'interface liquide-solide vue par le transducteur récepteur en mode transmission pour la zone d'observation considérée (de 27 mm de largeur).

Profils	cr (mm)	tr (mm)	Surface équivalente vue par le récepteur	Proportion d'interface liquide-solide $\tau$
	--	--		1
	9	1		0,93
	8	2		0,88
	6	4		0,66
	4,5	5,5		0,50
	4	6		0,44
	2	8		0,22

**Tableau III.1 :** Caractéristiques des profils étudiés

Nous avons simulé la propagation des ultrasons pour les six profils en configuration GNG et nous avons déterminé les courbes échodynamiques correspondant aux trajets des ondes dans les créneaux. Les simulations effectuées au paragraphe précédent ont permis de mettre en évidence l'effet de la divergence des ondes dans la pièce (cf figure III.11). De façon à ne s'intéresser uniquement au trajet direct des ondes dans les créneaux (1 figure III.11.a), le

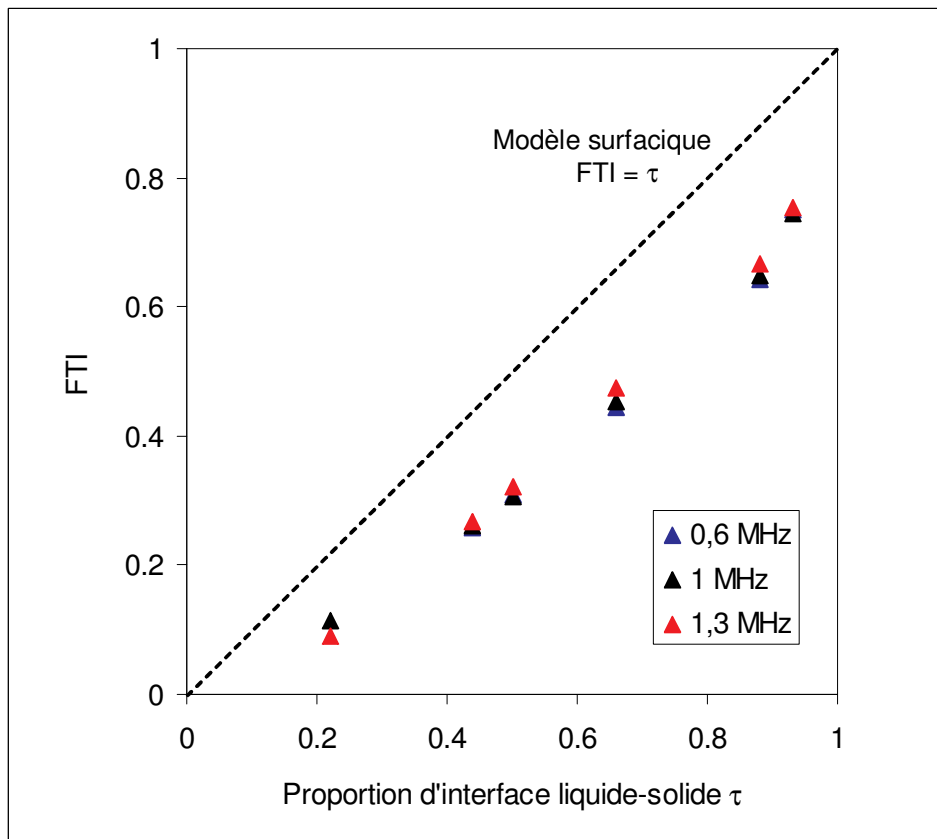
filtrage temporel est augmenté et est effectué à la fin de la première période du premier signal temporel. Nous éliminons ainsi les premiers trajets divergents (ondes 2 et 2' de la figure III.11.a). Le filtrage temporel est aussi effectué sur la pièce de référence pour comparer les valeurs entre elles et déterminer la FTI. En raison du filtrage, les valeurs de la FTI sont plus faibles que celles obtenues pour une interface composite réelle mais donnent une tendance d'évolution de la FTI pour chaque profil.

Pour chaque profil, nous avons déterminé les valeurs de  $A_{conv}^{max}$  à partir des courbes échodynamiques filtrées et calculé la FTI pour trois fréquences différentes : 0,6 MHz, 1MHz et 1,3 MHz qui reproduisent la largeur de la bande passante à 1MHz (cf chapitre IV tableau IV.1). Les valeurs de  $A_{conv}^{max}$  et de la FTI sont présentées dans le tableau III.2 pour chaque profil étudié.

	$\tau$	0,6 MHz		1 MHz		1,3 MHz	
		$A_{conv}^{max}$ ( $\times 10^{-10}$ )	FTI	$A_{conv}^{max}$ ( $\times 10^{-10}$ )	FTI	$A_{conv}^{max}$ ( $\times 10^{-10}$ )	FTI
référence	1	8,713	1	7,204	1	6,155	1
Profil n°1	0,93	6.591	0,750	5,377	0,746	4,638	0,753
Profil n°2	0,88	5,614	0,644	4,670	0,648	4,109	0,667
Profil n°3	0,66	3,870	0,444	3,260	0,452	2,928	0,475
Profil n°4	0,5	2,693	0,309	2,204	0,306	1,979	0321
Profil n°5	0,44	2,251	0,258	1,884	0,261	1,655	0,268
Profil n°6	0,22	--	--	0,825	0,114	0,563	0,091

**Tableau III.2 :** Valeurs de  $A_{conv}^{max}$  et de la FTI pour les fréquences de 0,6, 1 et 1,3 MHz

A partir du tableau III.2, nous pouvons tracer l'évolution de la FTI en fonction de la proportion d'interface liquide-solide  $\tau$  pour les trois fréquences étudiées et comparer cette évolution avec le modèle surfacique (figure III.12).



**Figure III.12 :** Evolution de la FTI en fonction de la proportion d'interface liquide-solide  $\tau$

La figure III.12 montre que les valeurs de la FTI sont logiquement inférieures à celles prévues par le modèle surfacique puisque la géométrie en créneaux profonds accentue la perte d'énergie ultrasonore par divergence. Les résultats montrent aussi que la fréquence a peu d'influence sur les valeurs de la FTI. Il est important de noter qu'il n'y a pas de relation linéaire avec la fréquence.

Lorsque  $\tau$  diminue, la taille des créneaux  $cr$  devient petite par rapport à la longueur d'onde  $\lambda$ . Lors de nos simulations, les résultats obtenus étaient supérieurs à ceux prévus par le modèle surfacique à partir d'une valeur du rapport  $\lambda/cr$  égale à 4. La valeur obtenue à 0,6 MHz pour  $\tau = 0,22$  est légèrement supérieure à celle prévue par le modèle surfacique. Nous pensons que dans ce cas nous avons atteint une limite de simulation. Le résultat n'a donc pas été conservé. Nous excluons le fait que la cause de ce phénomène soit liée au maillage de la zone d'observation car des simulations effectuées avec un maillage de 0,1 mm donnaient des résultats similaires à ceux obtenus pour un maillage de 0,25 mm.

L'évolution de la FTI en fonction de la proportion d'interface liquide-solide  $\tau$  sera étudiée expérimentalement au chapitre suivant.

## III.4. ETUDE EXPERIMENTALE DE LA PROPAGATION DES ONDES A TRAVERS UNE PIÈCE COMPRENANT UN RESEAU DE TROUS

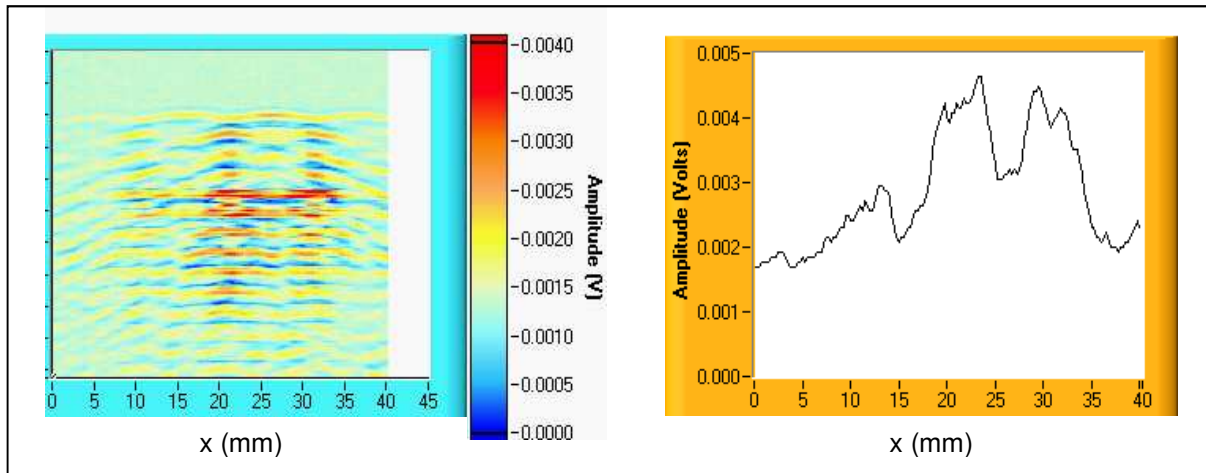
### III.4.1. Description du dispositif expérimental

Une étude expérimentale a été réalisée pour caractériser le champ ultrasonore à travers la pièce en acier comprenant un réseau de 50% de trous de 8 mm de diamètre de 10 mm de profondeur (figure III.10). Les surfaces usinées ont un état de surface avec un paramètre de rugosité Ra inférieur à 14  $\mu\text{m}$ . L'expérience a pour but de tester la validité des simulations réalisées précédemment. La pièce est immergée dans l'eau et l'interface liquide-solide est totale.

Le transducteur émetteur utilisé pour les expériences est un Panametrics v192 de fréquence nominale 1 MHz et de 25,4 mm de diamètre. Nous avons vu que le signal obtenu par le transducteur récepteur à 1 MHz correspond à une moyenne du champ ultrasonore sur plusieurs crêteaux (cf § III.3.5). Pour étudier plus précisément le comportement des ondes, nous avons choisi de remplacer le transducteur récepteur par un hydrophone de diamètre 1 mm. Celui-ci est positionné à 140 mm du transducteur. L'hydrophone est disposé à 7 mm de la pièce pour éviter qu'il ne la touche. La configuration étudiée est GNG.

### III.4.2. Résultats expérimentaux

Le dispositif expérimental développé au LCND à partir du logiciel Labview permet d'acquérir une image de l'onde traversant la pièce. Cette image peut se comparer au sismogramme en fond de pièce (cf III.2.3) en supposant faible la divergence en sortie de pièce. L'hydrophone est aligné avec l'axe du faisceau ultrasonore. Le déplacement de l'hydrophone est effectué perpendiculairement à cet axe sur une distance de 20 mm de part et d'autre de celui-ci avec un pas de déplacement de 0,25 mm. Le signal ultrasonore reçu par l'hydrophone étant très faible, nous avons effectué une moyenne temporelle sur 128 signaux de façon à améliorer le rapport signal sur bruit. Le sismogramme expérimental et la courbe échodynamique globale sont représentés sur les figures III.13 et III.14.

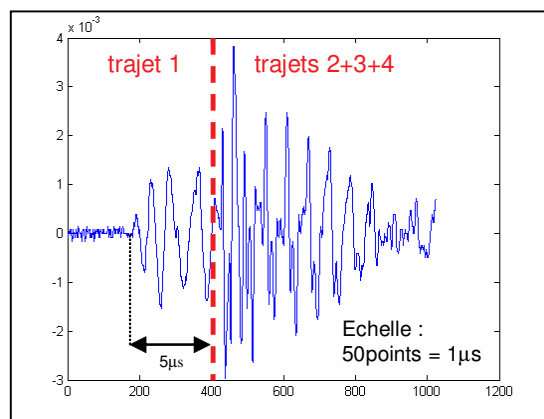


**Figure III.13 :** Sismogramme

**Figure III.14 :** Courbe échodynamique globale

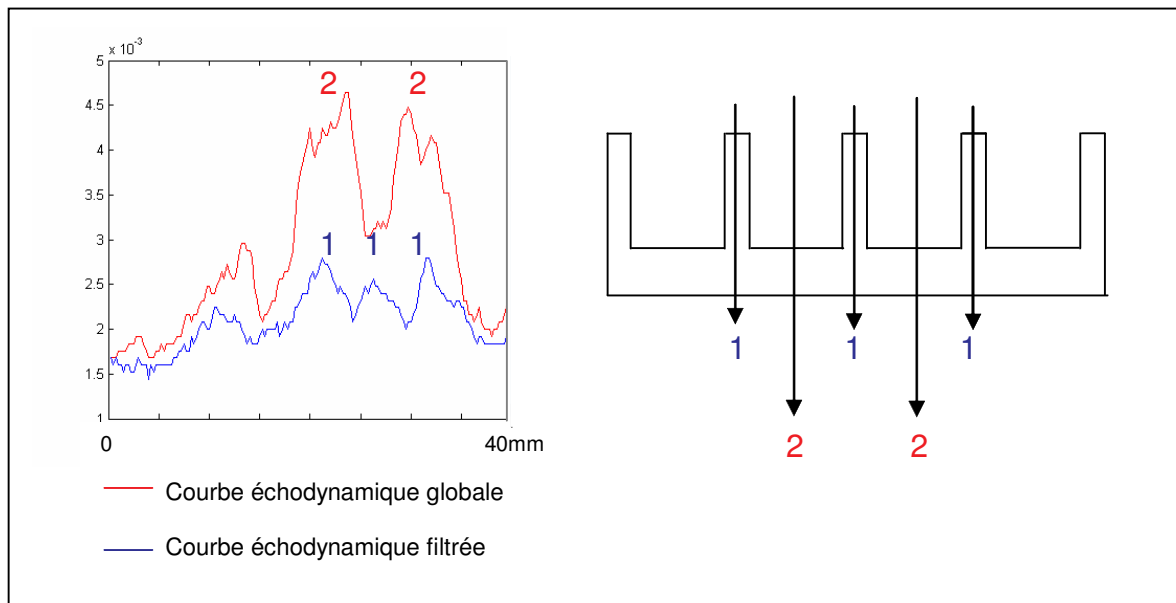
L'allure du sismogramme présenté sur la figure III.13 est similaire à celle obtenue par simulation (cf figure III.11.a). Les zones d'amplitude maximales du sismogramme correspondent aux trajets des ondes dans les trous de la pièce. La courbe échodynamique présentée sur la figure III.14 montre des variations d'amplitude suivant la position  $x$ . L'amplitude est maximum lorsque l'hydrophone est positionné face à un trou puisque les ondes sont moins atténuées dans l'eau que dans l'acier. La largeur des pics d'amplitude élevée de la courbe échodynamique est proche de 8 mm et la distance entre les pics est proche de 2 mm. Ceci montre que le déplacement de l'hydrophone a été effectué dans un plan proche du plan équatorial des trous.

Comme nous l'avons effectué lors des simulations, nous voulons isoler temporellement le signal correspondant au trajet direct des ondes dans les créneaux (cf figure III.5) et tracer la courbe échodynamique filtrée de manière à "simuler" une interface composite. Le signal temporel obtenu pour la position centrée par rapport au transducteur ( $x = 20$  mm) est schématisé sur la figure III.15 avec les trajets des ondes correspondants.



**Figure III.15 :** Signal temporel correspondant à la position  $x = 20$  mm

La figure III.15 montre que l'on peut isoler temporellement le signal correspondant au trajet 1 de façon à "simuler" une interface composite. Les courbes échodynamiques globale et filtrée sont représentées sur la figure III.16.



**Figure III.16 :** Courbes échodynamiques globales et filtrées

D'après la figure III.16, la courbe échodynamique globale présente deux pics qui correspondent aux trajets 2 des ondes dans les trous. La courbe échodynamique filtrée présente trois pics qui correspondent aux positions des trajets 1 des ondes dans les créneaux. Ceci montre que le filtrage temporel permet également d'isoler le signal correspondant au trajet des ondes dans les créneaux dans le cas expérimental. L'allure de la courbe échodynamique filtrée est cependant différente des courbes simulées. Ces différences sont dues au fait que dans les simulations, le transducteur émet une seule fréquence alors que pour les expériences, plusieurs fréquences sont émises. Ainsi, les transitions sont plus lissées puisque l'hydrophone a un diamètre de 1 mm (quatre fois supérieur au pas du maillage) et qu'il mesure le signal pour toute la bande de fréquence.

### III.5. CONCLUSION

Les simulations réalisées ont montré que les configurations GNG et NGG (*face gravée en regard du transducteur émetteur ou pas*) avaient peu d'influence sur l'amplitude du signal ultrasonore mesuré en mode transmission lorsque la taille des deux transducteurs est

au moins deux fois plus grande que les créneaux. Elles ont aussi montré que la géométrie de type créneau accentue les conséquences de la divergence lorsque la profondeur des trous est importante vis-à-vis de l'épaisseur de la pièce.

Les simulations effectuées sur des pièces présentant différentes proportions d'interface liquide-solide  $\tau$  ont montré que les valeurs de la FTI dépendent peu de la fréquence (dans la bande passante utilisée) et ne sont pas linéaires. Lorsque la taille du créneau n'est pas trop petite devant la longueur d'onde ( $\lambda/cr < 4$ ), les valeurs de la FTI simulées sont inférieures à celles prévues par le modèle surfacique. Une partie de l'énergie ultrasonore est perdue par la divergence des ondes.

Les expériences réalisées sur la pièce comprenant une répartition surfacique de trous de 50% confirment que pour la géométrie de la pièce que nous avons choisie, nous pouvons isoler temporellement le signal correspondant au trajet des ondes dans les créneaux. Les courbes échodynamiques obtenues avec l'hydrophone permettent de retrouver les alternances trous-créneaux.

Pour simuler la propagation des ondes en 3D pour différentes formes, tailles et répartitions des créneaux, nous pourrions utiliser les résultats effectués en 2D et effectuer les simulations pour différentes coupes de la pièce. Le résultat de la propagation en 3D des ondes serait obtenu en effectuant une somme pondérée des signaux obtenus en 2D pour les différentes coupes selon le principe d'une intégration discrète.



IV.1. INTRODUCTION .....	86
IV.2. DETERMINATION DE LA FTI POUR DES PIECES EN ACIER .....	87
IV.2.1. Dispositifs expérimentaux .....	87
a) <i>Dispositif en immersion</i> .....	87
b) <i>Dispositif "pot LIQUIDUS"</i> .....	88
IV.2.2. Résultats.....	90
a) <i>Pièces étudiées</i> .....	90
b) <i>Résultats obtenus avec le dispositif en immersion</i> .....	92
c) <i>Résultats obtenus avec le dispositif "pot LIQUIDUS"</i> .....	96
IV.3. DETERMINATION DE LA FTI POUR DES SUBSTRATS MODELES .....	98
IV.3.1. Dispositif en immersion.....	99
a) <i>Conditions opératoires</i> .....	99
b) <i>Cas d'une interface non composite</i> .....	100
c) <i>Cas d'une interface composite</i> .....	103
IV.3.2. Dispositif "LIQUIDUS" .....	106
a) <i>Description du dispositif "LIQUIDUS"</i> .....	106
b) <i>Préparation des substrats et conditions opératoires</i> .....	107
c) <i>Résultats</i> .....	108
IV.4. CONCLUSION.....	110

**Chapitre IV :**

***Etude expérimentale de la propagation des ultrasons en présence d'interface composite***

---

**IV.1. INTRODUCTION**

Ce chapitre est consacré à une étude réalisée avec deux dispositifs expérimentaux sur deux types de pièces ~~présentant~~ *induisant lors des essais de mouillage* une interface composite à deux échelles différentes. Il constitue les deux dernières étapes de notre stratégie d'étude.

Nous présentons tout d'abord l'étude menée sur des pièces en acier de mêmes caractéristiques que celles étudiées dans le chapitre précédent et présentant une interface composite "artificielle" à l'échelle de la longueur d'onde ultrasonore. Nous décrivons les dispositifs expérimentaux, les résultats obtenus pour les deux dispositifs et nous mettons en évidence l'effet de la présence d'une interface composite sur la transmission des ondes ultrasonores.

Nous présentons ensuite une étude menée à une autre échelle sur les substrats en silicium étudiés dans le premier chapitre et présentant une interface composite réelle. Nous décrivons les résultats obtenus sur les deux dispositifs et nous discutons de l'influence de l'interface composite sur la propagation des ondes à une échelle bien inférieure à la longueur d'onde ultrasonore.

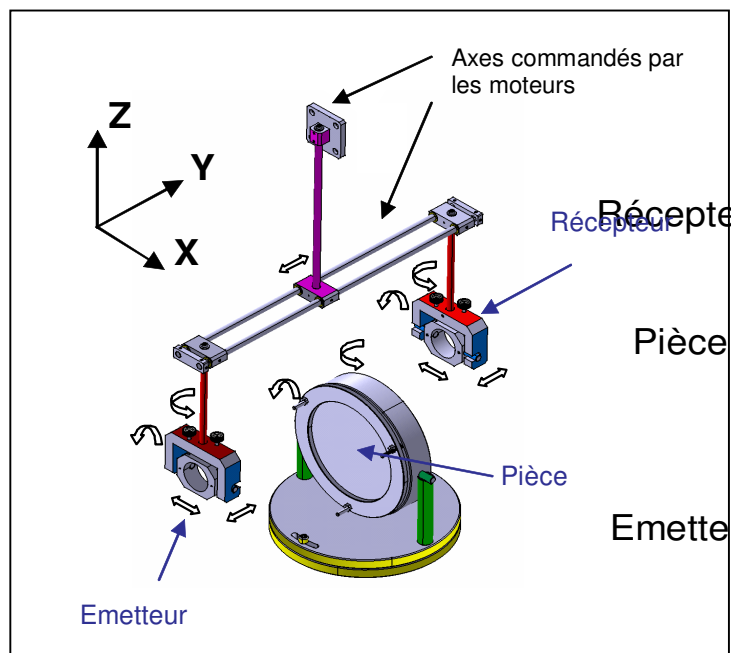
## IV.2. DETERMINATION DE LA FTI POUR DES PIÈCES EN ACIER

### IV.2.1. Dispositifs expérimentaux

#### a) Dispositif en immersion

Des expériences ultrasonores ont été réalisées au LCND à l'aide du dispositif expérimental en immersion schématisé sur la figure IV.1. Ce dispositif permet un grand degré de liberté dans la position des pièces par rapport aux transducteurs.

Les transducteurs utilisés sont immergés dans la cuve remplie d'eau à température ambiante (20°C) et positionnés sur un système mécanique permettant de régler la position des transducteurs par rapport aux pièces. Le système mécanique est équipé d'une commande motorisée (Micro-Contrôle) permettant de déplacer les transducteurs et de garantir la perpendicularité des pièces par rapport à l'axe du faisceau ultrasonore (axe y sur la figure IV.1).



**Figure IV.1 :** Schéma du système mécanique (d'après [Cha03])

Les pièces sont positionnées à 190 mm de chaque transducteur de manière à effectuer les expériences dans le champ lointain.

Les transducteurs utilisés pour les expériences ont un diamètre de 25,4 mm et sont immergeables. Ils sont excités par un générateur de signaux impulsionnel (SOFRANEL 5055PR) et numérisés avec un oscilloscope (Lecroy 9410). Leurs caractéristiques définies par le constructeur sont présentées dans le tableau IV.1.

Transducteurs	Fréquence nominale (MHz)	Bande passante (MHz) à - 6 dB
Panametrics v302 et HBS HCC1/25	1	0,63 - 1,27

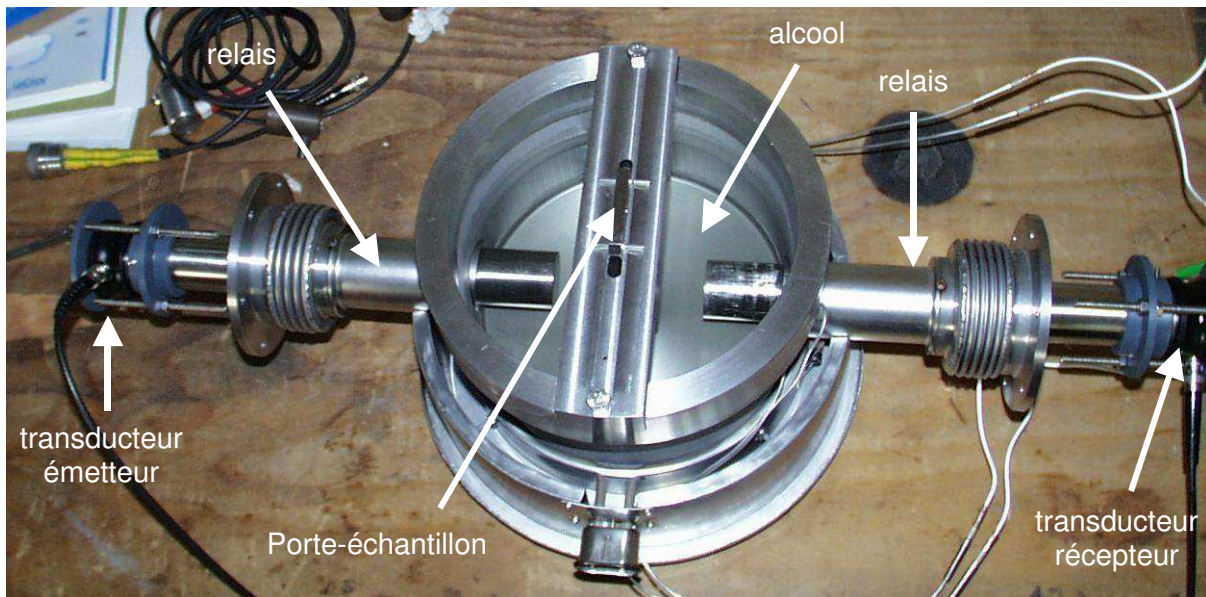
***Tableau IV.1 : Caractéristiques des transducteurs utilisés avec le dispositif en immersion***

Pour les expériences, nous avons choisi d'étudier l'évolution de la FTI en fonction de la fréquence. Le signal ultrasonore étudié est isolé dans une fenêtre temporelle à l'oscilloscope, moyenné (moyenne effectuée sur 1000 signaux) et traité informatiquement à l'aide du logiciel Matlab pour déterminer le spectre fréquentiel avec une résolution de 20 kHz.

### ***b) Dispositif "pot LIQUIDUS"***

Un dispositif expérimental "LIQUIDUS" a été développé au CEA dans le but de réaliser des expériences ultrasonores en métal liquide avec l'eutectique plomb-bismuth dont le point de fusion est 127°C [Gro97]. Les expériences sont réalisées à 180°C avec les substrats en silicium caractérisés par les expériences de mouillage décrites au chapitre I. En raison de la difficulté de mise en oeuvre des expériences liée à l'utilisation des métaux liquides, une configuration simple du pot d'essai sur lequel les mesures ultrasonores sont effectuées a été retenue. Cette configuration n'autorise pas un grand degré de liberté dans les positions des pièces.

Le "pot LIQUIDUS" est en acier 316L de 210 mm de diamètre et contient le liquide (environ 3 litres) dans lequel les substrats sont immergés (figure IV.2). Des relais cylindriques en acier 316L de 40 mm de diamètre et de 300 mm de longueur sont soudés au pot et ont pour but de guider les ondes ultrasonores entre les transducteurs et le métal liquide. Ils permettent de maintenir les transducteurs à température ambiante lorsque le liquide est chauffé à 180°C. La distance entre les relais est de 100 mm. Les dimensions du pot et des relais résultent d'une étude effectuée au CEA [Duc01, Duc02].



**Figure IV.2 :** Dispositif “pot LIQUIDUS”

Avant d’effectuer les expériences en métal liquide avec les substrats en silicium, nous avons effectué des expériences préliminaires dans le “pot LIQUIDUS” avec les pièces en acier immergées dans de l’alcool éthylique (à 95% en volume) à température ambiante. L’objectif était de valider le dimensionnement du dispositif expérimental et en particulier, de vérifier que les relais ultrasonores ne causaient pas d’artefacts dans la mesure (cf IV.2.2.c).

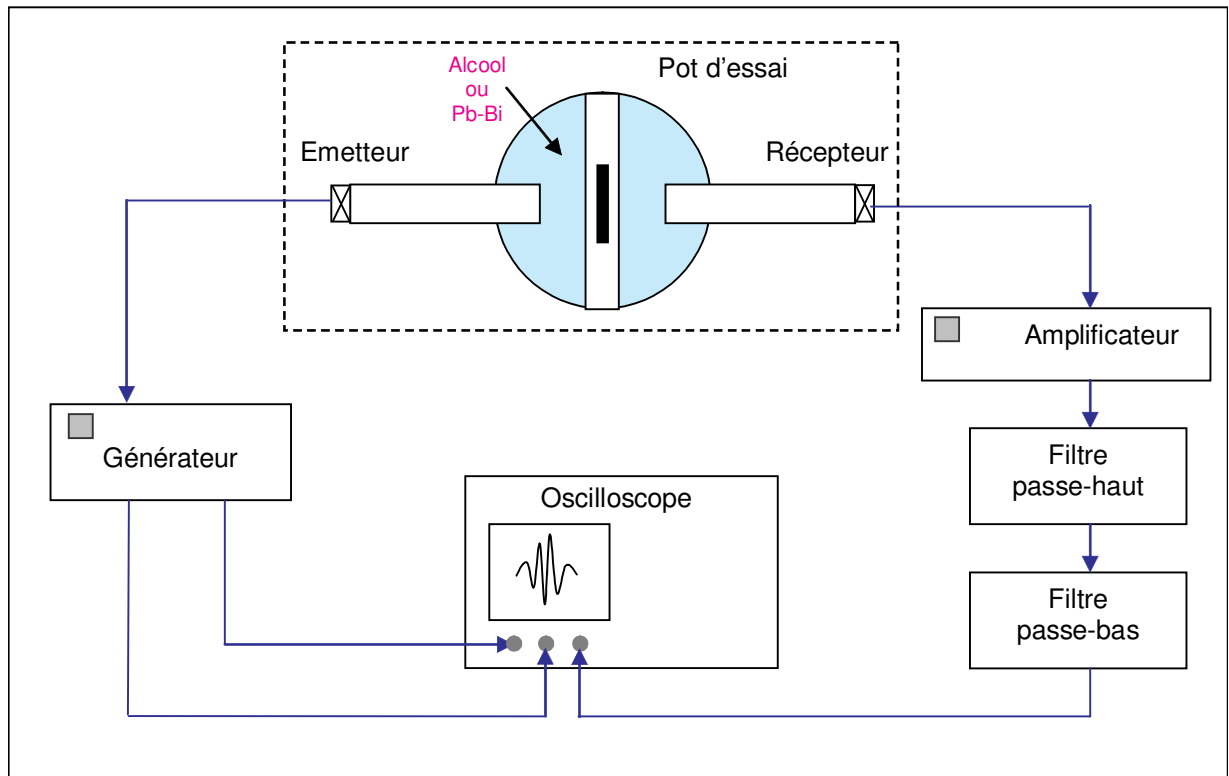
Les transducteurs utilisés pour les expériences ont un diamètre de 38,1 mm et ne sont pas immergeables. Leurs caractéristiques définies par le constructeur sont présentées dans le tableau IV.2.

Transducteurs	Fréquence nominale (MHz)	Bande passante (MHz) à - 6 dB
Panametrics v192	1	0,56 - 1,42

**Tableau IV.2 :** Caractéristiques des transducteurs utilisés avec le “pot LIQUIDUS”

Les ultrasons sont émis à l’aide d’un générateur (EXPERT SEPEMA). Un amplificateur de signaux (ANALOGIC D 1000) est connecté au transducteur récepteur. Deux filtres passe-haut et passe-bas sont reliés à l’amplificateur de signaux. Le filtre passe-haut permet de supprimer les signaux parasites correspondant au trajet des ondes dans les relais et la paroi du pot et le filtre passe-bas permet de supprimer les hautes fréquences (3 MHz). La bande passante après filtrage est de : 0,6 - 1,4 MHz. Les signaux sont visualisés sur un

oscilloscope LECROY 9310 C. La chaîne de mesure est schématisée sur la figure IV.3. Le traitement des signaux est le même que celui effectué dans le cas du dispositif en immersion.



**Figure IV.3 :** Schéma de la chaîne de mesure utilisée avec le dispositif "pot LIQUIDUS"

## IV.2.2. Résultats

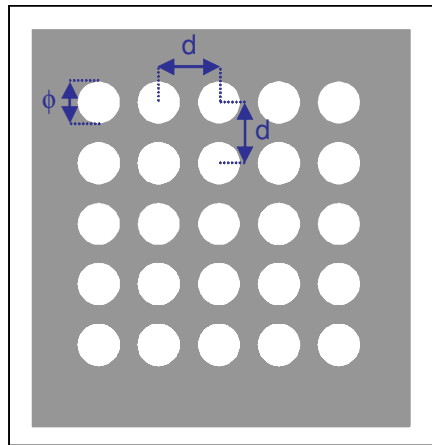
### a) Pièces étudiées

Des pièces en acier 316L ont été usinées de manière à obtenir différentes proportions d'interface composite. Des trous de différents diamètres ont été percés sur une face des pièces selon un réseau carré sur une profondeur de 5 mm. La profondeur des trous n'est pas de 10 mm comme pour les pièces étudiées dans le chapitre précédent car nous ne cherchons plus à isoler temporellement le signal correspondant au trajet direct des ondes passant autour des trous, puisque l'interface est composite.

Les pièces sont carrées, de 100 mm de côté et suffisamment larges comparées au diamètre du faisceau ultrasonore pour éviter les interactions entre les bords de la pièce et les ultrasons. L'épaisseur des pièces est de 14 mm ce qui permet de séparer temporellement le signal correspondant au trajet direct des ondes dans la pièce du signal correspondant au trajet

des ondes réfléchies dans la pièce (cf chapitre III § III.3.3). Une autre pièce en acier 316L de mêmes dimensions que celles présentées précédemment mais sans trous sert de référence pour les expériences.

Six pièces ont été usinées avec des tailles de trous comprises entre 2 et 10 mm encadrant la longueur d'onde dans l'acier à 1 MHz :  $\lambda = 5,7$  mm. Elles comportent différentes répartitions surfaciques de trous de diamètre  $\phi$  répartis en réseau carré et espacés d'une distance  $d$  de centre à centre de trous (figure IV.4).



**Figure IV.4 :** Schéma descriptif des pièces étudiées

Les expériences ont été réalisées avec les deux dispositifs expérimentaux décrits précédemment et nous avons mesuré la FTI pour chaque pièce. Les systèmes eau-acier et alcool-acier étant mouillants ( $\theta_y < 90^\circ$ ), une fine couche de film plastique alimentaire a été appliquée sur une face de chaque pièce de manière à empêcher le liquide de pénétrer dans les trous et afin de créer une interface composite “artificielle”. La phase présente à l’intérieur des trous est de l’air. La pièce de référence a aussi été recouverte de film plastique sur une face afin d’inclure ce film dans la référence de la chaîne de transmission des ondes et de conserver le modèle surfacique simplifié pour déterminer la FTI (équation III.7 chapitre III).

Les proportions d’interface liquide-solide  $\tau$  pour chaque pièce revêtue du film plastique sont le complémentaire des proportions surfaciques des trous. Le calcul des proportions surfaciques de trous s’effectue en considérant une maille du réseau carré selon la formule suivante :

$$\text{Proportion surfacique de trous} = \frac{\pi\phi^2}{4d^2} \quad (\text{IV.1})$$

Les caractéristiques des pièces étudiées sont présentées dans le tableau IV.3. Des proportions d'interface liquide-solide inférieures à 40% n'ont pas été étudiées en raison des limitations d'usinage des pièces.

Nom de la pièce	$\phi$ (mm)	d (mm)	Proportion surfacique de trous	Proportions d'interface liquide-solide $\tau$
Pièce de référence	--	--	--	100 %
Pièce n°1	2	7	7%	93%
Pièce n°2	5	10	20%	80%
Pièce n°3	10	15	35%	65%
Pièce n°4	7	10,5	35%	65%
Pièce n°5	8	10	50%	50%
Pièce n°6	8	9	60%	40%

**Tableau IV.3 :** Caractéristiques des pièces étudiées

D'après le tableau IV.3, les pièces n°3 et n°4 présentent les mêmes proportions d'interface liquide-solide avec une répartition et une taille de trous différentes. Il est important de noter qu'une même valeur de  $\tau$  peut être obtenue pour différentes géométries du réseau. Les expériences réalisées sur ces deux pièces permettront d'observer l'influence du réseau de trous sur la valeur de la FTI.

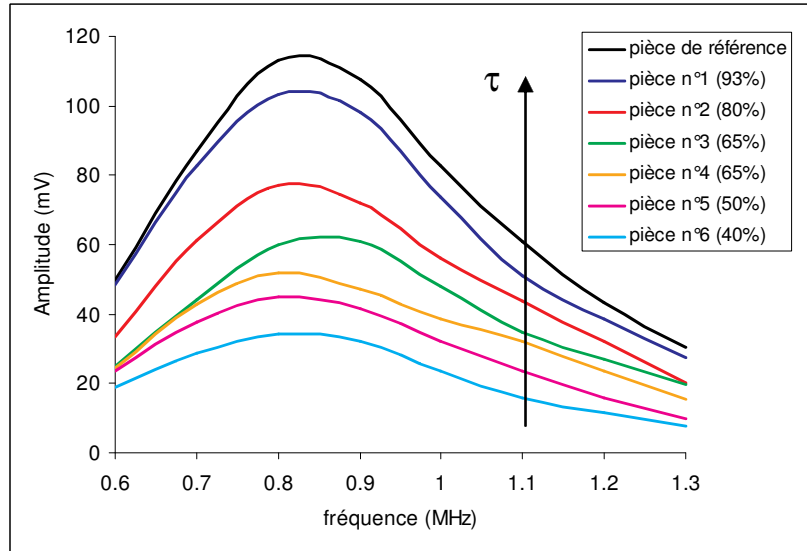
#### ***b) Résultats obtenus avec le dispositif en immersion***

Chaque pièce a été immergée perpendiculairement au faisceau (cf IV.2.1.a), la face comprenant les trous face au transducteur émetteur (configuration GNG). Les signaux ultrasonores transmis à travers la pièce ont été mesurés pour quatre positions différentes des transducteurs par rapport à la pièce (déplacement horizontal et vertical de 5 mm) et moyennés de manière à homogénéiser l'effet de la position des trous par rapport au transducteur.

Des mesures ultrasonores sur le signal transmis à travers la pièce de référence ont été réalisées avec et sans le film plastique. Elles ont montré que l'influence de la présence du film plastique sur l'amplitude du signal transmis est négligeable.

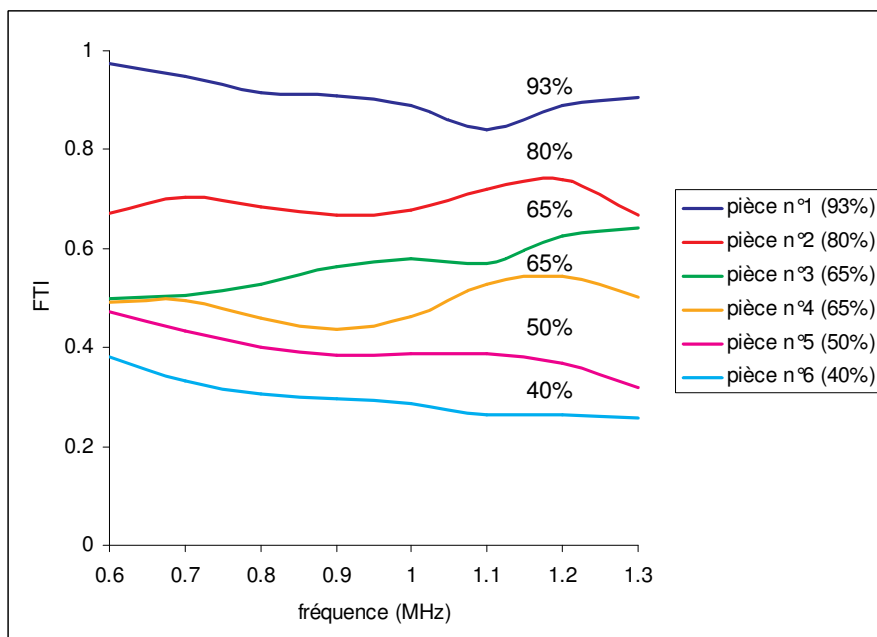


Pour chaque pièce étudiée, les moyennes des quatre spectres du module de la transformée de Fourier obtenus à partir des quatre signaux temporels sont présentées sur la figure IV.5 pour la bande passante des transducteurs à -6 dB. Les valeurs des amplitudes du module de la transformée de Fourier mesurées pour chaque pièce sont reproductibles.



**Figure IV.5 :** Module de la transformée de Fourier pour chaque pièce étudiée

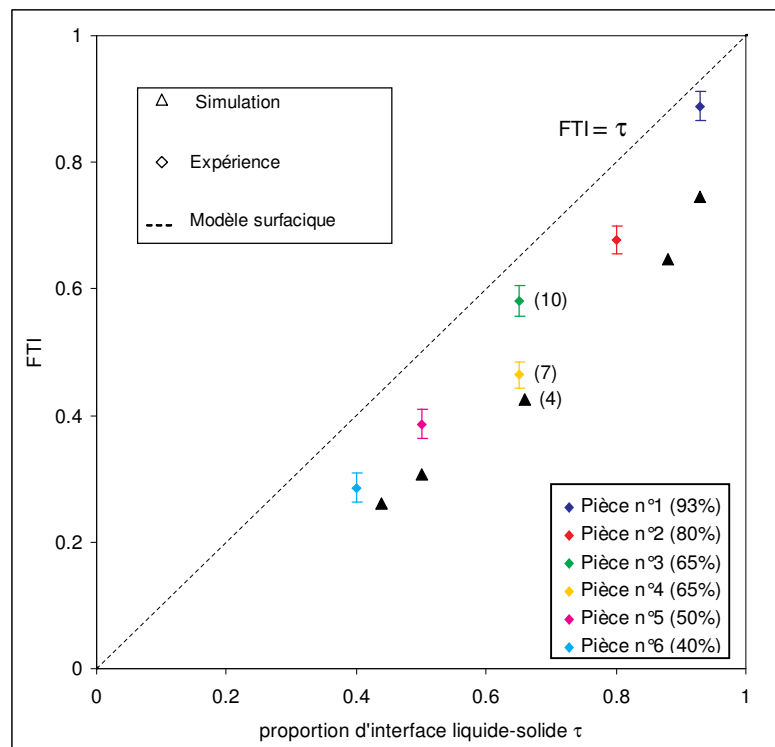
La figure IV.5 montre que pour la bande passante étudiée l'allure des spectres du module de la transformée de Fourier est similaire pour chaque pièce et que l'amplitude augmente lorsque la proportion d'interface liquide-solide  $\tau$  augmente. A partir de cette figure, nous pouvons tracer l'évolution de la FTI pour chaque pièce en faisant le rapport des moyennes des modules de la transformée de Fourier pour une pièce et la pièce de référence (figure IV.6).



**Figure IV.6 :** Evolution de la FTI en fonction de la fréquence

La figure IV.6 montre que l'évolution de la FTI avec la fréquence est différente suivant la proportion d'interface liquide-solide. Contrairement aux travaux de Kinra *et al.* [Kin99] (cf chapitre II § II.5.2.b) nous n'observons pas de maxima correspondant aux fréquences de résonance du réseau pour la bande passante étudiée. Pour vérifier leur présence, il faudrait étendre la bande passante, voire changer de fréquence et donc de transducteur.

A partir de la figure IV.6, nous pouvons représenter l'évolution de la FTI pour une fréquence de 1 MHz en fonction de la proportion d'interface liquide-solide  $\tau$ . Nous pouvons comparer les valeurs obtenues à cette fréquence avec celles des simulations effectuées au chapitre précédent et celles prévues par le modèle surfacique (figure IV.7). Les barres d'erreur sur la figure représentent la dispersion des mesures autour de la valeur moyenne.



( ) : diamètres des trous pour une valeur de  $\tau$  de 65% ou 66 %

**Figure IV.7 :** Evolution de la FTI en fonction de  $\tau$  à 1 MHz

Comme pour les valeurs de la FTI simulées, les valeurs expérimentales sont inférieures aux valeurs prédites par le modèle surfacique. L'évolution de la FTI est différente de celle obtenue par simulation pour des pièces comportant des créneaux rectangulaires (cf chapitre III). Nous obtenons une information très intéressante à partir de la figure IV.7 : les valeurs expérimentales sont encadrées par les valeurs obtenues par simulation et les valeurs prévues par le modèle surfacique.

Le fait que les valeurs expérimentales soient supérieures aux valeurs obtenues par simulation peut s'expliquer par les géométries des pièces expérimentales. Les pièces réelles ont des trous circulaires et les simulations correspondent à des créneaux rectangulaires. La forme rectangulaire des créneaux accentue la perte d'énergie par divergence. De plus, le choix d'un filtrage juste après la fin de la première période du premier signal temporel pour les simulations (cf § III.3.6) élimine une partie de l'énergie.

Pour une même valeur de  $\tau$ , la forme et la répartition des trous ou des créneaux ont une influence sur la valeur de la FTI. Ceci confirme les résultats pour les pièces n°3 et n°4 présentant toutes deux la même valeur  $\tau$  (65%) : des valeurs différentes de la FTI sont obtenues avec un écart de près de 7%. Nous pensons que ces différences sont liées à la taille des trous par rapport à la longueur d'onde. Pour la pièce n°3, le diamètre des trous (10 mm) est environ deux fois plus grand que la longueur d'onde à 1 MHz alors que pour la pièce n°4, le diamètre des trous (7 mm) est plus proche de la longueur d'onde. La FTI obtenue pour la simulation avec  $\tau = 66\%$  correspond à des trous de 4 mm. Une bonne concordance est ainsi observée : pour une valeur de  $\tau$  donnée, le résultat le plus proche de la simulation correspond à la pièce expérimentale dont le diamètre des trous se rapproche du diamètre des trous de la pièce simulée (cf figure IV.7).

Ces résultats montrent les limites du modèle surfacique pour déterminer la FTI et d'une modélisation en 2D avec une onde monochromatique. Cependant, le modèle surfacique donne une tendance d'évolution de la FTI et nous pouvons conclure de manière positive que les écarts observés par rapport au modèle ne sont pas très importants. Il faut aussi souligner que suivant la taille des trous  $\phi$  par rapport à la longueur d'onde  $\lambda$ , les trois domaines de diffusion sont représentés dans la bande passante des transducteurs (0,6 à 1,3 MHz) avec une prédominance du domaine stochastique (tableau IV.4).

Pièces	Domaine de Rayleigh	Domaine stochastique	Domaine géométrique
Pièce n°1 $0,21 < \phi / \lambda < 0,45$	x		
Pièce n°2 $0,52 < \phi / \lambda < 1,13$	x	x	x
Pièce n°3 $1,04 < \phi / \lambda < 2,26$		x	x
Pièce n°4 $0,73 < \phi / \lambda < 1,58$	x	x	x
Pièces n°5 et n°6 $0,83 < \phi / \lambda < 1,81$	x	x	x

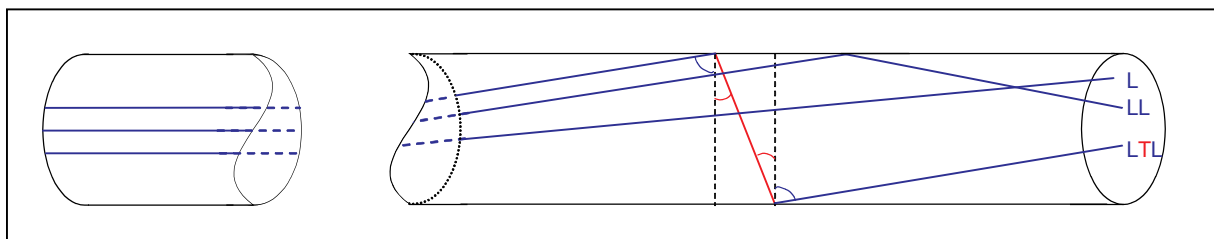
**Tableau IV.4 :** Domaines de diffusion pour les pièces étudiées dans la bande passante 0,6 – 1,3 MHz

L'interprétation des résultats en fonction de la fréquence ne peut donc pas se faire simplement à partir des modèles pour un seul régime de diffusion. Pour effectuer une analyse précise des résultats, il faudrait identifier l'influence de la taille des trous, de leur répartition et de la distance entre les trous pour chaque domaine de diffusion.

**c) Résultats obtenus avec le dispositif "pot LIQUIDUS"**

Contrairement au dispositif en immersion, ce dispositif est équipé de relais. La longueur des relais (300 mm) étant supérieure à la distance du champ proche (61 mm dans l'acier pour le transducteur utilisé), le faisceau diverge et les ondes se réfléchissent sur les parois des relais. Il en résulte pour une onde longitudinale incidente de nombreuses conversions de mode (passage d'une onde longitudinale L à une onde transversale T). Le nombre de ces conversions de mode dépend de la fréquence des ultrasons et du rayon du relais [Roy96].

Le signal en sortie du relais est composé de plusieurs échos correspondant aux différents trajets de l'onde. Si l'onde longitudinale n'est pas réfléchiée sur les parois du relais, elle parcourt le trajet L et arrive la première (figure IV.8). L'onde longitudinale réfléchiée sur les parois du relais sans conversion de mode parcourt le trajet LL et arrive plus tard que l'onde de trajet L. L'onde parcourant le trajet LTL est réfléchiée sur les parois du relais et subit une conversion de mode. Elle arrive plus tard que l'onde de trajet LL.



**Figure IV.8:** Différents trajets possibles pour l'onde incidente dans le relais

Si l'on examine les signaux affichés à l'oscilloscope, le premier signal correspond au trajet des ondes longitudinales pures L+LL. Il est suivi d'une succession d'échos distants entre eux d'un même intervalle de temps  $\Delta t$ . Le deuxième signal correspond à une conversion de mode (trajet LTL), le troisième signal correspond à deux conversions de mode (trajet

LTLTL) et ainsi de suite. L'intervalle de temps  $\Delta t$  entre deux conversions de mode successives, par exemple du trajet LTL au trajet LTLTL est déterminé selon la relation suivante [Lig87] :

$$\Delta t = \frac{d\sqrt{c_L^2 - c_T^2}}{c_L c_T} \quad (\text{IV.2})$$

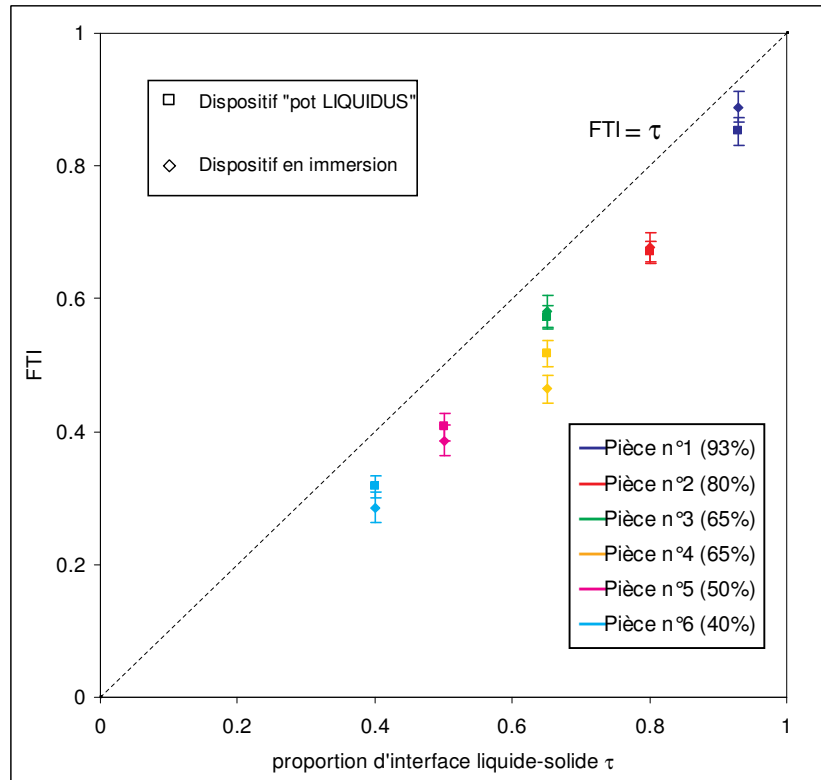
avec  $d$  : diamètre du relais ;  $c_L$  : vitesse des ondes longitudinales ;  $c_T$  : vitesse des ondes transversales.

D'après la relation IV.2, nous obtenons  $\Delta t = 10,86 \mu\text{s}$  ( $d = 0,04 \text{ m}$ ,  $c_L = 5750 \text{ m.s}^{-1}$ ,  $c_T = 3100 \text{ m.s}^{-1}$ ), ce qui est en accord avec l'intervalle de temps entre les deuxième, troisième et quatrième signaux obtenus à l'oscilloscope.

Lorsque la pièce est immergée dans le pot, le signal correspondant au trajet direct des ondes dans la pièce est isolé temporellement des autres trajets. La présence des relais ne perturbe donc pas la mesure du signal ultrasonore correspondant au trajet direct des ondes dans la pièce. Cependant, l'onde peut être déformée par les réflexions sur les parois du relais et les signaux peuvent être différents de ceux obtenus avec le dispositif en immersion. Ceci entraîne une légère différence entre les résultats obtenus sur les deux dispositifs expérimentaux.

Après l'application du film plastique sur la surface comprenant les trous pour reproduire une interface composite, chaque pièce en acier a été immergée dans l'alcool liquide perpendiculairement au faisceau selon la configuration GNG. Comme pour le dispositif en immersion, les signaux ultrasonores transmis à travers la pièce ont été mesurés pour quatre positions différentes de la pièce par rapport aux transducteurs (déplacement horizontal et vertical de 5 mm) et moyennés.

Nous avons déterminé les valeurs de la FTI pour chaque pièce à la fréquence de 1 MHz. Les valeurs de la FTI en fonction de  $\tau$  sont présentées sur la figure IV.9 pour les deux dispositifs expérimentaux.



**Figure IV.9 :** FTI en fonction de  $\tau$  à 1 MHz pour les deux dispositifs

Les valeurs de la FTI obtenues avec ce dispositif sont très proches de celles obtenues avec le dispositif en immersion. Les résultats pour les pièces n°3 et n°4 confirment que la taille et la répartition des trous ont une influence. La figure IV.9 montre que l'influence des relais sur la FTI est faible et ceci est une conséquence de la méthode par comparaison avec une référence. Nous pouvons donc confronter les résultats obtenus avec les deux dispositifs expérimentaux.

### IV.3. DETERMINATION DE LA FTI POUR DES SUBSTRATS MODELES

Les substrats modèles utilisés pour les expériences sont en silicium et ont été étudiés au premier chapitre (cf tableau I.1 chapitre I). Plusieurs de ces substrats de géométrie différente présentent la même proportion d'interface liquide-solide. Les expériences réalisées sur ces substrats permettent d'étudier l'influence de la géométrie de la surface sur la FTI à une autre échelle que celle des pièces en acier. Pour une fréquence de 1 MHz, le rapport  $\phi/\lambda$  vaut  $3,79 \cdot 10^{-3}$  pour les substrats en silicium (avec  $c_L = 8430 \text{ m.s}^{-1}$ ) et est très faible comparé à celui des pièces en acier, qui est compris entre 0,34 et 1 (avec  $c_L = 5750 \text{ m.s}^{-1}$ ).

Pour effectuer les expériences, les échantillons sont tenus par une bague en acier 316L et la partie utile des substrats constitue un disque de 50 mm de diamètre. Le diamètre des échantillons ne permet pas d'effectuer des mesures pour des positions décalées, comme nous le faisons pour les pièces en acier pour obtenir une valeur moyenne. Un substrat non gravé (les deux faces du substrat sont de qualité poli miroir) de même épaisseur que les substrats gravés sert de référence. Les expériences ont tout d'abord été réalisées avec le dispositif en immersion afin d'étudier les phénomènes de propagation des ultrasons avant d'effectuer les expériences en métal liquide avec le dispositif "LIQUIDUS".

L'épaisseur des substrats est de  $530 \pm 1$   $\mu\text{m}$ . Elle est trop faible pour pouvoir isoler temporellement le signal correspondant au trajet direct des ondes à travers le substrat des autres trajets, comme nous le faisons pour les pièces en acier. Lors des expériences, nous avons analysé le signal global (somme des signaux correspondant aux trajets des ondes direct et réfléchis).

### **IV.3.1. Dispositif en immersion**

#### *a) Conditions opératoires*

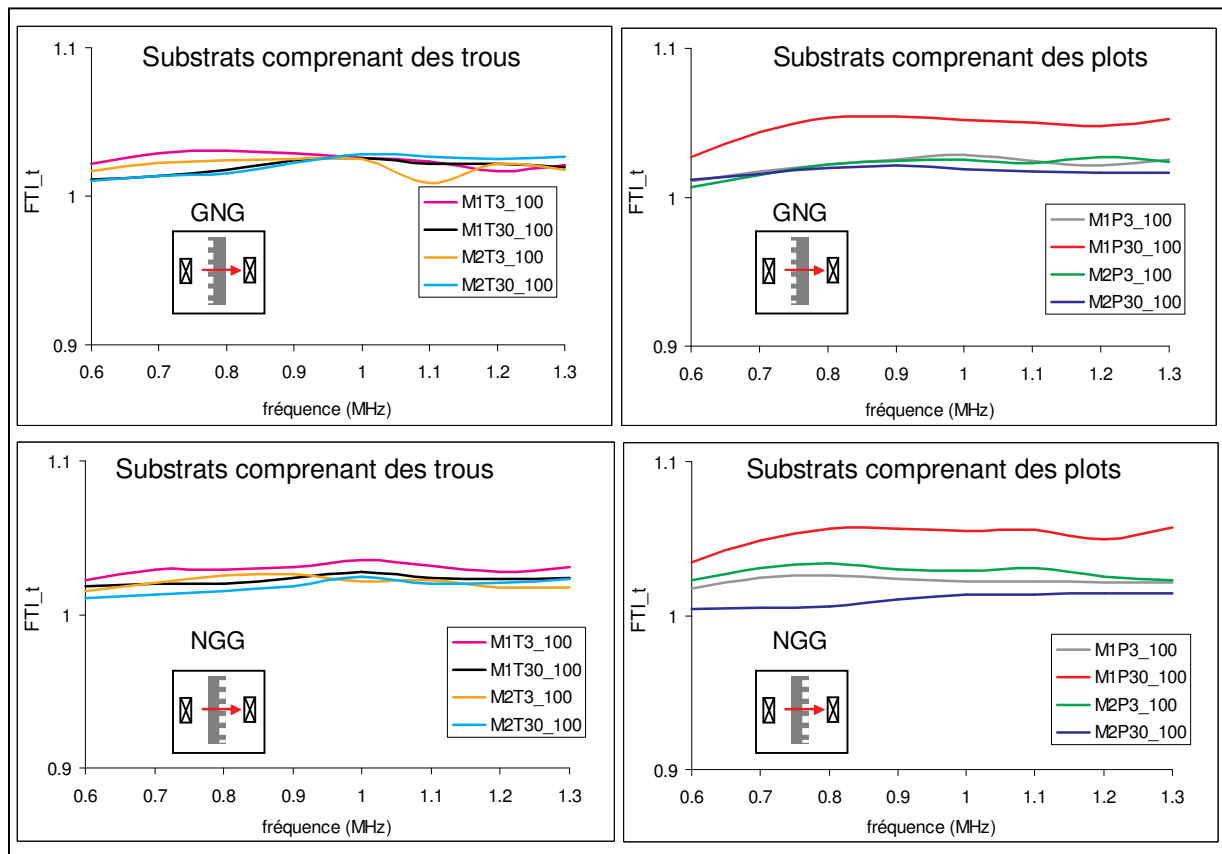
Les mesures ont été réalisées dans le champ lointain pour une position du substrat centrée par rapport aux transducteurs à 150 mm de ceux-ci. La chaîne de mesure est identique à celle utilisée pour les expériences sur les pièces en acier et les transducteurs utilisés sont ceux présentés dans le tableau IV.1. Les simulations réalisées au chapitre III ont montré que la position de la pièce par rapport au transducteur émetteur avait peu d'influence sur le signal global vu par le transducteur récepteur. Nous avons vérifié cette hypothèse expérimentalement et nous avons étudié deux configurations GNG et NGG.

Nous avons tout d'abord effectué les expériences dans le cas d'une interface non composite (le liquide épouse toute la surface du solide) afin d'étudier l'effet de la disposition des plots et des trous des substrats sur la FTI. Nous avons ensuite réalisé les expériences dans le cas d'une interface composite et nous avons comparé les résultats obtenus pour déterminer l'influence de l'interface composite sur la FTI. Nous verrons comment obtenir ces deux types d'interface.

**b) Cas d'une interface non composite**

La cuve du dispositif expérimental est remplie d'eau. Le système eau-silice étant mouillant ( $\theta_y < 90^\circ$ ), l'eau pénètre dans les trous et entre les plots des substrats. Il n'y a donc pas d'interface composite et l'interface est liquide-solide à 100%. Nous désignons les substrats pour ce type d'interface selon le système de notation défini au premier chapitre (cf chapitre I § I.4.1.b). Nous avons réalisé les mesures en mode transmission et en mode échographique pour les configurations GNG et NGG. Nous notons les valeurs de la FTI en mode transmission  $FTI_t$  et les valeurs de la FTI en mode échographique  $FTI_r$ .

Les amplitudes des signaux ultrasonores ont été mesurées en mode transmission pour les configurations GNG et NGG. Les valeurs moyennes de la  $FTI_t$  pour chaque substrat étudié sont reproductibles (écart type  $\approx 3.10^{-3}$ ) et sont présentées sur la figure IV.10 pour la bande passante étudiée.



**Figure IV.10 :**  $FTI_t$  pour une interface non composite

Les graphiques de la figure IV.10 montrent que les valeurs de la  $FTI_t$  sont légèrement supérieures à 1. Ces résultats sont surprenants. Le montage par comparaison



permet de supprimer les erreurs dues aux défauts de parallélisme entre les surfaces des transducteurs et des substrats. La seule incertitude concerne la différence de positionnement angulaire entre les substrats. La répétabilité des mesures en repositionnant six fois les échantillons permet d'éliminer l'hypothèse de ce type d'erreur sur le signal de référence. Ainsi, l'amplitude du signal de référence à 1 MHz est de 66 mV avec un écart type de 1 mV.

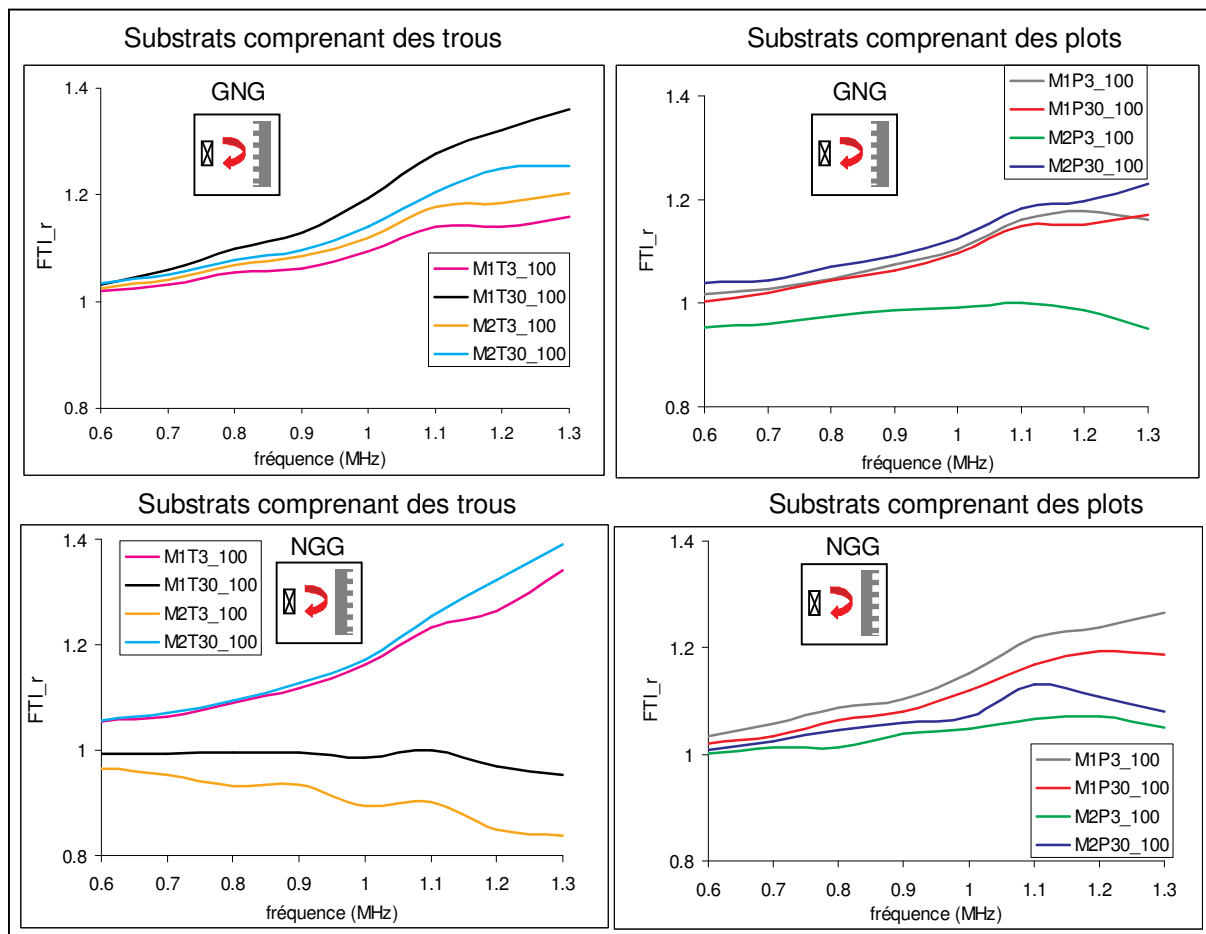
Notre hypothèse sur les valeurs de la FTI<sub>t</sub> est que la présence de plots et de trous diminue l'épaisseur moyenne des substrats ce qui améliore la proportion d'énergie transmise. Pour le substrat M1P30\_100 par exemple, composé d'une répartition surfacique de 38% de plots de 30 µm de hauteur, l'épaisseur moyenne du substrat est  $e = 511 \mu\text{m}$  alors qu'elle est de 530 µm pour le substrat de référence. En appliquant l'expression du coefficient de transmission en énergie T à travers trois milieux (équation II.16 chapitre II) pour le cas d'un substrat immergé dans l'eau, nous constatons que les valeurs du coefficient de transmission T sont plus élevées pour le substrat gravé que pour le substrat de référence pour la bande passante étudiée. Une profondeur de gravure de 3 µm est suffisante pour améliorer légèrement la transmission des ondes à travers le substrat ( $T_{e=527 \mu\text{m}} / T_{e=530 \mu\text{m}} = 1,015$ ). Les valeurs du rapport  $T / T_{\text{référence}}$  entre les valeurs théoriques du coefficient de transmission pour les substrats étudiés et le substrat de référence sont similaires aux valeurs expérimentales de la FTI<sub>t</sub>.

Les valeurs de la FTI<sub>t</sub> étant très proches de 1 sur la figure IV.10, nous pouvons considérer que la position du substrat (configurations GNG et NGG) et la présence de plots et de trous ont très peu d'influence sur l'amplitude du signal transmis lorsque le liquide épouse la surface du solide (pénètre dans les trous et entre les plots).

Les amplitudes des signaux ultrasonores ont aussi été mesurées en mode échographique pour les configurations GNG et NGG (même démarche que pour l'équation III.7). Les valeurs moyennes de la FTI<sub>r</sub> pour chaque substrat sont présentées sur la figure IV.11 pour la bande passante étudiée.

D'après notre hypothèse précédente sur l'amélioration de la transmission des ondes par la diminution de l'épaisseur du substrat, nous devrions obtenir une diminution de la réflexion des ondes pour un substrat gravé et donc des valeurs de la FTI<sub>r</sub> inférieures à 1. Or, les graphiques de la figure IV.11 montrent que les valeurs de la FTI<sub>r</sub> sont supérieures à 1

pour de nombreux substrats. Notre hypothèse ne peut donc pas s'appliquer pour le mode échographique. Nous pouvons alors supposer que l'arrangement périodique des plots et des trous améliore la directivité du champ ultrasonore. Cette hypothèse demande cependant un approfondissement. En particulier, l'étude d'une variation de la distance entre les transducteurs et les substrats permettrait de vérifier l'existence de phénomènes d'interférences. La figure IV.11 montre que l'influence des plots et des trous sur la  $FTI_r$  augmente lorsque la fréquence augmente (lorsque la taille des trous et des plots se rapproche de la longueur d'onde). L'effet de la position des substrats par rapport au transducteur est plus important pour les substrats constitués de trous.



**Figure IV.11 :**  $FTI_r$  pour une interface non composite

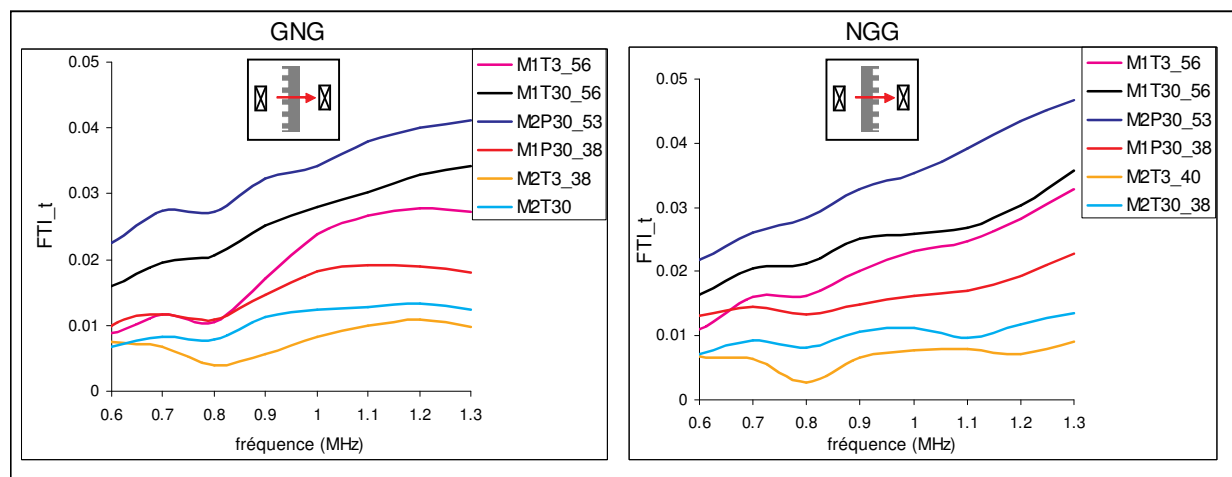
Les expériences réalisées en absence d'interface composite ont permis de mettre en évidence que la présence de plots et de trous a une faible influence sur les valeurs de la  $FTI_t$  et une plus forte influence sur les valeurs de la  $FTI_r$ . Nous allons maintenant étudier le cas d'une interface composite et déterminer la  $FTI_t$  et la  $FTI_r$  pour ce type d'interface.

**c) Cas d'une interface composite**

La surface des substrats a été traitée chimiquement de façon à la rendre hydrophobe (le système "eau-substrat traité" est non mouillant) et l'interface est composite. Le traitement des substrats a été effectué au Centre de Recherche de Modélisation Moléculaire (CRMM) de Mons (Belgique). Une couche d'octadécyltrichlorosilane (OTS) de 1 nm d'épaisseur environ a été greffée sur la surface des substrats par un procédé utilisé en phase liquide [Brz94]. Les substrats ont été examinés par profilométrie par le CRMM après traitement afin de vérifier que la couche d'OTS greffée n'a pas modifié l'état de surface des substrats. La tenue de la couche d'OTS greffée est limitée à quelques semaines ce qui nous oblige à effectuer les expériences rapidement après traitement.

Pour garantir la présence d'une interface composite, les substrats doivent être immergés à une profondeur inférieure à la profondeur maximale d'immersion  $h_{\max}$  (définie dans l'équation I.7 du chapitre I) à partir de laquelle l'eau remplit les trous et l'espace entre les plots. Pour le système eau – OTS greffée,  $h_{\max} = 0,26$  m ( $\rho = 1000$  kg.m<sup>-3</sup>,  $\gamma_{LV} = 70$  mJ.m<sup>-2</sup> [Guy01],  $\theta_y \approx 107^\circ$  [Fad00],  $r = 16$   $\mu$ m). Pour les expériences, les substrats sont immergés à une profondeur de 0,1 m ce qui permet de satisfaire la condition précédente.

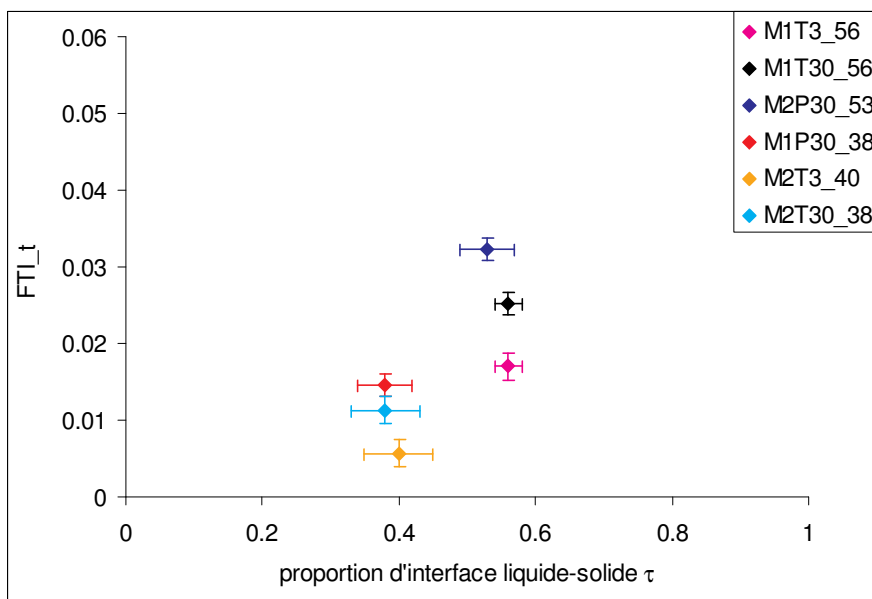
Les configurations GNG et NGG ont été étudiées sur les substrats M1T3\_56, M1T30\_56, M2P30\_53 présentant des valeurs similaires de fraction surfacique solide  $\tau$  (donc d'interface liquide-solide), et sur les substrats M1P30\_38, M2T3\_40 et M2T30\_38 présentant des valeurs similaires de  $\tau$ . Nous avons utilisé la même chaîne de mesure et effectuer les mêmes réglages que pour les expériences précédentes. L'évolution des valeurs moyennes de la  $FTI_t$  en fonction de la fréquence est présentée sur la figure IV.12.



**Figure IV.12 :**  $FTI_t$  pour une interface composite

La figure IV.12 montre que les valeurs de la  $FTI_t$  sont très faibles par rapport aux valeurs obtenues pour les pièces en acier. Tout se passe comme si la majorité de l'interface était liquide-vapeur. Il existe sans doute un effet du réseau des zones d'interface liquide-vapeur. Nous pouvons émettre l'hypothèse que sous l'effet de la vibration ultrasonore, les poches de phase vapeur peuvent croître sous l'effet de l'apport d'énergie mécanique qui se transforme en énergie thermique. Si la température augmente, le volume des poches de phase vapeur augmente et celles-ci peuvent alors coalescer. La proportion d'interface liquide-solide serait ainsi diminuée. Mais ceci n'est qu'une première interprétation. Cet effet de coalescence est aussi lié à la taille du réseau de poches. Il n'apparaît pas à l'échelle des pièces en acier, mais, dans ce cas de figure, les poches de phase vapeur ne peuvent pas s'étendre à cause du film plastique qui les crée artificiellement.

A partir de la figure IV.12, nous pouvons tracer l'évolution de la  $FTI_t$  en fonction de la proportion d'interface liquide-solide  $\tau$  pour la fréquence de 1 MHz (figure IV.13). Les barres d'erreur sur les valeurs de la  $FTI_t$  correspondent à la dispersion des mesures autour de la valeur moyenne (moyenne effectuée sur six mesures).

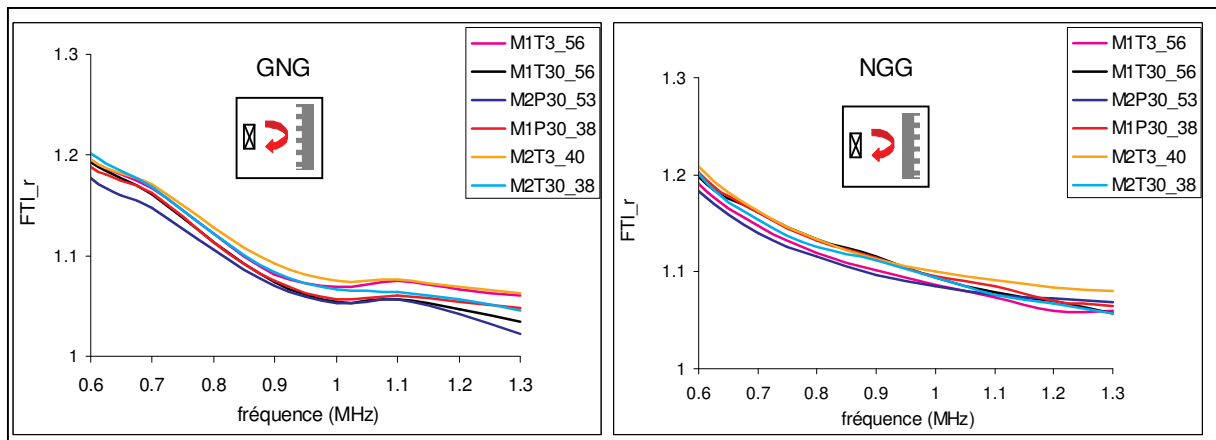


**Figure IV.13 :** Evolution de la  $FTI_t$  en fonction de  $\tau$  pour une fréquence de 1MHz

La chute très importante de la transmission des ondes est le phénomène principal observé. La figure IV.13 montre que la géométrie de la surface des substrats a aussi une légère influence sur la  $FTI_t$ . Pour les deux proportions d'interface liquide-solide étudiées, les valeurs maximales de la  $FTI_t$  sont obtenues pour les substrats composés de plots de 30  $\mu\text{m}$

de hauteur et les valeurs minimales sont obtenues pour les substrats composés de trous de 3  $\mu\text{m}$  de profondeur. Nous constatons aussi que les valeurs de la  $FTI_t$  sont différentes pour les substrats composés de trous de 3  $\mu\text{m}$  et de 30  $\mu\text{m}$  de profondeur. Ceci peut s'expliquer par la divergence des ondes dans les substrats (cf chapitre III § III.3.5).

Pour compléter les analyses et mieux comprendre les phénomènes, nous avons mesuré les amplitudes des signaux réfléchis par les substrats et déterminé la  $FTI_r$ . Les valeurs moyennes de la  $FTI_r$  en fonction de la fréquence sont présentées sur la figure IV.14 pour les configurations GNG et NGG.



**Figure IV.14 :**  $FTI_r$  pour une interface composite

D'après la figure IV.14 la présence d'une interface composite a très peu d'influence sur les valeurs de la  $FTI$  en mode échographique contrairement au cas du mode transmission (cf figure IV.12). Comme nous l'avons constaté dans le cas d'une interface non composite, les valeurs de la  $FTI_r$  sont supérieures à 1 mais nous n'observons pas d'évolution très différente d'un substrat à l'autre comme c'était le cas pour une interface non composite (cf figure IV.11). Nous pouvons en déduire que la géométrie de la surface a très peu d'influence sur l'amplitude des ondes réfléchies par rapport au cas d'une interface non composite. En effet, l'onde ne "perçoit" pas le relief de la surface puisque l'interface est liquide-vapeur au niveau des trous et autour des plots. L'onde est donc totalement réfléchie dans ces zones et les valeurs de la  $FTI_r$  sont supérieures à celles obtenues pour une interface non composite (cf figure IV.11).

La figure IV.14 montre aussi que lorsque la fréquence augmente, la réflexion est plus faible. Les interfaces composites se comportent comme un filtre fréquentiel : les basses

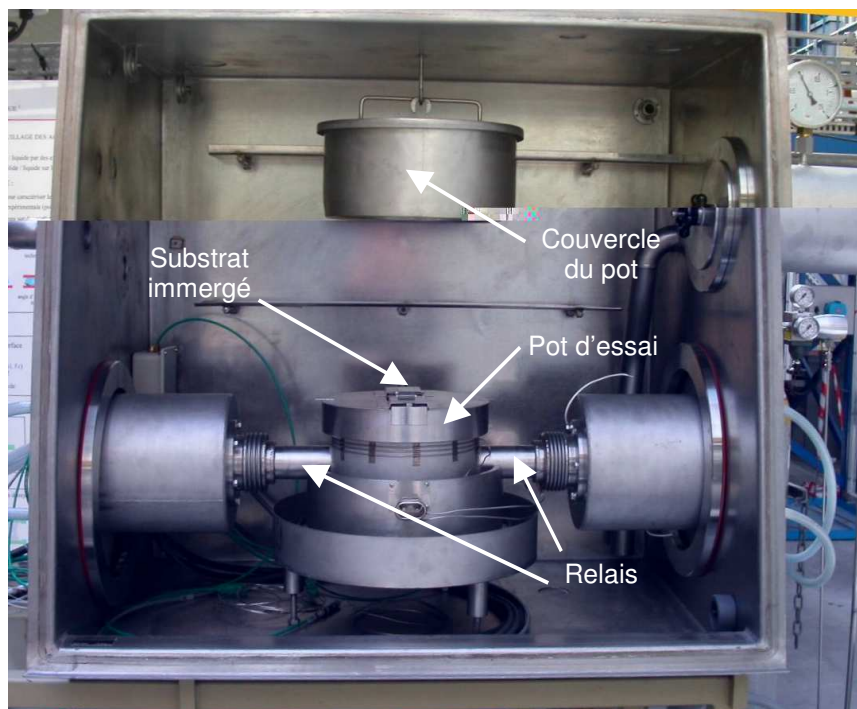
fréquences passent moins facilement à travers le maillage créé par l'interface composite contrairement au cas d'une interface non composite où cet effet est inversé (figure IV.11).

### IV.3.2. Dispositif "LIQUIDUS"

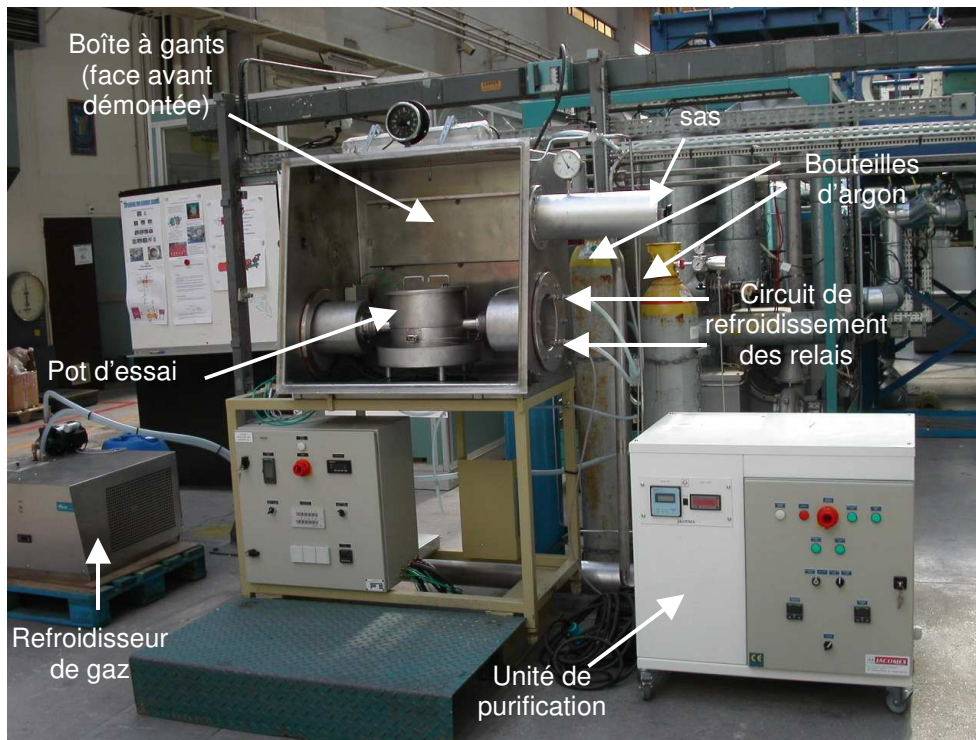
#### a) Description du dispositif "LIQUIDUS"

Pour effectuer les expériences en plomb-bismuth liquide (à 180°C), nous avons repris le dispositif décrit précédemment (cf § IV.2.1.b) pour une utilisation en métal liquide. Nous avons installé le "pot LIQUIDUS" dans une boîte à gants (figure IV.15) étanche et fonctionnant sous atmosphère d'argon pour effectuer les expériences en plomb-bismuth. Afin de limiter l'oxydation du plomb-bismuth liquide, l'argon est purifié à l'aide d'une unité de purification (teneur en oxygène de 1 vpm).

Les transducteurs ultrasonores sont maintenus à température ambiante grâce à un circuit de refroidissement installé sur les relais. La température d'argon est régulée à l'aide d'un refroidisseur de gaz. Un sas installé en paroi de boîte à gants permet d'introduire les substrats à l'intérieur de celle-ci. Trois ronds de gants situés sur la face avant vitrée de la boîte à gants permettent d'introduire et de sortir les substrats du pot d'essai. Une vue d'ensemble du dispositif est présentée sur la figure IV.16.



**Figure IV.15 :** Vue de la boîte à gants du dispositif "LIQUIDUS"



**Figure IV.16:** Vue d'ensemble du dispositif "LIQUIDUS"

La chaîne de mesure et les transducteurs utilisés pour les expériences sont les mêmes que ceux décrits précédemment (cf § IV.2.1.b).

### ***b) Préparation des substrats et conditions opératoires***

Les substrats gravés ont été mis en place sur leur support et étuvés à 220°C pendant 3 heures minimum. L'étuvage permet de désorber la plupart des molécules adsorbées sur la surface des substrats et supports et de diminuer fortement le taux d'humidité. La formation de bulles de gaz à la surface du substrat lors de son immersion est ainsi limitée.

Après étuvage, les substrats (à la température de 220°C) ont été immédiatement introduits dans la boîte à gants et immergés dans le Pb-Bi liquide (à la température de 180°C). Le système "Pb-Bi - silice" étant non mouillant, l'interface qui se forme entre le liquide et le substrat est composite.

Si les substrats sont immergés à une température inférieure à celle du métal liquide, le substrat joue le rôle de "piège froid". L'amplitude du signal ultrasonore diminue alors très rapidement après l'immersion des substrats et devient quasi-nulle (au bout de quelques



minutes). L'immersion des substrats à une température supérieure à celle du métal liquide permet d'éviter ce phénomène.

L'oxygène résiduel présent dans l'atmosphère de la boîte à gants crée une couche d'oxyde à la surface du métal liquide. Avant chaque introduction des substrats dans le pot, la couche d'oxyde superficielle a soigneusement été écrémée à l'aide d'une spatule de manière à éviter l'accrochage des oxydes sur la surface du substrat. Juste avant le retrait des substrats, la couche d'oxyde a aussi été écrémée mais quelques oxydes flottant près des substrats s'accrochent sur leur surface. Les oxydes étant très difficiles à enlever, les substrats ne peuvent donc être immergés qu'une seule fois.

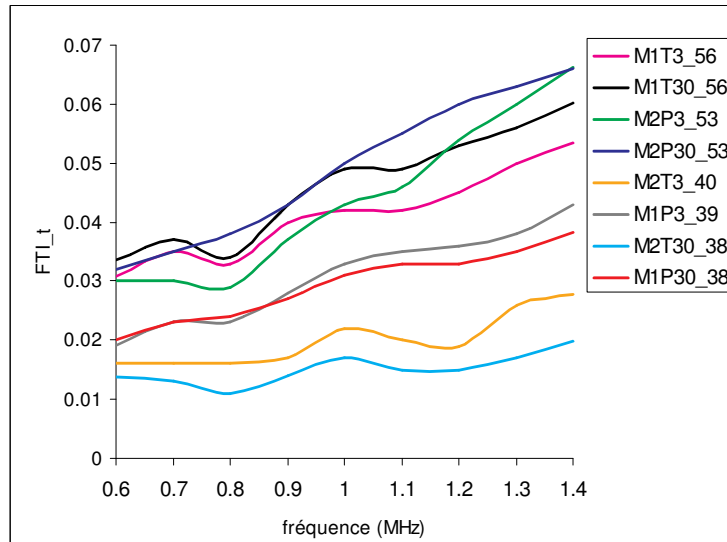
L'amplitude du signal mesuré diminue au cours du temps. Ceci est sans doute dû au fait qu'une partie du support du substrat (à la température initiale de 220°C) n'est pas immergée dans le métal liquide et se refroidit au cours du temps. Pour s'affranchir de ces problèmes et pour pouvoir comparer les résultats, nous avons choisi de mesurer l'amplitude du signal dès l'immersion du substrat dans le métal liquide. En raison de ces contraintes, nous n'avons pas évalué la reproductibilité des mesures effectuées. Une seule configuration a été étudiée lors des expériences : GNG.

Les substrats étant immergés à une profondeur de 7 cm, ils sont bien au-dessus de la profondeur maximale à partir de laquelle le liquide remplit les trous et l'espace entre les plots. En supposant que les propriétés de mouillage du plomb-bismuth et du plomb sont similaires, la profondeur maximale  $h_{\max}$  vaut 0,22 m (cf chapitre I § I.4.1.a).

### ***c) Résultats***

Nous avons mesuré l'amplitude du signal ultrasonore transmis à travers les substrats et déterminé la  $FTI_t$ . Les spectres d'amplitude du module de la transformée de Fourier et l'évolution de la  $FTI_t$  en fonction de la fréquence sont présentés sur la figure IV.17.

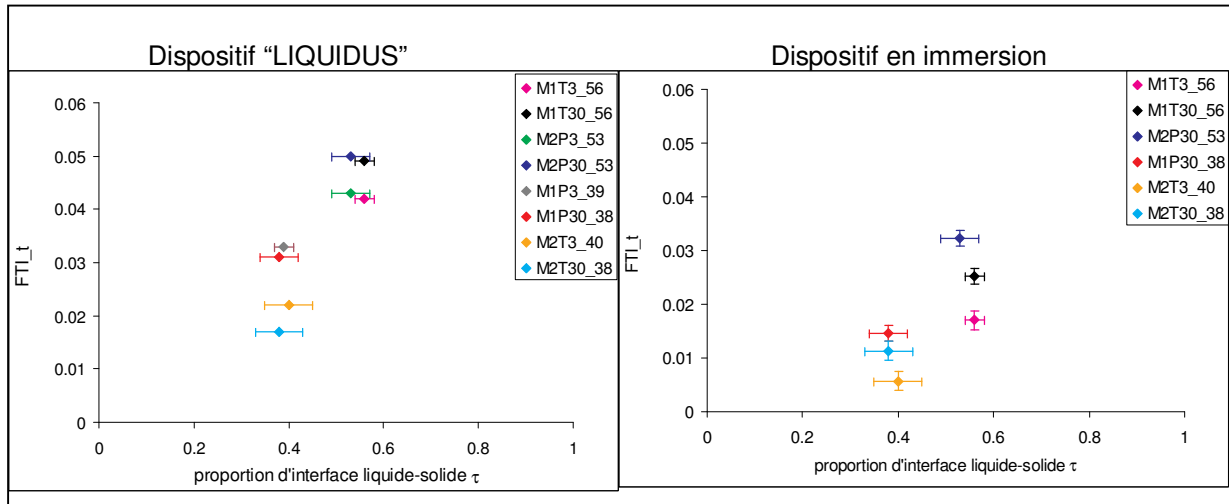




**Figure IV.17 :**  $FTI_t$  en fonction de la fréquence

La figure IV.17 montre que les valeurs de la  $FTI_t$  sont très faibles et sont du même ordre de grandeur que celles obtenues avec le dispositif en immersion dans le cas d'une interface composite (cf figure IV.12).

A partir de cette figure, nous pouvons représenter l'évolution de la  $FTI_t$  en fonction de la proportion d'interface composite pour une fréquence de 1 MHz et la comparer à celle obtenue pour le dispositif en immersion. Ces courbes sont illustrées sur la figure IV.18.



**Figure IV.18 :**  $FTI_t$  à 1MHz pour les deux dispositifs dans le cas d'une interface composite

D'après la figure IV.18, nous constatons que les valeurs de la  $FTI_t$  obtenues avec les deux dispositifs sont proches. Ceci montre que l'utilisation du dispositif en immersion permet de prévoir les résultats obtenus avec le dispositif expérimental "LIQUIDUS" en s'affranchissant des contraintes liées à l'utilisation des métaux liquides.

Cependant, les positions relatives des valeurs de la  $FTI_t$  pour chaque substrat sur les graphiques de la figure IV.18 diffèrent pour les deux dispositifs expérimentaux ce qui ne permet pas de déduire de règle générale entre la taille et la distribution des plots ou des trous et la valeur de la  $FTI_t$ .

#### IV.4. CONCLUSION

Les expériences réalisées sur les pièces en acier et sur les substrats en silicium ont montré que la présence d'une interface composite diminue l'amplitude du signal transmis à travers la pièce ou le substrat. Dans le cas des pièces en acier, plus la proportion d'interface liquide-solide  $\tau$  augmente, plus l'amplitude du signal transmis augmente. Les résultats expérimentaux sont encadrés ~~entre~~ par les valeurs obtenues par simulation et les valeurs prévues par le modèle surfacique. Pour améliorer le modèle, il faudrait prendre en compte la divergence des ondes, la fréquence utilisée, la taille des trous ainsi que leur répartition.

Les valeurs de la  $FTI_t$  mesurées pour les substrats en silicium dans le cas d'une interface composite sont très faibles comparées à celles obtenues avec les pièces en acier et celles prévues par le modèle surfacique pour des valeurs de  $\tau$  comparables. Les résultats montrent que la géométrie de la surface a peu d'influence sur la  $FTI_t$ . Nous pensons que les zones d'interface liquide-vapeur peuvent coalescer (*ce qui coalesce ; est-ce les zones d'interface ou les poches de gaz ??*) et être responsables de la forte diminution de l'amplitude du signal transmis à travers le substrat. Il est aussi important de noter que nous pouvons séparer les valeurs de la  $FTI_t$  pour les deux valeurs de proportion d'interface liquide-solide  $\tau$  étudiées.

Les valeurs de la  $FTI_r$  sont le plus souvent supérieures à 1 dans le cas d'une interface non composite. Nous pensons que la présence de plots et de trous améliore la directivité du champ ultrasonore.

Enfin les expériences ont aussi montré que les deux dispositifs donnent des résultats similaires ce qui permet d'utiliser un dispositif en eau pour remplacer un dispositif en métal liquide afin de confronter des études théoriques (je ne comprends pas bien ...).

## ***Conclusion générale et perspectives***

L'objectif de notre travail était d'étudier l'impact d'un contact partiel entre un liquide et une surface solide rugueuse sur le couplage ultrasonore entre ces deux milieux. Nous avons choisi d'analyser ce problème en étudiant des surfaces modèles dont nous connaissons exactement le degré de rugosité à l'origine de l'interface composite (partiellement liquide-solide et liquide-vapeur).

Le premier chapitre décrit les conditions d'obtention d'interfaces composites et les mesures de mouillage réalisées pour les caractériser. Y est décrite la méthode dite de pont liquide qui est utilisée au Centre de Recherche sur la Matière Condensée et Nanosciences (CRMCN) pour mesurer l'hystérésis de mouillage d'un liquide métallique sous ultra-vide sur des surfaces hétérogènes et/ou rugueuses. Cette méthode nous a permis de caractériser les interfaces "liquide-solide" d'échantillons de rugosité "modèle" gravés dans des plaquettes de silicium monocristallin. Elle nous a aussi permis de constater que les interfaces entre le plomb liquide et les échantillons étaient composites. Les expériences de mouillage ont montré que le comportement de la ligne triple était différent suivant la géométrie de la surface. L'analyse des résultats a été limitée à une caractérisation qualitative des échantillons. Elle est cependant potentiellement adaptée à une caractérisation quantitative des interfaces liquide-solide composites.

L'étude bibliographique ultrasonore présentée au deuxième chapitre montre qu'il n'existe aucune étude sur la propagation des ultrasons à une interface composite, et c'est en ceci que notre travail est original. L'analyse des travaux qui se rapprochent du cas d'une interface composite a permis de dégager différents paramètres du réseau de défauts à l'interface susceptibles d'avoir une influence sur la propagation des ultrasons. Ces paramètres sont la taille des défauts et leur espacement, leur forme et leur répartition ainsi que leur dimension, relativement à la longueur d'onde ultrasonore. Il a aussi été montré que les modèles présentés ne peuvent pas être simplement étendus au cas d'une interface composite car nos "défauts" ne se comportent pas comme des fissures dans des solides. Cette difficulté nous a amené à poursuivre notre étude de la façon décrite ci-dessous.

Dans une première étape nous avons présenté un modèle surfacique simplifié servant de référence, utilisé pour décrire la transmission des ondes à une interface composite. Les simulations réalisées avec le code de calcul ATHENA sur des pièces avec des créneaux reproduisant une interface composite ont permis d'analyser les phénomènes de divergence des ondes dans la pièce. Les créneaux accentuent la divergence des ondes mais il est possible d'obtenir un effet d'homogénéisation lorsque la taille du transducteur est grande devant la taille des créneaux. Les simulations sur ce type de pièces comprenant différentes proportions d'interface liquide-solide  $\tau$  ont montré que les valeurs de la fonction de transfert de l'interface (FTI) étaient inférieures aux valeurs prévues par le modèle surfacique et dépendaient de la fraction surfacique de trous de manière non linéaire et peu de la fréquence.

Des expériences ont été réalisées sur deux dispositifs expérimentaux au Laboratoire de Caractérisation Non destructive (LCND) et au Commissariat à l'Energie Atomique (CEA) à deux échelles différentes. La première étude concernait des pièces en acier présentant une interface composite artificielle à l'échelle de la longueur d'onde ultrasonore usuelle en contrôle industriel. La seconde étude concernait les substrats modèles en silicium étudiés au premier chapitre présentant une interface composite réelle à une échelle très inférieure à celle des pièces en acier.

Pour les pièces en acier, les expériences ont confirmé que la présence d'une interface composite diminuait l'amplitude du signal transmis à travers la pièce en suivant l'évolution de  $\tau$ . La taille et la répartition du réseau de trous des pièces ont une influence non négligeable sur les valeurs de la FTI. Les valeurs expérimentales de la FTI sont encadrées par les valeurs obtenues par simulation et par les valeurs prévues par le modèle surfacique.

Les expériences réalisées sur les substrats en silicium ont montré que les valeurs de la FTI en mode transmission (FTI<sub>t</sub>) étaient très faibles devant celles obtenues pour les pièces en acier. En transmission, tout se passe comme si l'interface était presque uniquement liquide-vapeur. Nous pensons que les poches de phase vapeur pourraient croître et coalescer par dissipation thermique de l'énergie de la vibration ultrasonore, diminuant ainsi fortement la proportion d'interface liquide-solide.

Les résultats obtenus pour les deux dispositifs expérimentaux sur les pièces en acier et sur les substrats modèles sont similaires. Ce résultat nous semble très intéressant puisqu'il suggère que le dispositif en immersion en eau à température ambiante peut être utilisé en

amont, afin de cibler des expériences à réaliser dans le dispositif “LIQUIDUS” plus contraignant à utiliser puisque fonctionnant avec des métaux liquides.

Le travail présenté constitue une étude prospective, qui met en exergue une origine nouvelle des problèmes de propagation ultrasonore à une interface liquide-solide incomplète. Il ouvre la voie à d’autres études tant du point de vue expérimental que théorique. Dans ce qui suit, nous en suggérons quelques unes.

Afin de comprendre l’évolution de la FTI en fonction de la proportion d’interface liquide-solide  $\tau$ , il serait intéressant d’envisager une étude expérimentale sur des échantillons dont les caractéristiques géométriques seraient telles que la distribution et la taille des trous soient découplées. D’autre part, il serait intéressant d’étudier des échantillons tels que le rapport de la longueur d’onde sur la taille des défauts varie entre les deux valeurs déjà étudiées, à savoir proche de 1 et 260. L’étude de la propagation des ondes dans les différents domaines de diffusion (Rayleigh, stochastique et géométrique) permettrait de déterminer précisément l’influence des paramètres du réseau pour chaque domaine.

Il serait intéressant de pouvoir simuler la propagation des ultrasons à une interface composite et donc d’améliorer les codes de calcul existants. Dans l’ordre croissant de difficulté, il s’agirait :

- de prendre en compte des géométries 3D dans les codes de calcul,
- d’augmenter les performances de calculs pour pouvoir générer des maillages très fins (pas géométrique de 1  $\mu\text{m}$ ),
- de considérer une interface (quelconque ? composite ?) entre un milieu liquide et un milieu solide.

Il est envisageable de développer un modèle concernant la propagation des ultrasons à travers une interface composite d’une manière théorique dans un domaine de diffusion donné. La voie la plus prometteuse semble celle du calcul numérique de la propagation des ondes ultrasonores proposée par plusieurs auteurs pour des réseaux de défauts dans des solides (cf chapitre II). Il s’agirait de modifier les conditions aux limites sur la seconde face du défaut (pour introduire les phases liquides et vapeur ?) mais aussi d’introduire des conditions aux limites à l’interface liquide-solide puisque nous avons un changement de

milieux. Il sera alors intéressant d'approfondir les possibilités de résonance de ce type de réseau.

La confirmation d'une hypothèse de coalescence des poches de phase vapeur doit faire l'objet d'une étude théorique s'appuyant sur les connaissances des phénomènes de cavitation. Expérimentalement, il peut être intéressant d'étudier les paramètres du réseau à partir desquels ce phénomène s'observe. Le but serait de savoir si la coalescence peut se produire sur les surfaces rugueuses des structures immergées des réacteurs nucléaires dans les conditions d'inspection en service.

---

## Références bibliographiques

---

- [AFN87] AFNOR A 09-325  
*Norme française - Essais non destructifs – ultrasons – faisceaux acoustiques - généralités*  
Essais non destructifs, Normes d'application générale, vol 2 tome 2, AFNOR 2000, pp 95-128
- [Ang85] ANGEL Y.C., ACHENBACH J.D.  
*Reflection and transmission of elastic waves by a periodic array of cracks*  
Journal of Applied Mechanics, vol 52, 1985, pp 33-41
- [Ber93] BERTON J.L.  
*Livre de procédé pour télémétries ultrasonores sous sodium*  
Note Technique CEA STR/LCET 93/055, 1993
- [Bic99] BICO J., MARZOLIN C., QUERE D.  
*Pearl drops*  
Europhysics Letters, vol 47 (2), 1999, pp 220-226
- [Biq41] BIQUARD P.  
*Que sais-je ? Les ultrasons*  
Presses Universitaires de France, 1941
- [Bou24] BOUASSE H.  
*Capillarité et phénomènes superficiels*  
Delagrave, Paris, 1924
- [Bro03] BROTHERHOOD C.J., DRINKWATER B.W., DIXON S.  
*The detectability of kissing bonds in adhesive joints using ultrasonic techniques*  
Ultrasonics, vol 41, 2003, pp 521-529
- [Bru98] BRUNEAU M.  
*Manuel d'acoustique fondamentale*  
Editions Hermès, Paris, 1998
- [Brz94] BRZOSKA J.B., BEN AZOUZ I., RONDELEZ F.  
*Silanization of solid substrates: a step toward reproductibility*  
Langmuir, vol 10, 1994, pp 4367-4373
- [Cas44] CASSIE A.B.D., BAXTER S.  
*Wettability of porous surfaces*  
Trans. Faraday Soc., vol 40, 1944, pp 546-551

- [Cha84] CHAPPUIS J.  
*Contact angles*  
Multiphase Science and Technology, vol 1, Eds G.F Hewitt, 1984, pp 387-505
- [Cha93] CHATAIN D., METOIS J.J.  
*A new procedure for the determination of the free energies of solid/fluid interfaces from the anisotropy of wetting of a melt on its solid*  
Surface Science, vol 291, 1993, pp 1-13
- [Cha00] CHASSIGNOLE B.  
*Influence de la structure métallurgique des soudures en acier inoxydable austénitique sur le contrôle non destructif par ultrasons*  
Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2000
- [Cha03] CHAIX J.F.  
*Caractérisation non destructive de l'endommagement thermique de bétons. Apport de la multidiffusion ultrasonore*  
Thèse de Doctorat, Université de la Méditerranée, 2003
- [Che99] CHEN W. FADEEV Y., HSIEH M.C, ONER D., YOUNGBLOOD J., McCARTHY T.J.  
*Ultrahydrophobic and ultralyophobic surfaces: some comments and examples*  
Langmuir, vol 15, 1999, pp 3395-3399
- [Cou00] COULSON S.R., WOODWARD I., BADYAL J.P.S.  
*Super-repellent composite fluoropolymer surfaces*  
J. Phys. Chem. B, vol 104, 2000, pp 8836-8840
- [Cub01] CUBAUD T., FERMIGIER M.  
*Faceted drops on heterogeneous surfaces*  
Europhysics Letters, vol 55 (2), 2001, pp 239-245
- [DeJ90-1] DE JONGHE V., CHATAIN D.  
*Wettability of real surfaces in liquid metal/monocrystalline alumina and contact angle hysteresis*  
Interfaces in New Materials, Eds P. Grange, B. Delmon, Elsevier Applied Science, London UK, 1990, pp 210-228
- [DeJ90-2] DE JONGHE V., CHATAIN D., RIVOLLET I., EUSTATHOPOULOS N.  
*Contact angle hysteresis due to roughness in four metal / sapphire systems*  
J. Chim. Phys, vol 87, 1990, pp 1623-1645
- [DeJ95] DE JONGHE V., CHATAIN D.  
*Experimental study of wetting hysteresis on surfaces with controlled geometrical and/or chemical defects*  
Acta Metall. Mater, vol 43 (4), 1995, pp 1505-1515
- [Det64] DETTRE R.H., JOHNSON R.E. Jr.  
*Contact angle hysteresis - contact angle measurements on rough surfaces*  
Adv. Chem. Ser, vol 43, 1964, pp 136-144



- [DeV90] DE VADDER D., SILK M.G., BOUAMI D.  
*Review of knowledge about diffraction of US by crack tips*  
Journal of the Mechanical Behavior of Metals, vol 3, 1990, pp 1-33
- [Dri96] DRINKWATER B., DWYER-JOYCE R., CAWLEY P.  
*A study of the interaction between ultrasound and a partially contacting solid-solid interface*  
Proc. R. Soc. Lond. A, vol 452, 1996, pp 2613-2628
- [Duc79] DUCRET P., RISBOURG J.  
*Qualification des transducteurs ultrasonores haute température. Bilan des essais de mouillage d'endurance et de tenue aux chocs thermiques en sodium*  
Note Technique CEA STRS/LEIS 79/25, 1979
- [Duc88] DUCRET P.  
*Synthèse des essais acoustiques de mouillage effectués au CEA. Proposition de programme de R et D dans le cadre communautaire*  
Note Technique CEA SSAE/LSMI 88/304, 1988
- [Duc01] DUCRET P.  
*Diagnostic ultrasonore du mouillage en métaux liquides lourds. Justification et spécification d'une maquette en eau. Principe de programme d'essais à froid*  
Note Technique CEA STR/LCET 01/055, 2001
- [Duc02] DUCRET P.  
*Diagnostic ultrasonore du mouillage en métaux liquides lourds. Résultats des essais sur maquette en eau*  
Note Technique CEA STR/LCET 02/051, 2002.
- [Ext02] EXTRAND C.W.  
*Model for contact angles and hysteresis on rough and ultraphobic surfaces*  
Langmuir, vol 18, 2002, pp 7991-7999
- [Fad00] FADEEV A.Y., McCARTHY T.J.  
*Self-assembly is not the only reaction possible between alkyltrichlorosilanes and surfaces: monomolecular and oligomeric covalently attached layers of dichloro and trichloroalkylsilanes on silicon*  
Langmuir, vol 16, 2000, pp 7268-7274
- [Fol45] FOLDY L.  
*The multiple scattering of waves*  
Physical Review, vol 67 (3-4), 1945, pp 107-109
- [Gen99] GENGEMBRE N.  
*Modélisation du champ ultrasonore rayonné dans un solide anisotrope et hétérogène par un transducteur immergé*  
Thèse de Doctorat, Université Paris 7, 1999
- [Gon98] GONZE E., RENAUDIN V., PONS M.N.  
*Les conditions extrêmes générées par les ultrasons : leurs applications dans les procédés industriels*  
Récents Progrès en Génie des Procédés, vol 12, 1998, pp 143-154

- [Goo52] GOOD R.J.  
*A thermodynamic derivation of Wenzel's modification of Young's equation for contact angles; together with a theory of hysteresis*  
J. Amer. Chem. Soc, vol 74, 1952, pp 5041-5042
- [Gou00] GOULD G.W.  
*Preservation: past, present and future*  
British Medical Bulletin, vol 56 (1), 2000, pp 84-96
- [Gro97] GROMOV B.F., BELOMITCEV Y.S., YEFIMOV E.I., LEONCHUK M.P. *et al.*  
*Use of lead-bismuth coolant in nuclear reactors and accelerator-driven systems*  
Nuclear Engineering and Design, vol 173, 1997, pp 207-217
- [Guy01] GUYON E., HULIN J-P., PETIT L.  
*Hydrodynamique Physique*  
Editions CNRS, Paris, 2001
- [He 03] HE B., PATANKAR N.A., LEE J.  
*Multiple equilibrium droplet shapes and design criterion for rough hydrophobic surfaces*  
Langmuir, vol 19, 2003, pp 4999-5003
- [Hol96] HOLLMAN K.W., HOLLAND M.R., MILLER J.G., NAGY P.B., ROSE J.H.  
*Effective ultrasonic transmission coefficient for randomly rough surfaces*  
Acoustical Society of America, vol 100 (2), 1996, pp 832-839
- [Hua93] HUANG W., ROKHLIN S.I.  
*Low-frequency normal incidence ultrasonic method for thin layer characterization*  
Materials evaluation, november 1993, pp 1279-1296
- [Jay89] JAYET Y., BABOUX J.C., LETHIECQ M., PERDRIX M.  
*Response of a longitudinal transducer to a longitudinal or shear wave under oblique incidence*  
Ultrasonics, vol 27, 1989, pp 91-95
- [Joh64] JOHNSON Jr R.E., DETTRE R.H.  
*Contact angle hysteresis - study of an idealized rough surface*  
Adv. Chem. Ser, vol 43, 1964, pp 112-135
- [Kin99] KINRA V.K., HENDERSN B.K., MASLOV K.I.  
*Elastodynamic response of layers of spherical particles in hexagonal and square periodic arrangements*  
J. Mech. Phys. Solids, vol 47, 1999, pp 2147-2170
- [Lan00] LANGENBERG K.J., HANNEMANN R., T., MARKLEIN R., KOEHLER B., SCHURIG C., WALTE F.  
*Application of modeling techniques for ultrasonic austenitic inspection*  
NDT&E International, vol 33, 2000, pp 465-480

- [Lav92]** LAVAL M.  
*Etude de la diffraction subie par le champ ultrasonore d'un transducteur focalisé en présence d'un défaut. Prédiction de la réponse échographique d'un défaut donné*  
Thèse de doctorat, Commissariat à l'Energie Atomique, 1992
- [Lax51]** LAX M.  
*Multiple scattering waves*  
Review of Modern Physics, vol 23, (4), 1951, pp 87-310
- [Les02]** LESUEUR C., CHATAIN D., BERGMAN C., GAS P., BAQUE F.  
*Analysis of the stability of native oxide films at liquid lead/metal interfaces*  
Journal de Physique IV, vol 12, 2002, pp 155-162
- [Lhe00]** LHEMERY A., CALMON P., LECOEUR-TAÏBI I., RAILLON R., PARADIS L.  
*Modelling tools for ultrasonic inspection of welds*  
NDT&E International, vol 33, 2000, pp 499-513
- [Lhe02]** LHEMERY A., CALMON P., CHATILLON S., GENGEMBRE N.  
*Modelling of ultrasonic fields radiated by contact transducer in a component of irregular surface*  
Ultrasonics, vol 40, 2002, pp 231-236
- [Lig87]** LIGHT G.M., JOSHI N.R., LIU S.N.  
*Cylindrically guided wave technique for detection of stress corrosion cracking and corrosion wastage in long stud-bolts*  
ASM International Metals Park, 1987, pp 667-672
- [Lit95]** LITTLES J.W., JACOBS L.J., QU J.  
*Experimental and theoretical investigation of scattering from a distribution of cracks*  
Ultrasonics, vol 33 (1), 1995, pp 37-43
- [Luc72]** LUCAS L.D.  
*Densité des métaux à haute température (dans les états solide et liquide)*  
Mémoires Scientifiques, Rev. Métallurg., LXIX, (5), 1972, pp 395-409
- [Mas99]** MASLOV K., KINRA V.K., HENDERSON B.K.  
*Lattice resonances of a planar array of spherical inclusions: an experimental study*  
Mechanics of Materials, vol 31, 1999, pp 175-186
- [Mor68]** MORSE P.M., INGARD K.U.  
*Theoretical acoustics*  
McGraw-Hill book compagny, 1968
- [Mul99]** MULET A., BENEDITO J., BON J., SANJUAN N.  
*Low intensity ultrasonics in food technology*  
Food Science Technology International, vol 5 (4), 1999, pp 285-297

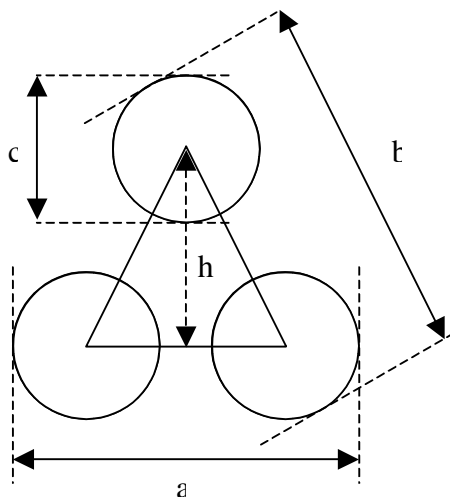
- [Nag87] NAGY P.B., ADLER L.  
*Surface roughness induced attenuation of reflected and transmitted ultrasonic waves*  
J. Acoust. Soc. Am., vol 82, 1987, pp 193-197
- [Nag93] NAGY P.B., ROSE J.H.  
*Surface roughness and the ultrasonic detection of surface scatterers*  
J. Appl. Phys., vol 73, 1993, pp 566-580
- [Nai81] NAIDICH J.V.  
*The wettability of solids by liquid metals*  
Progress in Surface and Membran Science, Edited by D.A. Cadenhead and J.F. Danielly, Academic Press, London, U.K, 1981, pp 353-484
- [Nak98] NAKAE H, INUI R., HIRATA Y., SAITO H.  
*Effects of surface roughness on wettability*  
Acta Materialia, vol 46 (7), 1998, pp 2313-2318
- [NIH] NIH Image program, written by Wayne Rasband at the US National Institute of Health and available from the Internet by anonymous ftp from zippy.nimh.nih.gov
- [Ogi83] OGILVY J.A., TEMPLE J.A.G.  
*Diffraction of elastic waves by cracks: application to time-of-flight inspection*  
Ultrasonics, november 1983, pp 259-269
- [Ogi86] OGILVY J.A.  
*Theoretical comparison of ultrasonic signal amplitudes from smooth and rough defects*  
NDT International, vol 19 (6), 1986, pp 371-385
- [Ogi89] OGILVY J.A.  
*Model for the ultrasonic inspection of rough defects*  
Ultrasonics, vol 27, 1989, pp 69-79
- [Oli80] OLIVER J.F., MASON S.G.  
*Liquid spreading on rough metal surfaces*  
Journal of Materials Science, vol 15, 1980, pp 431-437
- [Ond96] ONDA T., SHIBUISHI S., SATOH N., TSUJII K.  
*Super-water repellent fractal surfaces*  
Langmuir, vol 12, 1996, pp 2125-2127
- [Öne00] ÖNER D., McCARTHY T.J.  
*Ultrahydrophobic surfaces. Effects of topography length scales on wettability*  
Langmuir, vol 16, 2000, pp 7777-7782
- [Pas83] PASSERONE A., SANGIORGI R., CARACCILOLO G.  
*The surface tension of liquid lead*  
J. Chem. Thermodynamics, vol 15, 1983, pp 971-983

- [Pat03] PATANKAR N.A.  
*On the modeling of hydrophobic contact angles on rough surfaces*  
Langmuir, vol 19, 2003, pp 1249-1253
- [Per81] PERDRIX M., BABOUX J-C., LAKESTANI F.  
*Acoustic impedance measurement by reflection of an ultrasonic impulse on a specimen through a coupling layer*  
IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics, vol SU-28 (6), 1981, pp 431-436
- [Per93] PERDIJON J.  
*Le contrôle non destructif par ultrasons*  
Editions Hermès, Paris, 1993
- [Pie91] PIERCE A.D.  
*Acoustics. An introduction to its principles and applications*  
Acoustical Society of America, 1991
- [Pol78] POLAKOVIC A., SEBO P., IVAN J., AUGUSTINICOVA Z.  
*The effect of ultrasound on the wetting of graphite by molten aluminium*  
Ultrasonics, September 1978, pp 210-212
- [Ros52] ROSCOE R.  
*The viscosity of suspensions of rigid spheres*  
British Journal of Applied Physics, vol 3, 1952, pp 267-269
- [Ros86] ROSSI M.  
*Electroacoustique*  
Editions Dunod, 1986
- [Ros99] ROSE J.L.  
*Ultrasonic waves in solid media*  
Cambridge University, 1999
- [Roy96] ROYER D., DIEULESAINT E.  
*Ondes élastiques dans les solides - propagation libre et guidée*  
Editions Masson, 1996
- [Rup04] RUPP F., SCHEIDELER L., REHBEIN D., AXMANN D.,  
GEIS-GERSTORFER. J.  
*Roughness induced dynamic changes of wettability of acid etched titanium implant modifications*  
Biomaterials, vol 25, 2004, pp 1429-1438
- [Sch99] SCHMITZ V., WALTE F., CHAKHLOV S.V.  
*3D ray tracing in austenite materials*  
NDT&E International, vol 32, 1999, pp 201-213
- [Shi96] SHIBUICHI S., ONDA T., SATOH N., TSUJII K.  
*Super water-repellent surfaces resulting from fractal structure*  
J. Phys. Chem, vol 100, 1996, pp 19512-19517

- [Shu48] SHUTTLEWORTH R., BAILEY G.L.J.  
*The spreading of a liquid over a rough solid*  
Discussion Faraday Soc., vol 3, 1948, pp 16-22
- [Spi00] SPIES M.  
*Modeling of transducer fields in weld material : a comparison of three generically different approaches*  
Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation, vol 19A, Plenum Press, 2000, pp 961-968
- [Sot88] SOTIROPOULOS D.A., ACHENBACH J.D.  
*Ultrasonic reflection by a planar distribution of cracks*  
Journal of Nondestructive Evaluation, vol 7, (3/4), 1988, pp 123-129
- [Tso99] TSOGKA C.  
*Modélisation mathématique et numérique de la propagation des ondes élastiques tridimensionnelles dans les milieux fissurés*  
Thèse de Doctorat, Université Paris IX, 1999
- [Tsu95] TSUNEKAWA Y., NAKANISHI H., OKUMIYA M., MOHRI N.  
*Application of ultrasonic vibration to molten aluminium infiltration*  
Key Engineering Materials, vol 104-107, 1995, pp 215-224
- [Tsu01] TSUNEKAWA Y., SUZUKI H., GENMA Y.  
*Application of ultrasonic vibration to in situ MMC process by electromagnetic melt stirring*  
Materials and Design, vol 22, 2001, pp 467-472
- [Wat61] WATERMAN P.C., TRUPELL R.  
*Multiple scattering of waves*  
Journal of Mathematical Physics, vol 2 (4), 1961, pp 512-537
- [Wen36] WENZEL R.N.  
*Resistance of solid surfaces to wetting by water*  
Ind. Eng. Chem., vol 28, 1936, pp 988-994
- [Yos02] YOSHIMITSU Z., NAKAJIMA A., WATANABE T., HASHIMOTO K.  
*Effects of surface structure on the hydrophobicity and sliding behavior of water droplets*  
Langmuir, vol 18, 2002, pp 5818-5822
- [You99] YOUNGBLOOD J.P., McCARTHY T.J.  
*Ultrahydrophobic polymer surfaces prepared by simultaneous ablation of polypropylene and sputtering of poly(tetrafluoroethylene) using radio frequency plasma*  
Macromolecules, vol 32, 1999, pp 6800-6806

## ANNEXE : CALCUL DE LA FRACTION DE SURFACE SOLIDE $\tau$ DES SUBSTRATS

La maille élémentaire des réseaux des substrats est un triangle isocèle pour tous les substrats étudiés.



Pour chaque substrat, nous avons effectué six mesures des distances  $a$ ,  $b$  et  $c$  à l'aide des outils de mesure du microscope électronique à balayage.

Pour calculer la fraction de surface solide nous calculons la fraction surfacique des cercles  $\phi$  compris dans la maille élémentaire.

### Détermination de la fraction surfacique de cercles $\phi$ :

La fraction surfacique de cercles  $\phi$  est égale au rapport entre la surface des cercles  $S_c$  inscrits dans la maille et la surface de la maille  $S_m$ .

$S_c = \pi c^2/8$  (un demi-cercle est inscrit dans la maille)

$$S_m = (a-c) * h/2 \quad \text{avec} \quad h = \sqrt{\left[ (b-c)^2 - \left( \frac{a-c}{2} \right)^2 \right]}$$

$$\phi = \frac{S_c}{S_m} = \frac{\pi c^2}{4(a-c) * \sqrt{(b-c)^2 - \left( \frac{a-c}{2} \right)^2}}$$

### Détermination de la fraction de surface solide $\tau$ :

Pour les substrats comprenant des trous, la fraction de surface solide  $\tau$  est égale à  $1-\phi$

Pour les substrats comprenant des plots, la fraction de surface solide  $\tau$  est égale à  $\phi$

- Substrats comprenant des trous :

$$\tau = 1 - \phi = 1 - \frac{\pi c^2}{4(a-c) * \sqrt{(b-c)^2 - \left( \frac{a-c}{2} \right)^2}}$$

- Substrats comprenant des plots :

$$\tau = \phi = \frac{\pi c^2}{4(a-c) \cdot \sqrt{(b-c)^2 - \left(\frac{a-c}{2}\right)^2}}$$

### **Calcul d'incertitude de la fraction surfacique de cercles $\phi$ :**

Pour calculer l'incertitude sur la fraction surfacique des cercles  $\phi$ , nous utilisons la loi de propagation des incertitudes.

D'après cette loi, pour une grandeur physique F calculée à partir d'autres grandeurs  $X_i$  ( $F = f(X_1, X_2, \dots, X_n)$ ), l'incertitude sur la détermination de F est donnée par la loi suivante :

$$u^2(F) = \sum_{i=1}^n \left[ u(X_i) \frac{\partial F}{\partial X_i} \right]^2 + 2 \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n \frac{\partial F}{\partial X_i} \cdot \frac{\partial F}{\partial X_j} \cdot r_{ij} \cdot u(X_i) \cdot u(X_j)$$

Le terme  $u(X_i)$  représente l'écart-type de la grandeur  $X_i$

Le deuxième terme de l'équation est du deuxième ordre. Il exprime l'incertitude des grandeurs liées. Nous le négligeons car nous supposons que les grandeurs mesurées ne sont pas liées.

En appliquant cette loi à la fraction surfacique des cercles il vient :

$$u^2(\phi) = \left( \frac{\partial \phi}{\partial a} \right)^2 u^2(a) + \left( \frac{\partial \phi}{\partial b} \right)^2 u^2(b) + \left( \frac{\partial \phi}{\partial c} \right)^2 u^2(c)$$

Les dérivées partielles ont été calculées à l'aide du logiciel Mathématica. Il vient :

$$u^2(\phi) = \left[ -\frac{\pi c^2 (2b^2 - a^2 + 2ac - 4bc + c^2)}{(a-c)^2 ((3c-2b-a)(a-2b+c))^{3/2}} \right]^2 u^2(a) + \left[ -\frac{2\pi c^2 (c-b)}{(c-a)((3c-2b-a)(a-2b+c))^{3/2}} \right]^2 u^2(b) + \left[ -\frac{\pi c^2 (a^3 - 2a^2c + 2bc(b-c) - a(4b^2 - 6bc + c^2))}{(a-c)^2 ((3c-2b-a)(a-2b+c))^{3/2}} \right]^2 u^2(c)$$

### **Détermination de la fraction surfacique de cercles $\phi$ en tenant compte du calcul d'incertitude :**

La valeur de la répartition surfacique  $\phi$  s'écrit en tenant compte de l'incertitude de mesure :

$$\phi \pm \Delta\phi \quad \text{avec} \quad \Delta\phi = k * \sqrt{u^2(\phi)} \quad \text{et} \quad k = 2 \quad (\text{intervalle de confiance de 95\%})$$

Les mesures des paramètres de la maille du réseau (a, b et c), le résultat du calcul de la répartition surfacique des cercles  $\phi$  et par conséquent les valeurs des fractions de surface solide  $\tau$  sont détaillées ci-après pour chaque substrat.



**Substrat M1T3\_56 :**

Paramètres	Valeurs mesurées ( $\mu\text{m}$ )	moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Ecart-type ( $\mu\text{m}$ )
a	69,4 - 69,4 - 69,3 - 69,3 - 69,4 - 69,4	69,4	0,05
b	74,2 - 74,2 - 74,2 - 74,3 - 74,2 - 74,1	74,2	0,06
c	29,4 - 29,5 - 29,8 - 29,8 - 29,8 - 29,9	29,7	0,2

**Fraction surfacique des trous :  $\phi = 44\pm 2\%$**

**Fraction de surface solide  $\tau = 1 - \phi = 56\pm 2\%$**

**Substrat M1T30\_56 :**

Paramètres	Valeurs mesurées ( $\mu\text{m}$ )	moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Ecart-type ( $\mu\text{m}$ )
a	71,8 - 72 - 72 - 72 - 72 - 72	71,97	0,08
b	77,5 - 77,5 - 77,3 - 77,3 - 77,5 - 77,5	77,43	0,1
c	30,9 - 30,8 - 31 - 31,2 - 31,4 - 31,2	31,08	0,22

**Fraction surfacique des trous :  $\phi = 44\pm 2\%$**

**Fraction de surface solide  $\tau = 1 - \phi = 56\pm 2\%$**

**Substrat M2T3\_40 :**

Paramètres	Valeurs mesurées ( $\mu\text{m}$ )	moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Ecart-type ( $\mu\text{m}$ )
a	63,3- 63,3 - 63,2 - 63,4 - 63,3 - 63,3	63,3	0,06
b	67,2 - 67,2 - 67,2 - 67,1 - 67,3 - 67	67,17	0,1
c	28,9 - 29,7 - 29 - 29,7 - 29,7 - 29,7	29,45	0,39

**Fraction surfacique des trous :  $\phi = 60\pm 5\%$**

**Fraction de surface solide  $\tau = 1 - \phi = 40\pm 5\%$**

**Substrat M2T30\_38 :**

Paramètres	Valeurs mesurées ( $\mu\text{m}$ )	moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Ecart-type ( $\mu\text{m}$ )
a	66,8 - 66,8 - 66,9 - 66,7 - 66,8 - 66,8	66,8	0,006
b	71,2 - 71,4 - 71,2 - 71,4 - 71,4 - 71	71,27	0,16
c	31 - 32 - 31,7 - 31,4 - 31,4 - 31,3	31,47	0,34

**Fraction surfacique des trous :  $\phi = 62\pm 5\%$**

**Fraction de surface solide  $\tau = 1 - \phi = 38\pm 5\%$**

**Substrat M1P3\_39 :**

Paramètres	Valeurs mesurées ( $\mu\text{m}$ )	moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Ecart-type ( $\mu\text{m}$ )
a	69,1 – 69 – 69 – 68,8 – 69 – 68,7	68,93	0,15
b	73,4 – 73,6 – 73,3 – 73,4 – 73,4 – 73,4	73,4	0,1
c	28,1 – 28,9 – 28,3 – 28,7 – 28,4 – 28,5	28,5	0,29

**Fraction surfacique des trous :  $\phi = 39\pm 2\%$**

**Fraction de surface solide  $\tau = \phi = 39\pm 2\%$**

**Substrat M1P30\_38 :**

Paramètres	Valeurs mesurées ( $\mu\text{m}$ )	moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Ecart-type ( $\mu\text{m}$ )
a	67,8 – 67,8 – 68 – 67,9 – 67,8 – 68,1	67,9	0,13
b	75,9 – 75,9 – 75,9 – 76 – 75,7 – 75,7	75,85	0,12
c	28,7 – 28,2 – 27,8 – 28,8 – 28,9 – 28,9	28,55	0,45

**Fraction surfacique des trous :  $\phi = 38\pm 4\%$**

**Fraction de surface solide  $\tau = \phi = 38\pm 4\%$**

**Substrat M2P3\_53 :**

Paramètres	Valeurs mesurées ( $\mu\text{m}$ )	moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Ecart-type ( $\mu\text{m}$ )
a	61,8 – 61,7 – 61,8 – 62 – 61,9 – 61,9	61,85	0,1
b	65,9 – 65,7 – 65,9 – 65,9 – 66 – 66	65,9	0,11
c	27,4 – 28,3 – 27,9 – 27,7 – 28,1 – 28	27,9	0,32

**Fraction surfacique des trous :  $\phi = 53\pm 4\%$**

**Fraction de surface solide  $\tau = \phi = 53\pm 4\%$**

**Substrat M2P30\_53:**

Paramètres	Valeurs mesurées ( $\mu\text{m}$ )	moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Ecart-type ( $\mu\text{m}$ )
a	63,3 – 63,4 – 63,4 – 63,5 – 63,6 – 63,6	63,5	0,09
b	67,4 – 67,4 – 67,4 – 67,4 – 67,3 – 67,5	67,4	0,06
c	28,9 – 28,3 – 28,8 – 28,4 – 28,9 – 28,2	28,58	0,32

**Fraction surfacique des trous :  $\phi = 53\pm 4\%$**

**Fraction de surface solide  $\tau = \phi = 53\pm 4\%$**