

THÈSE

Présentée devant

L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUÉES DE LYON

Pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR

ECOLE DOCTORALE : MÉCANIQUE, ENERGÉTIQUE, GÉNIE CIVIL, ACOUSTIQUE
SPÉCIALITÉ : MÉCANIQUE

par

Damien PERRET

**Approche expérimentale et étude théorique des mécanismes de
dissipation de l'énergie vibratoire.
Application aux résonateurs acoustiques à haut facteur de qualité.**

Soutenue le 6 octobre 2003 devant la Commission d'examen

Jury

BLETRY Jean		Rapporteur
FANTOZZI Gilbert	Professeur	Rapporteur
GUEURY Michel	Professeur	Rapporteur
GARANDET Jean-Paul		
FERRARIS-BESSO Guy	Professeur	Directeur de thèse
SOUQUET Jean-Louis	Professeur	Président du jury

Membres invités :

BEYLAT Laurence	Ingénieur DGA
JEANROY Alain	Ingénieur SAGEM

Thèse préparée au Laboratoire Elaboration, Solidification et Assemblage (CEA-Grenoble) et au Laboratoire de Dynamique des Machines et des Structures (INSA Lyon).

RESUME :

Les objectifs de ce travail de thèse sont, au niveau expérimental, d'élaborer et de caractériser les propriétés vibratoires de matériaux potentiellement intéressants pour la réalisation de résonateurs acoustiques à haut facteur de qualité. D'un point de vue théorique, le but est d'identifier et d'évaluer les mécanismes de dissipation de l'énergie vibratoire dans le domaine des fréquences proches du kHz qui nous intéresse.

D'un point de vue expérimental, un dispositif de caractérisation vibratoire a été développé ; il repose sur la détection des modes propres de vibration et la détermination des facteurs de qualité des échantillons mesurés. Le procédé de sustentation sur film de gaz a permis d'élaborer des échantillons en verre de silice de différentes qualités. Nous avons montré que l'amortissement intrinsèque des silices synthétiques est environ d'un ordre de grandeur inférieur à celui des silices naturelles, dans le domaine des fréquences proches de 10 kHz. Une procédure de traitement de surface post-élaboration par attaque chimique a été développée, elle permet d'augmenter de façon importante les facteurs de qualité des échantillons en verre de silice. Les valeurs maximales atteintes pour le facteur de qualité sont de l'ordre de 10^7 pour les silices synthétiques. Afin de comprendre l'origine de ces différents niveaux d'amortissement observés, une série de caractérisations chimiques, optiques et acoustiques a été réalisée.

Au niveau théorique, nous avons étudié les processus de dissipation rencontrés dans les matériaux, qui sont à l'origine de l'amortissement intrinsèque. Parmi les mécanismes identifiés dans la littérature, nous avons mis en évidence un important critère de sélection des matériaux résonnants : les pertes générées par thermoélasticité. En ce qui concerne les processus de dissipation ayant été peu étudiés dans la littérature, nous avons développé différents modèles théoriques. Les résultats de ces modèles montrent l'importance des contraintes internes dans l'amortissement intrinsèque. En revanche, la présence d'impuretés à l'état de traces ne semble pas avoir d'influence, au premier ordre, sur la valeur du facteur de qualité.

Enfin, les propriétés vibratoires de deux autres familles de matériaux, identifiées comme potentiellement intéressantes, ont également été étudiées. Des échantillons en saphir monocristallin élaborés par la technique du préformage local, et des échantillons en verre métallique Pd-Ni-Cu-P obtenus par fusion en creuset froid et coulée en lingotière, présentent des facteurs de qualité inférieurs à ceux des échantillons en verre de silice.

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire Elaboration, Solidification et Assemblage du CEA-Grenoble. Je remercie Nelly Kernevez, alors Chef de Laboratoire, de m'avoir accueilli au sein d'une équipe chaleureuse dans laquelle j'ai éprouvé un réel plaisir à travailler.

Une partie de cette étude a été effectuée au Laboratoire de Dynamique des Machines et des Structures de l'INSA de Lyon, je tiens à remercier Guy Ferraris-Besso pour la confiance qu'il m'a accordée en dirigeant ce travail de thèse.

Merci à Eric Pleska et Laurence Beylat de la DGA qui m'ont donné l'opportunité de réaliser cette thèse en m'accordant une bourse de recherche.

Je tiens à remercier les membres du jury : Jean Blétry, Gilbert Fantozzi, Michel Gueury, Alain Jeanroy et Jean-Louis Souquet qui ont pris le temps de discuter avec moi du travail qui leur était soumis et m'ont ainsi permis de partager leur expérience dans divers domaines.

Au niveau scientifique, ce fut pour moi une immense chance de travailler aux côtés de Jean-Paul Garandet, qui m'a proposé un encadrement de très grande qualité et qui a toujours accepté de m'accorder une partie de son temps, y compris après la prise de ses nouvelles fonctions de Chef de Laboratoire.

Ce travail n'aurait sans doute pas pu être effectué sans l'aide et le soutien de chacune des personnes qui ont, de près ou de loin, été impliquées pendant ces trois années. Je souhaite ainsi remercier toute l'équipe de LESA (les permanents comme les stagiaires) pour leur accueil extrêmement sympathique, leur bonne humeur et leur soutien. Un grand merci à Michel Daniel, Jacky Bancillon, Joëlle Pesenti et Benoit Marie pour avoir constitué un environnement technique de très grande qualité. Je remercie Nathalie Hoffmann pour son aide précieuse et quotidienne. Merci également à mes chefs de projet, Béatrice Drevet et Jean-Louis Santailier, deux personnes

avec lesquelles j'ai éprouvé un immense plaisir à travailler, et qui m'ont énormément apporté tant au niveau professionnel que personnel. Merci également aux personnes du LDMS et du LRBA qui m'ont toujours accueilli de façon chaleureuse lors de mes différentes campagnes de mesures expérimentales. En particulier, un grand merci à Laurence Renaudin, Thierry Usseglio, Johan Der Hagopian, Patrick Berthier et Régis Dufour du LDMS, et Jean-Claude Mahaut et Pierre Thomine du LRBA pour leur implication.

Dans le cadre du projet parallèle, j'ai eu la chance de travailler dans un environnement amical et enrichissant, merci à Jean-Michel Caron (SAGEM) et Jean-Luc Derep (DGA) pour leurs conseils et leur soutien.

Enfin, j'aimerais dédier ce travail à tous mes proches, ma famille, mes amis qui ont joué un rôle déterminant pendant ces trois années.

Table des Matières

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE 1 – Gyroscope à Résonateur Hémisphérique – Facteur de Qualité	3
1.1 - Le Gyroscope à Résonateur Hémisphérique.....	3
1.1.1 - Principe de fonctionnement.....	3
1.1.2 - Description du GRH.....	4
1.1.3 - Mode de vibration du GRH.....	6
1.1.4 - Anisotropie de fréquence associée aux modes de flexion.....	7
1.1.4.1 - Cas d'un hémisphère idéal.....	7
1.1.4.2 - Cas de l'hémisphère réel.....	8
1.2 - La notion de facteur de qualité.....	8
1.2.1 - Définition.....	8
1.2.2 - Facteur de qualité et dissipation – Notion de frottement interne.....	9
1.2.3 - Etat de l'art.....	11
1.2.3.1 - Facteurs de qualité des différentes familles de matériaux.....	11
1.2.3.2 - Matériaux à haut facteur de qualité.....	12
1.3 - Choix des matériaux pour l'étude.....	13
CHAPITRE 2 – Méthodes expérimentales	15
2.1 - Procédés d'élaboration des matériaux vitreux et monocristallins.....	16
2.1.1 - Elaboration des verres de silice par sustentation sur film de gaz.....	16
2.1.2 - Elaboration de saphir monocristallin par préformage local.....	18
2.1.3 - Elaboration de verres métalliques en creuset froid et coulée en lingotière.....	20
2.2 - Détermination de la forme test.....	22
2.2.1 - Choix d'une forme test.....	22
2.2.2 - Fréquences des modes propres de la géométrie test.....	24
2.2.3 - Fréquences des modes propres d'une tige : détermination expérimentale du module de Young.....	26
2.2.4 - Conclusion.....	28
2.3 - Développement d'une méthode de caractérisation vibratoire.....	29
2.3.1 - Techniques de maintien des échantillons lors de la mesure.....	29
2.3.1.1 Méthode encastrée.....	29
2.3.1.2 Méthode libre.....	31
2.3.2 - L'excitation par choc.....	32
2.3.3 - Détection de l'amplitude de vibration.....	33
2.3.4 - L'évaluation des facteurs de qualité.....	35
2.3.5 - Evaluation du facteur de qualité : étude de reproductibilité et comparaison des dispositifs de mesure.....	36
2.3.6 - Conclusion sur les dispositifs expérimentaux.....	38

CHAPITRE 3 – Résultats expérimentaux

39

3.1 - Etapes de réalisation des échantillons : de la préforme à la forme test	40
3.1.1 - Elaboration des préformes	40
3.1.1.1 - <i>Préformes en silice amorphe</i>	40
3.1.1.2 - <i>Préformes en saphir monocristallin</i>	44
3.1.1.3 - <i>Préformes en verre métallique</i>	45
3.1.2 - Réalisation de la forme test	46
3.2 - Etude des propriétés vibratoires des échantillons en silice amorphe.....	48
3.2.1 - Mesures avant traitement de surface	48
3.2.2 - Mise au point d'une procédure de traitement de surface par attaque chimique	49
3.2.3 - Résultats : influence de l'attaque chimique sur le facteur de qualité	51
3.2.4 - Discussion.....	53
3.2.4.1 - <i>Modification de la distribution des fréquences des modes de vibration</i>	53
3.2.4.2 - <i>Influence de la qualité du polissage initial : révélation des défauts après attaque</i>	57
3.2.4.3 - <i>Etude des propriétés intrinsèques de la silice étudiée, influence de l'étape de sustentation</i>	58
3.2.4.3.1 Détermination de la teneur en impuretés.....	59
3.2.4.3.2 Propriétés structurales	62
3.3 - Etude des propriétés vibratoires du saphir monocristallin et de verres métalliques massifs.....	70
3.3.1 - Etude expérimentale du saphir monocristallin	70
3.3.2 - Etude des propriétés vibratoires d'un verre métallique	71
3.3.2.1 - <i>Présentation des résultats</i>	71
3.3.2.2 - <i>Discussion</i>	71
3.4 - Conclusion de l'étude expérimentale	72

4.1 -Transport irréversible sous l'effet d'un gradient de température :	
thermoélasticité	76
4.1.1 - Origine de la dissipation.....	76
4.1.2 - Influence de la nature du matériau	77
4.1.3 - Influence de la géométrie du résonateur	80
4.1.4 - Influence de la fréquence	80
4.1.5 - Influence de la température	81
4.2 -Transport irréversible sous l'effet d'un gradient de concentration.....	82
4.2.1 - Cas des verres d'oxydes	82
4.2.1.1 - Teneur en OH.....	82
4.2.1.2 - Teneur en impuretés (modificateurs de réseau).....	83
4.2.2 - Cas des matériaux cristallins	86
4.3 -Influence du gaz environnant : dissipation en régime moléculaire.....	87
4.3.1 - Loi de variation de la dissipation.....	87
4.3.2 - Limitation du modèle : régimes de pression, nombre de Knudsen.....	88
4.3.3 - Application à l'étude de l'influence de la présence d'électrodes au voisinage du résonateur.....	88
4.4 -Dissipation due à l'état de surface.....	90
4.4.1 - Etat de l'art : cas du verre de silice	90
4.4.2 - Attaque chimique du verre de silice.....	90
4.5 -Autres mécanismes de dissipation.....	92
4.5.1 - Relaxation structurale.....	92
4.5.2 - Dissipation par relaxation de phonons	93
4.5.3 - Dissipation par relaxation d'électrons.....	95
4.6 -Conclusion.....	97

CHAPITRE 5 – Développement de modèles théoriques pour l'évaluation des processus de dissipation **99**

5.1 - Evaluation de la dissipation liée à la présence de contraintes résiduelles	100
5.1.1 - Description du modèle	100
5.1.2 - Discussion	103
5.2 - Application à l'étude de l'influence de la sustentation	103
5.3 - Transport irréversible sous l'effet d'un gradient de concentration	106
5.3.1 - Expression de la création d'entropie	107
5.3.2 - Estimation de la force extérieure	109
5.3.3 - Estimation du gradient de concentration	109
5.3.4 - Evaluation de la dissipation	110
5.3.5 - Discussion, validité du modèle	111
5.4 - Influence du gaz environnant	112
5.4.1 - Développement d'un modèle théorique de la dissipation en régime visqueux	112
5.4.2 - Confrontation du modèle avec les points expérimentaux	114
5.5 - Conclusion sur les modèles développés	116

CONCLUSION GENERALE **119**

ANNEXES **123**

ANNEXE 1 – Généralités sur le verre de silice	123
ANNEXE 2 – Diffractogrammes de rayons X des échantillons en silice	129
ANNEXE 3 – Techniques expérimentales de caractérisation chimique	131
ANNEXE 4 – Caractérisation métrologique des échantillons tests	137
ANNEXE 5 – Détermination de l'indice optique par la technique de mesure de l'angle limite de réflexion totale	139
ANNEXE 6 – Simulation numérique par éléments finis	141
ANNEXE 7 – Calculs de la thermoélasticité	143
ANNEXE 8 – Les différents types de comportement mécanique	145
ANNEXE 9 – Données numériques	163
ANNEXE 10 – Recherche bibliographique sur les verres métalliques	165

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES **167**

Introduction générale

Le très faible niveau de dissipation de l'énergie mécanique de vibration présenté par le verre de silice, dans le domaine des fréquences proches du kHz, est connu depuis bien longtemps [Fraser-68]. Une application importante de cette propriété est la réalisation de résonateurs de haute performance, utilisés notamment dans le domaine du Guidage-Navigation pour la fabrication de senseurs inertiels de type vibrant [Loper-83][Pleska-00]. Depuis une vingtaine d'année, la silice amorphe est ainsi le matériau constitutif des dômes de Gyroscope à Résonateur Hémisphérique (GRH) de haute performance. Cependant, si l'ordre de grandeur qu'il est possible d'atteindre dans la pratique pour le facteur de qualité des résonateurs en silice est prévisible [Startin-98][Gretarsson-99][Penn-01][Numata-02], on connaît relativement mal l'influence exacte du matériau et les mécanismes qui sont à l'origine du niveau d'amortissement limite. Il en résulte, d'une part, que les différences de comportement vibratoire observées sur différentes qualités de verres de silice demeurent incomprises, et d'autre part, que l'existence de familles de matériaux présentant un niveau de dissipation intrinsèque équivalent, voire inférieur, à celui de la silice reste un point à éclaircir. Il a en effet été montré que d'autres matériaux, tels que le saphir monocristallin [Bagdasarov-75] ou certains métaux tels l'aluminium et le niobium [Braginsky-85] pouvaient, dans certaines conditions expérimentales, présenter des facteurs de qualité très élevés (supérieur à 10^7).

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre plus général d'un contrat entre la Délégation Générale pour l'Armement (DGA), le Commissariat à l'Energie Atomique (CEA) et l'Institut des Sciences Appliquées (INSA) de Lyon.

D'un point de vue expérimental, l'objectif de cette étude est d'élaborer et de caractériser les matériaux potentiellement intéressants pour la réalisation de résonateurs acoustiques présentant un amortissement interne très faible. En ce qui concerne l'élaboration des matériaux, deux procédés développés ces dernières années au Laboratoire Elaboration, Solidification et Assemblage du CEA-Grenoble ont été utilisés : la sustentation sur film de gaz

[Granier-87] pour la mise en forme du verre de silice, et le préformage local [Theodore-98] pour l'élaboration du saphir monocristallin.

Afin d'évaluer les propriétés vibratoires des échantillons réalisés, deux dispositifs de caractérisation ont été mis au point, l'un au Laboratoire de Dynamique des Machines et des Structures de l'INSA Lyon dans le cadre de ce travail, et l'autre au Laboratoire de Recherches Balistiques et Aérodynamiques de la DGA. Ces dispositifs permettent la détection des modes propres de vibration et la détermination des facteurs de qualité des échantillons mesurés.

Dans le but de comprendre les phénomènes qui limitent les valeurs des facteurs de qualité, différentes caractérisations optiques, chimiques et acoustiques ont été réalisées pour tenter de mettre en évidence des corrélations entre la structure et l'amortissement intrinsèque d'un matériau.

D'un point de vue théorique, de nombreux phénomènes de dissipation ont été décrits de façon détaillée dans la littérature. Il est possible d'évaluer l'amortissement généré par certains d'entre eux, et de comprendre ainsi pourquoi certaines familles de matériaux se révèlent plus intéressantes que d'autres pour la réalisation de résonateurs mécaniques à haut facteur de qualité. Cependant, les données de la littérature ne permettent pas toujours d'expliquer les écarts entre les valeurs théoriques et expérimentales. Dans ce cas, il devient nécessaire de développer des modèles théoriques d'évaluation des processus de dissipation n'ayant pas été décrits dans la littérature.

Après une présentation générale du cadre de l'étude, dans laquelle nous abordons le principe de fonctionnement du GRH et définissons la notion de facteur de qualité (Chapitre 1), nous décrivons au Chapitre 2 les dispositifs expérimentaux utilisés pour l'élaboration des matériaux et la caractérisation vibratoire. L'ensemble des résultats obtenus, en terme d'élaboration et de caractérisation sur les différents matériaux étudiés, est présenté au Chapitre 3. Le Chapitre 4 est consacré à l'interprétation théorique de ces résultats, basée sur les données de la littérature. Concernant les mécanismes de dissipation n'ayant pas été étudiés dans la littérature, nous avons développé différents modèles théoriques qui sont détaillés au Chapitre 5.

Enfin, dans le but d'alléger le contenu des cinq chapitres, les protocoles expérimentaux, le détail des calculs de la thermoélasticité ainsi que quelques généralités sur les verres de silice ont été regroupés en Annexe.

Chapitre 1 - Gyroscopé à Résonateur Hémisphérique – Facteur de qualité

1.1 - Le Gyroscopé à Résonateur Hémisphérique	3
1.1.1 - Principe de fonctionnement.....	3
1.1.2 - Description du GRH.....	4
1.1.3 - Mode de vibration du GRH.....	6
1.1.4 - Anisotropie de fréquence associée aux modes de flexion.....	7
1.1.4.1 - Cas d'un hémisphère idéal.....	7
1.1.4.2 - Cas de l'hémisphère réel.....	8
1.2 - La notion de facteur de qualité	8
1.2.1 - Définition	8
1.2.2 - Facteur de qualité et dissipation – Notion de frottement interne	9
1.2.3 - Etat de l'art	11
1.2.3.1 - Facteurs de qualité des différentes familles de matériaux.....	11
1.2.3.2 - Matériaux à haut facteur de qualité.....	12
1.3 - Choix des matériaux pour l'étude.....	13

1.1 - Le Gyroscopé à Résonateur Hémisphérique

1.1.1 - Principe de fonctionnement

Le Gyroscopé à Résonateur Hémisphérique (GRH) n'est pas un gyroscopé au sens classique du terme, puisqu'il n'utilise pas de masse pesante en rotation à grande vitesse autour d'un axe [Cochin-63]. Le fonctionnement du GRH [Loper-83] est basé sur un phénomène connu depuis plus d'un siècle, très exactement depuis 1890, année où le physicien britannique G.H. Bryan découvrit (à l'oreille) que l'onde sonore qui s'établit dans un verre à pied en cristal

lorsqu'on le fait tinter, a un mouvement de rotation décalé par rapport à celui du verre lorsqu'on fait tourner ce verre dans l'axe de son pied [Bryan-90]. Bryan montra que le rapport entre l'angle de précession de l'oscillation et l'angle de rotation du résonateur est une constante déterminée par la géométrie du résonateur et les caractéristiques du mode excité. Ce rapport est indépendant de l'angle et de la vitesse de rotation, ainsi que de la nature du matériau constituant le résonateur. Dans le cas du GRH, une rotation de 90° du résonateur hémisphérique entraîne un angle de précession de 27° : le rapport pour cette géométrie est donc d'environ $1/3$ (voir **Figure 1-1**).

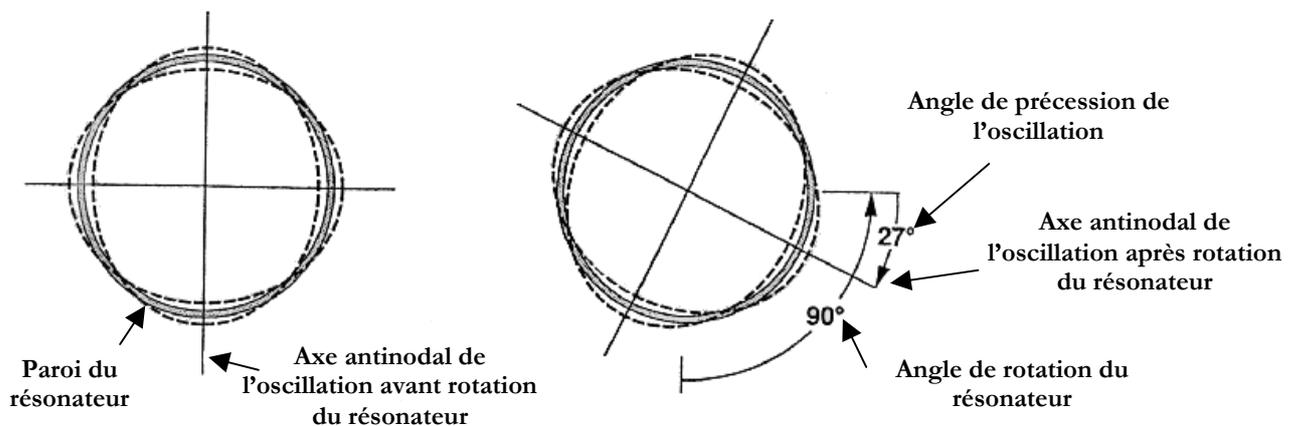


Figure 1-1

Principe de G.H. Bryan (1890) : toute rotation du verre autour de son pied provoque une rotation angulaire de la vibration acoustique dans un rapport d'environ $1/3$

1.1.2 - Description du GRH

Utilisant le principe de G.H. Bryan, le GRH se présente comme une coquille résonante supportée par un pied, emprisonnée dans un logement étanche dans lequel on a fait le vide (voir **Figure 1-2**). Une méthode de mise en vibration du résonateur peut être l'application d'une tension électrique : le dôme se déforme légèrement et se met à vibrer. A la base du logement se trouvent les capteurs (électrodes), répartis en cercle. Ces capteurs détectent ici non pas la vibration acoustique (puisque le son ne se propage pas dans le vide), mais la variation de capacité électrique du milieu. En combinant le signal reçu par les capteurs, il est possible de déduire la rotation subie par le bloc tout entier.

Dans le cas où le résonateur est constitué d'un matériau isolant (cas de la silice) une couche métallisée conductrice doit être déposée en surface, faute de quoi l'excitation du résonateur par une tension électrique est impossible.

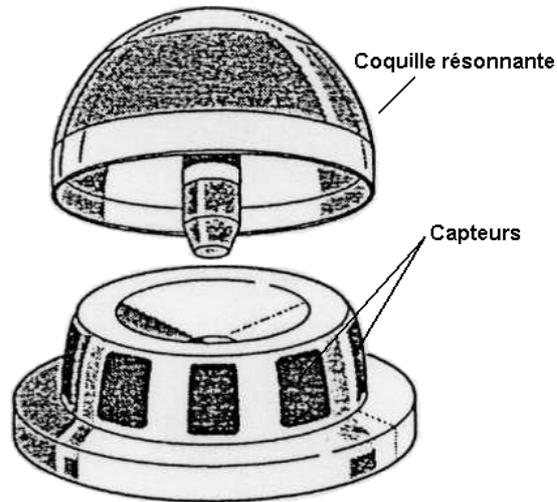


Figure 1-2
Schéma simplifié du Gyroscope à Résonateur Hémisphérique (GRH)

Le matériau actuellement utilisé par les industriels développant ou commercialisant le GRH (Litton, Aviapribor ou Sagem) pour les résonateurs hémisphériques de haute performance* est la silice synthétique. Dans le cas où la performance requise est moindre, la silice synthétique (matériau délicat à mettre en forme) peut être remplacée par un métal ordinaire.

Concernant les dimensions de la partie résonateur hémisphérique, plusieurs générations de GRH ont été étudiées ces vingt dernières années par les industriels commercialisant le GRH. Initialement, le diamètre du dôme était d'environ 60 mm [Loper-86]. Aujourd'hui, répondant aux exigences en matière de miniaturisation et de réduction des coûts des systèmes de navigation embarqués, les industriels commercialisent des résonateurs de diamètre 30 mm, l'épaisseur du dôme étant de l'ordre du millimètre. La fréquence de résonance du mode deux diamètres est située aux environs de 5 kHz.

* Dans le domaine du Guidage-Navigation, un senseur inertielle sera dit de haute performance lorsque sa dérive dans le temps n'excèdera pas $0,01^\circ/h$.

1.1.3 - Mode de vibration du GRH

La fréquence des modes propres de vibration d'une coque hémisphérique peut être déterminée de façon analytique [Fima-95] en résolvant les équations du mouvement du résonateur, ou plus généralement par simulation numérique en utilisant un logiciel de calcul par éléments finis. Une description de l'outil de simulation utilisé lors de cette étude est donnée au Chapitre 3.

Pour l'application GRH, les modes de vibration envisagés doivent être sensibles à une rotation autour de l'axe de l'hémisphère. Ainsi tous les modes à symétrie de révolution (type mode « parapluie ») ne doivent pas être utilisés. Les modes favorables seront les modes de flexion dont les fréquences sont relativement basses (aux environs de 5 kHz) et qui présentent l'avantage de générer des déplacements d'amplitude maximale dans la zone équatoriale de l'hémisphère, et négligeable au sommet ce qui aura pour effet de limiter les pertes dues à l'encastrement de la tige du résonateur. En fonctionnement, le dôme du GRH vibre selon le mode $n=2$, également appelé mode deux diamètres. Pour ce mode, chaque cercle parallèle à l'équateur de l'hémisphère se déforme en une pseudo-ellipse et présente quatre nœuds et quatre ventres de vibration radiale (voir **Figure 1-3**). A chaque nœud de vibration radiale correspond un ventre de vibration tangentielle et réciproquement.

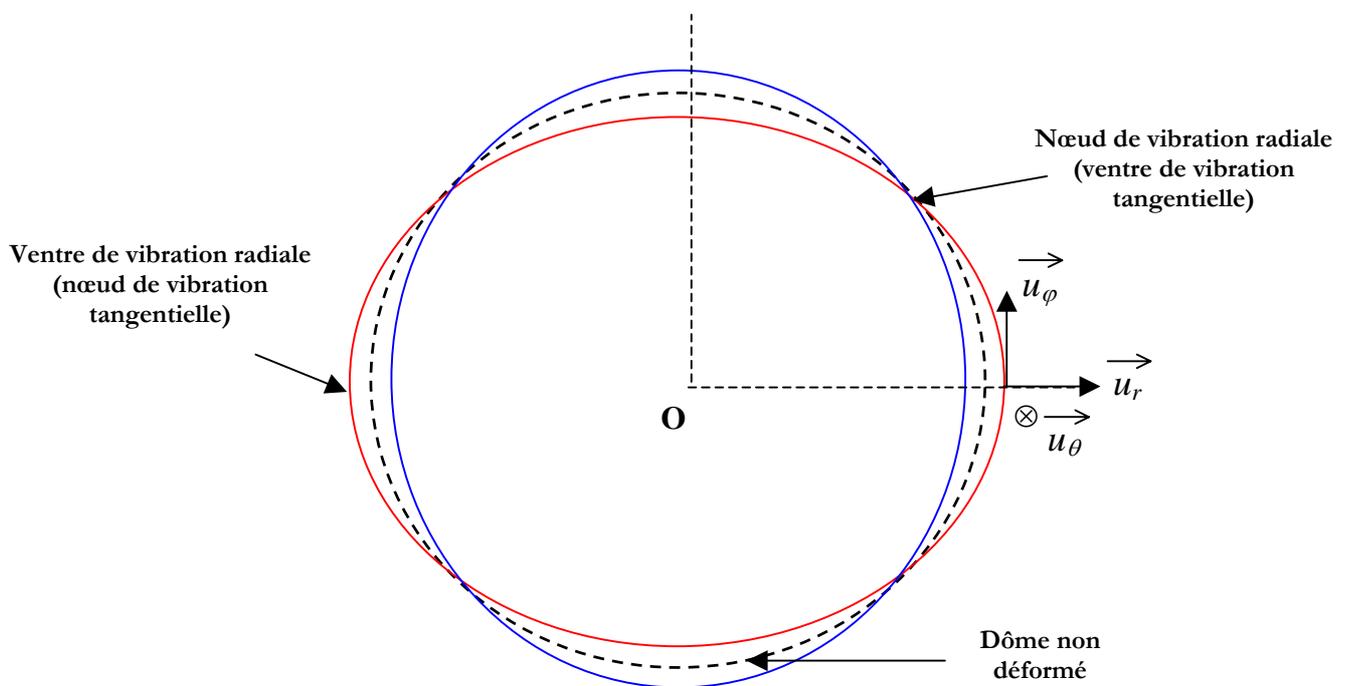


Figure 1-3

Représentation schématique de la déformée de l'hémisphère lors des vibrations du mode deux diamètres (projection dans le plan équatorial) d'après [Fima-95]

1.1.4 - Anisotropie de fréquence associée aux modes de flexion

1.1.4.1 - Cas d'un hémisphère idéal

La résolution des équations du mouvement [Fima-95] montre qu'à chaque fréquence propre de vibration de flexion ($n \geq 2$) de l'hémisphère, correspondent deux modes indépendants A_n et B_n qui ont la même fréquence dans le cas idéal d'un hémisphère possédant une symétrie de révolution parfaite. Les deux distributions vibratoires sont stationnaires et déduites l'une de l'autre par rotation de $\pi/(2n)$ autour de l'axe de l'hémisphère. Pour une fréquence donnée, il y a un nombre infini de distributions vibratoires possibles qui sont toutes les combinaisons linéaires des deux modes propres indépendants. Cette dégénérescence de modes est due à la symétrie de révolution. Ainsi dans le cas du mode deux diamètres ($n=2$), la courbe déformée du mode B se déduit de celle du mode A par une rotation de $\pm \pi/4$ autour de O (**Figure 1-4**).

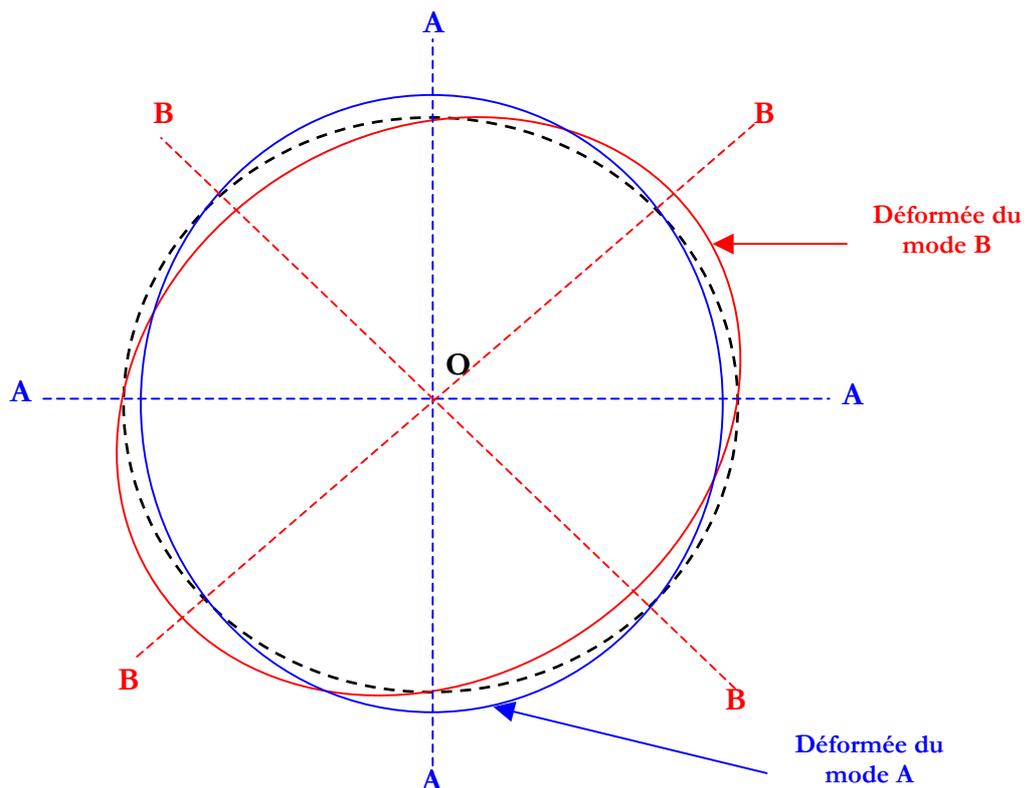


Figure 1-4

Pour la fréquence de vibration du mode $n=2$ correspondent deux modes A et B de même fréquence et dont les diagrammes de vibration se déduisent l'un de l'autre par rotation de $\pi/4$ autour de l'axe de l'hémisphère

1.1.4.2 - Cas de l'hémisphère réel

Dans le cas de l'hémisphère idéal, l'origine des angles φ étant arbitraire, la position des diagrammes de vibration des deux modes A et B de même fréquence n'est pas figée ; elle est définie à une rotation près autour de l'axe de révolution et dépend du point où est faite l'excitation. En revanche, dans le cas de l'hémisphère réel, c'est-à-dire ne possédant pas une symétrie de révolution parfaite, les deux diagrammes de vibrations des modes A et B seront également décalés l'un par rapport à l'autre de $\pi/2n$ mais cette fois leur position sera figée par la géométrie de l'hémisphère réel. De plus, les deux modes n'auront pas rigoureusement la même fréquence : on parle d'anisotropie de fréquence. Tout se passe comme si l'absence de symétrie de révolution levait la dégénérescence des modes. En pratique, l'ordre de grandeur pour l'anisotropie de fréquence dans un résonateur de GRH après les étapes d'équilibrage est inférieure au centième de hertz.

1.2 - La notion de facteur de qualité

1.2.1 - Définition

Par définition, le facteur de qualité (appelé parfois facteur de surtension, par analogie aux circuits électriques oscillants) d'un résonateur en oscillations libres et faiblement amorties est la quantité sans dimension [Nowick-72] :

$$Q = \frac{\omega E_0}{|\dot{E}|} \quad (1-1)$$

E_0 représente l'énergie mécanique associée à la vibration, \dot{E} l'énergie dissipée par unité de temps et ω la pulsation des oscillations. En pratique, on observe souvent que l'amplitude de vibration d'un résonateur de GRH décroît faiblement dans le temps et de façon exponentielle (voir **Figure 1-5**). Cette décroissance exponentielle traduit le fait qu'une fraction constante de l'énergie mécanique du système est prélevée à chaque période.*

* Au contraire, dans le cas du frottement solide où cette fois l'énergie dissipée pendant chaque période est une constante, la décroissance de l'amplitude des oscillations ne sera plus exponentielle mais linéaire et le facteur de qualité associé sera dépendant de l'amplitude d'oscillation.

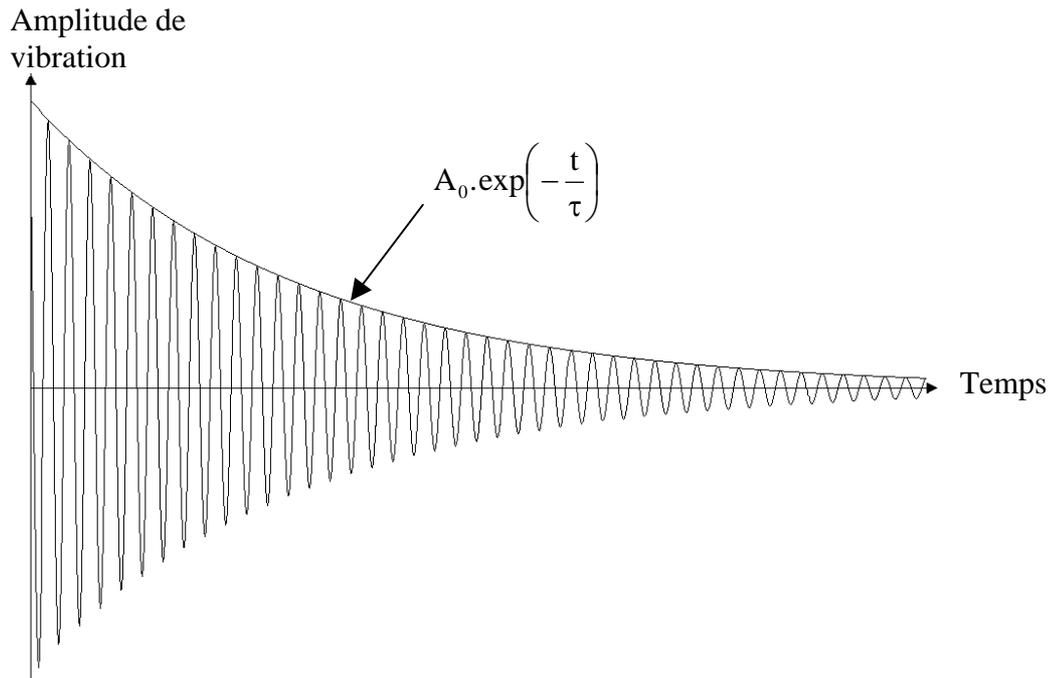


Figure 1-5
Diminution de l'amplitude des oscillations libres d'un résonateur présentant un amortissement exponentiel

Le facteur de qualité peut être relié à τ , temps au bout duquel l'amplitude de vibration a été divisée d'un facteur e :

$$Q = \pi f \tau = \frac{\omega \tau}{2} \quad (1-2)$$

où f est la fréquence de vibration. Dans la pratique, nous verrons que c'est cette relation qui est utilisée pour évaluer les facteurs de qualité expérimentaux.

1.2.2 - Facteur de qualité et dissipation – Notion de frottement interne

L'inverse du facteur de qualité Q détermine la capacité d'un système à amortir au minimum les oscillations, son inverse (grandeur sans dimension) :

$$Q^{-1} = \frac{|\dot{E}|}{\omega E_0} \quad (1-3)$$

est au contraire un indicateur de la dissipation rencontrée dans le système. Dans le cas où la dissipation a plusieurs sources, en supposant que les mécanismes de dissipation sont indépendants et donc que l'on peut réaliser l'hypothèse d'additivité des causes, on peut écrire :

$$Q^{-1} = \sum_i Q_i^{-1} \quad (1-4)$$

la quantité Q_i^{-1} représentant la dissipation associée au mécanisme de dissipation i . Parmi toutes les sources de dissipation, il faut distinguer celles qui ne sont pas directement liées à la nature du matériau constituant le résonateur (par exemple les pertes liées à l'encastrement des échantillons ou à la présence de gaz environnant) de celles qui en dépendent essentiellement et qui entrent dans la notion de frottement interne, largement étudiée dans la littérature [Zener-48] [Nowick-72] [De Batist-72]. Il résulte de la relation précédente que le facteur de qualité Q d'un système sera toujours limité par le mécanisme entraînant la dissipation la plus importante.

Enfin, on utilise souvent dans la littérature une expression de la dissipation Q^{-1} pour décrire les processus de relaxation, et qui permet de rendre compte des résultats expérimentaux des mesures de frottement interne :

$$Q^{-1} = \Delta \frac{\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2} \quad (1-5)$$

avec :

Δ : grandeur sans dimension appelée intensité de la relaxation

ω : pulsation de la vibration

τ : temps caractéristique du processus de relaxation

A très basse fréquence ($\omega\tau \ll 1$), le processus a le temps de relaxer entièrement (tout se passe comme si le système était en équilibre thermodynamique à chaque instant) et la dissipation sera négligeable. A très haute fréquence ($\omega\tau \gg 1$), le processus n'a au contraire pas le temps de relaxer (le comportement du solide est quasi-élastique) et la dissipation sera également négligeable.

Cette relation (1-5) permet ainsi de mettre en évidence qu'entre le régime des basses fréquences où $Q^{-1} \propto \omega$, et celui des hautes fréquences où $Q^{-1} \propto 1/\omega$, la dissipation sera maximale à une fréquence telle que $\omega\tau=1$. On aura donc pour cette fréquence un pic

d'amortissement, comme observé expérimentalement. L'origine de cette expression, basée sur le modèle anélastique standard [Zener-48], ainsi que les détails concernant les paramètres Δ et τ seront détaillés au Chapitre 4 et en Annexe 8.

1.2.3 - Etat de l'art

1.2.3.1 - *Facteurs de qualité des différentes familles de matériaux [Schaller-01]*

Comme nous le verrons aux Chapitres 4 et 5, il est possible d'évaluer de façon théorique un grand nombre de mécanismes de dissipation, sources de dégradation du facteur de qualité. On rappelle que l'objectif de notre travail est focalisé sur les matériaux potentiellement intéressants pour la réalisation de résonateurs à haut facteur de qualité. Toutefois, il est intéressant à ce stade de décrire rapidement quelques tendances qui permettent de classer les grandes familles de matériaux en fonction du frottement interne qu'elles présentent (voir **Figure 1-6**).

Ainsi dans les métaux, des valeurs élevées de frottement interne peuvent être observées du fait de la présence et des possibles mouvements de dislocations (cas de l'aluminium et de l'étain par exemple). Pour les alliages dans lesquels ces dislocations peuvent être ancrées (bronzes ou aciers à haute teneur en carbone) le frottement interne associé sera plus faible. Enfin, les métaux ou alliages présentant des transformations de phase (type martensitique par exemple) pourront également présenter des valeurs de frottement interne élevées.

Dans les polymères, les valeurs très élevées de l'amortissement sont dues aux mouvements (rotations, glissements) des chaînes macromoléculaires, et dépendent étroitement de la température de mesure : à $T < T_g$ les mouvements des chaînes sont « gelés » et le frottement interne sera comparativement plus faible qu'à $T > T_g$ (T_g étant la température de transition vitreuse).

Enfin, les valeurs élevées de l'amortissement rencontrées dans les céramiques poreuses sont attribuées dans la littérature au frottement des surfaces en contact au voisinage des porosités.

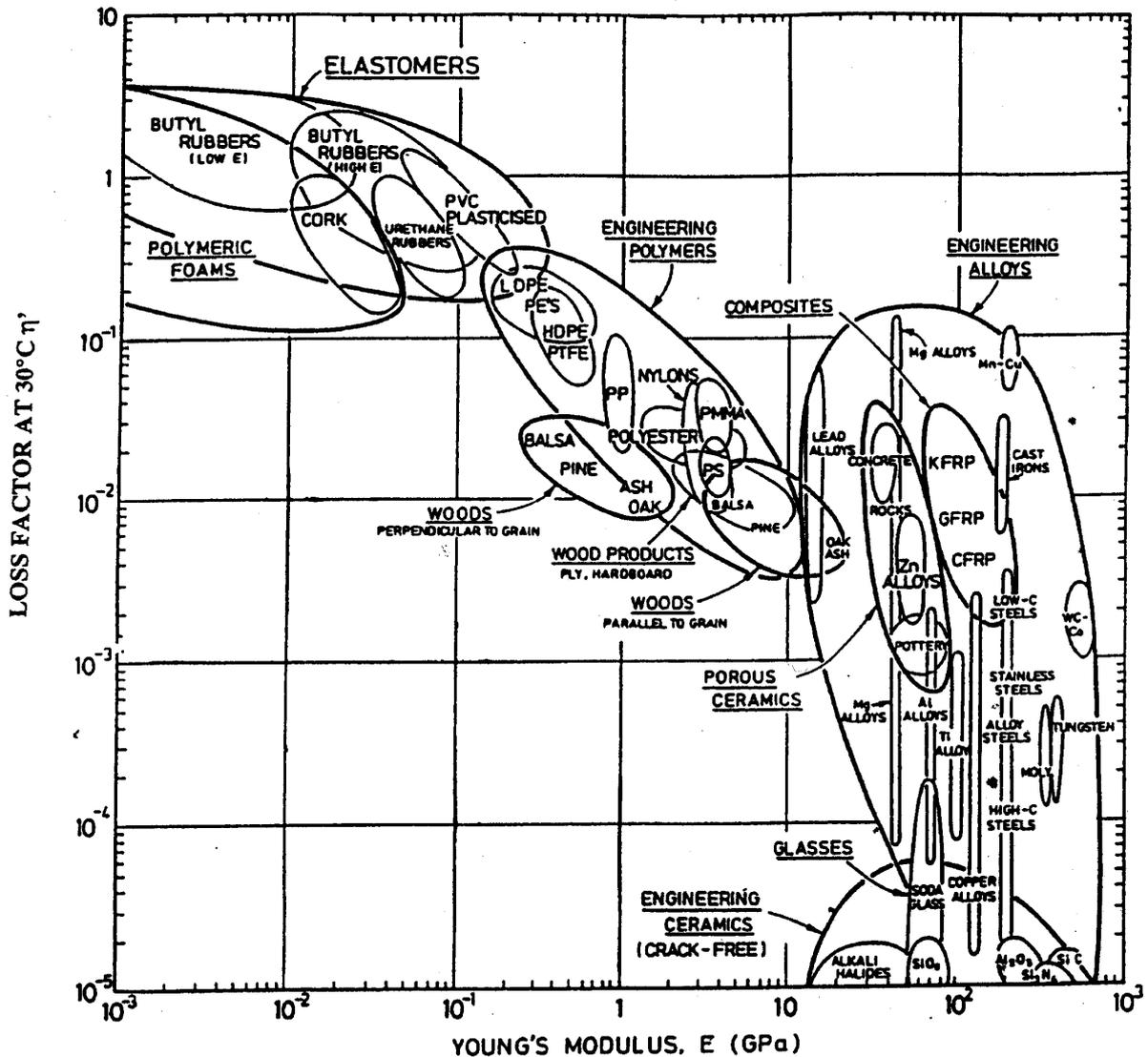


Figure 1-6
Frottement interne de différentes familles de matériaux, d'après [Ashby-89]

1.2.3.2 - Matériaux à haut facteur de qualité

Avant toute chose, il est important de garder à l'esprit que chaque valeur de facteur de qualité doit être associée aux conditions expérimentales dans lesquelles la mesure a été réalisée. Ainsi, selon la température de la mesure ou la fréquence du mode utilisé (liée à la géométrie de l'échantillon étudié), le facteur de qualité peut varier de plusieurs ordres de grandeur sur un même matériau.

Nature du matériau	Fréquence (Hz)	Géométrie	Température (K)	Q mesuré	Réf.
Silice (synthétique)	726	tige	300	5,7.10⁷	[Penn-01]
Silice (synthétique)	3,7.10 ³	«verre à vin»	300	3.10⁷	[Startin-98]
Silice (synthétique)	2,3.10 ⁴	cylindre	300	2.10⁷	[Startin-98]
Aluminium (alliage Al-5056)	10 ⁴		4,2	≈5.10⁷	[Braginsky-85]
Aluminium (alliage Al-5056)	10 ⁴		300	≈5.10⁵	[Braginsky-85]
Niobium			4	2.10⁸	[Braginsky-85]
Saphir (α -Al ₂ O ₃)	3,4.10 ⁴	cylindre	4	≈5.10⁸	[Bagdasarov-75]
Saphir (α -Al ₂ O ₃)	3,4.10 ⁴	cylindre	300	≈10⁸	[Bagdasarov-75]

Tableau 1-1

Etat de l'art sur les matériaux identifiés présentant les facteurs de qualité les plus élevés

1.3 - Choix des matériaux pour l'étude

Comme le montre le **Tableau 1-1**, la silice synthétique* et le saphir sont deux matériaux potentiellement intéressants pour la réalisation de résonateur fonctionnant à température ambiante et dans la gamme du kHz.

Le travail expérimental réalisé dans le cadre de ce doctorat est principalement dédié à l'étude de la silice amorphe. Le Laboratoire Elaboration, Solidification et Assemblage (LESA) du CEA-Grenoble dispose d'un procédé d'élaboration de verres par la technique de sustentation sur film de gaz (le dispositif sera décrit au Chapitre 2). Cette méthode, développée au CEA-Grenoble dans les années 80 [Granier-87], utilise le principe de la lévitation et permet ainsi d'éviter les problèmes liés au contact entre le creuset et le matériau. La potentialité d'utiliser le saphir monocristallin comme matériau pour résonateur à haut facteur de qualité a également été envisagée. La technique d'élaboration de monocristaux par la méthode du préformage local développée au CEA-Grenoble dans les années 90 [Theodore-98] sera décrite au Chapitre 2. Enfin, il est apparu en cours d'étude qu'une autre famille de matériaux pouvait également présenter des propriétés vibratoires intéressantes : les verres métalliques massifs. Leurs propriétés

* la silice synthétique est obtenue à partir de précurseurs généralement gazeux (type SiCl₄), par opposition à la silice naturelle, élaborée par fusion du quartz de roche

vibratoires sont relativement mal connues à l'heure actuelle, et à notre connaissance, aucune étude n'a encore visé à évaluer leur facteur de qualité à température ambiante. Cependant, il est connu depuis le début des années 90 que les verres métalliques à base de zirconium (vitreloy[®]) possèdent une étonnante capacité à emmagasiner l'énergie élastique et à la restituer [Greer-95]. L'intérêt potentiel présenté par les verres métalliques en tant que résonateur mécanique est principalement lié à deux paramètres. Tout d'abord, en tant que matériaux vitreux, ils ne présentent pas les défauts typiquement rencontrés dans les alliages métalliques classiques (dislocations, macles, joints de grains...) et qui peuvent générer des niveaux de dissipation importants. Enfin, ils peuvent être élaborés et mis en forme par des procédés de fusion et coulée à la forme, dérivés des techniques de fonderie (voir Chapitre 2), ce qui devrait permettre d'éviter les traitements post-élaboration qui nécessitent souvent des passages par des niveaux de contraintes et/ou de température élevés.

Pour tous ces matériaux, les résultats expérimentaux obtenus dans le cadre de notre travail sont présentés au Chapitre 3.

Chapitre 2 - Méthodes expérimentales

2.1 - Procédés d'élaboration des matériaux vitreux et monocristallins.....	16
2.1.1 - Elaboration des verres de silice par sustentation sur film de gaz	16
2.1.2 - Elaboration de saphir monocristallin par préformage local.....	18
2.1.3 - Elaboration de verres métalliques en creuset froid et coulée en lingotière	20
2.2 - Détermination de la forme test.....	22
2.2.1 - Choix d'une forme test	22
2.2.2 - Fréquences des modes propres de la géométrie test	24
2.2.3 - Fréquences des modes propres d'une tige : détermination expérimentale du module de Young.....	26
2.2.4 - Conclusion	28
2.3 - Développement d'une méthode de caractérisation vibratoire	29
2.3.1 - Techniques de maintien des échantillons lors de la mesure	29
2.3.1.1 <i>Méthode encastrée</i>	29
2.3.1.2 <i>Méthode libre</i>	31
2.3.2 - L'excitation par choc	32
2.3.3 - Détection de l'amplitude de vibration	33
2.3.4 - L'évaluation des facteurs de qualité	35
2.3.5 - Evaluation du facteur de qualité : étude de reproductibilité et comparaison des dispositifs de mesure	36
2.3.6 - Conclusion sur les dispositifs expérimentaux	38

Dans ce chapitre, nous présentons les moyens expérimentaux exploités dans le cadre de notre étude. En ce qui concerne l'élaboration des matériaux, deux procédés développés au CEA-Grenoble ces dernières années ont été utilisés : la sustentation sur film de gaz pour la réalisation des échantillons en silice amorphe, et la technique de préformage local pour l'élaboration des échantillons en saphir monocristallin. Nous présentons également le dispositif d'élaboration par fusion en creuset froid, en cours de développement au CEA-Grenoble, pour la synthèse des verres métalliques.

Nous décrivons enfin dans ce Chapitre les dispositifs de caractérisation vibratoire mis au point, l'un au Laboratoire de Dynamique des Machines et des Structures de l'INSA Lyon, et l'autre au Laboratoire de Recherches Balistiques et Aérodynamiques (LRBA) de la DGA. Ces

dispositifs permettent la détection des modes propres de vibration et la mesure des facteurs de qualité des échantillons.

2.1 - Procédés d'élaboration des matériaux vitreux et monocristallins

2.1.1 - Elaboration des verres de silice par sustentation sur film de gaz

Dans le cadre de cette étude, les préformes en silice amorphe ont été réalisées à l'aide d'un dispositif développé dans les années 80 au CEA-Grenoble par J. Granier et C. Potard [Granier-87]. Ce dispositif, basé sur le principe de la lévitation sur film de gaz, permet l'élaboration de matériaux de haute pureté. En effet, du fait de l'absence de contact entre le matériau et le creuset, les problèmes d'interaction chimique et mécanique (dilatation différentielle générant des contraintes au refroidissement) sont amoindris, de même que les phénomènes de germination hétérogène au contact du creuset sont évités. D'autre part, ce dispositif présente l'avantage de pouvoir travailler à haute température (1900-2000°C dans le cadre de cette étude) et de sustenter des masses importantes de matériaux (échantillon de plusieurs centaines de grammes). Dans le cadre de cette étude, les masses sustentées étaient plus faibles (environ 10 g), mais suffisantes pour usiner nos échantillons tests à l'intérieur des préformes.

Comme le montre la **Figure 2-1**, un gaz (généralement l'argon) est forcé à travers une membrane poreuse, créant ainsi un mince film de gaz (épaisseur de l'ordre de 10 à 50 μm) sur lequel vient reposer l'échantillon. Le chauffage est de type inductif, le contrôle de la température de l'échantillon se faisant par un pyromètre.

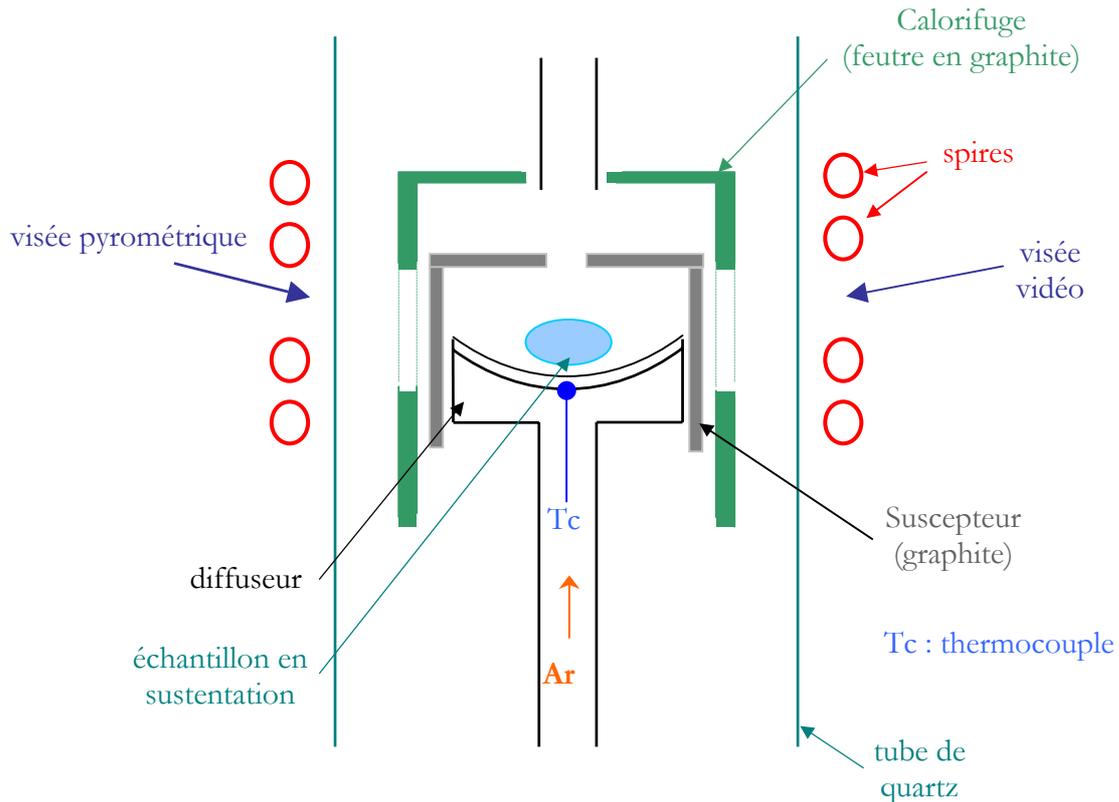


Figure 2-1
Dispositif d'élaboration par sustentation sur film de gaz

La sustentation de l'échantillon est assurée par l'intermédiaire d'une membrane poreuse, qui peut être en graphite ou en tungstène selon la température de travail et la nature du matériau à sustenter. Au travers de cette membrane, appelée « diffuseur », un débit de gaz est imposé. Ce débit est régulé en contrôlant l'écart de pression entre l'amont et l'aval du diffuseur.

Signalons à titre d'exemple que ce dispositif a pu être utilisé pour la synthèse de verres de haute qualité optique (verres fluorés pour fibres optiques [Blanc-95]) ou encore l'élaboration de verres de confinement pour les déchets nucléaires. D'un point de vue géométrique, les préformes en silice amorphe obtenues dans le cadre de notre étude se présentent sous la forme d'une goutte (voir **Figure 2-2**) d'environ 25 mm de diamètre et 8 mm de hauteur. Les échantillons ont été usinés à l'intérieur de ces gouttes, puis polis (voir Chapitre 3).

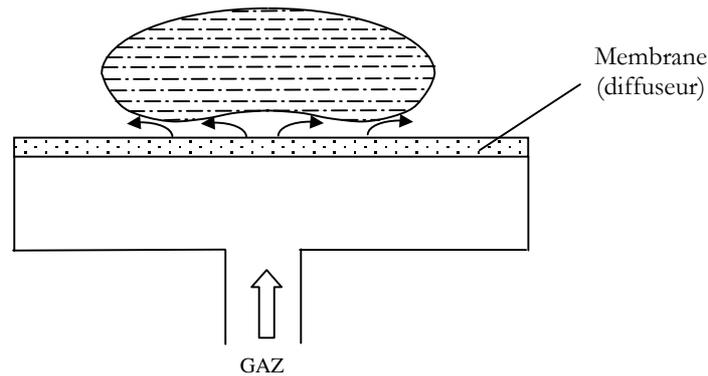


Figure 2-2
Principe de la sustentation aérostatique

2.1.2 - Elaboration de saphir monocristallin par préformage local

Contrairement aux méthodes de croissance cristalline classiques, type Bridgman, Czochralski ou Verneuil, qui permettent d'élaborer des cristaux massifs mais de forme simple, la technique dite de préformage permet d'élaborer des géométries plus complexes. Initiée par les travaux respectifs de Stepanov et LaBelle [LaBelle-80], cette méthode, connue sous les appellations de Capillary Shaping ou de Edge-defined Film fed Growth (EFG), repose sur l'utilisation systématique d'une filière qui définit la section du cristal. Elle a été développée au CEA-Grenoble dans les années 90 [Theodore-98] et permet d'élaborer des échantillons de géométrie diverse, par exemple : disques, tubes, plaques ou dômes (voir **Figure 2-3**).

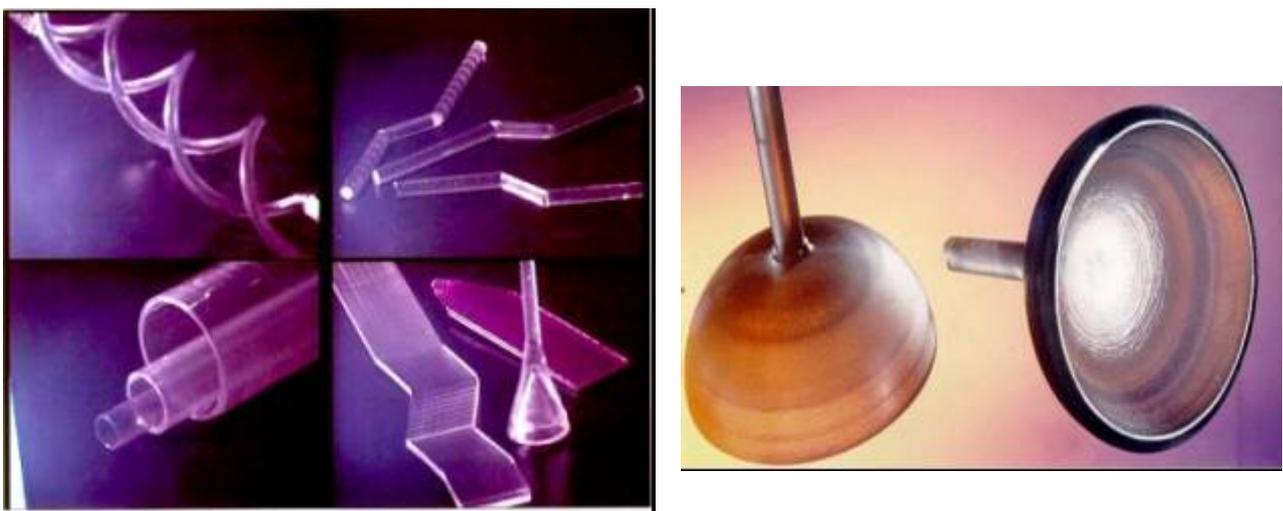


Figure 2-3
Préformes en saphir monocristallin élaborées au CEA Grenoble par la technique du préformage [Theodore-98]

L'élaboration par préformage s'effectue à partir d'un bain de matériau fondu dans un creuset dans lequel trempe une filière percée de canaux capillaires (*Figure 2-4*). Le liquide remonte par ces canaux, jusqu'à affleurer au sommet de la filière sous la forme d'un ménisque fluide. Un germe est amené à partiellement fusionner avec ce ménisque, avant d'être translaté de manière à solidifier le matériau. Le fluide entraîné sous l'action des forces de tension superficielle, se solidifie en continu au passage de l'isotherme de fusion.

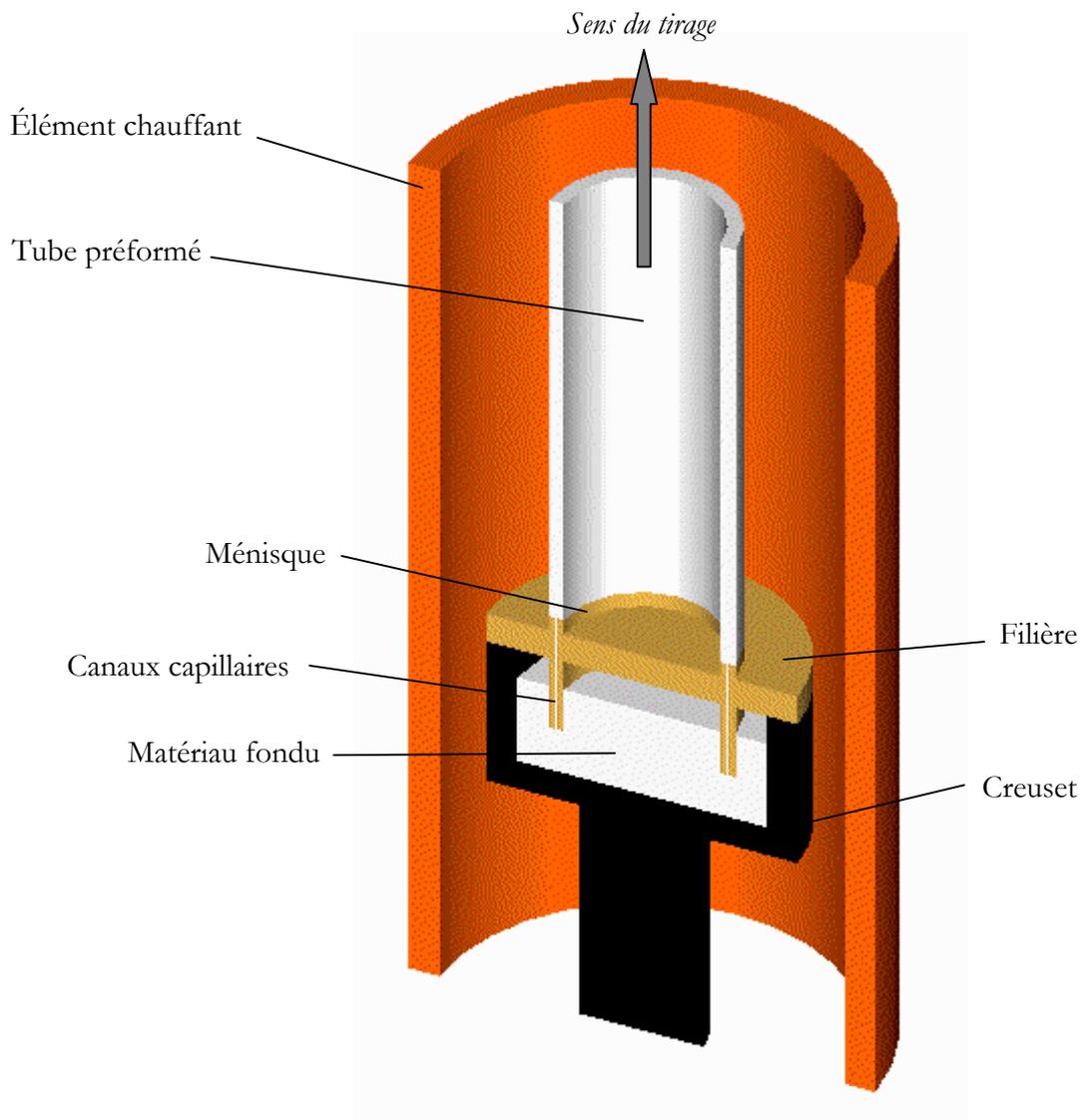


Figure 2-4

Principe du préformage classique : exemple d'élaboration d'un tube monocristallin

En préformage classique, le ménisque régit localement la dimension du solide préformé, tandis que sa géométrie globale dépend des compositions de mouvement de l'axe de tirage. Cette technique de croissance permet l'élaboration de formes simples telles que les tubes

(*Figure 2-4*), les plaques et les barreaux [LaBelle-80]. Des pièces plus complexes (tubes coudés, axes filetés [Zatulovski-85], dômes [Locher-90] et autres pièces de sections variables [Tatarchenko-93] sont obtenues par diverses adaptations de la technique et des installations de tirage.

Le préformage local se distingue du mode classique en ce que la section de la filière et la forme du ménisque ne définissent plus la section du cristal. Ce dernier est élaboré par accumulation de fines couches du matériau à préformer, lors de passages répétés au-dessus de la filière avec refusion partielle des couches précédemment solidifiées. Le préformage local est donc un procédé beaucoup plus lent que la méthode classique. Il offre cependant l'avantage de pouvoir faire varier la section réalisée en combinant les mouvements du porte-germe.

2.1.3 - Elaboration de verres métalliques en creuset froid et coulée en lingotière

Mise au point par le laboratoire CNRS MADYLAM de l'Institut National Polytechnique de Grenoble [Garnier-89], la méthode de fusion par induction en creuset froid permet de préserver la pureté du matériau tout en assurant une bonne homogénéité des éléments d'alliage. Couplée à un dispositif de coulée en lingotière, cette méthode permet d'élaborer des échantillons à la forme finale désirée.

Le dispositif que nous avons mis au point dans le cadre de cette thèse, au Laboratoire Elaboration, Solidification et Assemblage (LESA) du CEA-Grenoble, comporte, dans la partie supérieure, un inducteur et un creuset froid pour la synthèse de l'alliage, et une lingotière dans la partie inférieure pour la coulée à la cote (*Figure 2-5*). L'enceinte a été conçue pour permettre de travailler sous vide (présence d'un groupe de pompage) ou sous atmosphère contrôlée. Comme le montre la *Figure 2-6*, le creuset froid est constitué de secteurs de cuivre refroidis par une circulation d'eau interne. Cette sectorisation permet le couplage direct sur le matériau à élaborer, donnant naissance à des courants induits dans la charge électroconductrice. Celle-ci se met alors à chauffer par effet Joule. Lorsque qu'elle devient liquide, les forces électromagnétiques permettent, d'une part d'éloigner la charge des parois du creuset (lévitation), et d'autre part d'assurer son homogénéité par brassage électromagnétique.

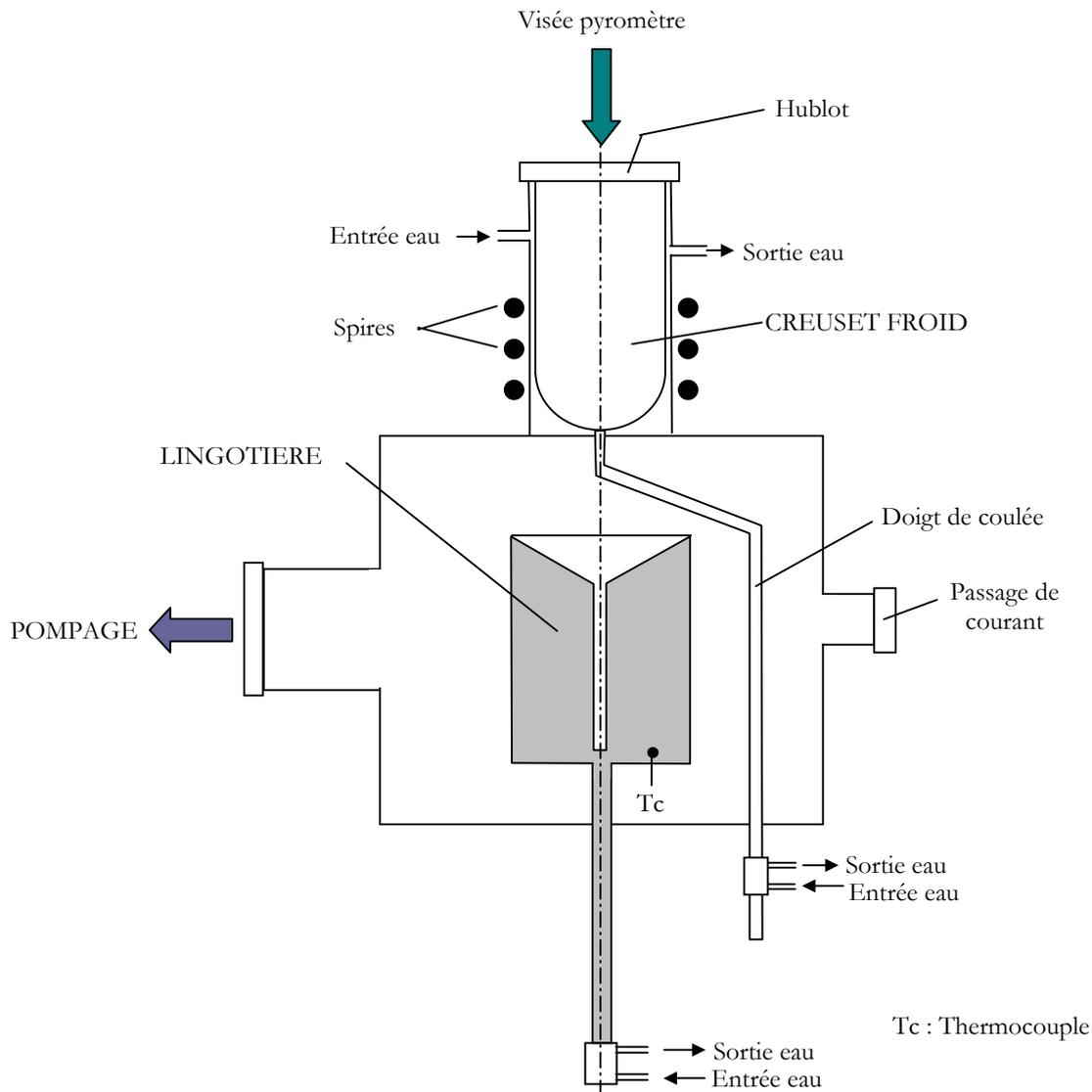


Figure 2-5
Dispositif d'élaboration par fusion en creuset froid et coulée en lingotière mis au point au CEA-Grenoble

La lingotière, située dans la partie inférieure de l'enceinte et à la verticale du creuset, permet la coulée de l'alliage à la forme. Pour que l'élaboration d'échantillons en verre métallique à la cote soit possible, deux conditions doivent être remplies. Tout d'abord, la température de la lingotière doit être suffisamment élevée pour que la viscosité de l'alliage permette un parfait remplissage du moule. Ensuite, le refroidissement de la lingotière doit être suffisamment rapide afin d'empêcher la cristallisation de l'alliage lors de sa solidification, et permette ainsi l'obtention d'alliages massifs amorphes. En ce sens l'originalité du système de coulée développé au CEA-

Grenoble réside dans son dispositif de contrôle de la température de la lingotière. Différentes lingotières en cuivre ont été réalisées dans cette étude afin d'élaborer des échantillons de différentes formes. Les paramètres expérimentaux relatifs à ces élaborations seront détaillés au Chapitre 3.

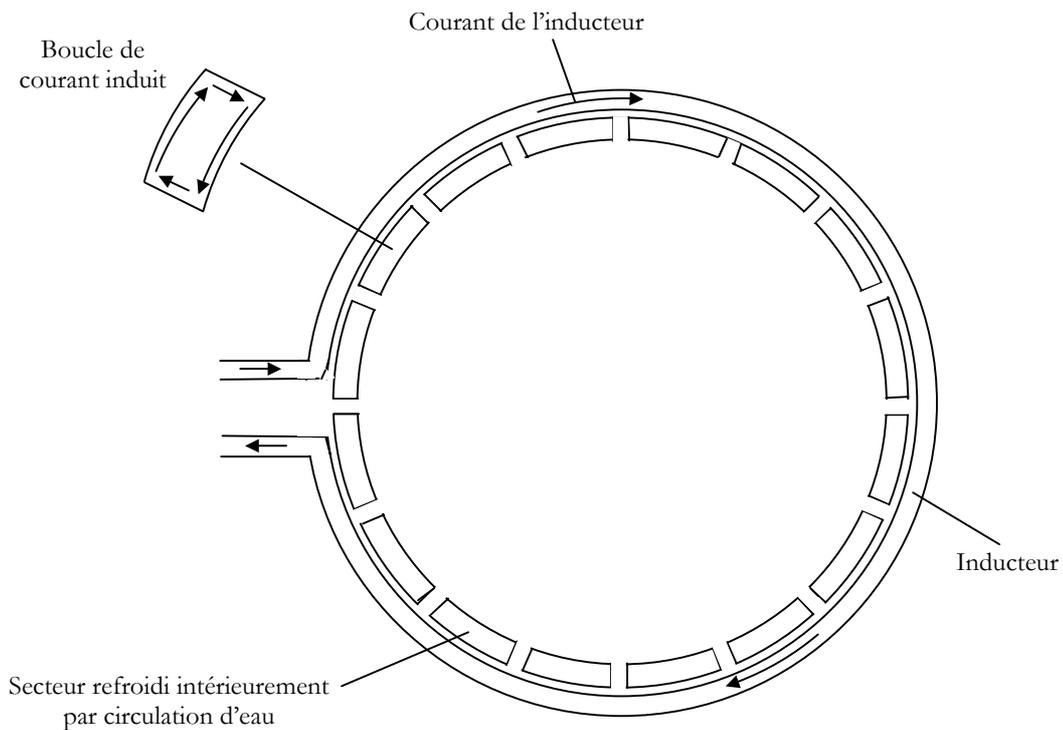


Figure 2-6
Représentation schématique du creuset froid sectorisé et son inducteur (vue de dessus)

2.2 - Détermination de la forme test

2.2.1 - Choix d'une forme test

Comme on l'a vu au Chapitre 1, le fonctionnement du GRH repose sur l'établissement et la détection de la rotation d'un système d'ondes stationnaires dans la partie résonateur (dôme) du gyro. Le mode utile de vibration est le deuxième mode de flexion ($n=2$) du dôme, appelé aussi « mode deux diamètres ».

Le choix de la forme des échantillons tests à retenir dans le cadre de notre étude devait répondre à une double exigence :

- 1) Se rapprocher au maximum des caractéristiques de l'application GRH, en terme de géométrie et de fréquences des modes de vibration, mais aussi de propriétés vibratoires (présenter des facteurs de qualité vibratoire supérieurs à 10^6). Ce critère implique, d'une part que la fréquence du mode deux diamètres soit suffisamment éloignée de celles des autres modes, afin de limiter au maximum le transfert d'énergie entre le mode utile et des modes parasites, et d'autre part que la géométrie soit telle que les effets dissipatifs liés au maintien de l'échantillon soient les plus faibles possibles.
- 2) Conduire à une géométrie suffisamment simple pour faciliter les étapes d'élaboration, d'usinage et de polissage, et permettre ainsi d'élaborer un nombre d'échantillons suffisant pour la reproductibilité des mesures.

Ces deux critères ont conduit à retenir comme forme test la géométrie disque-tige (voir **Figure 2-7**). Cette géométrie d'échantillon présente une symétrie de révolution et, comme on va le voir, des modes de vibrations proches (en fréquence et en géométrie) de ceux du dôme de GRH. La forme plane du disque simplifie les étapes d'usinage-polissage par rapport à la géométrie hémisphérique. Enfin, le système disque-tige forme un ensemble monobloc (la tige n'est pas rapportée, le tout est usiné dans un bloc) et la tige est centrée sur un nœud de vibration du mode deux diamètres du disque. Ceci devrait permettre de limiter la dissipation apportée par la technique de maintien de l'échantillon lors de la mesure.

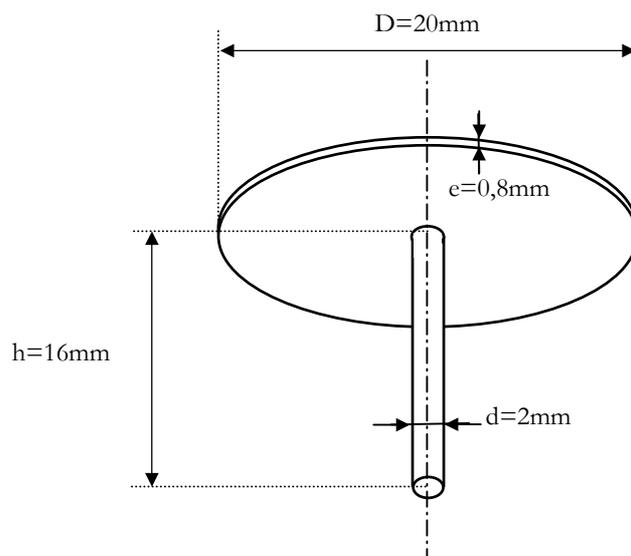


Figure 2-7
Géométrie disque-tige retenue pour les échantillons tests

2.2.2 - Fréquences des modes propres de la géométrie test

Les fréquences théoriques associées aux modes propres pour la géométrie retenue ont été déterminées par simulation numérique, à l'aide d'un logiciel de calcul par éléments finis. Pour cela, trois versions des logiciels ANSYS Inc. ont été utilisées :

- ANSYS 5.5 (CEA-Grenoble) dans le cadre de ce travail de thèse
- ANSYS University 5.6 (INSA Lyon) et DesignSpace (DGA/LRBA) dans le cadre d'une collaboration parallèle DGA-CEA-INSA

Les résultats des simulations sont indiqués dans le **Tableau 2-1** pour les trois géométries envisagées dans le cadre de cette étude ; les détails (maillage, type d'élément finis,...) sont détaillés en Annexe 1.

		<i>géométrie 1</i>		<i>géométrie 2</i>			<i>géométrie 3</i>	
TIGE	Longueur (mm)	20,0		20,0			16,0	
	Diamètre (mm)	2,0		2,0			2,0	
DISQUE	Epaisseur (mm)	0,5		0,8			0,8	
	Diamètre (mm)	20,0		20,0			20,0	
Conditions aux limites sur l'extrémité de la tige		Encastré (extrémité de la tige)	libre	Encastré (extrémité de la tige)	Encastré (1/3 de la tige)	libre	Encastré (1/3 de la tige)	libre
		Fréquences (Hz)		Fréquences (Hz)			Fréquences (Hz)	
Flexion tige (1 ^{er} mode)		1081	4236	861	1425	5095	1834	6518
Torsion tige – Rotation disque		1895	x	1501	1769	x	1963	x
Flexion tige (2 ^è mer mode)		3615	18530	3850	5043	20941	5789	30286
Parapluie		5083	8029	7609	8208	13857	8153	14415
2 diamètres (n=2)		7894	7687	12421	12179	12151	12171	12145
3 diamètres (n=3)		17623	17236		27510	27254	27366	27228

Tableau 2-1
Identification de la fréquence des modes propres des échantillons disque-tige en silice

Le **Tableau 2-1** permet de mettre en évidence les points suivants :

En première approximation, les modes de flexion de disque (n=2, n=3,...) ne sont pas sensibles aux variations de longueur de la tige, ni aux conditions aux limites imposées à l'extrémité de la tige (encastré ou libre). En effet, ces modes présentent un nœud de vibration au centre du disque, c'est-à-dire au centre de la liaison entre la tige et le disque. Il en résulte qu'une part très faible de l'énergie mécanique associée à la vibration sera, pour ces modes, localisée dans

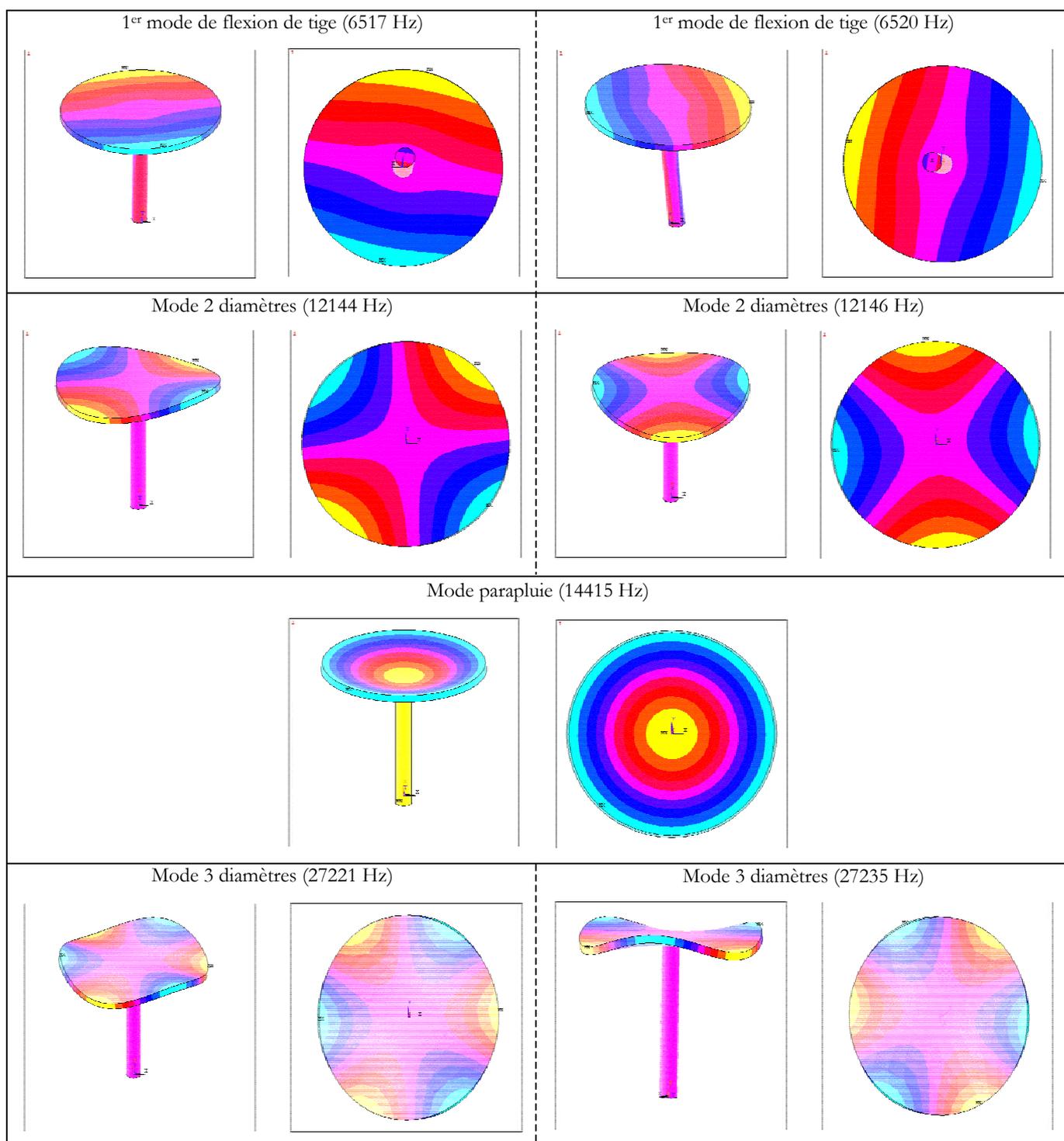


Figure 2-8
 Représentation schématique des modes propres des échantillons disque-tige.
 Version du logiciel utilisé : ANSYS University 5.5 (CEA-Grenoble)

la tige. Elle ne sera toutefois pas nulle en raison du contact tige-disque qui n'est pas ponctuel, mais distribué sur la toute la section de la tige. Signalons enfin que pour ces modes, la fréquence est proportionnelle au rapport e/D^2 , si e et D sont respectivement l'épaisseur et le diamètre du disque.

Initialement choisie pour des mesures vibratoires de type encastré, la géométrie 1 a été abandonnée pour les mesures de type libre (voir Chapitre 3) du fait de la proximité des modes parapluie et deux diamètres. La géométrie 3, dans laquelle l'épaisseur du disque a été augmentée (de 0,5 à 0,8 mm), est mieux adaptée puisque les deux modes sont suffisamment éloignés, quelles que soient les conditions aux limites (libre ou encastré) envisagées. En outre, elle présente l'avantage d'amoindrir la fragilité des échantillons et donc de faciliter les étapes d'usinage-polissage.

Enfin, excepté pour le mode de torsion de la tige et le mode parapluie (qui sont axisymétriques par rapport à l'axe de l'échantillon), on observe un dédoublement de quelques hertz de la fréquence de chacun des modes. En effet, on a vu au Chapitre 1 que si l'échantillon ne possède plus une symétrie de révolution parfaite, il y a levée de dégénérescence des modes conduisant à l'anisotropie de fréquence. Si, comme c'est le cas ici, le maillage de l'échantillon réalisé lors de la simulation numérique n'est pas rigoureusement axisymétrique, on obtient ce dédoublement de fréquence. Dans un souci de clarté, seule la valeur moyenne des fréquences dédoublées a été indiquée dans le *Tableau 2-1*.

2.2.3 - Fréquences des modes propres d'une tige : détermination expérimentale du module de Young

La détermination des fréquences propres à l'aide de la simulation numérique nécessite la connaissance du module de Young et du coefficient de Poisson. Il est possible de déterminer le module de Young Y à partir de relations analytiques, dans le cas d'une géométrie simple telle que la tige. En effet, les fréquences propres f_n d'une tige de section S sont données par la relation [Lalanne-83] :

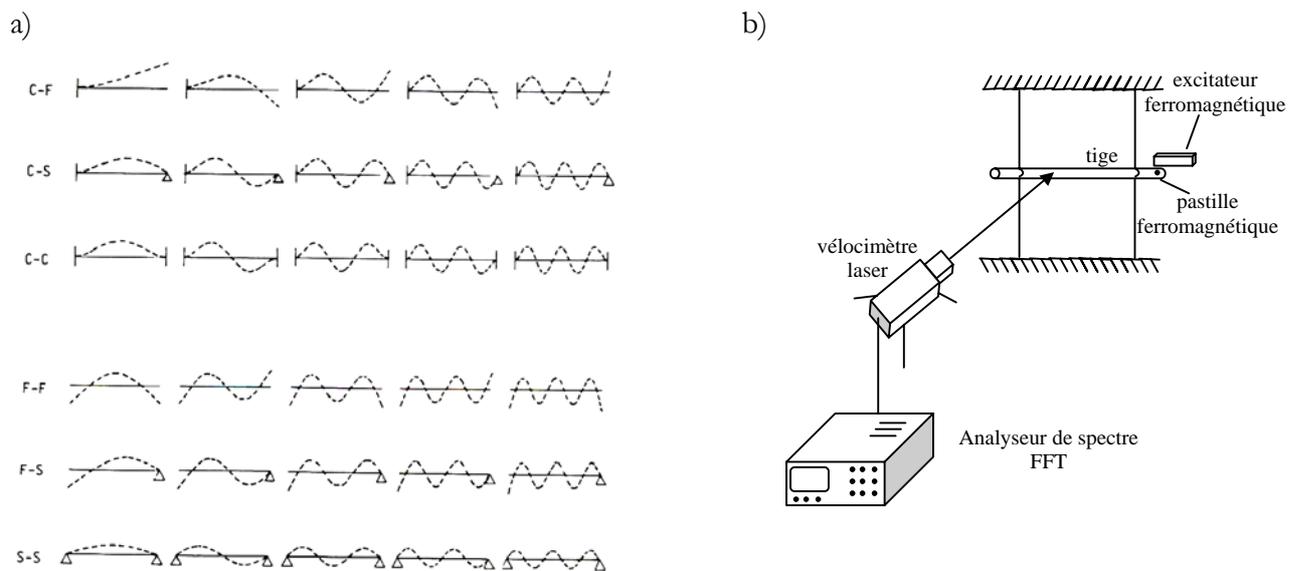
$$f_n = \frac{X_n^2}{2\pi L^2} \sqrt{\frac{YI}{\rho S}} \quad (2-1)$$

où les coefficients X_n dépendent du mode et des conditions aux limites, I est le moment d'inertie ($I = \pi R^4 / 4$ pour une tige), R le rayon de la tige, L sa longueur et ρ sa masse volumique.

Le module de Young est alors donné par :

$$Y = \rho \left(\frac{4\pi L^2 f_n}{R X_n^2} \right)^2 \quad (2-2)$$

Il est donc possible, en mesurant expérimentalement les fréquences des premiers modes propres de la tige, de déterminer le module de Young du matériau considéré. Dans ce cadre, un dispositif expérimental a été mis au point à l'INSA Lyon. Une tige est suspendue simplement par des élastiques (de raideur très faible par rapport à celle de l'éprouvette) à l'endroit des nœuds de vibration (voir **Figure 2-9**).



Conditions aux limites :

C : clamped (encasté)

F : free (libre)

S : supported (supportée)

FFT : Fast Fourier Transform

Figure 2-9

- a) description schématique des cinq premiers modes d'une tige (d'après [Lalanne-83])
 b) dispositif expérimental développé pour la détermination des fréquences propres

L'excitation et la mesure de fréquence sont sans contact car elles utilisent un excitateur ferromagnétique et un vélocimètre laser. Seule une fine pastille ferromagnétique (de masse négligeable) est collée sur la tige en regard de l'excitateur. Le fonctionnement du vélocimètre sera décrit au paragraphe 2.3.3 - .

	VERRE DE SILICE			SAPHIR		VERRE METALLIQUE Pd ₄₀ Ni ₁₀ Cu ₃₀ P ₂₀		
Masse de la tige (g)	9,75			11,64		3,41		
Rayon de la tige (mm) (moyenne sur 4 points répartis)	2,06			2,20		1,32		
Longueur de la tige (m)	0,330			0,194		0,067		
Masse volumique (kg/m ³)	2216			3960		9244		
	Mode 1	Mode 2	Mode 3	Mode 1	Mode 2	Mode 1	Mode 2	Mode 3
Fréquence mesurée (Hz)	199	537	1048	1109	3060	1656	4540	8972
X _n ² (données [Lalanne-83])	22,37	61,67	120,9	22,37	61,67	22,37	61,67	120,9
Rapports théoriques des fréquences (par rapport à f ₁)	1	2,75	5,40	1	2,75	1	2,75	5,40
Rapports expérimentaux	1	2,70	5,27	1	2,75	1	2,74	5,42
Module de Young mesuré (Pa)	7,7E10	7,4E10	7,4E10	4,5E11	4,5E11	9,1E10	9,0E10	9,2E10

Tableau 2-2
Détermination expérimentale des modules de Young des matériaux étudiés

La détermination expérimentale du module de Young par cette méthode est possible et donne des valeurs fiables pour les premiers modes (pour les modes plus élevées il est nécessaire d'introduire l'influence des effets secondaire de type cisaillement). En revanche, la détermination expérimentale du coefficient de Poisson ne peut se faire à l'aide d'une relation analytique de type (2-1) et nécessite l'utilisation de la simulation numérique. Nous prendrons comme valeurs de coefficient de Poisson celles données par la littérature pour les matériaux étudiés (voir Annexe 9).

2.2.4 - Conclusion

La simulation numérique par la méthode des éléments finis permet de déterminer la fréquence des modes propres associés à une géométrie d'échantillon particulière. La géométrie disque-tige retenue (géométrie 3) est satisfaisante puisqu'elle ne présente pas de mode « parasite »

possédant une fréquence proche de celle du mode utile, et ceci quelles que soient les conditions aux limites envisagées (extrémité de la tige encastrée ou libre).

2.3 - Développement d'une méthode de caractérisation vibratoire

Dans le but d'évaluer les propriétés vibratoires, et principalement le facteur de qualité des échantillons élaborés, deux dispositifs de caractérisation ont été développés, l'un au Laboratoire de Dynamique des Machines et des Structures de l'INSA Lyon dans le cadre de ce travail de thèse, et l'autre au Laboratoire de Recherches Balistiques et Aérodynamiques de la DGA dans le cadre d'une collaboration parallèle DGA-CEA-INSA. En outre, pour certains échantillons, des mesures ont pu être réalisées par SAGEM. Pour les trois dispositifs, la méthode adoptée repose sur la mesure de la décroissance temporelle de l'amplitude des oscillations (voir Chapitre 1) après excitation par choc. D'une façon schématique, la mise en oeuvre de ces dispositifs de caractérisation vibratoire s'articule autour de quatre axes : le maintien des échantillons lors de la mesure, l'excitation par choc, la détection de l'amplitude de vibration et enfin le traitement du signal nécessaire à l'évaluation des facteurs de qualité.

2.3.1 - Techniques de maintien des échantillons lors de la mesure

Comme on l'a vu, une des raisons nous ayant conduit à retenir la géométrie disque-tige pour les échantillons tests est qu'elle permet de limiter la dissipation liée au maintien des échantillons lors de la mesure. Mettre au point une technique de maintien des échantillons revient à déterminer de quelle façon tenir l'extrémité de la tige pendant que la partie résonante (le disque) vibre. Pour cela, deux techniques ont été envisagées :

- l'encastrement de l'extrémité de la tige à l'aide d'une pince (méthode dite « encastrée »)
- la suspension de l'échantillon à l'aide d'un fil (méthode dite « libre »)

2.3.1.1 Méthode encastrée

Cette méthode repose sur la fixation de l'échantillon par l'extrémité de la tige (sur environ 5 mm) à l'aide d'une pince (voir **Figure 2-10**). Initialement développée à l'INSA Lyon, la technique dite « encastrée » a permis d'atteindre des facteurs de qualité importants (environ 10 millions) pour certains échantillons. L'échantillon étant fixe pendant la mesure, le principal

avantage de cette méthode est qu'elle permet de contrôler précisément les points d'excitation (endroit du choc) et de mesure de l'amplitude de vibration. La présence des diamètres nodaux après excitation du mode deux diamètres a ainsi pu être mise en évidence. En effet, comme on l'a vu au Chapitre 1, la position des lignes nodales du mode deux diamètres est fixée dès l'instant où l'échantillon ne possède plus une symétrie de révolution idéale (cas des échantillons réels). Il en résulte que l'allure du signal lié à l'amplitude de vibration variera selon les positions relatives des points d'excitation et de détection. Ce phénomène est aisément observable avec la technique « encastrée ».

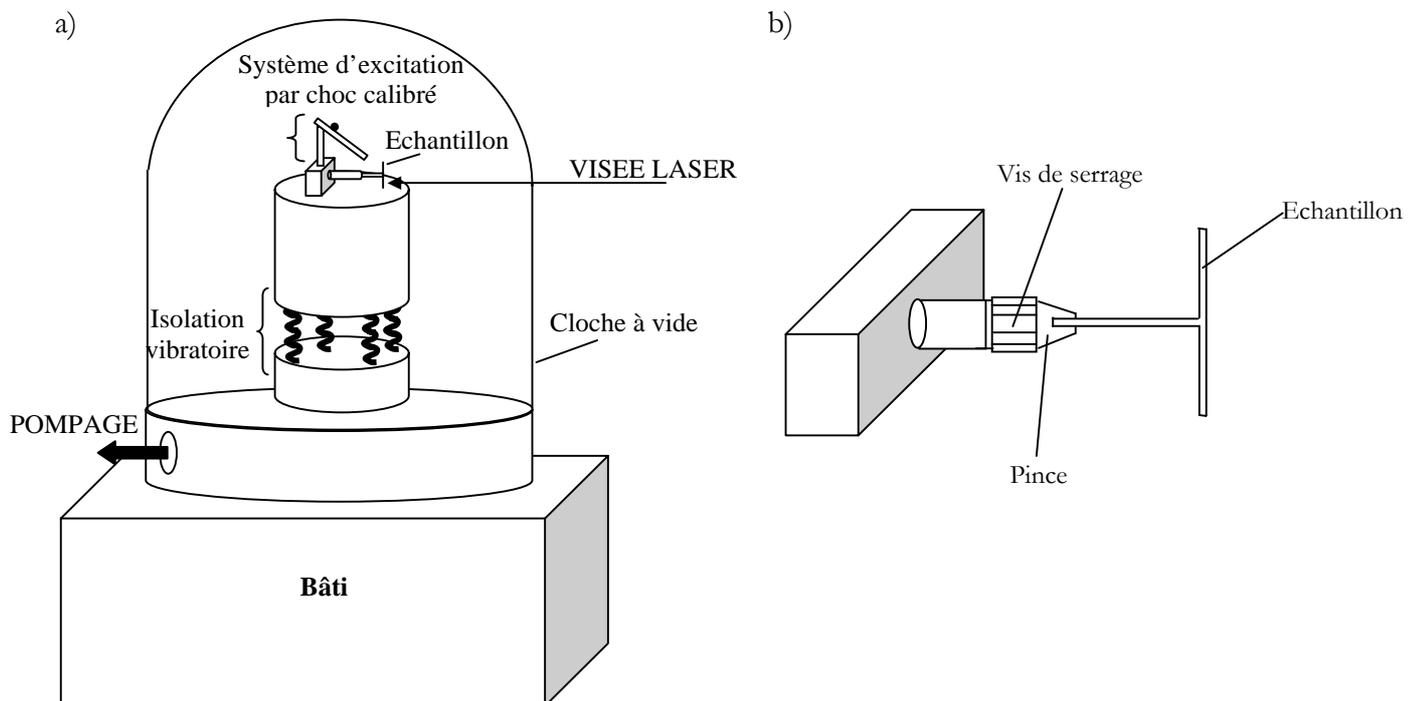


Figure 2-10

*Description schématique de la technique d'encastrement pour le maintien des échantillons ;
a) ensemble du montage ; b) détail du système d'encastrement*

D'autre part, l'échantillon étant fixe, les courbes décrivant la décroissance de l'amplitude en fonction du temps (voir paragraphe 2.3.3 - pour la description de la technique expérimentale de détection de l'amplitude de vibration) sont de bonne qualité car aucun mouvement parasite (balancement ou rotation de l'échantillon) ne vient perturber la mesure. Il en résulte que les facteurs de qualité correspondants peuvent être déterminés avec une bonne précision.

La technique de mesure « encastrée » comporte donc des avantages, liés au fait que l'échantillon est fixe lors de la mesure du facteur de qualité. Elle présente malheureusement un certain nombre d'inconvénients. Tout d'abord, lorsque les échantillons sont élaborés à partir d'un matériau fragile (cas des verres de silice notamment), la très faible étendue du domaine de déformation élastique rend le « dosage » de l'intensité du serrage très délicat, entraînant souvent la casse de la partie de la tige à l'intérieur de la pince d'encastrement. Ensuite, il est important de souligner que, par nature, l'encastrement est non idéal, en ce sens où au contact tige-pince il y a forcément de la friction et donc dissipation d'énergie. Enfin, même pour un échantillon possédant une symétrie de révolution parfaite, l'énergie de vibration de la tige est extrêmement faible comparativement à celle du disque, mais non nulle. Elle sera d'autant plus importante que la symétrie de révolution de l'échantillon sera imparfaite, ce qui signifie que les pertes générées par l'encastrement devraient être sensibles à la perfection géométrique des échantillons. Pour toutes ces raisons, une autre technique a été développée pour le maintien des échantillons : la méthode dite « libre ».

2.3.1.2 *Méthode libre*

Dans cette méthode, l'échantillon est suspendu à l'aide d'un fil collé à l'extrémité de la tige. On se rapproche ainsi du cas idéal où l'échantillon serait en lévitation, c'est-à-dire sans aucun contact matériel avec le milieu environnant.

Nous avons utilisé la procédure suivante. Pour le collage du fil (en nylon, de diamètre 30 μm), on dépose dans un premier temps une goutte de colle, aussi petite que possible, au centre de la section de la tige. On approche le fil après avoir fait un nœud à son extrémité, pour l'amener au contact de la goutte de colle. Deux marques de colles ont été utilisées : Loctite[®] et Cyanolit[®], toutes les deux de type liquide à prise rapide. Même si une étude détaillée de l'influence de la nature de la colle sur le facteur de qualité mesuré n'a pu être réalisée, nous n'avons pas observé de différence particulière entre ces deux colles, aux incertitudes de mesure près. Une fois la prise de la colle effectuée, le fil est fixé à l'enceinte par son autre extrémité.

Contrairement à la méthode de fixation par une pince d'encastrement, la détérioration de l'extrémité de la tige est fortement amoindrie, puisque seule une goutte de colle (qui se dissout dans l'acétone) y est déposée. Par contre, l'excitation par choc entraîne des mouvements d'ensemble de l'échantillon (légers mouvements pendulaires et de rotation) qui s'amortissent très lentement pendant la mesure. Il est important de souligner que ces

mouvements parasites ne doivent pas, en théorie, affecter la valeur du facteur de qualité mesurée, puisqu'ils sont de fréquences de l'ordre du hertz, bien inférieures à celles des vibrations du mode utile (autour de 10 kHz). Malgré tout, ils perturbent la qualité du signal de détection de l'amplitude de vibration. Il en résulte qu'un plus grand nombre de mesures doit être effectué afin d'obtenir une précision acceptable sur la valeur de Q mesurée.

2.3.2 - L'excitation par choc

Dans l'application GRH, l'excitation du dôme est de type capacitive, à l'aide d'électrodes disposées autour du résonateur. Dans le cas où ce dernier est fait d'un matériau isolant comme la silice amorphe, il doit être au préalable recouvert d'un dépôt métallique conducteur. Ce dépôt représentant une source de dissipation supplémentaire, il est préférable de réaliser les mesures du facteur de qualité sur des échantillons non métallisés, afin d'avoir une information sur le matériau la plus fiable possible. L'excitation du mode deux diamètres peut se faire en réalisant un choc sur l'échantillon, à l'aide d'une petite bille par exemple. Le choc doit être d'une intensité suffisante pour permettre l'excitation des modes, et pas trop violent afin de limiter les mouvements de l'échantillon lors de la mesure, et les risques de casse. La méthode retenue dans cette étude pour l'excitation est le choc d'une bille en inox (diamètre 1,5 mm) sur la partie supérieure de la tranche du disque (voir *Figure 2-11*).

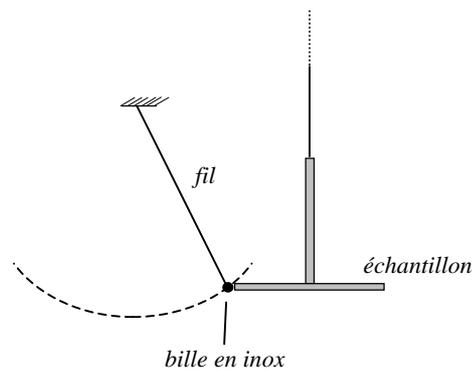


Figure 2-11

Description de la méthode d'excitation par choc des échantillons suspendus (dispositif de type « libre »)

Comme le montre la *Figure 2-11*, le choc a pour effet d'exciter des modes de vibration sur une large gamme de fréquence. On retrouve ainsi sur l'analyse spectrale le premier mode de flexion de tige (vers 6,9 kHz), le mode deux diamètres (vers 13,4 kHz) et le mode parapluie (vers 16,2 kHz). L'observation dans le temps d'un tel spectre montre que toutes les

raies s'amortissent de façon plus ou moins rapide. Les modes de flexion de tige et parapluie, pour lesquels une part importante de l'énergie de vibration est localisée dans la tige, s'amortissent les plus rapidement, la perte d'énergie dans le fil et le support étant probablement plus importante. Le dernier mode à disparaître est le mode utile (mode deux diamètres) qui peut durer plusieurs dizaines de minutes.

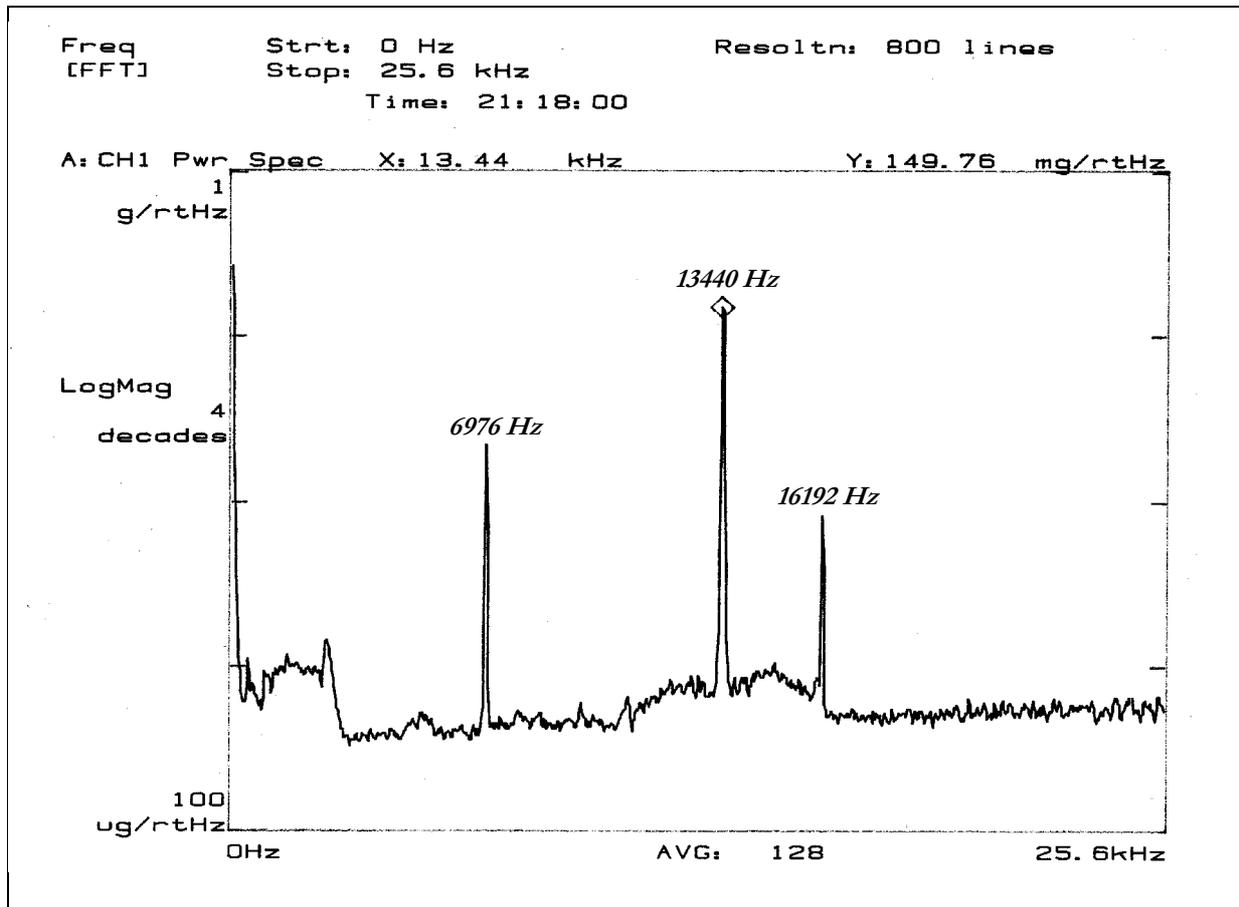


Figure 2-12
Excitation des modes de vibration par choc

2.3.3 - Détection de l'amplitude de vibration

La détection de l'amplitude de vibration après excitation a été réalisée par vélocimétrie laser Doppler. Le principe de cette technique est basé sur le décalage de la fréquence de la lumière diffusée par toute particule, hétérogénéité optique ou surface en mouvement (effet Doppler), éclairée par un faisceau de lumière monochromatique et cohérente : le décalage de la fréquence, induit par effet Doppler, est proportionnel à la vitesse de la surface en mouvement.

Une surface test qui se déplace en direction du vélocimètre produit un signal (tension) de vitesse analogique positif. Inversement, une surface test qui se déplace en s'éloignant du vélocimètre produit un signal de vitesse analogique négatif. En sortie du vélocimètre, le signal est traité par un filtre passe-bande réglé autour de la fréquence de résonance du mode de vibration étudié. Deux types de vélocimètre laser ont été utilisés : OMETRON VH300+ à l'INSA Lyon et POLYTEC à tête OFV303 et démodulateur OFV3001 au LRBA. La sensibilité de ce dernier étant meilleure, son utilisation a été préférée pour les mesures de type libre. Le vélocimètre OMETRON a été utilisé pour les mesures de type encastré, où la sensibilité requise est moindre du fait de l'absence de mouvement parasite dû au choc.

Comme le montre la **Figure 2-13**, la visée laser est effectuée sur le disque après réflexion sur un miroir à 45°. Le faisceau laser traverse donc deux fois la paroi de l'enceinte (cloche en pyrex), se réfléchit deux fois sur le miroir et une fois sur la surface inférieure de l'échantillon. Ce dernier étant en silice amorphe, seule une très faible partie du faisceau est réfléchi (à 633 nm, la transmission d'un verre de silice synthétique de type Spectrosil est d'environ 90%). On ne verra donc pas les réflexions parasites liées à la présence des deux faces parallèles du disque de l'échantillon. Il résulte de tout ce qui précède qu'une attention toute particulière doit être apportée sur le niveau de sensibilité du vélocimètre.

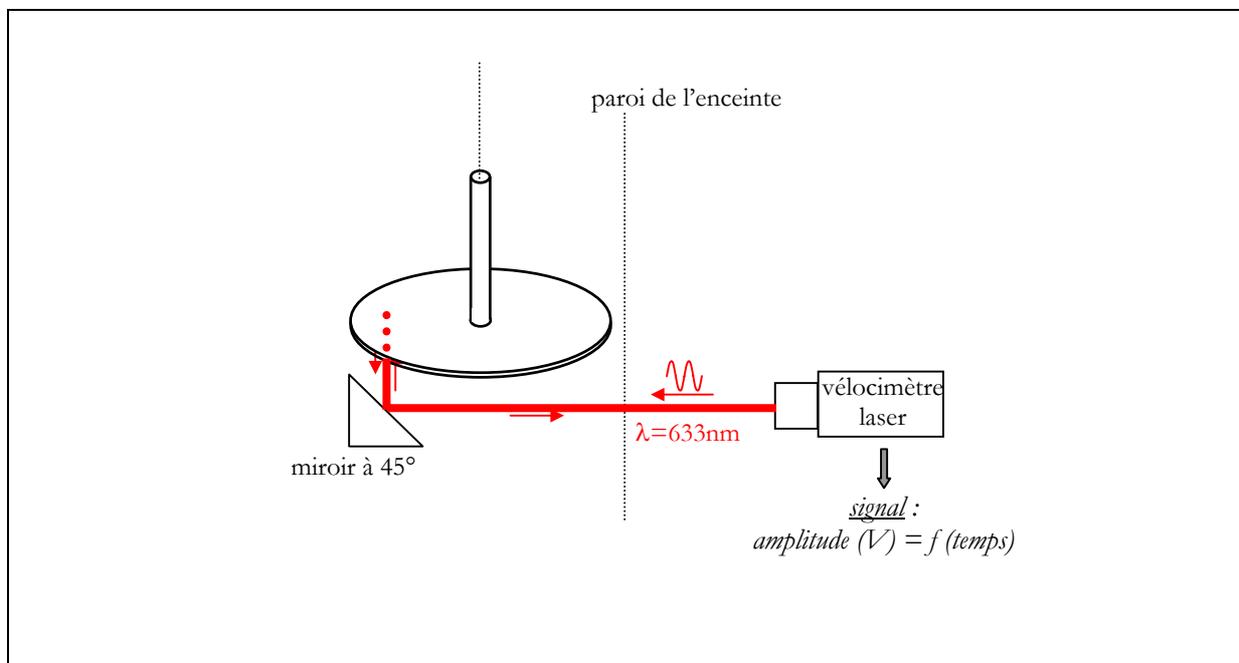


Figure 2-13
Détection de l'amplitude de vibration par vélocimétrie laser

2.3.4 - L'évaluation des facteurs de qualité

Le signal obtenu en sortie du vélocimètre est du type amplitude (tension en volts) en fonction du temps. Ce signal de tension est proportionnel à la vitesse. Il permet de déterminer après traitement (voir) le facteur de qualité, lié au décrétement logarithmique de l'amplitude de vibration (voir Chapitre 1). La courbe de signal est du type $A(t)=A_0\exp(-t/\tau)$ donc le temps caractéristique τ de l'amortissement sera obtenu en transformant la courbe en échelle logarithmique (**Figure 2-15**). Cela peut être réalisé manuellement à l'aide du fichier de points (amplitude-temps), ou bien automatiquement par un convertisseur électronique linéaire-logarithme. Le facteur de qualité sera calculé en utilisant la relation $Q = \pi \tau f$ (voir Chapitre 1).

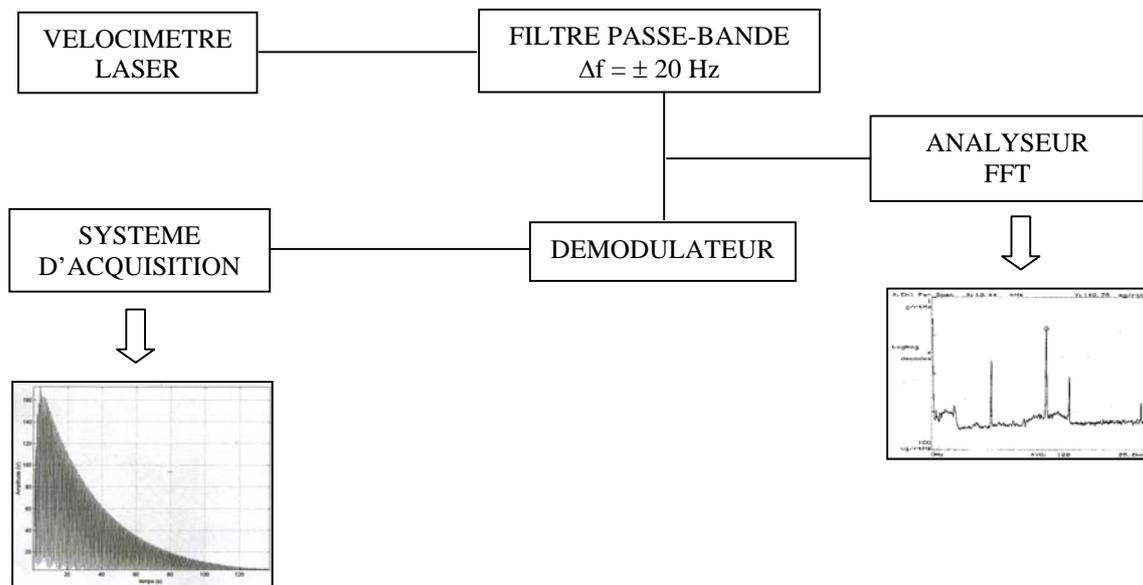


Figure 2-14

Traitement du signal de tension en sortie du vélocimètre laser. On impose une fréquence d'échantillonnage grande devant la fréquence du signal, de façon à obtenir la forme d'onde la plus précise possible.

Soulignons enfin que, selon les positions respectives des points d'excitation et de détection de la vibration par rapport aux axes nodaux, les courbes pourront présenter différentes allures. D'autres phénomènes peuvent également jouer sur l'allure des courbes, tels que les mouvements de balancement de l'échantillon après l'excitation par choc (méthode « libre »), ou l'anisotropie de fréquence (voir Chapitre 1) attribuée au mode deux diamètres. Ces paramètres peuvent moduler le signal de vibration, mais ne perturbent pas la mesure de la constante de temps τ .

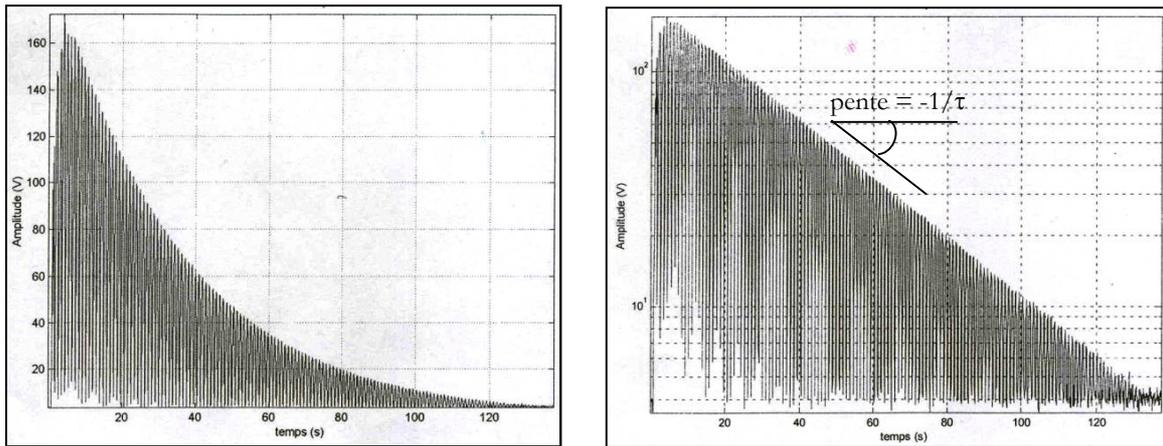


Figure 2-15

Courbes de signal d'amplitude en fonction du temps, en échelle linéaire (à gauche) et logarithmique (à droite), obtenues par la méthode « encastrée »

2.3.5 - Evaluation du facteur de qualité : étude de reproductibilité et comparaison des dispositifs de mesure

- étude de la répétabilité :

Les mesures de répétabilité ont été réalisées en effectuant plusieurs mesures de facteur de qualité Q , sur un même échantillon, en maintenant toutes les conditions expérimentales identiques (échantillon laissé en place et dans les mêmes conditions de vide pendant l'étude de répétabilité). Après chaque choc, on mesure Q sur un intervalle de temps le plus grand possible (qui dépend de l'amortissement intrinsèque du résonateur). Une fois la mesure effectuée, on s'assure de l'absence de signal d'oscillation (le résonateur ne vibre plus), on effectue un nouveau choc, on remesure Q , et ainsi de suite... Sur 10 mesures exploitables, l'écart-type relatif (appelé aussi coefficient de variation) de répétabilité est inférieur à 5% sur les mesures de type encastré, et d'environ 10% sur les mesures de type libre. Cette différence s'explique par la meilleure qualité des courbes obtenues en encastré.

- étude de la reproductibilité pour un dispositif donné :

Pour les mesures de reproductibilité, l'échantillon a été démonté de la pince d'encastrement entre chaque choc (cas des mesures en encastré), ou décollé de son fil et recollé (cas des mesures en libre). Le serrage de la tige dans la pince a été effectué par le même expérimentateur, afin qu'il soit le plus reproductible possible. Dans ces conditions, l'écart-type

relatif de reproductibilité sur la mesure de Q en encastré est d'environ 10% (sur 8 mesures). Pour les mesures de reproductibilité du dispositif de type libre du LRBA, plusieurs mesures ont été effectuées consécutivement sur un même échantillon, en décollant le fil et en le recollant entre chaque mesure. Même si peu de mesures de ce type ont pu être réalisées, l'écart-type relatif de reproductibilité sur la mesure de Q a été estimé à environ 10% sur ce dispositif.

N'ayant pu mener à bien une analyse systématique des sources d'erreurs, nous attribuerons de façon arbitraire une précision de 10% aux mesures réalisées sur les deux dispositifs de mesure développés dans le cadre de cette étude (méthode encastrée à l'INSA et libre au LRBA). Afin d'estimer l'effet du dispositif de mesure, sept échantillons ont été mesurés sur les deux dispositifs mis au point, dans un domaine de pression où l'influence du gaz est négligeable (voir Chapitres 4 et 5). Comme le montre la **Figure 2-16**, les valeurs de Q mesurées sur le dispositif encastré de l'INSA et sur le dispositif libre du LRBA sont en relativement bon accord, aux erreurs de mesures près. D'une façon générale, les valeurs mesurées en libre sont plus élevées, ce qui traduit le fait que cette technique génère moins de dissipation que la méthode de type encastré. D'autre part, on constate que selon l'échantillon, l'écart entre les valeurs de Q mesurées n'est pas le même. Ceci est probablement lié au fait que la méthode de type encastrée est, comme on l'a vu précédemment, plus sensible à la perfection géométrique des échantillons.

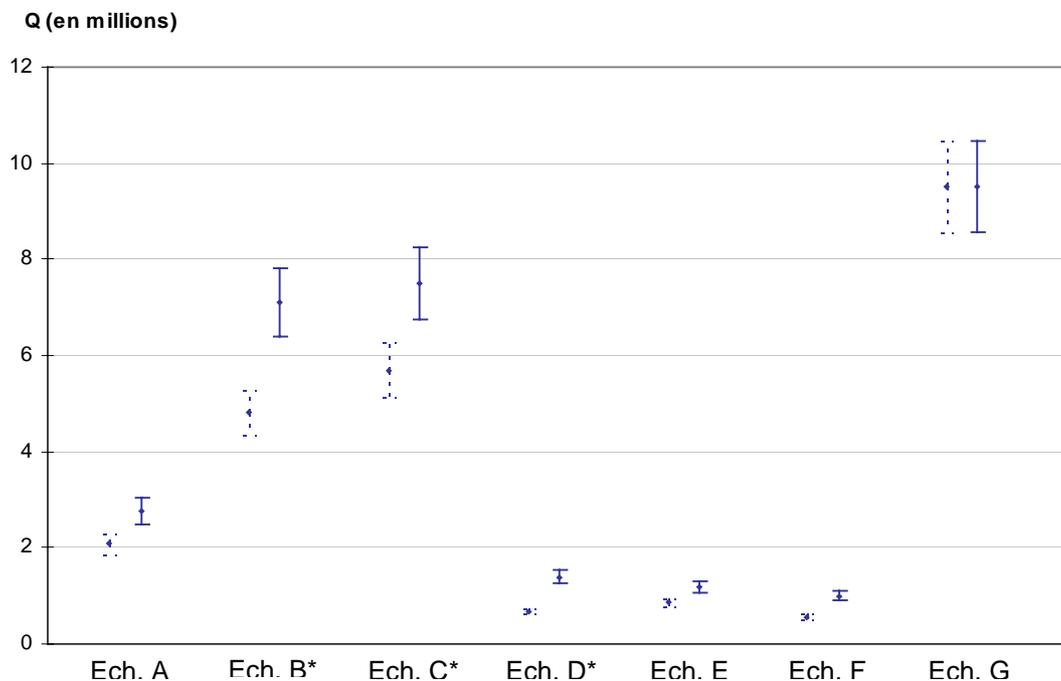


Figure 2-16

Comparaison des facteurs de qualité mesurés sur 5 échantillons sur les deux dispositifs mis au point. En pointillés : mesures de type encastré à l'INSA, en traits pleins : mesures de type libre au LRBA.

** mesures de type libre effectuée par SAGEM*

2.3.6 - Conclusion sur les dispositifs expérimentaux

En ce qui concerne les procédés d'élaboration, nous avons mis au point dans le cadre de ce travail de thèse un dispositif d'élaboration de verres métalliques par fusion en creuset froid et coulée en lingotière. Pour la réalisation des échantillons en verre de silice et en saphir monocristallin, deux dispositifs d'élaboration préexistants au CEA-Grenoble ont été utilisés.

Au niveau des caractérisations vibratoires, ce travail de thèse a contribué à la mise en place d'un banc de tests à l'INSA de Lyon, dans le cadre d'un projet passé entre la DGA, le CEA-Grenoble et l'INSA. La principale difficulté dans la mise au point d'un tel dispositif réside dans la possibilité de réaliser la mesure des très hauts facteurs de qualité vibratoire. En effet, comme on l'a vu au Chapitre 1, le facteur de qualité d'un système est toujours limité par le mécanisme qui entraîne la plus grande dissipation. En d'autres termes, l'effet des mécanismes de dissipation liés aux conditions expérimentales sera d'autant plus important que l'amortissement intrinsèque de l'échantillon sera faible. Ces sources de dissipation expérimentales (c'est-à-dire qui ne dépendent pas au premier ordre de la nature de l'échantillon) peuvent avoir deux origines : le gaz environnant et la technique utilisée pour le maintien de l'échantillon lors de la mesure. Il est possible d'évaluer de façon quantitative l'influence du gaz environnant sur le facteur de qualité (voir Chapitres 4 et 5) et de prédire l'ordre de grandeur de la pression en dessous de laquelle la dissipation due au gaz devient négligeable devant les autres sources de dissipation. A l'inverse, il est impossible en pratique d'évaluer la dissipation générée par la technique de maintien de l'échantillon. En effet, il faut connaître pour cela, d'une part la distribution de l'énergie vibratoire dans la tige (qui dépendra du niveau de qualité de la symétrie de révolution de l'échantillon), et d'autre part la quantité d'énergie transférée à l'interface tige-support.

Chapitre 3 - Résultats expérimentaux

3.1 - Etapes de réalisation des échantillons : de la préforme à la forme test.....	40
3.1.1 - Elaboration des préformes	40
3.1.1.1 - <i>Préformes en silice amorphe</i>	40
3.1.1.2 - <i>Préformes en saphir monocristallin</i>	44
3.1.1.3 - <i>Préformes en verre métallique</i>	45
3.1.2 - Réalisation de la forme test.....	46
3.2 - Etude des propriétés vibratoires des échantillons en silice amorphe	48
3.2.1 - Mesures avant traitement de surface.....	48
3.2.2 - Mise au point d'une procédure de traitement de surface par attaque chimique	49
3.2.3 - Résultats : influence de l'attaque chimique sur le facteur de qualité.....	51
3.2.4 - Discussion	53
3.2.4.1 - <i>Modification de la distribution des fréquences des modes de vibration</i>	53
3.2.4.2 - <i>Influence de la qualité du polissage initial : révélation des défauts après attaque</i>	57
3.2.4.3 - <i>Etude des propriétés intrinsèques de la silice étudiée, influence de l'étape de sustentation</i>	58
3.2.4.3.1 Détermination de la teneur en impuretés.....	59
3.2.4.3.2 Propriétés structurales	62
3.3 - Etude des propriétés vibratoires du saphir monocristallin et de verres métalliques massifs.....	70
3.3.1 - Etude expérimentale du saphir monocristallin.....	70
3.3.2 - Etude des propriétés vibratoires d'un verre métallique	71
3.3.2.1 - <i>Présentation des résultats</i>	71
3.3.2.2 - <i>Discussion</i>	71
3.4 - Conclusion de l'étude expérimentale.....	72

La présentation des méthodes expérimentales au Chapitre 2 nous a permis de décrire les techniques utilisées pour la mise en forme des matériaux étudiés dans le cadre de ce travail. Trois dispositifs ont ainsi été présentés, relatifs à l'élaboration des préformes de verre de silice, de saphir monocristallin et de verres métalliques. La silice amorphe possède des propriétés vibratoires dont l'intérêt est connu depuis de nombreuses années (voir Chapitre 1). Cependant, même si on sait que c'est le matériau qui permet aujourd'hui d'atteindre les facteurs de qualité les

plus élevés dans les conditions habituelles de fonctionnement, on connaît relativement mal la véritable influence de la nature du matériau et les propriétés intrinsèques qui la rendent aussi intéressante. En ce sens, les différentes caractérisations qui ont été envisagées dans cette étude, et dont nous allons présenter les résultats dans ce Chapitre, ont tenté d'apporter quelques lumières sur le sujet. Après avoir décrit les étapes successives d'élaboration des échantillons à partir des préformes, nous présenterons, d'une part les résultats des caractérisations vibratoires (et plus particulièrement du facteur de qualité), et d'autre part les résultats des caractérisations chimiques, optiques et acoustiques réalisées sur la silice amorphe. En raison de son intérêt en tant que matériau pour résonateur acoustique, le verre de silice a donc constitué le point central dans notre étude. Cependant nous présentons également dans ce Chapitre les résultats des travaux expérimentaux réalisés sur les deux autres familles de matériaux étudiées, à savoir le saphir monocristallin et une composition de verre métallique, afin d'avoir une idée plus précise sur l'intérêt potentiel qu'ils pourraient représenter.

3.1 - Etapes de réalisation des échantillons : de la préforme à la forme test

3.1.1 - Elaboration des préformes

3.1.1.1 - Préformes en silice amorphe

Le procédé d'élaboration par sustentation sur film de gaz permet, comme on l'a vu au Chapitre 2, de mettre en forme à haute température des matériaux de haute pureté, du fait de l'absence de contact entre le matériau et le creuset. Pour la réalisation des échantillons en silice amorphe, différentes qualités de silices ont été approvisionnées chez deux fournisseurs (voir **Tableau 3-1**). Les détails concernant les différentes qualités de silice utilisées sont donnés en Annexe 1.

Fournisseur	Type	Référence
QUARTZ ET SILICE	Naturelle	ST10
	Synthétique	Spectrosil2000
HERAEUS	Naturelle	Herasil3
	Synthétique	Suprasil300

Tableau 3-1

Description des qualités silices utilisées dans le cadre de l'étude

Comme le montre la **Figure 3-1**, la réalisation des échantillons tests (disque-tige) en silice comporte plusieurs étapes :

1) Elaboration des gouttes SiO₂ :

Des cylindres (diamètre : 25 mm, hauteur : 7 mm) sont usinés dans les barreaux de silice approvisionnés puis sustentés à 1920°C* pendant 30 minutes. La vitesse de refroidissement de la goutte est d'environ 10°/s à 1900°C, et devient inférieure à 1°/s autour de 600°C (**Figure 3-2**).

2) Elaboration de la préforme SiO₂ :

La goutte de verre formée à l'étape précédente est à nouveau chauffée à 1920°C. Une tige (longueur 30 mm, diamètre 4 mm) en silice de même qualité est alors approchée de façon à entrer en contact avec le centre de la goutte. Lorsque le ménisque est formé (**Figure 3-1**), l'interface tige/goutte a disparu, la préforme est un ensemble monobloc et peut être refroidi (**Figure 3-3**). On notera que pour éviter de piéger des bulles à l'interface tige/goutte, l'extrémité de la tige a préalablement été taillée en forme de pointe.

* à 1900°C la viscosité de la silice est de 10⁶ Pa.s environ [Doremus-94][Grayson-84]

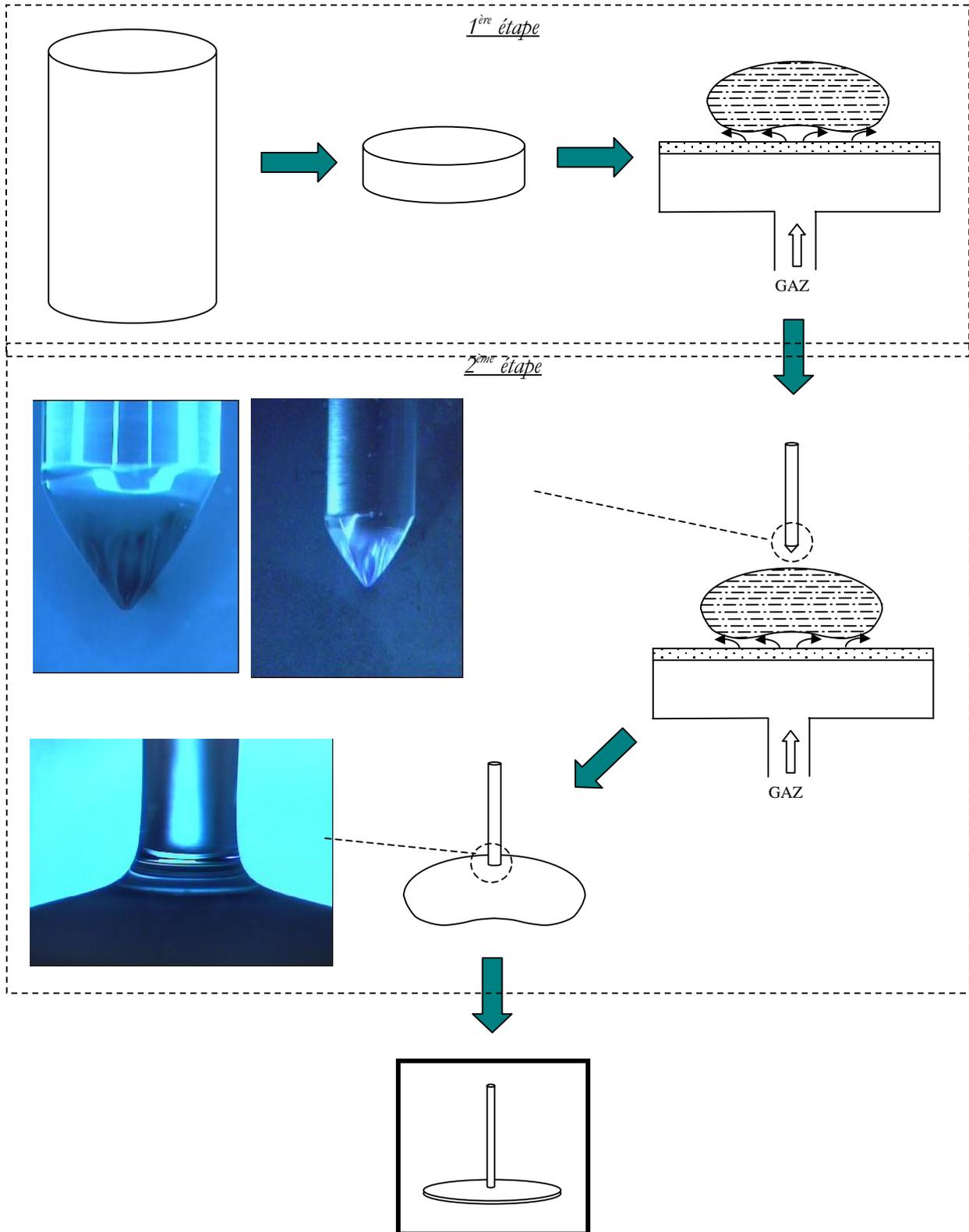


Figure 3-1
Les étapes de réalisation des échantillons tests en silice amorphe sustentée

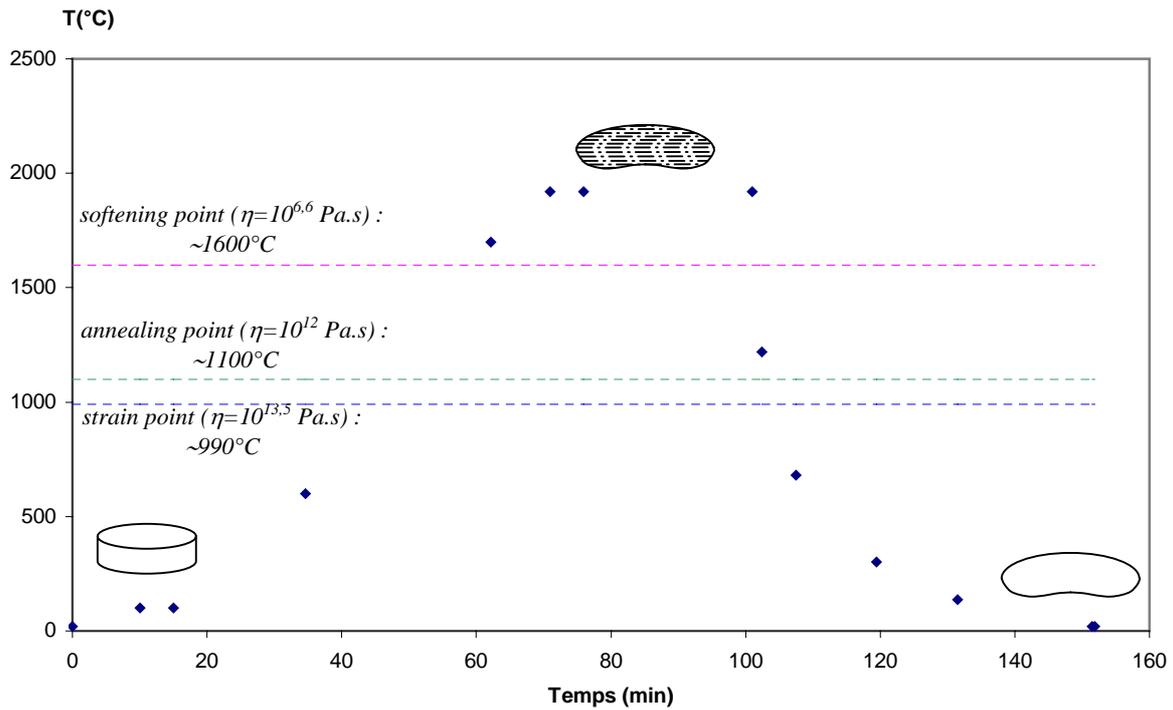


Figure 3-2
Elaboration des préformes en silice par sustentation. 1^{ère} étape : formation de la goutte

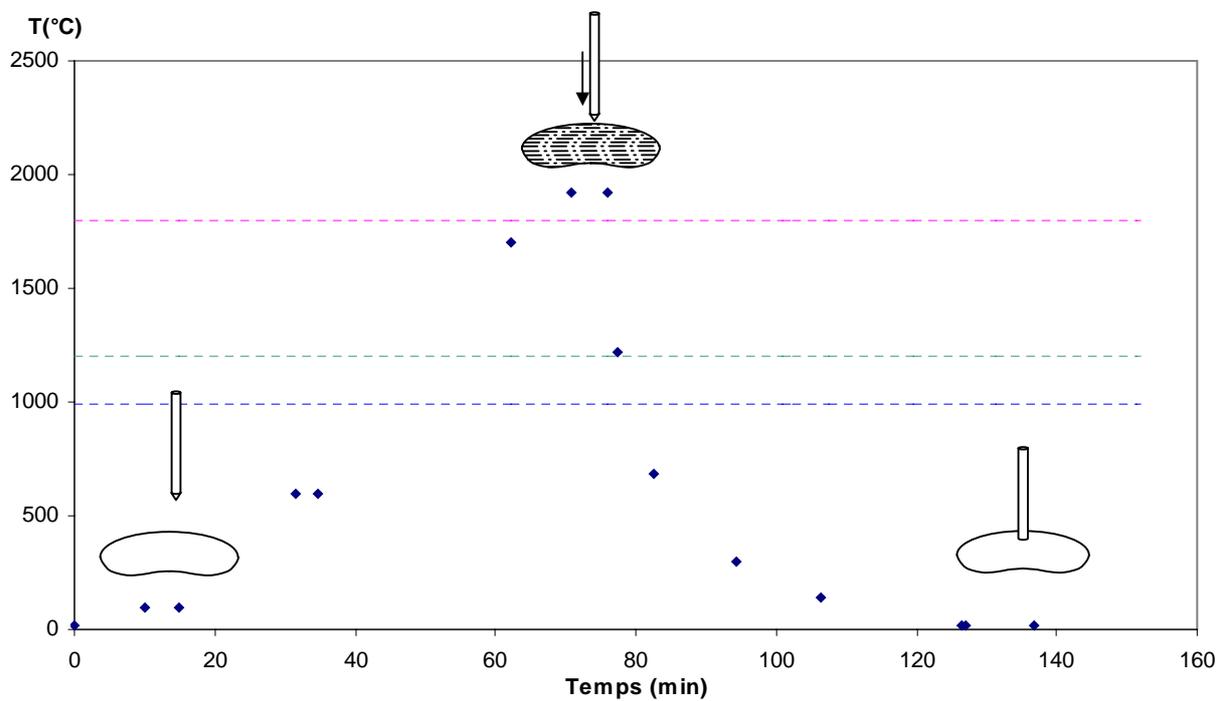


Figure 3-3
Elaboration des préformes en silice par sustentation. 2^{ème} étape : mise en place de la tige

3.1.1.2 - Préformes en saphir monocristallin

Nous avons élaboré les préformes en saphir monocristallin par la technique du préformage local décrite au Chapitre 2. Après fusion d'une poudre d'alumine (diamètre des grains : 50 μm , fournisseur : société RSA) dans un creuset en molybdène, le bain d'alumine est porté à la fusion aux environs de 2050°C. A cette température, la filière est introduite dans le bain d'alumine liquide qui remonte alors par capillarité jusqu'au sommet de la filière (*Figure 3-4*). Le germe est amené au contact de cette dernière ; il se forme alors un ménisque d'alumine liquide entre la filière et le germe. Une combinaison des mouvements de rotation autour de l'axe du germe et de translation horizontale permet d'élaborer une préforme disque-tige (*Figure 3-5*).

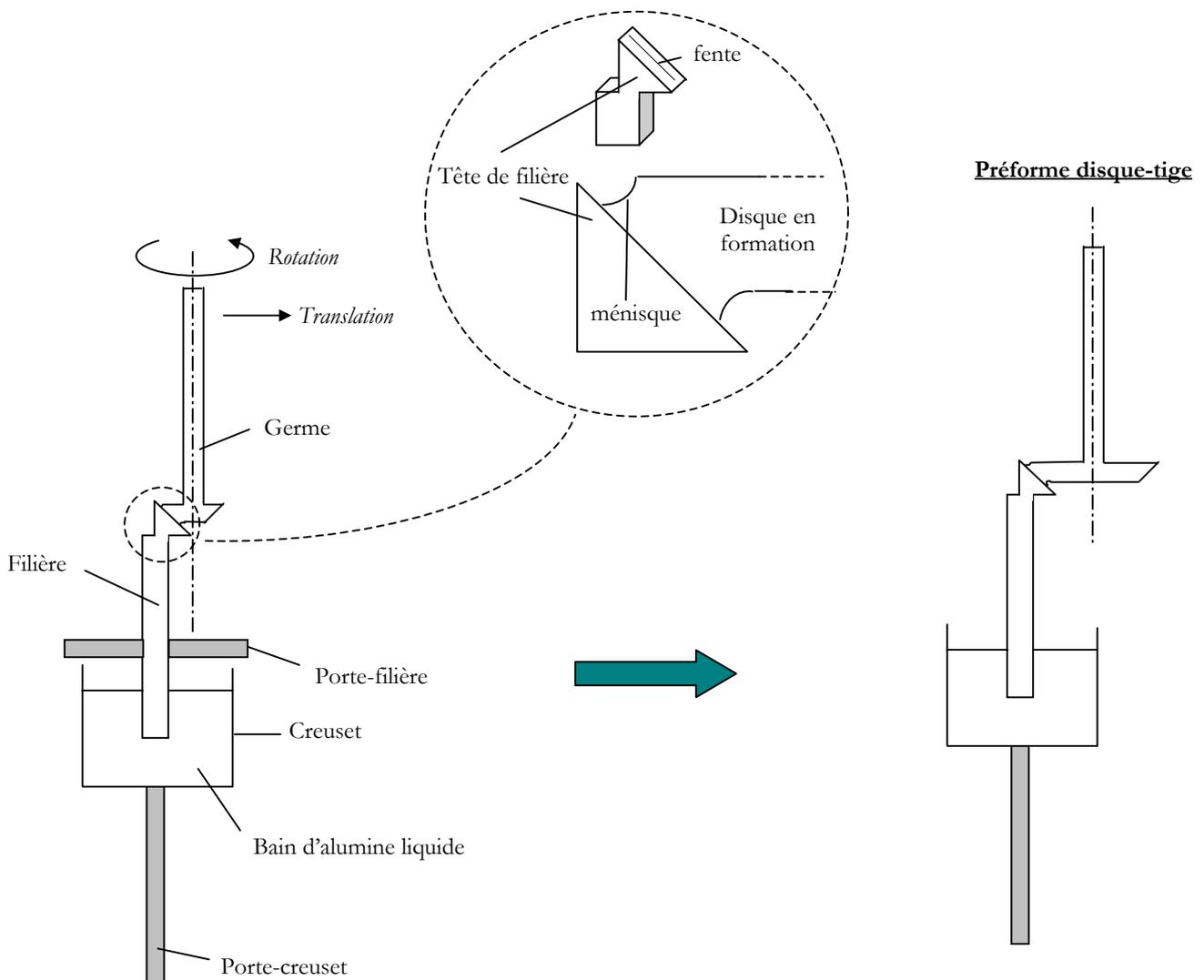


Figure 3-4
Description schématique de la technique d'élaboration des préformes en saphir monocristallin par la méthode du préformage local

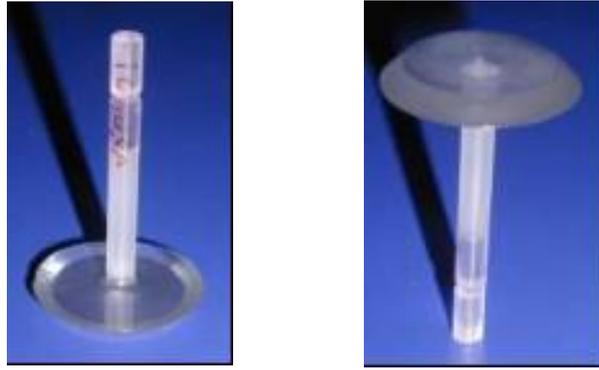


Figure 3-5

Préformes disque-tige en saphir monocristallin réalisées par préformage local

Notons enfin qu'il est possible de tirer des préformes monocristallines d'orientation cristallographique contrôlée (en jouant sur la nature du germe) : deux orientations ont ainsi pu être étudiées :

- 1) axe a de la maille cristallographique orienté dans la direction normale au plan du disque (axe de la tige)
- 2) axe c de la maille cristallographique orienté dans la direction normale au plan du disque

3.1.1.3 - Préformes en verre métallique

Des préformes disque-tige ont été élaborées par la technique de fusion par induction en creuset froid (voir Chapitre 2) et coulée en lingotière, en partenariat avec le laboratoire CRETA du CNRS Grenoble. Deux familles de verres métalliques ont été élaborées :

- base palladium : $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{10}\text{P}_{20}$
- base zirconium : $\text{Zr}_{41,2}\text{Ti}_{13,8}\text{Cu}_{12,5}\text{Ni}_{10}\text{Be}_{22,5}$ (vitreloy[®] 1) et $\text{Zr}_{46,8}\text{Ti}_{8,2}\text{Cu}_{7,5}\text{Ni}_{10}\text{Be}_{27,5}$ (vitreloy[®] 4)

Ces deux familles présentent des vitesses critiques de refroidissement suffisamment faibles pour pouvoir permettre d'élaborer des pièces massives. Les notions de critère d'amorphisabilité et de vitesse critique de refroidissement sont détaillées en Annexe 10.

L'élaboration des préformes en verre métallique comporte deux étapes. Dans un premier temps, on réalise sous atmosphère d'argon la synthèse de l'alliage en fondant par induction les différents éléments constitutifs de l'alliage. Dans un second temps, la charge est

coulée dans une lingotière en cuivre refroidie par circulation d'eau. Une légère surpression d'argon (300mbars) est appliquée pour permettre un meilleur remplissage du moule.

3.1.2 - Réalisation de la forme test

L'usinage et le polissage des échantillons tests, à partir des préformes en silice et saphir, ont été sous-traités à la société CRISTAL TEC. Les caractérisations métrologiques (centrage de la tige et perpendicularité, écarts de forme, parallélisme, planéité) et de rugosité réalisées sur ces échantillons sont présentées en Annexe 4.

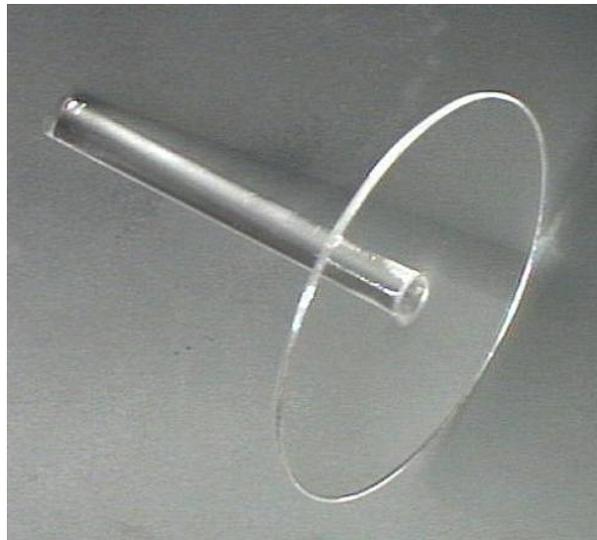


Figure 3-6

Echantillon test de géométrie disque-tige en silice amorphe après usinage et polissage

La technique de polissage utilisée permet d'obtenir, pour les échantillons en silice, une qualité de géométrie et d'état de surface en accord avec les spécifications demandées. Malheureusement, le polissage des échantillons en saphir s'avère beaucoup plus délicat en raison de la dureté de ce matériau, plus importante que celle de la silice (voir **Tableau 3-2**).

Dureté Mohs	
1	Talc
1,5	Graphite
2	Gypse
2,5-3	Or, Argent, Cuivre
3	Calcite
4	Fluorite
5	Apatite
6	Orthose
6-7	Silice
7	Quartz- α
8	Topaze
9	Saphir (corindon)
10	Diamant

Tableau 3-2
Rappel : échelle de dureté de Mohs

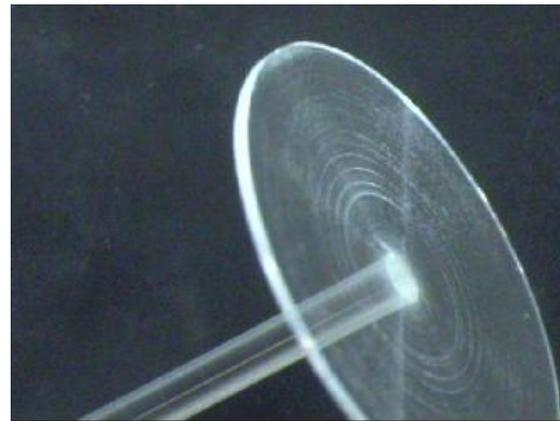


Figure 3-7
Echantillon test de géométrie disque-tige en saphir monocristallin après usinage et polissage : présence de nombreuses rayures, et parfois de fissures

Les échantillons en saphir présentent un état de surface médiocre (**Figure 3-7**) : rayures et parfois fissures, zones dépolies à proximité de la jonction disque-tige. En parallèle de ce travail de thèse, des échantillons en saphir de même géométrie test ont pu être réalisés dans le cadre du contrat DGA-CEA-INSA Lyon. Elaborés à partir d'une autre technique que celle présentée au Chapitre 2, ces échantillons présentent un très bon état de surface. Les résultats des mesures de facteur de qualité obtenus sur tous les échantillons en saphir seront présentés dans ce Chapitre (paragraphe 3.3.1 -).

Enfin, les échantillons en verre métallique bruts de coulée ne présentant pas un état de surface parfait (voir **Figure 3-8**), ils ont été repris par usinage et léger polissage.

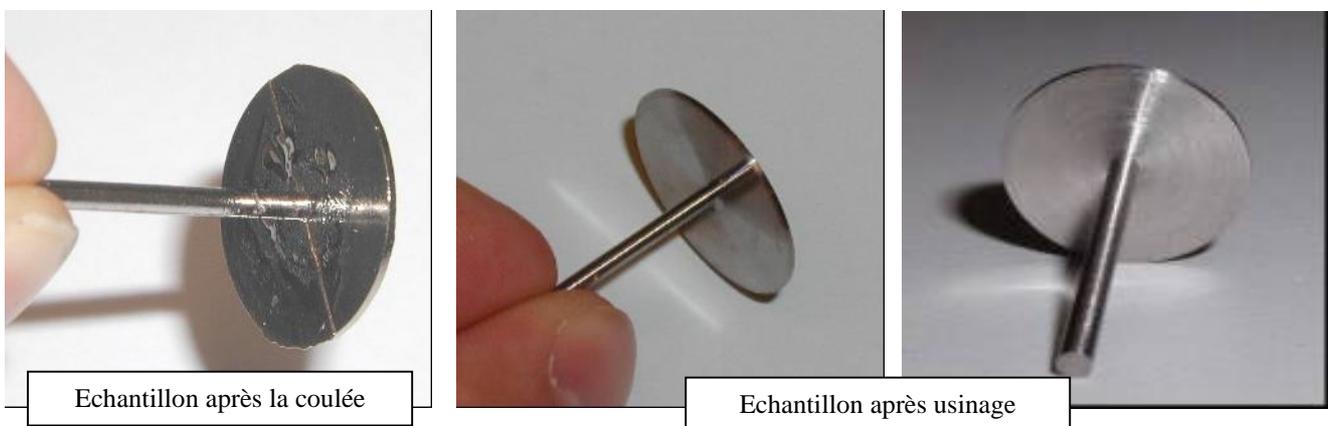


Figure 3-8
Echantillons tests (disque-tige) en verre métallique (base palladium) obtenus par fusion en creuset froid et coulée en lingotière

3.2 - Etude des propriétés vibratoires des échantillons en silice amorphe

3.2.1 - Mesures avant traitement de surface

La dispersion des mesures de facteurs de qualité observée sur des échantillons n'ayant subi aucun traitement de surface spécifique permet de mettre en évidence l'importance de l'état de surface des échantillons sur les propriétés vibratoires.

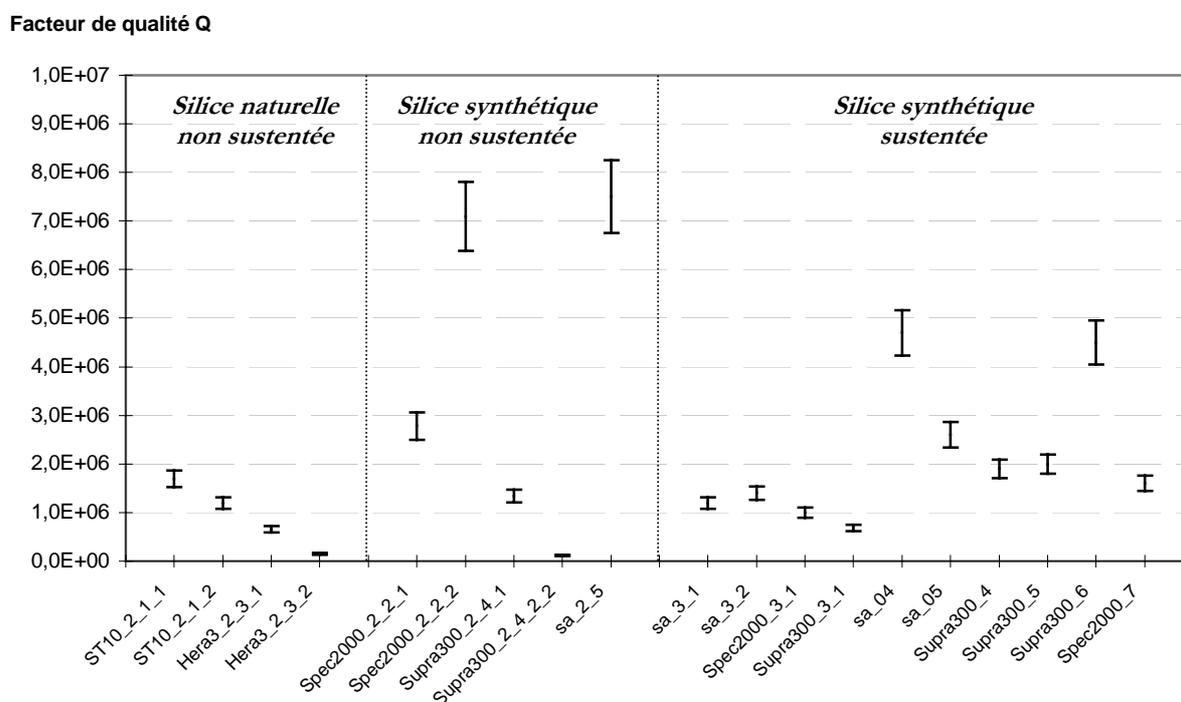


Figure 3-9

Facteurs de qualité mesurés sur les échantillons disque-tige en silice (avant traitement de surface)

En effet, comme le montre la **Figure 3-9**, la valeur de Q mesurée pour un échantillon donné ne semble dépendre ni de la qualité de la silice utilisée (naturelle ou synthétique), ni du procédé d'élaboration (sustentation ou non*) de l'échantillon. Tout se passe comme si les processus de dissipation (dont nous détaillerons les caractéristiques aux Chapitres 4 et 5) liés à l'état de surface de l'échantillon étaient prépondérants devant l'amortissement intrinsèque du matériau constituant le résonateur. Ainsi, pour deux silices de même nature et

* Les échantillons en silice non sustentée ont été mis en forme directement à partir des blocs de silice approvisionnés

préparées dans des conditions *a priori* similaires, la valeur de Q mesurée peut varier d'un ordre de grandeur.

Le caractère aléatoire de la valeur du facteur de qualité mesurée directement après polissage traduit le fait qu'un résonateur ne pourra être utilisé sans avoir subi au préalable un traitement visant à effacer au maximum les effets dissipatifs liés à l'état de surface.

3.2.2 - Mise au point d'une procédure de traitement de surface par attaque chimique

Afin de mettre en évidence l'intérêt potentiel d'un matériau en tant que résonateur acoustique, il convient, comme on vient de le voir, de limiter les effets dissipateurs indépendants de la nature du matériau. Dans le cas des échantillons en silice, l'état de surface représente un obstacle qui limite la valeur du facteur de qualité et masque l'influence intrinsèque du matériau. Nous avons donc développé dans ce cadre une méthode de traitement de surface des échantillons en silice par attaque chimique, basée sur des travaux antérieurs [Danchevskaya-95][Lunin-98]. Sans rentrer dans des considérations relatives aux mécanismes de cette attaque (voir au Chapitre 4) et à son rôle dans l'amélioration des propriétés vibratoires (ce qui fera l'objet d'un développement au Chapitres 5), nous présentons ici les caractéristiques de l'attaque effectuée, ainsi que les résultats obtenus pour les facteurs de qualité.

Les essais réalisés dans le cadre de notre étude montrent que l'attaque chimique d'échantillons polis présente deux régimes (**Figure 3-10**). La première partie de l'attaque correspond à la dissolution de la couche surfacique du verre sur une épaisseur que nous observons être d'environ 20 μm . Pour ce régime et dans nos conditions expérimentales, la vitesse d'attaque est constante (1 μm /minute environ). Une fois cette couche surfacique enlevée, la vitesse d'attaque est plus lente (0,1 μm /minute environ). Le polissage mécanique des surfaces de verre génère donc une couche surfacique perturbée, dont la structure diffère de celle de la silice « monolithique » (**Figure 3-11**). En outre, cette couche surfacique contient probablement des particules du matériau abrasif utilisé pour le polissage, et son épaisseur est supérieure à la rugosité de surface de l'échantillon (inférieure au μm). Suite à l'attaque, l'aspect de surface change radicalement, laissant apparaître des cratères dont la surface latérale augmente au cours de l'acidage.

Les essais ont été réalisés à l'aide d'une solution aqueuse d'acide fluorhydrique (49% massique) à 20°C, sur des échantillons en verre de silice polis mécaniquement. Signalons qu'il a

été montré [Suire-71][Spierings-93] que la vitesse d'attaque augmente avec la température (environ $5 \mu\text{m}/\text{min}$ à 70°C) mais dépend très peu des conditions d'agitation du bain (statique ou dynamique) [Liang-87].

Les épaisseurs attaquées ont été déterminées par mesure de marche entre une surface masquée* non attaquée et une surface attaquée, à l'aide d'un rugosimètre (Perthen – Perthometer S3P). Enfin, il a été observé que l'épaisseur de la couche surfacique ainsi que la vitesse d'attaque ne dépendent au premier ordre, ni de la qualité du polissage, ni de la qualité de la silice (naturelle ou synthétique). La dispersion observée sur la courbe de la **Figure 3-10** provient, d'une part de l'incertitude (de l'ordre du micron) sur les mesures d'épaisseurs, et d'autre part du fait que l'apparition des cratères augmente l'erreur commise sur la mesure de l'épaisseur attaquée.

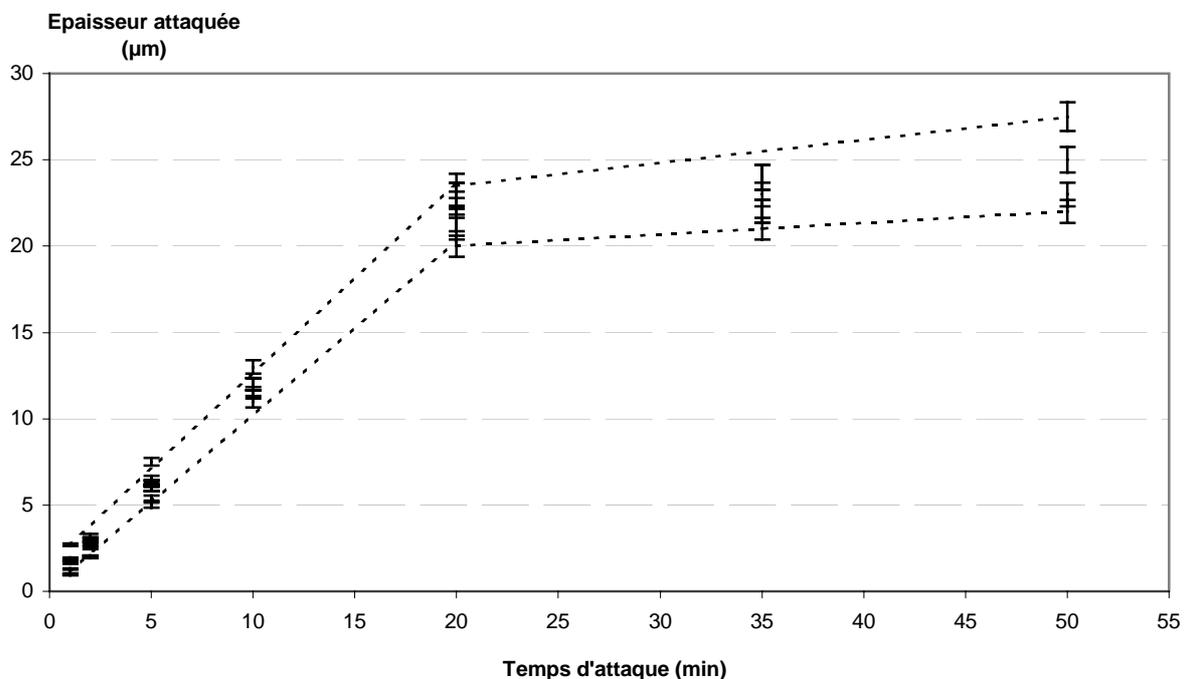


Figure 3-10

Evolution de l'épaisseur de verre de silice attaquée en fonction du temps par une solution d'acide fluorhydrique (49% massique) à 20°C .

* Masquage par une cire APIEZON[®] dissoute dans du trichloréthylène (résistance à l'acide fluorhydrique)

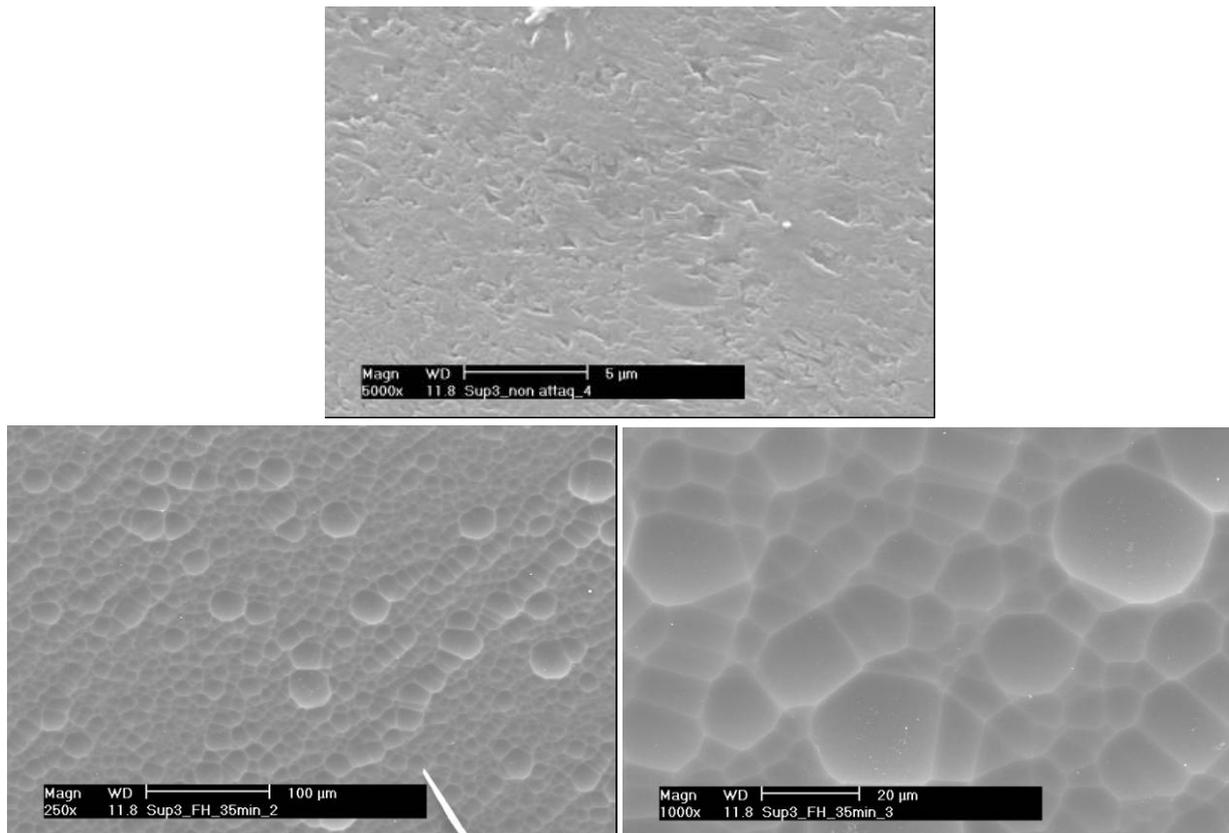


Figure 3-11
Evolution de la surface du verre de silice attaquée par une solution aqueuse d'acide fluorhydrique (clichés MEB).
En haut : avant attaque ; en bas : après 35 minutes d'attaque.

3.2.3 - Résultats : influence de l'attaque chimique sur le facteur de qualité

L'acidage des échantillons de verre de silice permet, comme on vient de le voir, d'éliminer par attaque chimique une couche surfacique de défauts, générée lors des étapes d'usinage-polissage des échantillons. D'autre part, nous avons mis en évidence (voir **Figure 3-9**) que les propriétés vibratoires, et plus particulièrement le facteur de qualité, étaient limitées au premier ordre par des phénomènes de dissipation indépendants de la nature du verre, et que nous avons attribués à la présence de cette couche surfacique de défauts. Il a ainsi été décidé d'appliquer la procédure d'attaque chimique à l'acide fluorhydrique aux échantillons tests disquette en silice. Les temps d'attaque ont été déterminés de façon à éliminer intégralement la couche surfacique, dont l'épaisseur a été estimée à 20 µm environ (**Figure 3-10**). Dans cette optique, un traitement par acidage de 30 minutes a été effectué sur chacun des échantillons, afin d'évaluer des

facteurs de qualité plus représentatifs de la nature intrinsèque du matériau. Une attaque supplémentaire de 30 minutes (durée totale du traitement : 60 minutes) a été réalisée dans le but de vérifier qu'une fois la couche surfacique éliminée, les propriétés vibratoires ne sont plus sensibles à une poursuite de l'attaque.

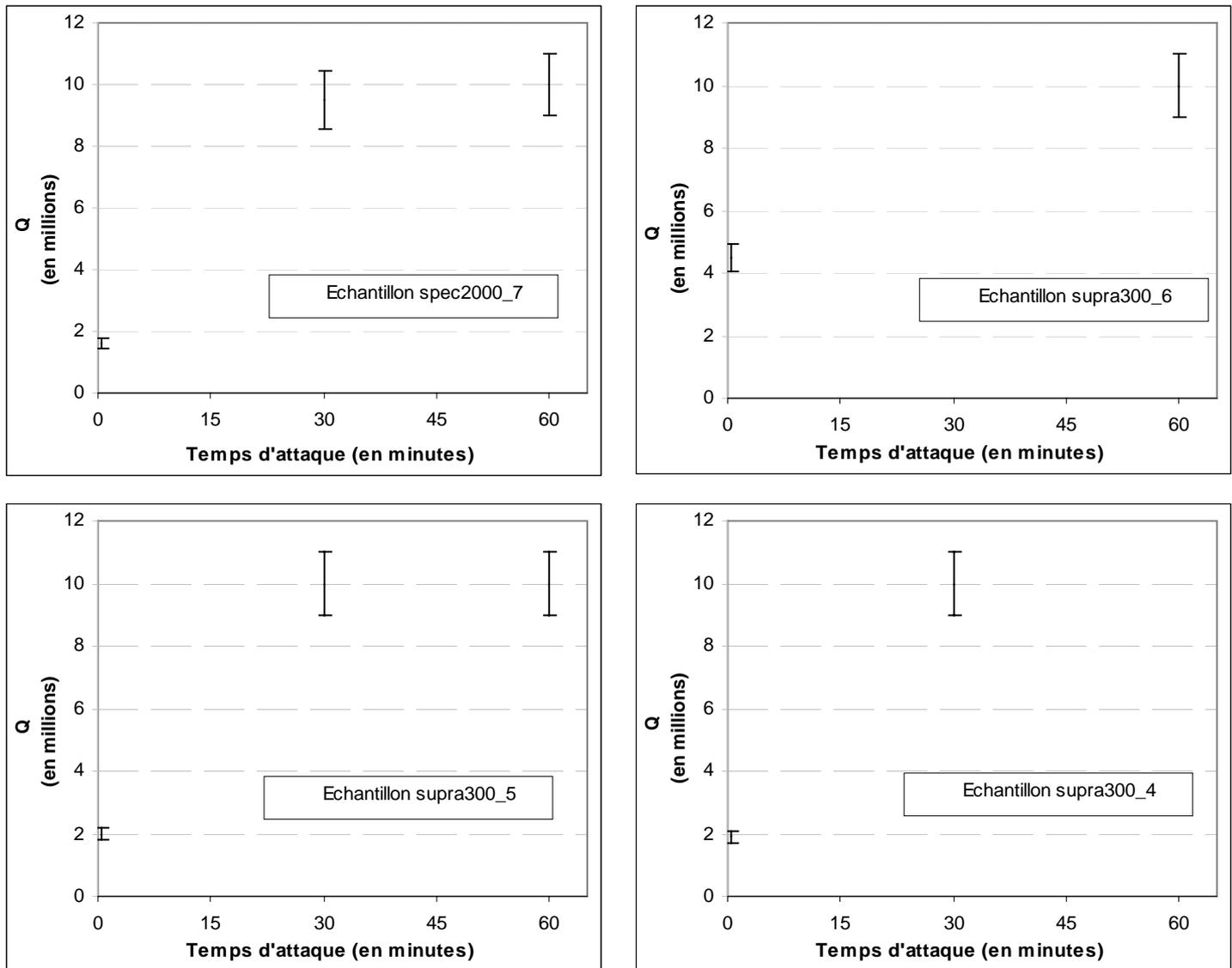


Figure 3-12

Influence de la durée d'acidage sur le facteur de qualité d'échantillons disque-tige en silice

Il a été observé que pour ces échantillons acidés, le facteur de qualité augmente après le traitement (voir **Figure 3-12**). D'autre part, au bout de 30 minutes d'attaque, les valeurs de Q n'évoluent quasiment plus et semblent atteindre une limite « théorique », représentative des propriétés intrinsèques du matériau considéré. La valeur limite des facteurs de qualité des

échantillons mesurés dans le cadre de ce travail est ainsi estimée à 10 millions environ ; nous détaillerons les phénomènes pouvant expliquer cette limitation aux Chapitres 4 et 5.

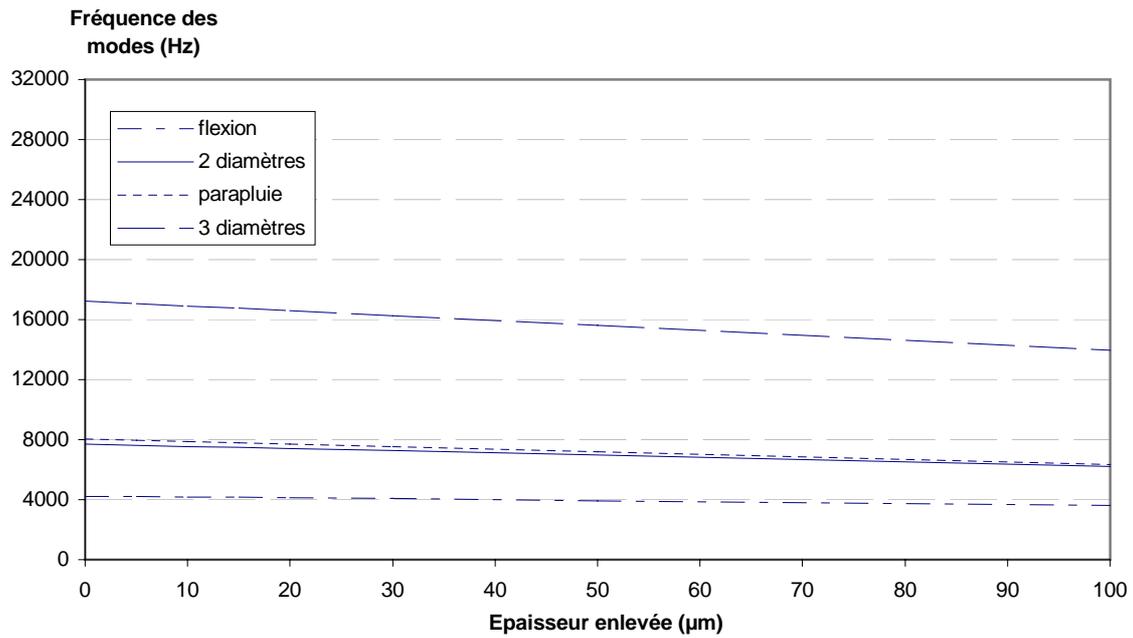
3.2.4 - Discussion

Comme on vient de le voir, l'acidage après polissage des échantillons en silice est indispensable pour espérer révéler les propriétés intrinsèques du matériau. En effet, il permet par attaque chimique d'éliminer la couche surfacique de défauts, générée lors des étapes d'usinage et de polissage, qui donne aux facteurs de qualité des valeurs imprévisibles. Cependant, même si l'amélioration des facteurs de qualité est générale, nous allons à présent détailler d'autres phénomènes se produisant en cours d'attaque et qui peuvent, dans certains cas, modifier les valeurs de facteurs de qualité espérées.

3.2.4.1 - *Modification de la distribution des fréquences des modes de vibration*

L'attaque chimique par acidage modifie la géométrie des échantillons en raison de l'enlèvement de matière qu'elle entraîne en surface. En effet, comme on l'a vu précédemment, lors d'une attaque de 60 minutes, l'acide dissout une couche de verre d'environ 30 μm dans nos conditions expérimentales. Cette dissolution, qui concerne toutes les surfaces de l'échantillon (faces planes et cylindriques du disque et de la tige) modifie peu la forme géométrique des échantillons et ne dégrade donc pas, au premier ordre, la symétrie de révolution. Par contre, en raison des variations dimensionnelles qu'elle entraîne, l'attaque doit entraîner une légère modification des fréquences propres de vibration (voir *Figure 3-13*).

a)



b)

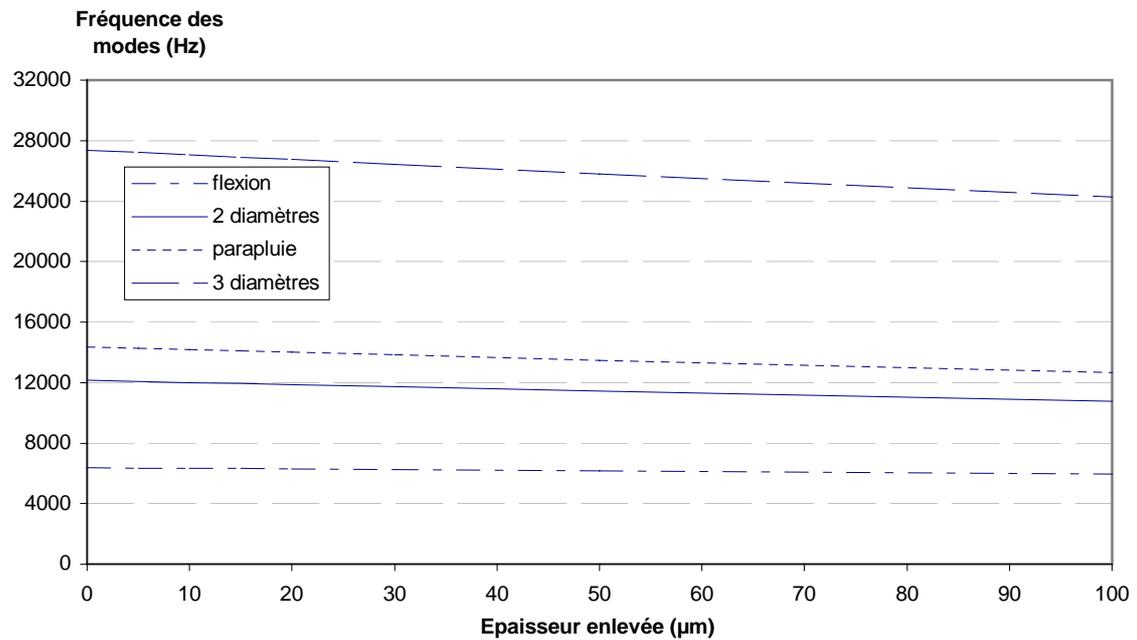


Figure 3-13

Influence de l'attaque sur les fréquences des modes des échantillons disque-tige en silice (fréquences déterminées par simulation numérique à l'aide du logiciel ANSYS 5.5 pour des conditions aux limites de type libre) :

a) échantillon de géométrie 1 ; b) échantillon de géométrie 3

Si, comme c'est le cas pour la géométrie 3 (voir Chapitre 2), tous les modes propres se trouvent à une fréquence suffisamment éloignée de celle du mode utile, ils ne doivent en théorie pas dégrader le facteur de qualité par transfert d'énergie d'un mode à un autre [Braginsky-85]. Dans ce cas, les modifications dimensionnelles causées par l'attaque chimique n'auront pas d'effet sur la mesure du facteur de qualité. Si par contre, le mode utile est proche d'un mode « parasite », comme c'est le cas pour la géométrie 1 (en condition « libre », voir Chapitre 2), il se peut que le transfert d'énergie entre modes puisse dégrader la valeur du facteur de qualité. Nous pensons avoir observé ce type de phénomène pour un échantillon de géométrie 1, pour lequel la valeur de Q a été mesurée par la méthode « libre ». Pour l'échantillon concerné (de référence *Supra300_3_1*), on observe effectivement un mode parasite proche du mode deux diamètres (voir *Figure 3-14*).

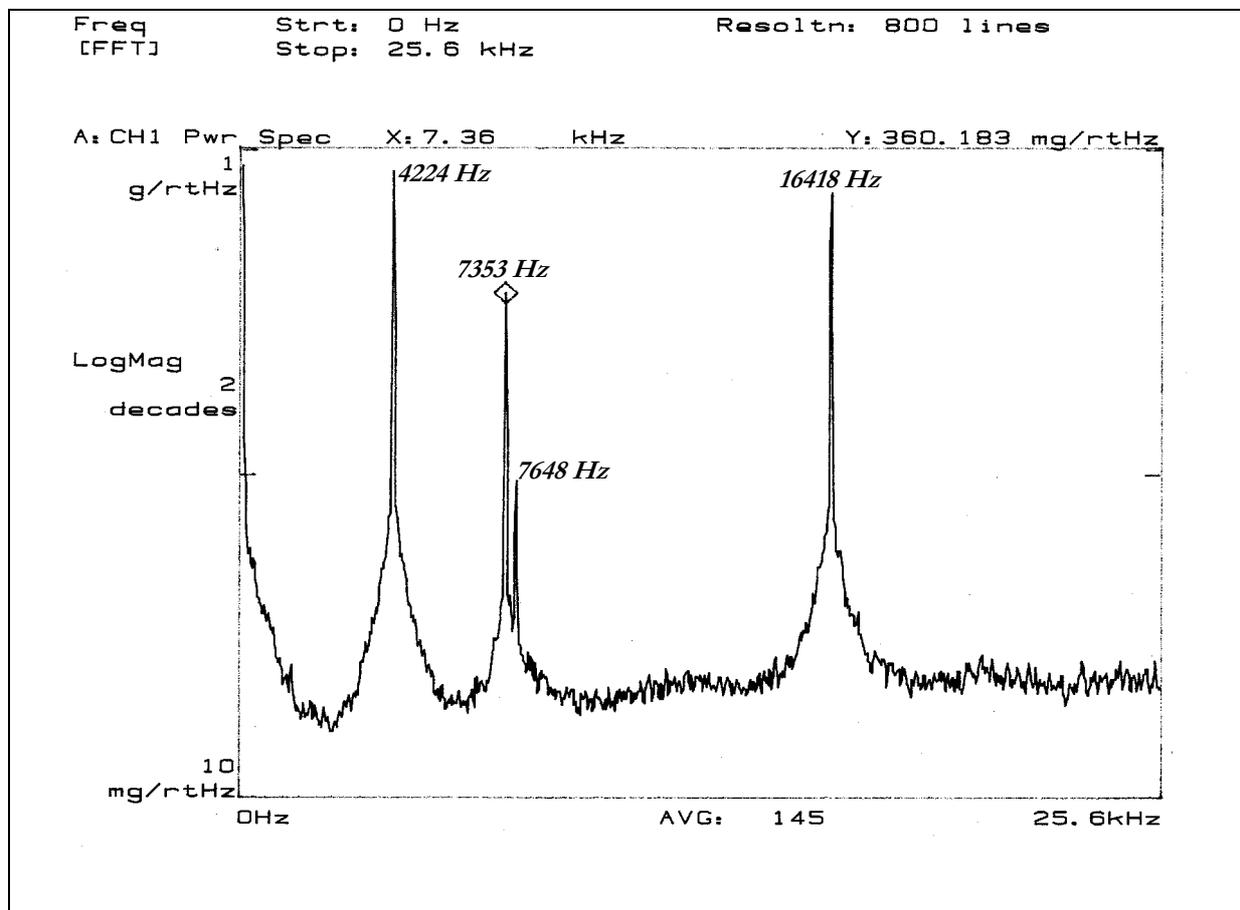


Figure 3-14

*Analyse spectrale des fréquences propres de l'échantillon *Supra300_3_1* (de géométrie 1) après 20 minutes d'attaque chimique. On note la proximité des modes deux diamètres (7 353 Hz) et parapluie (7 648 Hz). Le mode trois diamètres (16 416 Hz) est pour sa part isolé des autres modes.*

Comme le montre la **Figure 3-15**, la valeur de Q mesurée pour cet échantillon avant attaque était faible (inférieure au million). Après une attaque chimique de 10 minutes, elle atteignait une valeur de 10 millions environ. Une attaque supplémentaire de 10 minutes a provoqué la chute du facteur de qualité à 2 millions environ. Enfin, pour un temps total d'attaque de 40 minutes, la valeur mesurée atteignait 8 millions environ. Nous attribuons ce comportement à la proximité du mode parasite (mode parapluie) proche du mode utile. Un élément supplémentaire est que la valeur de Q mesurée pour le mode trois diamètres (qui n'est proche d'aucun mode parasite) varie peu en cours d'attaque (pour un temps supérieur à 20 minutes).

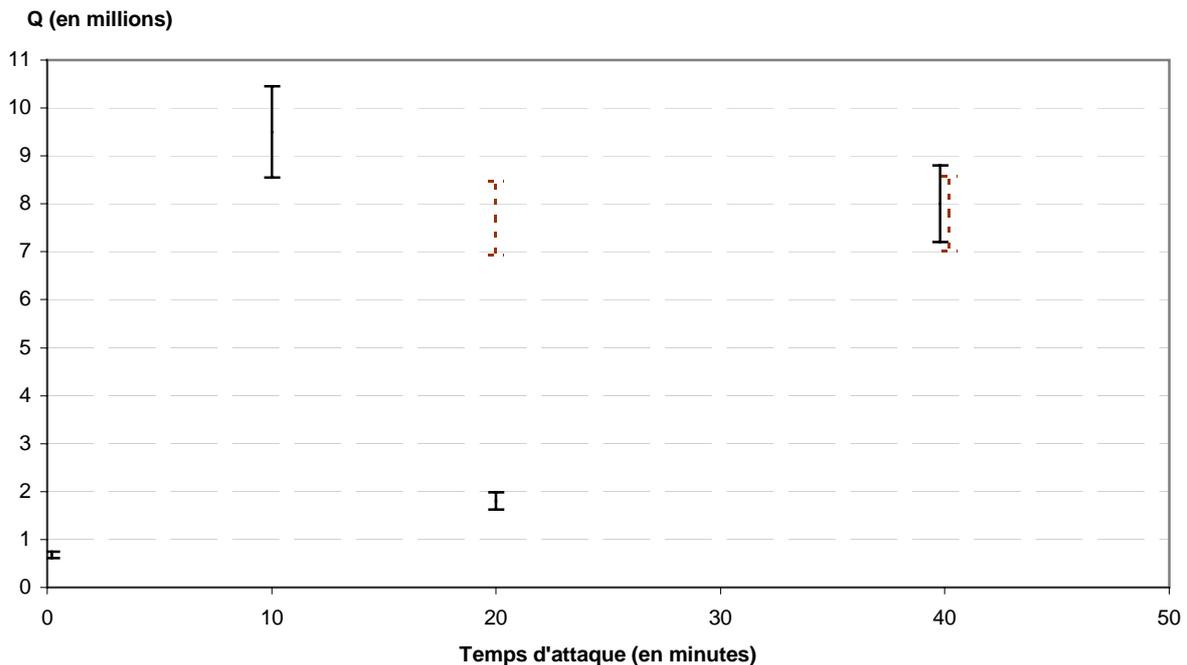


Figure 3-15

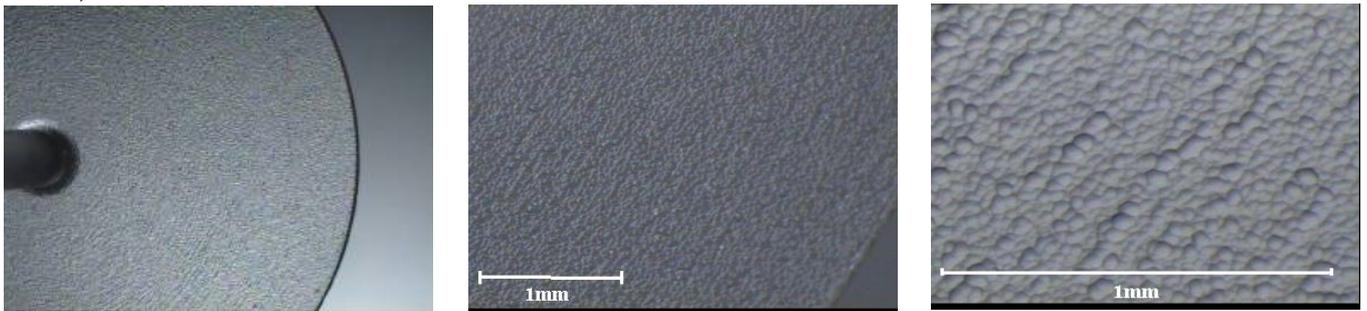
Evolution du facteur de qualité de l'échantillon Supra300_3_1 (de géométrie 1) en cours d'attaque chimique : cas où le mode deux diamètres (trait plein) est proche d'un mode parasite. L'évolution du facteur de qualité mesuré pour le mode trois diamètres est indiqué en pointillés.

Il aurait été intéressant de mesurer précisément les fréquences des modes deux diamètres et parapluie pour chaque temps d'attaque, afin de mettre en évidence une possible influence de cet écart avec la valeur de Q mesurée sur le mode utile ; ceci n'a malheureusement pu être réalisé. Notons cependant qu'un tel comportement n'a été observé sur aucun échantillon de géométrie 3, pour laquelle le mode deux diamètres reste éloigné des autres modes pendant l'attaque (voir **Figure 3-13**).

3.2.4.2 - Influence de la qualité du polissage initial : révélation des défauts après attaque

Comme nous l'avons vu, l'attaque chimique modifie l'aspect de la surface du verre. A l'échelle microscopique, cela se traduit par l'apparition de cratères (voir *Figure 3-11*). Au niveau macroscopique, il a été observé que tous les échantillons ne se comportaient pas de façon identique au cours de l'acidage. En effet, si l'apparition des cratères est générale, leur concentration sur la surface et leur taille pourra varier d'un échantillon à l'autre. A l'extrême, il a été observé que la surface devenait, pour quelques échantillons, dépolie en certains endroits. Tout se passe comme si les étapes d'usinage et de polissage des échantillons pouvaient générer localement des perturbations qui, invisibles avant attaque chimique, étaient révélées après l'acidage. Ainsi, comme le montre la *Figure 3-16*, un échantillon d'aspect transparent après polissage pourra dans certains cas, devenir localement (ou totalement) dépoli en surface après attaque.

a)



b)

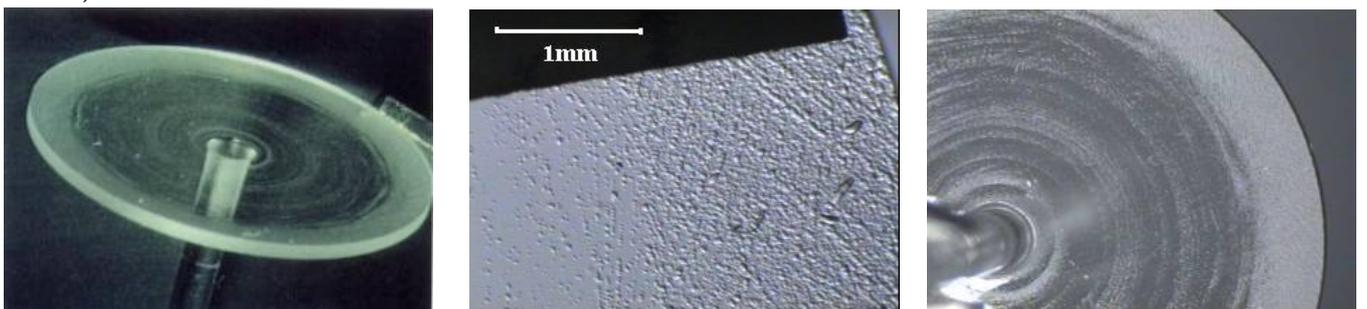


Figure 3-16

Aspect de surface présenté par certains échantillons après attaque chimique.

a) échantillon supra300_2_4_2_2 (totalement dépoli) ; b) échantillon sa_5 (partiellement dépoli)

Parmi tous les échantillons en silice réalisés et attaqués dans le cadre de ce travail, deux d'entre eux présentaient un aspect de surface « perturbé » suite à l'acidage (voir les photographies de ces deux échantillons sur la *Figure 3-16*). Il est intéressant d'observer les

valeurs de facteur de qualité obtenues pour ces deux échantillons. Comme le montre la **Figure 3-17**, les valeurs de Q mesurées après attaque sont inférieures à celles obtenues pour les autres échantillons, après un acidage similaire, situées à 10 millions environ d'après la **Figure 3-12**. Il est délicat, à partir de deux échantillons seulement, de tirer une conclusion sur l'influence de l'apparition de zones dépolies en surface (après acidage) sur les propriétés vibratoires. Il semble toutefois que si l'attaque chimique permet incontestablement d'augmenter le facteur de qualité en éliminant une couche surfacique de défauts, elle ne permet pas d'effacer complètement les perturbations qui peuvent être générées lors des étapes d'usinage et de polissage des échantillons. Nous n'avons malheureusement pas pu développer davantage cette étude, mais il pourrait être intéressant d'effectuer un polissage en plusieurs étapes, en réalisant à chaque fois un léger acidage. Cela pourrait permettre d'introduire moins de perturbations dans la silice et peut-être, d'améliorer au final les facteurs de qualité.

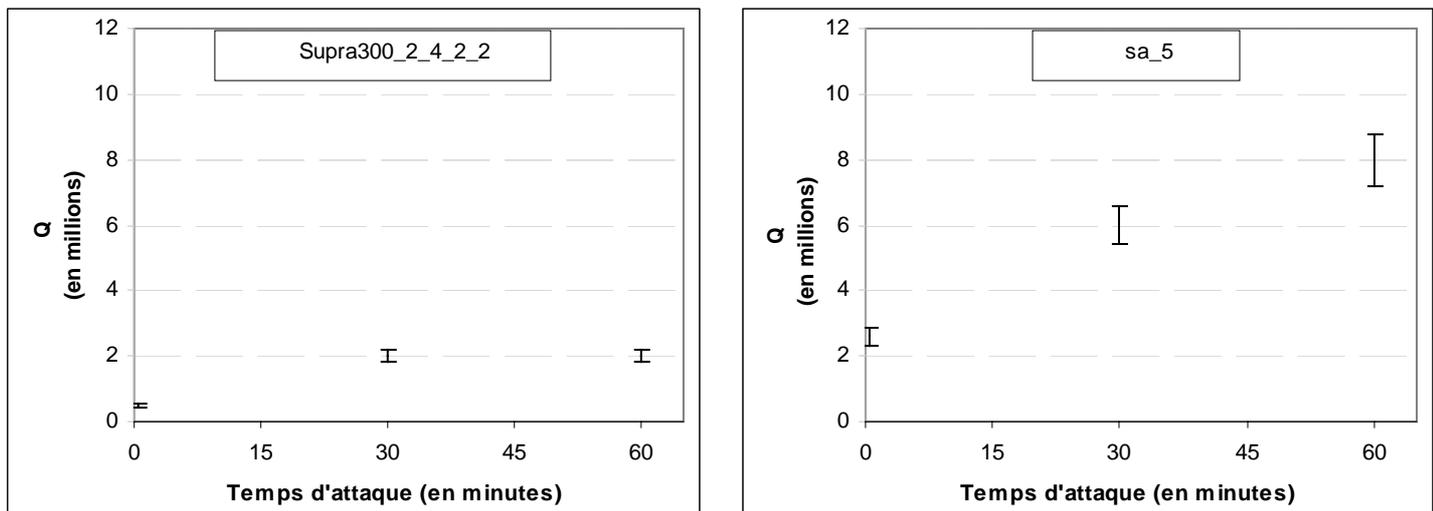


Figure 3-17

Influence de la durée d'acidage sur le facteur de qualité, pour des échantillons disque-tige en silice montrant une forte dégradation de la qualité de surface après acidage.

3.2.4.3 - Etude des propriétés intrinsèques de la silice étudiée, influence de l'étape de sustentation

Une fois la couche surfacique éliminée, les propriétés vibratoires ne doivent, en théorie, dépendre que de la nature de la silice. Comme le montre la **Figure 3-18**, les mesures de facteur de qualité réalisées dans le cadre de ce travail ont permis de mettre en évidence que les valeurs de Q des silices synthétiques étudiées, de l'ordre de 10 millions après acidage, sont supérieures à celles des silices naturelles d'environ un ordre de grandeur.

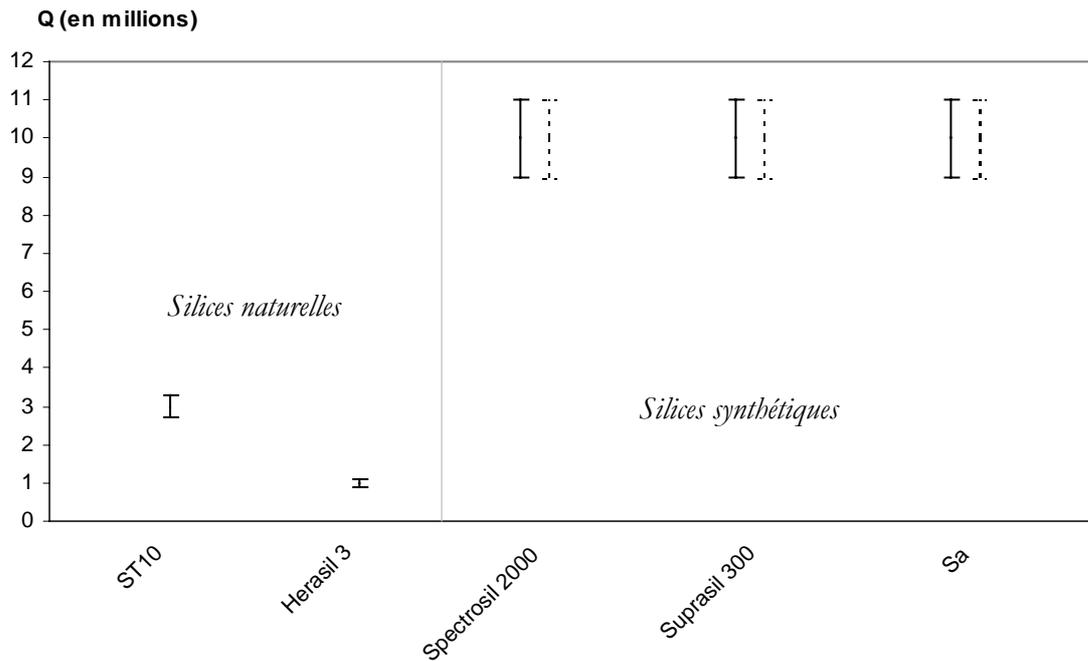


Figure 3-18

Influence de la nature de la silice sur le facteur de qualité des échantillons disque-tige non sustentés (trait plein) et sustentés (pointillés), après acidage

Si ces résultats mettent clairement en évidence des différences de propriétés vibratoires parmi les différentes qualités de silice étudiées, il est important de souligner que l'étape de sustentation, telle qu'elle a été réalisée, n'a pas permis de modifier les valeurs des facteurs de qualité mesurés. En effet, les valeurs de Q mesurées sur les mêmes qualités de silices, mais ayant subi l'étape de sustentation, ne présentent ni d'amélioration ni de dégradation significatives par rapport à celles mesurées sur les échantillons non sustentés.

Afin d'une part, de corréler les mesures de facteur de qualité avec les propriétés intrinsèques de la silice, et d'autre part de comprendre pourquoi la sustentation n'a pas permis de modifier les propriétés vibratoires, une série de caractérisations chimiques, optiques et acoustiques a été réalisée.

3.2.4.3.1 Détermination de la teneur en impuretés

En raison de leur procédé d'élaboration radicalement différents, les silices naturelles et synthétiques contiennent des impuretés de nature et en quantité différentes. D'une façon générale, la silice naturelle, élaborée par fusion du quartz de roche, doit contenir plus d'impuretés de type métallique que la silice synthétique, obtenue à partir d'un précurseur dérivé du silicium (SiCl_4 par exemple). Dans le cadre de notre étude, la teneur en impuretés a été déterminée à l'aide de deux techniques :

- Analyse par spectrométrie de masse à décharge lumineuse (GDMS*), sous-traitée à la société Shiva Technologies Europe
- Analyse par spectroscopie Infra-Rouge à Transformée de Fourier (FTIR) pour la teneur en OH

La description des techniques utilisées est donnée en Annexe 3.

SILICE NATURELLE ST10																						
(Concentrations en ppm masse)																						
		Li	B	Na	Mg	Al	P	S	Cl	K	Ca	Ti	Cr	Fe	Ni	Cu	Zr	Ba	La	Ce	Nd	
Données fournisseur		0,7	< 0,1	0,9	0,06	18				0,6	0,6		< 0,08	0,5		< 0,03						
GDMS	non sustentée	Ech.1	< 0,05	0,21	1,4	0,11	19	0,34	0,24	0,66	0,14	2,4	2,6	0,35	0,94	< 0,1	0,45	2,7	< 0,05	< 0,05	< 0,01	< 0,01
		Ech.2	0,89	0,28	4,4	0,13	21	0,27	0,11	0,52	1,7	1,9	2,6	0,35	0,94	0,16	0,47	1,5	0,11	< 0,05	0,21	< 0,01
	sustentée	Ech.1	0,12	0,16	0,66	0,66	26	0,33	0,14	0,94	0,19	47	3,3	5,6	11	0,24	0,38	3,8	0,38	0,33	1,3	0,85
		Ech.2	0,47	0,36	1,6	0,15	19	0,47	0,25	0,26	0,23	2,4	2,3	0,47	0,94	0,38	0,56	2,0	< 0,05	< 0,05	< 0,01	< 0,01

SILICE SYNTHETIQUE SPECTROSIL 2000																						
(Concentrations en ppm masse)																						
		Li	B	Na	Mg	Al	P	S	Cl	K	Ca	Ti	Cr	Fe	Ni	Cu	Zr	Ba	La	Ce	Nd	
Données fournisseur		< 0,01		< 0,01	< 0,01	0,02			< 1	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01		< 0,01	< 0,01					
GDMS	non sustentée	Ech.1	0,26	0,26	2,4	< 0,05	1,3	0,13	0,42	0,47	1,1	3,3	0,15	0,19	< 0,5	0,14	0,19	< 0,1	0,16	< 0,05	0,15	< 0,01
		Ech.2	0,66	0,31	5,6	0,11	1,5	0,13	0,16	0,43	2,4	4,6	0,31	0,29	< 0,5	0,16	0,31	< 0,1	0,08	< 0,05	0,18	< 0,01
	sustentée	Ech.1	0,06	0,09	0,75	< 0,05	0,43	2,9	0,42	0,89	0,12	3,3	0,37	0,47	1,9	0,47	0,47	1,1	< 0,05	0,28	0,16	0,33
		Ech.2	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	0,34	1,3	0,18	0,47	0,89	24	< 0,05	14	4,1	1,2	0,56	0,28	< 0,05	< 0,05	< 0,01	< 0,01

SILICE SYNTHETIQUE SA																						
(Concentrations en ppm masse)																						
		Li	B	Na	Mg	Al	P	S	Cl	K	Ca	Ti	Cr	Fe	Ni	Cu	Zr	Ba	La	Ce	Nd	
GDMS	non sustentée	Ech.1	< 0,05	< 0,05	0,34	< 0,05	0,43	0,75	0,2	280	0,47	1,9	< 0,05	0,14	< 0,5	< 0,10	0,61	0,47	< 0,05	< 0,05	< 0,01	< 0,01
		Ech.2	< 0,05	0,24	1,6	0,13	2,4	2,2	1,1	160	3,8	14	1,9	2,1	2,0	2,6	0,52	0,80	< 0,05	0,47	0,47	0,71

Tableaux 3-3

Mesures d'impuretés réalisées sur différentes qualités de silice par spectrométrie de masse GDMS. Les teneurs typiques données par le fournisseur sont (lorsqu'elles sont connues) également indiquées.

* Glow Discharge Mass Spectrometry

Les mesures GDMS mettent en évidence deux éléments se trouvant en quantité importante : l'aluminium (environ 20 ppm) dans la silice naturelle étudiée, et le chlore (environ 200 ppm) dans certaines qualités de silices synthétiques (*Tableaux 3-3*). La teneur importante en aluminium mesurée dans la silice naturelle est en accord avec les données du fournisseur ; elle provient de la présence de cet élément dans le quartz de roche, précurseur utilisé pour l'élaboration de la silice naturelle. L'importante concentration en chlore observée dans la silice synthétique de qualité SA provient du précurseur gazeux utilisé pour l'élaboration de SiO₂. Ainsi, la silice synthétique de qualité Spectrosil, obtenue par un autre procédé, présente une teneur en chlore inférieure au ppm (en accord avec les données du fournisseur Quartz Et Silice).

D'autre part, on constate que les concentrations mesurées sont, d'une manière générale, plus importantes que les valeurs données par le fournisseur. Nous pensons qu'une pollution peut se produire lors de la mise en forme des échantillons. Malheureusement, il est difficile de déterminer si cette contamination se produit majoritairement pendant les étapes de découpe des échantillons, ou bien lors du procédé de sustentation. On peut supposer que les teneurs élevées en métaux de transition (chrome et fer principalement) proviennent plutôt d'une pollution par les outils de découpe. Par contre, les concentrations importantes en Na, Ca et Ba, ainsi que la présence anormale de terres rares (La, Ce et Nd), restent inexplicables.

En comparant ces mesures d'impuretés avec les facteurs de qualité (*Figure 3-18*) des silices naturelles ($3 \cdot 10^6$ au maximum) et des silices synthétiques (environ 10^7), il est bien difficile de mettre en évidence une corrélation entre la teneur en impuretés d'une silice et son facteur de qualité. Est-il envisageable qu'une teneur de 20 ppm en aluminium puisse expliquer les écarts entre les valeurs de Q des silices naturelles et synthétiques, alors que les 200 ppm de chlore n'ont, semble-t-il, aucune influence ? Nous verrons aux Chapitres 4 et 5 comment des considérations théoriques permettent de répondre à cette interrogation.

Enfin, la mesure de la teneur en OH dans les verres de silice a été réalisée par spectroscopie infra-rouge (voir détail de la méthode et du protocole expérimental en Annexe 3). Concernant les verres synthétiques, cette teneur peut varier de 1000 ppm environ (verres synthétiques de type Suprasil 3 et Spectrosil 2000) à moins de 1 ppm (verre de type Suprasil 300) en fonction de leur procédé d'élaboration. Il est important de souligner que ces teneurs, données par les fournisseurs, sont des valeurs moyennes, qui peuvent varier avec les conditions expérimentales (degré d'humidité par exemple). Ainsi, d'après l'information que nous avons obtenue de la part des fournisseurs, il est courant que la teneur en OH d'une silice donnée à

1000 ppm varie en réalité de 500 à 1500 ppm d'un lot à l'autre (*Figure 3-19*). La silice naturelle (type ST10) contient environ 30 ppm, ce qui est en accord avec les données Quartz Et Silice.

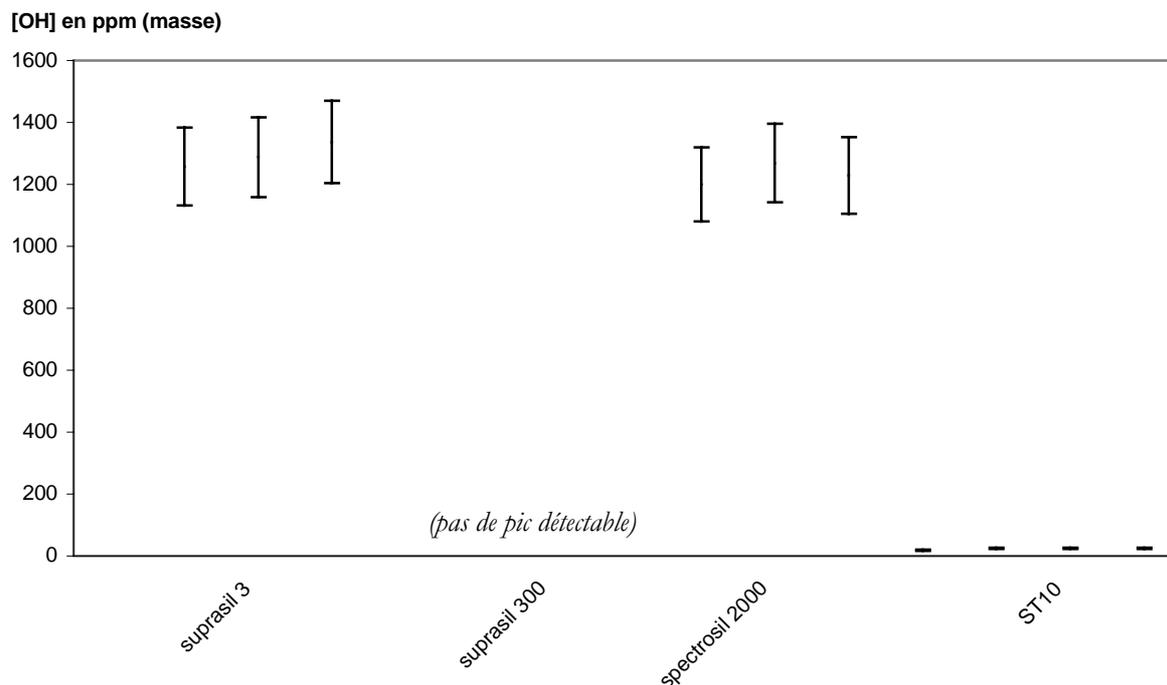


Figure 3-19
Détermination de la teneur en OH dans les verres de silice non sustentés (mesure de l'absorption à $2,73\mu\text{m}$)

Si on compare ces teneurs en OH avec les facteurs de qualité mesurés sur ces silices, il apparaît que l'amortissement mesuré ne semble pas dépendre au premier ordre de la teneur en OH. En effet, les facteurs de qualités mesurés sur les silices Suprasil 300 et Spectrosil 2000 sont sensiblement les mêmes (environ 10^7) alors que la teneur en OH de ces deux verres est respectivement moins de 1 ppm et 1000 ppm. La silice naturelle, qui présente une teneur en OH relativement faible (inférieure à 30 ppm), présente un facteur de qualité (3.10^6) bien inférieur à celui des silices synthétiques.

Nous tenterons de montrer aux Chapitre 4 et 5 pourquoi la teneur en OH ne semble pas, dans nos conditions expérimentales, avoir d'influence au premier ordre sur les propriétés vibratoires.

3.2.4.3.2 Propriétés structurales

Nous avons tenté de mettre en évidence de façon expérimentale ce qui pouvait, au sein de la structure du réseau SiO_2 , expliquer les facteurs de qualité mesurés. Par l'expression « propriétés structurales », nous entendons les phénomènes pouvant, d'une manière ou d'une autre, modifier l'organisation des tétraèdres $[\text{SiO}_4]$ dans le réseau de la silice amorphe :

modification des longueurs et angles de liaisons, fluctuations de densité, ruptures de liaisons, présence de zones cristallisées au sein de la phase amorphe... Il est important de souligner que ces phénomènes n'apparaissent pas de façon évidente comme étant dissipateurs aux longueurs d'onde métriques qui nous intéressent. Par contre, leur importance dans la limitation des performances des verres à très haute fréquence (GHz-THz) a été clairement montrée dans la littérature [Lopez-91][Blanc-95][Rat-99]. Enfin, il convient d'insister sur le fait qu'il ne s'agit là que d'une étude préliminaire, qui devra être confirmée par d'autres expériences.

3.2.4.3.2.1 Ordre à courte distance

Pour un matériau amorphe comme la silice, il est très délicat d'obtenir des informations structurales par diffraction classique des rayons X (les diffractogrammes RX réalisés dans le cadre de ce travail sont donnés en Annexe 2). Afin de mettre en évidence d'éventuelles perturbations de l'ordre à courte distance (à l'échelle de 10-100 Å) dans le verre de silice, des mesures de diffusion aux petits angles (SAXS*) ont été réalisées sur différentes qualités de verres, en collaboration avec l'European Synchrotron Radiation Facility (J.P. Simon, ESRF, Grenoble). Cette technique, appelée aussi diffusion centrale, est basée sur la diffusion des petites hétérogénéités de densité électronique réparties au hasard au sein d'une matrice [Uhlmann-90]. Si d est la taille de l'hétérogénéité de densité, on aura diffusion du faisceau incident dans un angle θ tel que $d = \lambda / (2 \sin \theta)$ où λ est la longueur d'onde du rayonnement X utilisé (0,92 Å dans notre cas). Les courbes expérimentales représentent l'intensité diffusée en fonction du vecteur de diffusion q (Å⁻¹) défini par $q = 4\pi \sin \theta / \lambda$ (voir *Figure 3-20*).

On sait que la silice naturelle contient des défauts (essentiellement des bulles) en quantité importante en comparaison avec la silice synthétique. Cependant, ces défauts sont de taille importante (de l'ordre du μm à quelques dizaines de μm), si bien qu'ils ne sont pas visibles en diffusion centrale. Comme le montre la *Figure 3-20*, les résultats expérimentaux ne permettent pas de mettre en évidence des différences de structure entre les silices naturelles (échantillon ST10) et synthétiques (Spectrosil et SA).

Il en résulte qu'à l'échelle regardée (5 à 100 Å) les différents silices étudiées sont semblables. D'autre part, il est fort intéressant de constater que l'étape de sustentation réalisée ne semble pas avoir eu d'influence sur l'ordre à courte distance dans la silice : les courbes d'intensité diffusée des échantillons sustentés sp1 et sa1 sont identiques à celles des échantillons non sustentés spec2000-5 et ST10. Nous tenterons d'apporter une explication de ces observations au Chapitre 5.

* Small-Angle X-Ray Scattering

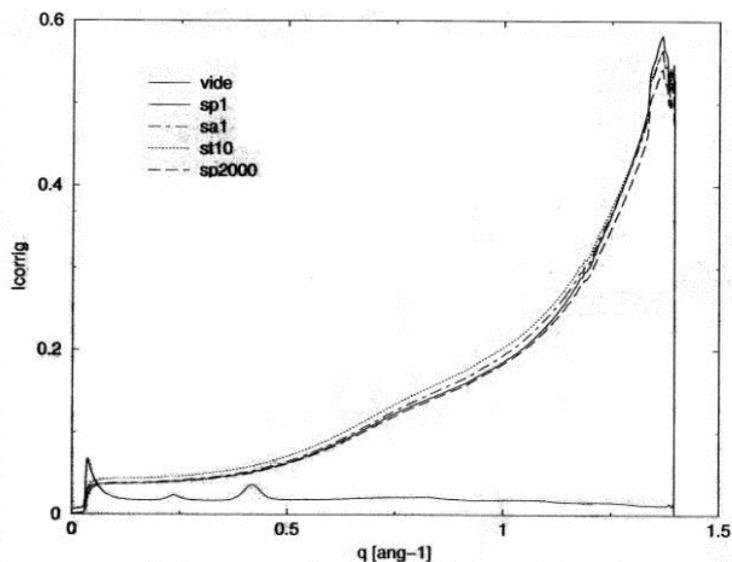


Figure 3-20

Diffusion aux petits angles (SAXS) réalisée sur différentes qualités de verres de silice (Spectrosil, ST10 et Sa). Les courbes représentent l'intensité diffusée (unité arbitraire) en fonction du vecteur de diffusion q , pour une géométrie courte (5 à 50 Å)

3.2.4.3.2.2 Observation des défauts à l'échelle du micron par tomographie à balayage laser*

Initialement développée au Japon au début des années 80, la tomographie à balayage laser permet une analyse non destructive des défauts dans des échantillons massifs [Moriya-83]. Le Centre d'Electronique et Microoptoélectronique de Montpellier (CEM2) utilise cette technique depuis le début des années 90 pour étudier les défauts dans différents matériaux, tels que les semi-conducteurs ou les verres pour fibres optiques [Lopez-91][Blanc-95][Baniel-96]. La tomographie à balayage laser repose sur la diffusion par des défauts d'inhomogénéité d'indice optique, lorsque le milieu est traversé par un faisceau laser (**Figure 3-21**). Contrairement aux techniques classiques d'observation microscopique, cette méthode permet de réaliser des cartographies tridimensionnelles des défauts présents dans un échantillon massif. Cependant, si elle permet la détection de défauts en faible concentration (de l'ordre de 100 défauts par cm^3), elle n'apporte aucun renseignement sur la nature et sur la taille réelle de ces défauts en l'absence d'étalonnage. En effet, le facteur de diffusion dépend de plusieurs paramètres parmi lesquels la taille, la différence d'indice par rapport à la matrice, la longueur d'onde... Malgré tout, si on fait l'hypothèse que tous les défauts sont de même nature et ont la même forme, alors, toutes choses étant égales par ailleurs, la tache obtenue sur la cible de la caméra ne dépendra que de la taille du défaut.

* Cette étude fait l'objet d'une publication [Gall-03]

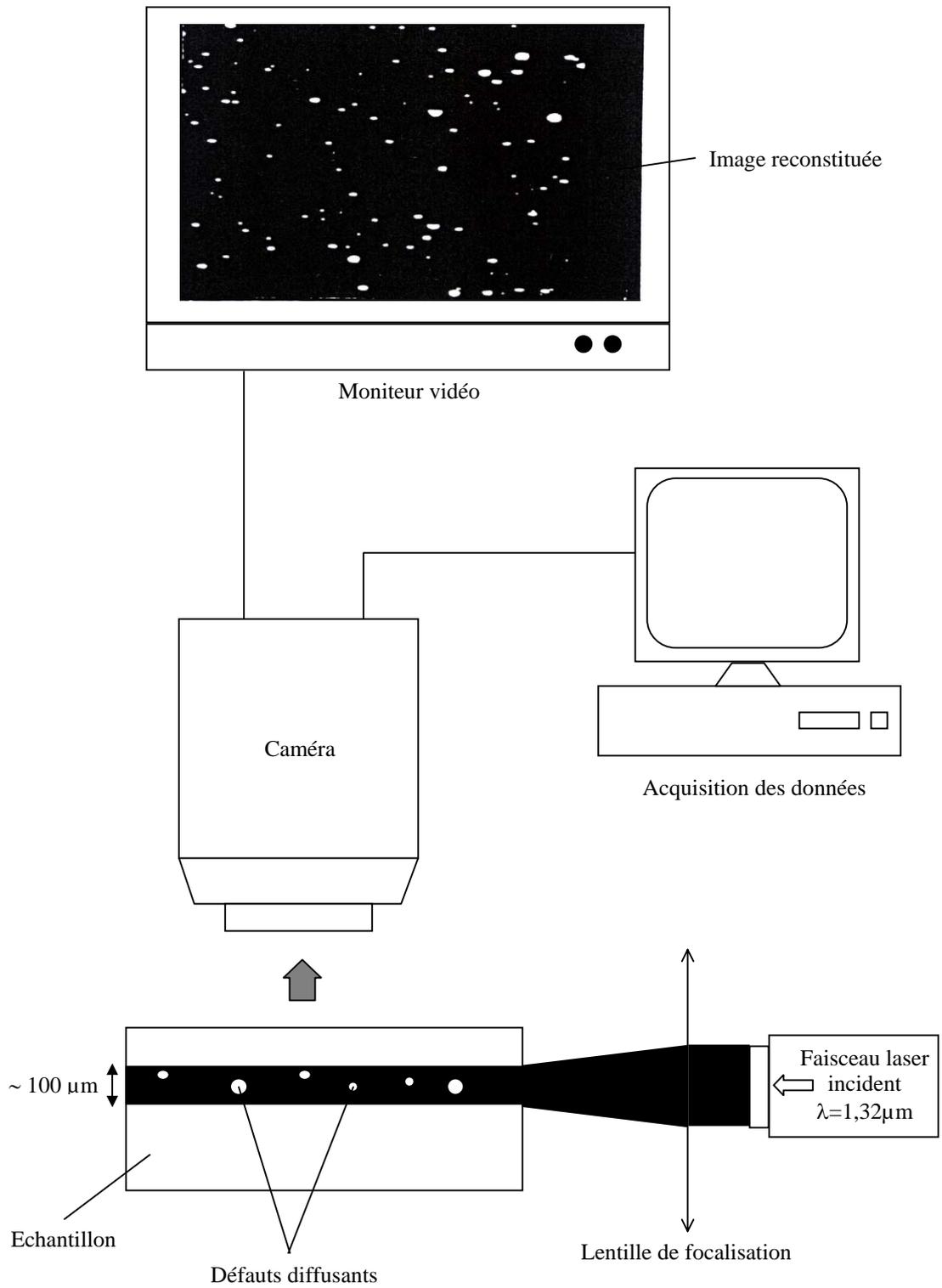


Figure 3-21
Principe de la tomographie à balayage laser

Différentes qualités de verres de silice ont pu être analysées par tomographie à balayage laser dans le cadre de ce travail, en collaboration avec le CEM2. Les résultats obtenus sont récapitulés dans le **Tableau 3-4**. Etant donné la taille (en réalité, le nombre de pixels) et la forme des taches de diffusion observée, il est raisonnable de penser que tous les défauts diffusants observés dans ces verres sont des micro-bulles. On sait que la silice naturelle (de type ST10) contient une quantité non négligeable de bulles qui se forment lors de l'élaboration de ce verre à partir des grains de cristal de quartz. Si la plupart d'entre-elles sont visibles à l'œil nu, il faut savoir que les fournisseurs ne donnent pas toujours de données relatives aux teneurs typiques en bulles de leurs silices. De plus, les normes de classification des catégories de bulles (par exemple la norme allemande DIN 58927) ne prennent généralement pas en compte les bulles d'un diamètre inférieur à 80 μm . Pour ces raisons, il nous est apparu intéressant de les observer en tomographie.

Qualité de silice	Volume investigué (mm^3)	Densité moyenne de défauts diffusants (mm^{-3})
naturelle (ST10) non sustentée	89 +/- 2	8 +/- 2
naturelle (ST10) sustentée	86 +/- 2	3 +/- 0,5
synthétique (Spectrosil) non sustentée	80 environ	<i>pas de défaut diffusant détecté</i>
synthétique (Spectrosil) sustentée	80 environ	<i>pas de défaut diffusant détecté</i>

Tableau 3-4
Résultats des mesures de densité de défauts diffusants dans des verres de silice par tomographie à balayage laser

On remarque que si les résultats obtenus confirment la teneur importante en bulles dans la silice naturelle (environ $10/\text{mm}^3$), on ne détecte aucun défaut diffusant dans la silice synthétique pour le volume investigué. Plus précisément, on peut affirmer la silice de qualité Spectrosil comporte moins de 12 défauts (de taille supérieure au μm) diffusants par cm^3 .

D'autre part, ces résultats laissent envisager que l'étape de sustentation pourrait entraîner une légère diminution de la quantité de bulles dans la silice naturelle (3 défauts/ mm^3 contre 8 défauts/ mm^3). Etant donné l'ordre de grandeur de la viscosité de la silice à la température de sustentation (10^5 - 10^6 Pa.s à 1920°C d'après la littérature), la seule force due à la poussée d'Archimède ne permet pas de transporter les micro-bulles vers la surface de la goutte, à l'échelle de temps du procédé (15 minutes à 1920°C). En effet, une bulle d'air de rayon R,

immergée dans un fluide de densité ρ_f et de viscosité η_f se déplacera par flottabilité avec une vitesse [Bird-60] :

$$v_f = \frac{2 \rho_f R^2 g}{9 \eta_f} \quad (3-1)$$

où g est l'accélération de la pesanteur et où la densité de la bulle est négligée devant celle du fluide. En prenant $R = 10^{-6}$ m, $\rho_f = 2200$ kg/m³ et $\eta_f = 10^5$ Pa.s, on a $v_f = 5.10^{-14}$ m/s environ.

En outre, les courants de convection qui sont présents dans la goutte, du fait des gradients de température existants en son sein, ne permettent pas non plus d'expliquer une diminution de la densité de micro-bulles pendant la sustentation. En effet, pour le cas du régime laminaire qui nous intéresse, la vitesse de transport convectif peut être estimée par [Hart-71] :

$$v_c = A \frac{g \alpha_f (\Delta T)^{\max} R_G^2 \rho_f}{\eta_f} \quad (3-2)$$

où R_G est le rayon de la goutte de fluide (de l'ordre du cm), α_f le coefficient de dilatation thermique volumique du fluide, $(\Delta T)^{\max}$ la différence de température à l'échelle de la goutte, et A une constante qui dépend de la configuration géométrique, de l'ordre de 10^{-2} en pratique. Typiquement, on estime que $(\Delta T)^{\max}$ est de l'ordre de 50 K [Barbé-00], ce qui conduit, en prenant $R_G = 10^{-2}$ m et $\alpha_f = 10^{-6}$ K⁻¹, à $v_c = 10^{-11}$ m/s environ.

En conclusion, ni la flottabilité, ni les courants de convection ne peuvent expliquer une diminution de la densité de micro-bulles lors de la sustentation du verre de silice à 1920°C, en raison d'une viscosité trop importante. Cependant, même si nous ne sommes pas en mesure de proposer une explication théorique satisfaisante à l'heure actuelle, cette diminution de la densité de bulles, observée expérimentalement en tomographie, nous semble significative.

Enfin, si les défauts diffusants observés apparaissent comme étant très probablement des micro-bulles, on remarquera que la tomographie à balayage laser n'a pas permis de mettre en évidence de fissures ou de micro-fissures dans les échantillons de verre regardés.

3.2.4.3.2.3 Perspectives : analyse du verre de silice par microscopie acoustique

Dans le but de confirmer ce résultat important*, des observations par microscopie acoustique vont être réalisées en collaboration avec le Laboratoire d'Analyse des Interfaces et de Nanophysique (LAIN) de l'Université Montpellier II. Si la limite de résolution atteignable par l'imagerie acoustique est comparable à celle des méthodes optiques comme la tomographie (de l'ordre de quelques μm), les méthodes acoustiques permettent généralement d'obtenir des contrastes plus forts dans des matériaux tels que les verres. En outre, l'étude engagée devrait permettre de rechercher d'éventuelles inhomogénéités des propriétés mécaniques (vitesses de propagation, module de Young...). De la même façon qu'il n'a jamais été, à notre connaissance, clairement montré quelle pouvait être l'influence de micro-bulles sur l'amortissement interne, nous ne connaissons pas l'effet d'inhomogénéités des propriétés mécaniques dans les matériaux possédant des facteurs de qualité très élevés. Toutefois, cette étude nous est apparue intéressante car la mise en évidence de telles inhomogénéités pourrait traduire la présence de contraintes internes qui, elles, sont clairement identifiées comme étant dissipatives (voir Chapitre 5).

3.2.4.3.2.4 Mesures de biréfringence

Un matériau isotrope peut, lorsqu'il est soumis à des contraintes mécaniques, devenir anisotrope, cela se traduisant par des inhomogénéités d'indice optique [Acloque-60]. Dans ce cas, les vitesses de propagation de deux ondes électromagnétiques polarisées normalement seront différentes ; le matériau est alors dit biréfringent. On peut montrer que cette différence d'indice optique Δn est proportionnelle à la différence de contrainte $\Delta\sigma$:

$$\Delta n/n \approx C\Delta\sigma \quad (3-3)$$

Dans le cas du verre de silice, on peut estimer la valeur de C, appelée constante photoélastique (ou coefficient de Brewster), à $3.10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ environ [Aben-93].

Des mesures de biréfringence dans un verre de silice synthétique de qualité Suprasil 3 ont été réalisées dans le cadre de ce travail. Le dispositif expérimental utilisé (CEA-Grenoble/LETI/DTS/SCPC) est basé sur la mesure de l'angle limite de réflexion totale. Sa description est donnée en Annexe 5.

Etant donné la profondeur de pénétration du faisceau utilisé (de l'ordre de la longueur d'onde, soit environ $1 \mu\text{m}$) il est important de préciser que la mesure de biréfringence est surfacique, puisqu'elle ne prend en compte qu'une épaisseur d'environ $1 \mu\text{m}$. Or nous avons

* Il est bien connu que les fissures et/ou craquelures peuvent générer des niveaux d'amortissement interne très important, comme par exemple dans les céramiques [Ashby-89].

montré précédemment que l'usinage et le polissage des échantillons entraînait une couche surfacique de défauts dont l'épaisseur a été estimée à 20 μm environ. Afin d'avoir une information relative à la nature du verre regardé et non à son état de surface, nous avons envisagé d'effectuer ces mesures de biréfringence également sur des échantillons après attaque chimique visant à éliminer cette couche surfacique de défauts.

	Angle limite de réflexion θ_c		Indice optique n
	Polarisation TE	Polarisation TM	
Suprasil 3 (surface après polissage)	-25,55° +/- 0,02°	-25,55° +/- 0,02°	1,4567 +/- 10⁻⁴
Suprasil 3 (surface attaquée 5 min)	-25,55° +/- 0,02°	-25,55° +/- 0,02°	1,4567 +/- 10⁻⁴
Suprasil 3 (surface attaquée 20 min)	(Etat de surface ne permettant pas d'effectuer la mesure)		

Tableau 3-5

Mesure d'indice optique dans le verre Suprasil pour deux ondes polarisées à 0 et 90° (mesure de biréfringence)

Comme nous l'avons montré, l'état de surface du verre se dégrade rapidement au cours de l'attaque chimique, pouvant à l'extrême entraîner un complet dépolissage. Si au bout de 5 min d'attaque, l'état de surface est encore suffisamment correct pour permettre la mesure, ce n'est plus le cas pour des temps d'acidage plus longs. Il en résulte que les mesures de biréfringence n'ont pu être effectuées que dans la couche surfacique, et non dans le volume du verre. Cette information partielle est toutefois intéressante car elle devrait conduire à une estimation de l'état de contrainte dans la couche surfacique de défauts. Comme le montre le **Tableau 3-5**, l'indice optique est mesuré avec une précision de 10^{-4} , et il est le même quelle que soit la polarisation du faisceau incident, pour le verre non attaqué et attaqué 5 min. Cela signifie que la biréfringence d'indice $\Delta n/n$ en surface du verre Suprasil 3 est inférieure à 10^{-4} ce qui se traduit, en utilisant la relation (3-3), par un niveau de contraintes de moins de 20 MPa. Ce résultat nous paraît logique puisque l'ordre de grandeur des contraintes générées par les outils de coupe et/ou de polissage se situe plutôt autour du MPa (voir Chapitre 5).

Enfin, signalons que la teneur admissible pour les contraintes internes dans un verre de qualité optique se situe aux environs de 0,4 MPa [Zarzycki-82]. Il en résulte que pour pouvoir détecter des niveaux de contraintes internes inférieurs au MPa, il faut être capable de mesurer une différence d'indice optique de l'ordre de 10^{-6} . Dans la pratique, on préférera mesurer une

différence de trajet optique : un faisceau de lumière sera d'autant plus dévié que le milieu qu'il traverse présentera une inhomogénéité d'indice optique importante. De telles expérimentations sont délicates et nécessitent la mise en place d'un banc d'interférométrie spécialement dédié à ce type de mesure.

3.3 - Etude des propriétés vibratoires du saphir monocristallin et de verres métalliques massifs

3.3.1 - Etude expérimentale du saphir monocristallin

Comme on l'a vu au Chapitre 1, le saphir monocristallin peut être un matériau potentiellement intéressant en tant que résonateur mécanique à haut facteur de qualité. En effet, il permettrait d'obtenir des facteurs de qualité de l'ordre de 10^8 à température ambiante, pour certaines géométries particulières [Bagdasarov-75]. Dans le cadre de cette étude, les facteurs de qualité des échantillons en saphir ont été mesurés pour la géométrie test (disque-tige). Une première série d'échantillons (d'épaisseur de disque 0,5 mm), élaborée dans le cadre de ce travail par la technique du préformage local, a conduit à des valeurs de Q de l'ordre de 10^5 (voir **Tableau 3-6**). Afin de déterminer si ces valeurs limitées étaient dues à un mauvais état de surface, une deuxième série d'échantillons a pu être caractérisée. Pour ces échantillons (d'épaisseur 0,7 mm), élaborés hors du cadre de ce travail de thèse, la qualité de l'état de surface obtenue a été grandement améliorée, puisqu'elle est supérieure à celle des échantillons silice. Malgré tout, les valeurs de Q obtenues pour cette deuxième série sont beaucoup plus faibles que celles des échantillons en silice : elles ne dépassent pas le million. Enfin, signalons que nous n'avons pas observé d'influence de l'orientation cristalline de l'échantillon sur les valeurs de Q mesurées.

Cet amortissement interne important, que nous tenterons d'expliquer de façon théorique au Chapitre 4, associé à l'extrême difficulté d'usiner et de polir des formes complexes en saphir, font que ce matériau présente un intérêt limité pour la réalisation de résonateurs mécaniques de faible épaisseur (de l'ordre du millimètre).

Fréquence du mode utile (Hz)	Q (en millions)	Epaisseur du disque (mm)	Référence de l'échantillon
13 640	0,13	0,5	saphir1
15 024	0,12	0,5	saphirCT
14 088	0,15	0,5	170401
19 744	0,45	0,7	saph_assemb_1
19 402	0,57	0,7	saph_assemb_2
18 592	0,66	0,7	saph_assemb_3

Tableau 3-6

Facteurs de qualité mesurés sur les échantillons disque-tige en saphir monocristallin

3.3.2 - Etude des propriétés vibratoires d'un verre métallique

3.3.2.1 - Présentation des résultats

Comme nous l'avons vu au 3.1.2 - l'état de surface des échantillons bruts de coulée n'étant pas parfait, un léger polissage a été effectué. Même si la qualité de la surface obtenue est moins bonne que celle des échantillons en silice et en saphir, elle nous a néanmoins semblé acceptable pour permettre d'évaluer un ordre de grandeur pour le facteur de qualité du verre métallique à base Pd (voir **Tableau 3-7**). En ce qui concerne le verre à base Zr, la synthèse de l'alliage amorphe a pu être réalisée, mais les conditions de remplissage de la lingotière lors de la coulée n'ont malheureusement pas permis d'élaborer un échantillon de géométrie test.

Formule (composition atomique)	Q (en millions)	Fréquence du mode (Hz)	Référence de l'échantillon
Pd ₄₀ Ni ₁₀ Cu ₃₀ P ₂₀	0,13	10 688	Pd_4_1

Tableau 3-7

Facteur de qualité mesuré sur un échantillon de géométrie test en verre métallique

3.3.2.2 - Discussion

Comme le montre le **Tableau 3-7**, l'amortissement intrinsèque présenté par le verre métallique regardé (base Pd) est bien supérieur à celui des verres de silice. Il convient toutefois de rappeler que l'échantillon présente un état de surface en rien comparable à celui des échantillons en silice. En effet, les conditions actuelles d'élaboration ne permettent pas un parfait remplissage

de la lingotière, si bien qu'il n'a pas été possible, à partir des échantillons coulés, d'obtenir une géométrie parfaite, même après usinage et polissage. Cependant, le résultat de cette estimation est important. En effet, aucune mesure d'amortissement n'a, à notre connaissance, été réalisée dans les verres métalliques à température ambiante. On ne connaissait donc pas l'intérêt que pouvait représenter ces matériaux avant cette étude (voir Chapitre 1). De plus, même si nous n'avons pu déterminer qu'un ordre de grandeur pour la dissipation, nos expérimentations sur la silice et le saphir ont montré que l'augmentation de Q avec l'amélioration de la qualité de l'état de surface était bien réelle. En ce sens, nous pensons qu'un travail important de mise au point du procédé sera nécessaire pour permettre d'obtenir des échantillons de qualité satisfaisante.

Même si les valeurs de Q de ces matériaux n'atteindront jamais celles de la silice dans nos conditions d'utilisation (nous en verrons la raison théorique au Chapitre 4), les verres métalliques pourraient toutefois présenter un intérêt, lié au fait que ces matériaux sont conducteurs. En effet, on sait que l'excitation et la détection de la vibration dans l'application GRH est de type capacitive, et nécessite donc la réalisation d'un dépôt métallique dans le cas où le matériau utilisé pour le résonateur est isolant. Cette étape de métallisation entraînant une dégradation non négligeable du facteur de qualité, l'utilisation d'un matériau déjà conducteur pourrait être intéressante.

3.4 - Conclusion de l'étude expérimentale

L'étude expérimentale réalisée sur la silice amorphe s'est orientée autour de deux grands axes. Tout d'abord, il s'agissait d'évaluer les propriétés vibratoires de différentes qualités de verres, et plus particulièrement de comparer leurs facteurs de qualité à des fréquences proches de 10 kHz. Il a ainsi été montré que les silices synthétiques (de type Spectrosil et Suprasil) présentent des amortissements intrinsèques qui sont inférieurs à ceux des silices naturelles (de type ST10 et Herasil) de près d'un ordre de grandeur. L'éventuelle influence de l'étape de sustentation telle qu'elle a été réalisée n'a pas pu être démontrée.

Par ailleurs, nous avons vu que l'obtention de facteurs de qualité allant du million à la dizaine de millions n'était possible qu'à condition d'attacher une importance toute particulière aux étapes d'usinage et de polissage, et surtout d'effectuer un traitement de surface post-élaboration. En ce sens, le protocole d'attaque chimique à l'acide fluorhydrique développé dans ce travail a permis d'améliorer très significativement les facteurs de qualité des échantillons en verre de silice. D'une façon générale, l'attaque chimique entraîne la dissolution d'une couche surfacique de défauts, générée lors des étapes d'usinage et de polissage, et permet de révéler les propriétés intrinsèques de la silice monolithique. L'amélioration du facteur de qualité est cependant difficile

à prévoir de façon quantitative. En effet, comme nous l'avons vu, certains paramètres dissipateurs peuvent intervenir en cours d'attaque, telle que l'existence d'un mode parasite proche en fréquence du mode utile, et dont la proximité peut varier en cours d'attaque. Enfin, de façon plus insidieuse, le polissage peut générer localement des perturbations dans le verre qui ne sont révélées qu'après attaque. Les échantillons qui présentent ainsi une surface dépolie localement après acidage présentent des facteurs de qualité moins élevés. Tous ces paramètres font qu'il est très délicat de prévoir d'une part, la valeur du facteur de qualité immédiatement après polissage, et d'autre part sa valeur finale après acidage.

Enfin, nous avons essayé de comprendre d'où provenaient ces différences de comportement vibratoire. Pour cela, une série de caractérisations optiques, chimiques et acoustiques a été effectuée. Il a ainsi pu être mis en évidence que les silices synthétiques se distinguaient des naturelles sur deux aspects : la concentration d'impuretés et la teneur en défauts microscopiques (essentiellement des bulles). Au niveau des impuretés, on a vu que les verres synthétiques contenaient des traces d'impuretés métalliques très faibles (inférieures au ppm), mais pouvaient contenir du chlore (entre 1 et 200 ppm selon les qualités) et des groupements OH (jusqu'à 1000 ppm) en quantité beaucoup plus importante que dans les silices naturelles. En revanche, aucun défaut microscopique n'a pu être observé dans la silice synthétique, à l'inverse des silices naturelles qui contiennent des bulles (dont la taille observée est de l'ordre du μm) en quantité importante. Enfin, à l'échelle nanométrique (typiquement 5 à 100 Å), les différentes qualités de silice étudiées sont parfaitement similaires.

Partant de ces observations, nous avons essayé de comprendre quels étaient les phénomènes qui peuvent être reliés à une éventuelle limitation des propriétés vibratoires. Pour cela, nous verrons au Chapitre 4 si les données de littérature peuvent répondre à certaines de ces interrogations. Enfin, nous avons tenté de développer quelques modèles théoriques, qui, comme on le verra au Chapitre 5, permettent d'éclaircir un certain nombre de points n'ayant pu ou pas été abordés dans la littérature.

Chapitre 4 - Interprétation des résultats fondée sur la littérature

4.1 - Transport irréversible sous l'effet d'un gradient de température : thermoélasticité	76
4.1.1 - Origine de la dissipation.....	76
4.1.2 - Influence de la nature du matériau	77
4.1.3 - Influence de la géométrie du résonateur	80
4.1.4 - Influence de la fréquence	80
4.1.5 - Influence de la température	81
4.2 - Transport irréversible sous l'effet d'un gradient de concentration	82
4.2.1 - Cas des verres d'oxydes	82
4.2.1.1 - Teneur en OH.....	82
4.2.1.2 - Teneur en impuretés (modificateurs de réseau).....	83
4.2.2 - Cas des matériaux cristallins	86
4.3 - Influence du gaz environnant : dissipation en régime moléculaire	87
4.3.1 - Loi de variation de la dissipation	87
4.3.2 - Limitation du modèle : régimes de pression, nombre de Knudsen	88
4.3.3 - Application à l'étude de l'influence de la présence d'électrodes au voisinage du résonateur	88
4.4 - Dissipation due à l'état de surface	90
4.4.1 - Etat de l'art : cas du verre de silice	90
4.4.2 - Attaque chimique du verre de silice.....	90
4.5 - Autres mécanismes de dissipation.....	92
4.5.1 - Relaxation structurale.....	92
4.5.2 - Dissipation par relaxation de phonons	93
4.5.3 - Dissipation par relaxation d'électrons.....	95
4.6 - Conclusion.....	97

Au Chapitre 1 nous avons exprimé le facteur de qualité sous la forme d'une somme de termes indépendants relatifs à chaque source de dissipation dans le système. Un grand nombre de mécanismes de dissipation a été identifié et décrit dans la littérature. Pour certains, on sait évaluer l'ordre de grandeur de la dissipation qu'ils génèrent. Nous présentons dans ce chapitre les mécanismes de dissipation pouvant limiter l'intérêt d'un matériau en tant que résonateur

mécanique à haut facteur de qualité. Il serait trop exhaustif de décrire dans ce cadre chaque mécanisme de dissipation rencontré dans les matériaux*, ainsi nous ne développerons volontairement pas les phénomènes d'amortissement relatifs aux matériaux ne pouvant permettre d'atteindre des facteurs de qualité supérieurs à 10^5 tels que les polymères, les céramiques poreuses, le bois ou les métaux à forte teneur en dislocations par exemple.

4.1 - Transport irréversible sous l'effet d'un gradient de température : thermoélasticité

4.1.1 - Origine de la dissipation

L'origine de cette source de dissipation [Zener-38] provient du fait qu'une contrainte appliquée à un échantillon peut entraîner des différences de température à l'intérieur même de l'échantillon. Il en résulte un flux de chaleur visant à annuler ces gradients de température. Ce mécanisme irréversible conduit à une création d'entropie et donc à une dissipation d'énergie dans le système (théorème de Gouy-Stodola[#]). Considérons à titre d'exemple le cas des oscillations en flexion d'une plaque encastree à une extrémité et libre à son autre extrémité (voir **Figure 4-1**). Il est possible d'évaluer l'énergie dissipée suite au transfert de chaleur (voir détails du calcul en Annexe 7). Nous ne nous intéressons ici qu'au cas le plus important en pratique où la période de la vibration est très faible devant le temps caractéristique associé au transfert de chaleur :

$$Q_{th}^{-1} = \frac{|\dot{E}|}{\omega E_0} \approx \frac{Y \alpha^2 T}{C} \frac{D_{th}}{\omega e^2} \quad (4-1)$$

avec :

Y : module de Young [Pa]

α : coefficient de dilatation thermique linéaire [K^{-1}]

T : température [K]

D_{th} : coefficient de diffusivité thermique [$m^2.s^{-1}$]

C : chaleur spécifique par unité de volume [$J.K^{-1}.m^{-3}$]

* Le lecteur intéressé pourra se référer aux ouvrages suivants : [Zener-38][Nowick-72][De Batist-72][Schaller-01].

théorème de Gouy-Stodola [Bejan-88] : « Whenever a system operates irreversibly, it destroys work at a rate that is proportional to the system's rate of entropy generation, that is: $\dot{W}_{lost} = -T_0 \dot{S}_{irr}$ »

e : épaisseur de la plaque [m]

Avec ces notations, la condition définissant le régime des hautes fréquences (appelé également régime quasi-adiabatique dans l'Annexe 7) s'écrit donc : $\omega \gg D_{th}/e^2$

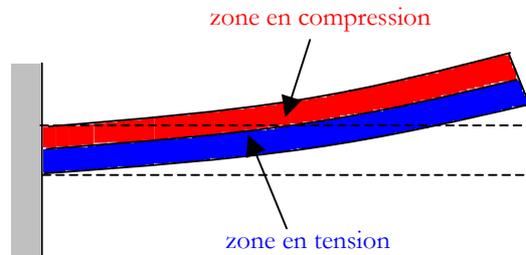


Figure 4-1

Oscillations en flexion d'une plaque : pendant une demi-période une zone est en compression et se réchauffe, l'autre zone est en tension et se refroidit. La demi-période suivante, c'est l'inverse.

Comme le montre l'équation (4-1), la dissipation Q_{th}^{-1} associée à la thermoélasticité dépend de plusieurs paramètres :

- les propriétés thermiques ($Q_{th}^{-1} \propto \frac{\alpha^2 D_{th}}{C}$) et mécaniques ($Q_{th}^{-1} \propto Y$) du matériau
- la géométrie du résonateur, via la longueur caractéristique sur laquelle s'établit le gradient de température ($Q_{th}^{-1} \propto \frac{1}{e^2}$)
- la fréquence de vibration ($Q_{th}^{-1} \propto \frac{1}{\omega}$ pour le cas des hautes fréquences qui nous intéresse dans les applications)
- la température ($Q_{th}^{-1} \propto T$)

Nous allons développer en détails l'influence de chacun de ces différents paramètres en réalisant l'application numérique de l'équation (4-1).

4.1.2 - Influence de la nature du matériau

Les données nécessaires à la détermination numérique de Q_{th}^{-1} sont fournies en Annexe 9. L'application numérique de l'équation (4-1) montre que, toute chose étant égale par

ailleurs, la dissipation Q_{th}^{-1} peut varier de plusieurs ordres de grandeur selon la nature du matériau considéré (*Figure 4-2*) : dans les métaux qui présentent un coefficient de dilatation et une conductibilité thermique élevés, les niveaux de dissipation générés pourront atteindre des valeurs importantes (de l'ordre de 10^{-4} à 10^{-5} à 10 kHz dans le cas du cuivre à 300 K pour une épaisseur de 1 mm), les rendant difficilement utilisables en tant que résonateur mécanique à haut facteur de qualité (supérieur à 10^6) dans nos conditions d'utilisation. Il est toutefois intéressant de constater que le verre métallique à base Zr présente un niveau de dissipation thermoélastique relativement faible en comparaison avec les métaux courants. Nous ne disposons malheureusement pas de données concernant les constantes thermiques pour la famille de verres métalliques à base Pd ; une perspective de notre étude est donc l'évaluation des propriétés physiques en général des verres métalliques. Cependant, il est raisonnable de penser que la dissipation thermoélastique dans ces matériaux sera de toute façon bien supérieure à celle dans la silice amorphe. En effet, la silice possède un coefficient de dilatation et une diffusivité thermique très faibles (respectivement $5,5 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ et $8,6 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$), et présente donc des pertes thermoélastiques faibles : $Q_{th}^{-1} < 10^{-9}$ à 10 kHz (*Figure 4-2*).

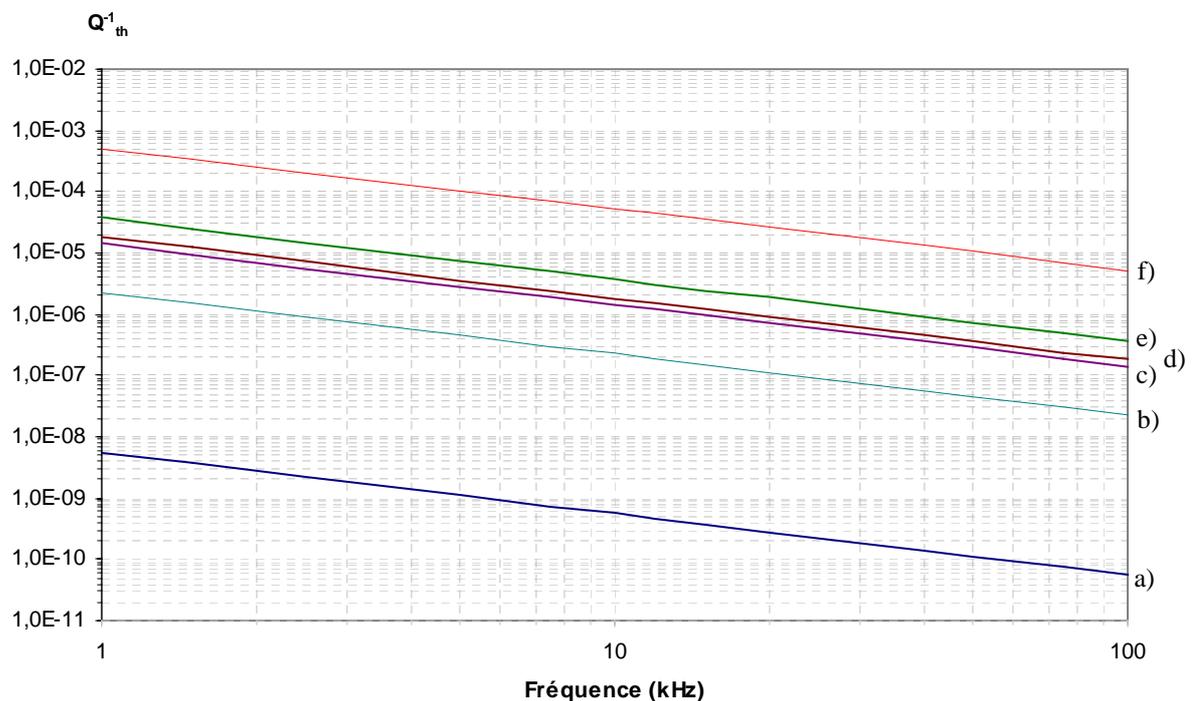


Figure 4-2

Dissipation par relaxation thermoélastique dans le cas des vibrations de flexion d'une plaque de 1 mm d'épaisseur, à 300 K (courbes théoriques)
a) silice amorphe ; b) verre métallique Zr-Ti-Cu-Ni-Be ; c) silicium ; d) quartz ; e) saphir ;
f) cuivre

On remarque également que le saphir, matériau pouvant présenter des facteurs de qualité très élevés à basse température et pour des échantillons de diamètre ou épaisseur importante [Bagdasarov-75], présente un niveau de dissipation thermoélastique critique dans nos conditions d'utilisation. Comparons à présent cette source de dissipation théorique avec les résultats expérimentaux obtenus sur les échantillons en saphir, présentés au Chapitre 3. Comme le montre la **Figure 4-3**, les faibles valeurs des facteurs de qualité expérimentaux mesurés sur les échantillons disque-tige en saphir ($Q < 10^6$) sont effectivement liées à l'importance de la dissipation thermoélastique dans ce matériau. Pour des résonateurs d'épaisseur plus importante, on voit qu'il est possible d'obtenir des facteurs de qualité plus élevés, mais qui restent inférieurs de plusieurs ordres de grandeur à ceux mesurés sur les échantillons en silice. Cela explique pourquoi nous ne nous sommes pas focalisés sur le saphir dans le cadre de cette étude.

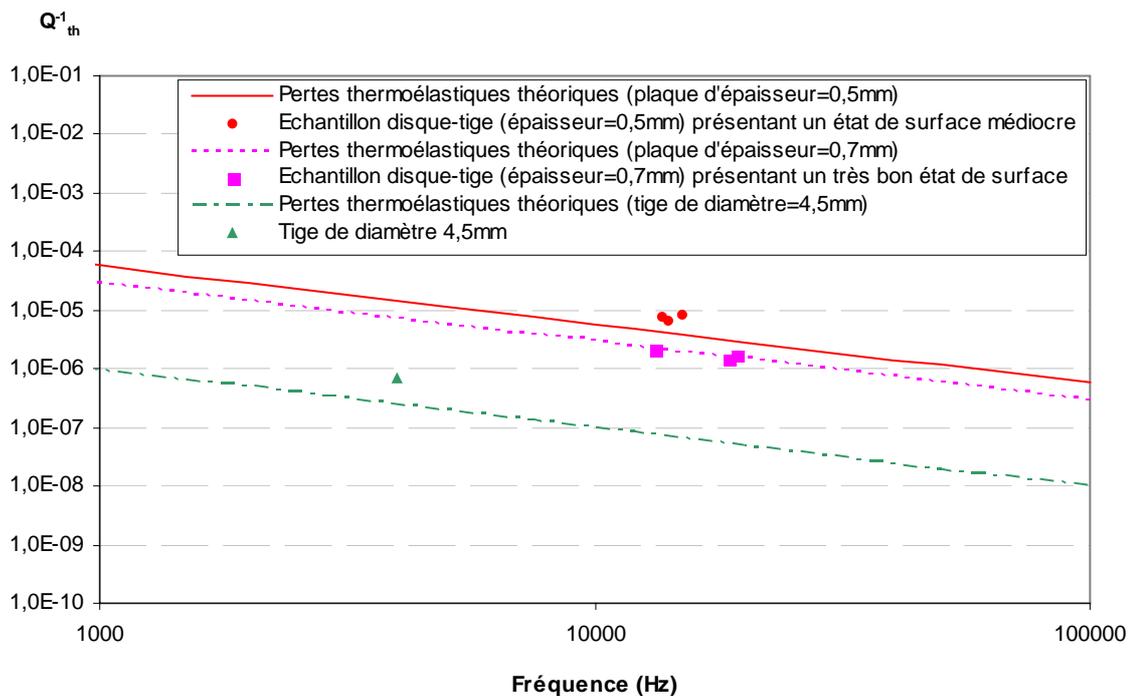


Figure 4-3

Comparaison des facteurs de qualité expérimentaux obtenus sur le saphir avec la dissipation théorique générée par thermoélasticité

Signalons enfin que, par rapport à la diffusivité thermique et au coefficient de dilatation, les autres paramètres physiques intervenant dans l'équation (4-1) tels que le module

de Young ou la chaleur spécifique diffèrent relativement peu pour les matériaux considérés ici et interviendront donc peu dans les valeurs de Q_{th}^{-1} .

4.1.3 - Influence de la géométrie du résonateur

La longueur caractéristique d sur laquelle s'établit le gradient de température a une influence importante sur le facteur de qualité. Selon le cas, la longueur d représentera l'épaisseur ou le diamètre (cas des vibrations de flexion) ou la longueur (cas des vibrations longitudinales) de l'échantillon considéré. Pour l'application GRH, d sera donc l'épaisseur du dôme. L'équation (4-1) montre que $Q_{th}^{-1} \propto 1/d^2$, et si l'on tient compte du fait que pour le mode de vibration utile $\omega \propto d$ [Lalanne-83][Fima-95], une diminution d'un facteur 10 sur l'épaisseur de la plaque aura pour effet d'augmenter Q_{th}^{-1} d'un facteur 1000... Il en résulte que la dissipation thermoélastique constituera une limitation intrinsèque importante pour les facteurs de qualité de résonateurs vibrants de faible épaisseur, et notamment pour les performances des systèmes miniaturisés (type MEMS*).

4.1.4 - Influence de la fréquence

Dans le cas qui nous intéresse, où la période de la vibration est très faible devant le temps caractéristique $\tau_{th} = d^2/D_{th}$ associé au transfert de chaleur (vibrations quasi adiabatiques), on a vu que $Q_{th}^{-1} \propto 1/\omega$. Il en résulte que la dissipation thermoélastique doit diminuer quand la fréquence augmente.

Notons que dans le régime des basses fréquences, dans lequel la période de vibration devient très supérieure à $\tau_{th} = d^2/D_{th}$, on peut montrer que $Q_{th}^{-1} \propto \omega$. Les calculs sont développés et discutés en Annexe 7.

* Micro Electro Mechanical Systems

4.1.5 - Influence de la température

L'influence de la température est délicate à prendre en compte de façon rigoureuse dans l'évaluation théorique de Q_{th}^{-1} . En effet, tous les paramètres physiques intervenant dans l'expression de Q_{th}^{-1} varient avec T . D'après la relation (4-1), la dissipation thermoélastique diminue quand la température décroît. Des mesures effectuées à très basse température (~ 4 K) sur certains matériaux tels le saphir [Bagdasarov-75], le niobium [Braginsky-85], l'aluminium [Braginsky-85] ont permis d'obtenir des valeurs de facteur de qualité très élevées ($> 5.10^7$). Pour notre application, l'intervalle de température à considérer s'étend de -40°C à 90°C , domaine d'utilisation du GRH. Comme le montre la **Figure 4-4**, la dissipation thermoélastique dans la silice varie peu dans cet intervalle de température et reste inférieure à 10^{-9} à 10 kHz. Les données numériques relatives à l'évaluation de Q_{th}^{-1} sont données en Annexe 9.

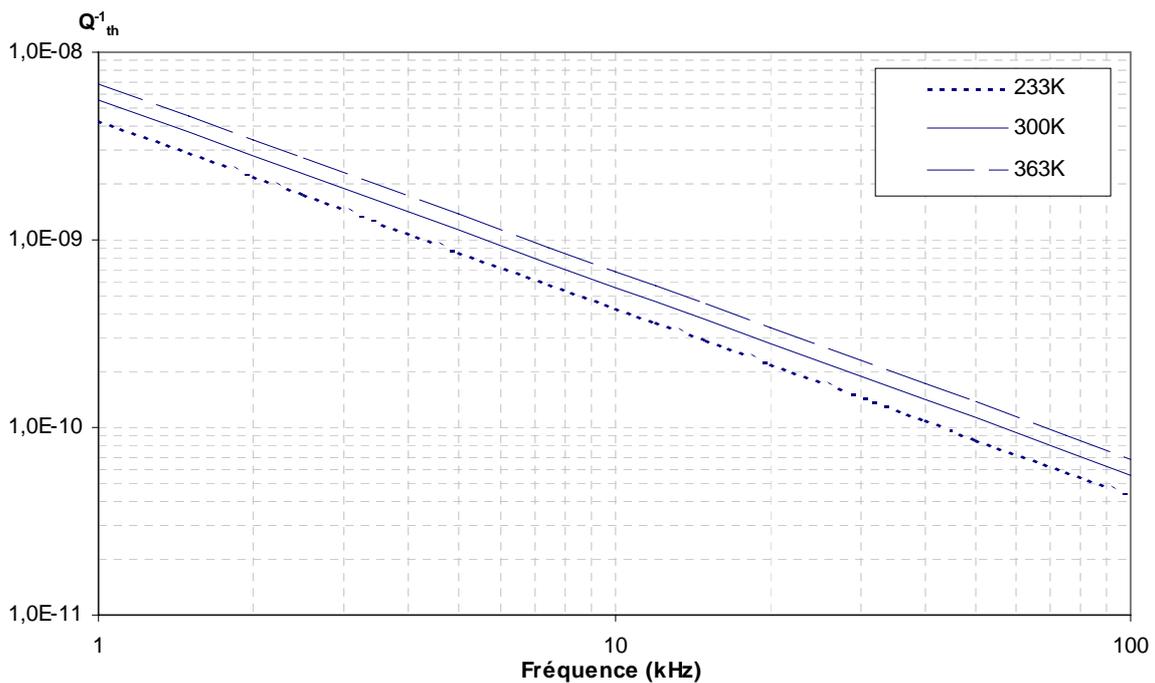


Figure 4-4
Influence de la température sur la dissipation thermoélastique théorique d'une plaque en silice amorphe en flexion (épaisseur 1 mm)

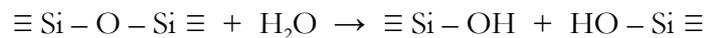
4.2 - Transport irréversible sous l'effet d'un gradient de concentration

Il a été mis en évidence dans la littérature que la présence de zones en tension et en compression peut modifier localement la distribution des impuretés présentes dans le système. Les phénomènes de diffusion qui en résultent (on parle de diffusion sous contrainte) entraîneront de la même façon qu'au paragraphe précédent une création d'entropie et donc la dissipation de l'énergie mécanique dans le système.

4.2.1 - Cas des verres d'oxydes

4.2.1.1 - Teneur en OH

Lors de l'élaboration des verres synthétiques et naturels, il se peut que des molécules d'eau se retrouvent piégées dans le réseau SiO_2 . L'insertion d'une molécule H_2O provoque l'apparition de deux groupements silanols Si-OH [Scholze-80] :



Il a été montré [Scholze-59] que l'eau dissoute dans le verre de silice n'existe que sous la forme de groupements Si-OH libres (voir **Figure 4-5**). Cependant, en présence d'atomes d'oxygène non pontants, il s'établit entre eux et les groupements OH des liaisons hydrogène. Les groupements OH deviennent alors liés.

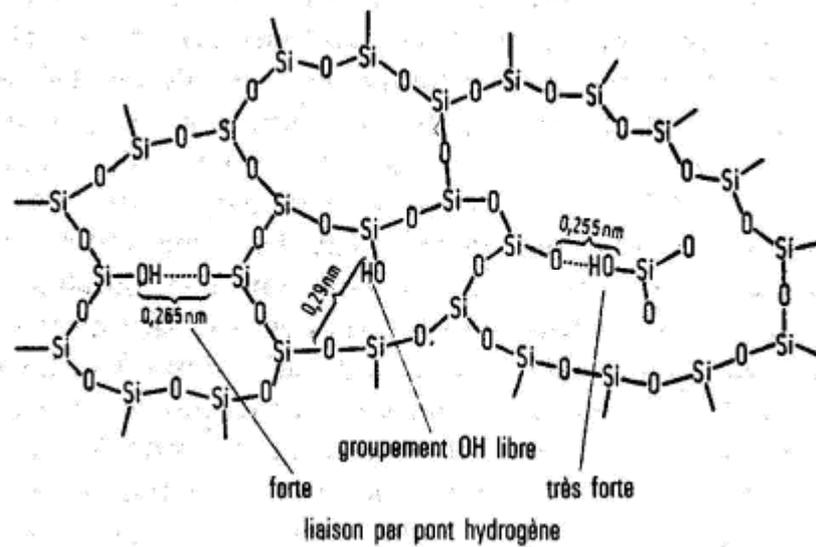


Figure 4-5

Description schématique du réseau de verre de silice contenant des groupements OH, d'après [Scholze-80] (les ions sodium ont été enlevés par rapport à la représentation originale afin de ne pas alourdir le schéma)

Tout se passe finalement comme si ces groupements OH étaient fixés dans le réseau. Ne pouvant par conséquent pas se déplacer, ils ne devraient pas entraîner de phénomène dissipatif de type diffusion ou diffusion sous contrainte. Cela est en accord avec les résultats expérimentaux présentés au Chapitre 3, qui montrent que des variations de 1 à 1000 ppm de la teneur en OH n'ont pas d'effet au premier ordre sur les facteurs de qualité et ne dégraderont pas les performances des résonateurs acoustiques en silice. Par contre, soulignons que la présence de groupements OH est beaucoup plus problématique du point de vue des propriétés optiques [Kirchhof-87][Rose-98]. En effet, les liaisons Si-OH absorbent vers $2,7 \mu\text{m}$ (voir en Annexe 3) ce qui se traduira par un pic d'absorption pour cette gamme de longueurs d'onde qui correspond à des fréquences de l'ordre de 10^{13} à 10^{14} Hz.

4.2.1.2 - Teneur en impuretés (modificateurs de réseau)

Il a été montré dans la littérature [Martinez][Phalippou-83] que d'une façon générale, l'adjonction d'oxydes modificateurs de réseau (type Li_2O , Na_2O , K_2O , CaO ...) dans les verres d'oxydes (verres de silicates en particulier) fait apparaître deux pics de frottement interne T_1 et T_2 à des températures proches de la température ambiante (voir **Figure 4-6**).

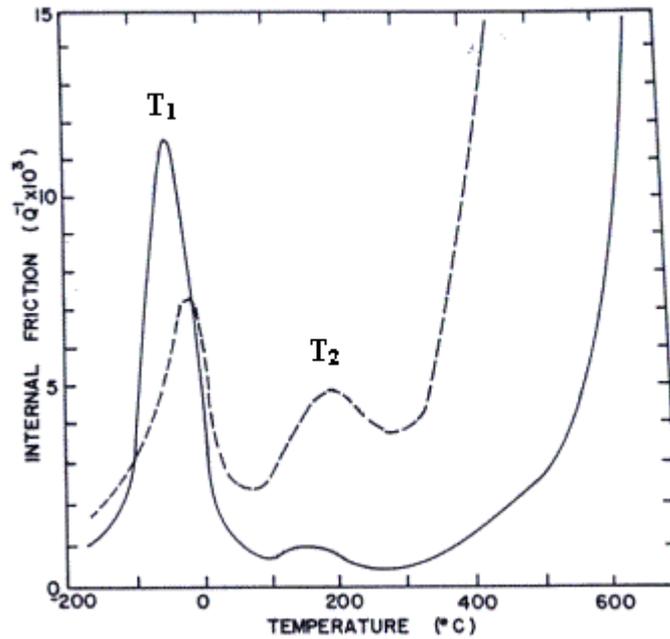


Figure 4-6

Frottement interne dans un verre $\text{Na}_2\text{O}-3\text{SiO}_2$ (pointillés) et dans un verre $\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-6\text{SiO}_2$ (trait plein) à 0,4Hz en fonction de la température, mesuré à l'aide d'un pendule de torsion (d'après [Doremus-94])

Origine du pic T_1 à basse température :

Le premier pic T_1 est attribué [Phalippou-83] à la diffusion sous contrainte des ions alcalins contenus dans le verre. Ce pic de relaxation apparaît à des températures inférieures ou voisines de la température ambiante et pour des fréquences de l'ordre du hertz. On sait que dans un verre, aucune périodicité n'existe au-delà des plus proches voisins. Ce désordre fait que, dans les verres contenant des ions alcalins, ces derniers seront disposés dans des sites thermodynamiquement non équivalents. On pourrait représenter ces ions comme étant situés dans des puits de potentiel. Lorsque le matériau est soumis à une contrainte, l'ion alcalin pourra passer dans un site voisin où son énergie potentielle sera réduite. Cette diffusion sous contrainte ne s'effectue que si l'ion alcalin reçoit une énergie supérieure à celle nécessaire pour franchir la barrière de potentiel séparant les deux niveaux.

Il a été montré que l'intensité de ce pic T_1 augmente avec l'ajout d'oxydes modificateurs (type Li_2O , Na_2O , K_2O , CaO ...) dans le réseau SiO_2 (voir **Figure 4-7**).

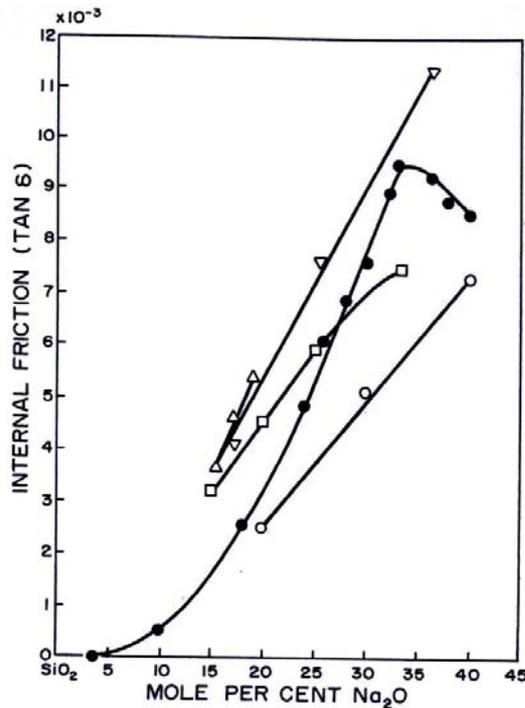


Figure 4-7

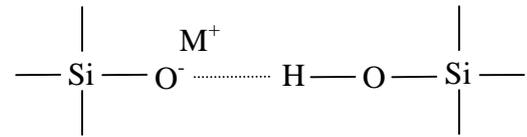
Influence de la concentration en oxyde d'alcalins sur la hauteur du pic de frottement interne (Q^{-1}) dans un verre mixte SiO_2-Na_2O (d'après [Doremus-94]). Les différents symboles correspondent aux résultats expérimentaux cités par R.H. Doremus.

L'influence de la présence d'alcalins sur l'amortissement dans les verres de silice est donc clairement mise en évidence pour des teneurs de l'ordre du pour cent à quelques dizaines de pour cents. En outre, il convient de rappeler que le pic d'amortissement de ce mécanisme se produit à basse fréquence (0,5 Hz environ). Malheureusement, nous ne disposons pas pour ce processus de dissipation de loi de variation de Q^{-1} en fonction de la concentration et de la fréquence. Plutôt que de nous livrer à des extrapolations hasardeuses, il nous est apparu nécessaire de tenter d'estimer de façon théorique un ordre de grandeur pour la dissipation dans les domaines de fréquence et de concentration qui nous intéressent. Cette estimation sera détaillée au Chapitre 5.

Origine du pic T_2 :

Comme dans le cas du pic T_1 , l'origine du second pic de frottement interne, situé entre 100°C et 250°C, est liée à la diffusion sous contrainte. Cependant, l'espèce diffusante fait encore l'objet d'interprétations diverses dans la littérature. On sait aujourd'hui que l'eau dissoute dans le verre participe à l'établissement de cette relaxation. Plusieurs auteurs ont montré que le pic T_2 serait dû à la présence simultanée d'ions alcalins, d'atomes d'oxygène non pontants et de groupements hydroxyles OH [Phalippou-83]. Les groupes hydroxyles, provenant de l'eau

dissoute dans le verre, doivent être liés aux atomes d'oxygène non pontants par une liaison hydrogène. L'entité structurale responsable de l'apparition du pic T_2 peut être schématiquement représentée par :



où M^+ représente le cation alcalin et où la liaison hydrogène est en pointillés.

Ainsi il a été montré qu'avec la diminution de la teneur en eau du verre, le second pic de frottement interne s'atténue progressivement. Il disparaît lorsque la teneur en eau est de quelques ppm [Phalippou-83]. Enfin, il est important de souligner que l'intensité du pic T_2 est de façon générale inférieure à celle du pic T_1 .

4.2.2 - Cas des matériaux cristallins

L'influence des impuretés dans les matériaux cristallins a souvent été étudiée dans la littérature, et notamment dans le cadre d'expériences de diffusion dans les métaux [Philibert-85]. Par exemple, l'application d'une contrainte mécanique peut modifier la géométrie des sites interstitiels d'une maille cristallographique, conduisant les atomes d'impuretés à sauter d'un site à l'autre. Ce phénomène, mis en évidence par J.L. Snoek [Snoek-41], a notamment permis d'observer la diffusion sous contrainte des interstitiels C, N, O dans les métaux cubiques centrés (Fe, Nb, Cr, V,..). Ainsi dans le système Fe-C, on observe un pic d'amortissement à température ambiante et à faible fréquence (0,5 Hz) [Martinez]. Ce phénomène est utilisé pour mesurer avec précision les diffusivités d'impuretés dans les métaux à basse température. Par ailleurs, signalons que des lois de variation $Q^{-1} \propto C_0$ ont déjà été observées expérimentalement, dans des alliages de type Fe-C et Fe-N [Dijkstra-47].

L'effet Snoek décrit donc des phénomènes de diffusion se produisant sur une très courte échelle de longueur (de l'ordre de la distance interstitielle) et relatifs à des impuretés de faible diffusivité. A l'inverse, l'effet Gorsky peut être observé lors du transport d'impuretés sous l'effet d'un gradient de déformation, produit par exemple lors des vibrations de flexion de plaques minces [Gorsky-35]. La fréquence de vibration devra être suffisamment faible, et la diffusivité des impuretés suffisamment élevée, pour que le transport se produise sur une échelle de longueur de l'ordre de l'épaisseur de la plaque, et sur une durée de l'ordre de la période de

vibration. Une application importante de ce phénomène est l'étude de la diffusion de l'hydrogène dans les métaux.

4.3 - Influence du gaz environnant : dissipation en régime moléculaire

4.3.1 - Loi de variation de la dissipation

Indépendamment des mécanismes de dissipation décrits précédemment, qui étaient directement liés à la nature du matériau constituant le résonateur, on observe que la présence de molécules de gaz dans l'enceinte du résonateur constitue une source de dissipation supplémentaire. Un modèle théorique d'évaluation de cet amortissement a été développé dans la littérature dans le cas des vibrations d'un résonateur hémisphérique à basse pression [Fima-95]. A basse pression, c'est-à-dire lorsque le libre parcours moyen des molécules de gaz est supérieur ou égal à la dimension caractéristique de l'enceinte (on parlera alors de régime moléculaire), l'amortissement provient du transfert de quantité de mouvement du résonateur vers les molécules de gaz qui frappent sa surface. En supposant que ces chocs sont élastiques et que la loi de probabilité des vitesses moléculaires est donnée par la distribution de Maxwell-Boltzmann, Fima obtient pour la dissipation :

$$Q_g^{-1} = \sqrt{\frac{32 M_g}{\pi RT}} \frac{P}{\rho e \omega} \quad (4-2)$$

avec :

M_g : masse atomique molaire du gaz [$\text{kg}\cdot\text{mol}^{-1}$]

R : constante des gaz parfaits ($R=8,314 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)

P : pression résiduelle du gaz environnant [Pa]

ρ : masse volumique du résonateur [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]

e : épaisseur du dôme du résonateur [m]

L'application numérique de l'équation (4-2) montre que pour une pression de 10^{-3} mbar , l'amortissement d'un résonateur hémisphérique en silice (ayant une épaisseur de

dôme de 1 mm et vibrant à 5 kHz) est de l'ordre de $2 \cdot 10^{-8}$. Ainsi dans la pratique, il suffira de se placer sous un vide secondaire tel que $P \leq 10^{-4}$ mbar pour s'affranchir des pertes dues au gaz.

4.3.2 - Limitation du modèle : régimes de pression, nombre de Knudsen

Il est important de souligner que ce modèle de dissipation n'est valable que dans une gamme limitée de pression. En effet, lorsque le libre parcours moyen l des molécules de gaz devient inférieur à la dimension caractéristique L de l'enceinte, le milieu devra être considéré comme un fluide visqueux. Typiquement, la frontière entre ces deux régimes peut être estimée à l'aide du nombre sans dimension Kn , dit nombre de Knudsen [Dushman-62] :

$$Kn = l / L \quad (4-3)$$

le libre parcours moyen l étant estimable à partir de la théorie cinétique des gaz. Par convention, le régime est dit moléculaire si $Kn > 1$ et visqueux si $Kn < 10^{-2}$. Dans notre cas, où l'environnement gazeux est l'air et où les dimensions de l'enceinte sont de l'ordre de la dizaine de cm, ce calcul conduit à $Kn=10^{-2}$ pour $P=3 \cdot 10^{-2}$ mbar et $Kn=1$ pour $P=3 \cdot 10^{-4}$ mbar à température ambiante. Il en résulte que lorsque la pression dans l'enceinte sera supérieure à 10^{-4} mbar, le régime ne pourra plus être considéré comme moléculaire.

4.3.3 - Application à l'étude de l'influence de la présence d'électrodes au voisinage du résonateur

Comme nous l'avons vu au Chapitre 1, l'excitation et la détection de l'amplitude de vibration du dôme de GRH se font par des électrodes situées au voisinage du résonateur. En pratique, on observe que la présence de ces électrodes perturbe les oscillations de l'hémisphère, dans le sens où, pour une même pression, le facteur de qualité mesuré est inférieur à celui obtenu en l'absence d'électrodes. Evaluons à l'aide de l'équation (4-3) la frontière entre les régimes moléculaire et visqueux en présence d'électrodes. En prenant pour dimension caractéristique L une longueur de 100 μm (distance typique dôme-électrode dans l'application GRH), il apparaît

que l'on sera en régime visqueux ($Kn < 10^{-2}$) lorsque la pression sera supérieure à 30 mbar, et en régime moléculaire ($Kn > 1$) pour $P < 0,3$ mbar. La présence d'électrodes au voisinage du résonateur a donc pour effet de déplacer la frontière entre les deux régimes vers des pressions plus élevées.

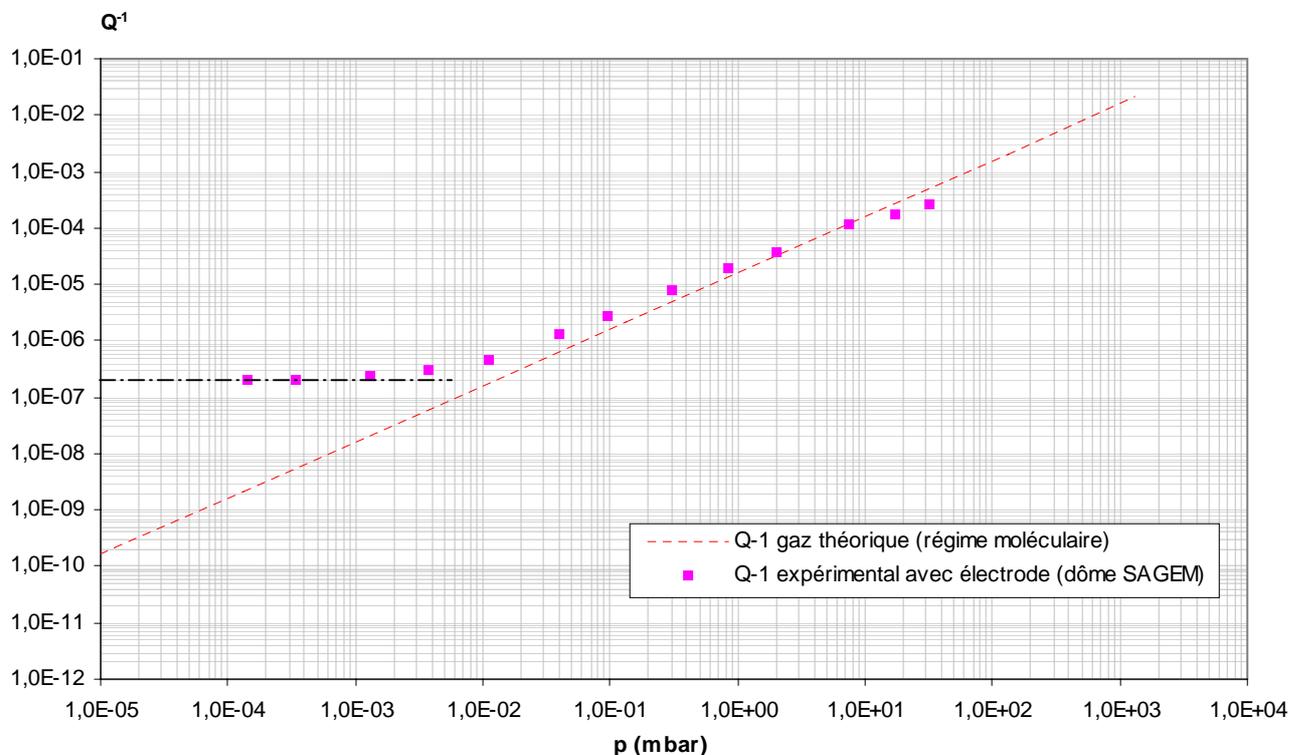


Figure 4-8

Influence de la pression sur l'amortissement d'un résonateur hémisphérique entouré d'électrodes. Confrontation des points expérimentaux (données SAGEM) avec la loi de variation de la dissipation en régime moléculaire [Fima-95].

Comme le montre la **Figure 4-8**, la loi de variation de la dissipation $Q_{\text{molec}}^{-1} \propto P$ en régime moléculaire est en bon accord avec les données expérimentales fournies par SAGEM. On constate également que Q^{-1} atteint une asymptote aux basses pressions, caractéristique d'un mode de dissipation dominant indépendant de la pression.

On vient de voir que la validité du modèle théorique proposé par Fima pour l'évaluation de l'amortissement en régime moléculaire ne peut être vérifiée que dans le cas où le résonateur est entouré d'électrodes. En l'absence d'électrodes, le régime moléculaire correspond à des pressions inférieures à 10^{-4} mbar et ne peut être observé expérimentalement. En effet, à ces pressions l'amortissement n'est plus dominé par l'influence du gaz, mais par les mécanismes de dissipation intrinsèques au matériau constituant le résonateur. Par conséquent, il nous a semblé

intéressant de développer un modèle d'évaluation de la dissipation pour les pressions plus élevées, caractéristiques du régime visqueux. Ce modèle sera présenté au Chapitre 5.

4.4 - Dissipation due à l'état de surface

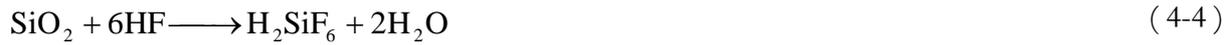
4.4.1 - Etat de l'art : cas du verre de silice

Il a été montré dans la littérature que le facteur de qualité pouvait être amélioré de façon significative : une attaque chimique réalisée sur des échantillons en silice permet d'augmenter Q de près d'un facteur 10 [Danchevskaya-95][Lunin-98]. D'après les auteurs, les étapes de polissage mécanique génèrent une couche surfacique de défauts, qui contient des particules de verre et de matériau abrasif, ainsi que des microfissures et des contraintes sur une épaisseur de quelques dizaines de microns. Il a été montré que l'attaque chimique a pour effet d'éliminer cette couche pour ne laisser que la silice « monolithique », qui s'attaque beaucoup plus lentement. Cependant, les mécanismes qui entrent en jeu dans la dissipation générée par cette couche surfacique de défauts n'ont, à notre connaissance, pas été décrits de façon précise. Une estimation théorique de la dissipation due à cette couche a toutefois été proposée dans le cas de matériaux cristallins [Braginsky-85]. Selon les auteurs, l'usinage et le polissage génèrent, dans la couche surfacique, des microcristallites d'orientation aléatoire entraînant des inhomogénéités dans les flux de chaleur associés à la thermoélasticité. Il en résulte une dissipation thermoélastique supplémentaire, dont l'intensité doit être pondérée par le rapport entre le volume de la couche surfacique de défauts et le volume total de l'échantillon.

4.4.2 - Attaque chimique du verre de silice

L'acide fluorhydrique, en solution aqueuse ou à l'état de vapeurs (il bout à 19,5°C) mélangé à d'autres acides ou à des fluorures, est utilisé depuis longtemps pour l'attaque du verre de silice. Depuis le XVII^{ème} siècle il sert à le décorer, à le doucir, à le polir [Simons-50]. Les réactions chimiques mises en cause, leur cinétique et leurs produits ont été bien décrits dans la littérature [Suire-71].

La dissolution de la silice amorphe SiO_2 dans une solution aqueuse d'acide fluorhydrique HF peut être décrite de façon simplifiée par la réaction chimique :



La réaction (4-4) décrit la libération d'un atome de silicium du tétraèdre SiO_4 et suppose donc que les quatre liaisons siloxanes (Si-O-Si) sont rompues. Cette réaction comporte en réalité plusieurs étapes, comme par exemple la dissolution de l'acide faible (HF) en ions H^+ , F^- et HF_2^- . Les mécanismes détaillés des différentes réactions mises en jeu, ainsi que l'étape cinétiquement déterminante, sont des phénomènes encore mal connus aujourd'hui [Spierings-93]. De même, l'influence de l'agitation des solutions aqueuses lors de l'attaque n'a, à notre connaissance, pas été clairement mise en évidence. En revanche, l'allure des figures d'attaque est bien connue : la surface des échantillons de silice se transforme en cours d'attaque pour faire apparaître des cratères dont la surface latérale augmente progressivement en fonction du temps d'attaque (*Figure 4-9*).

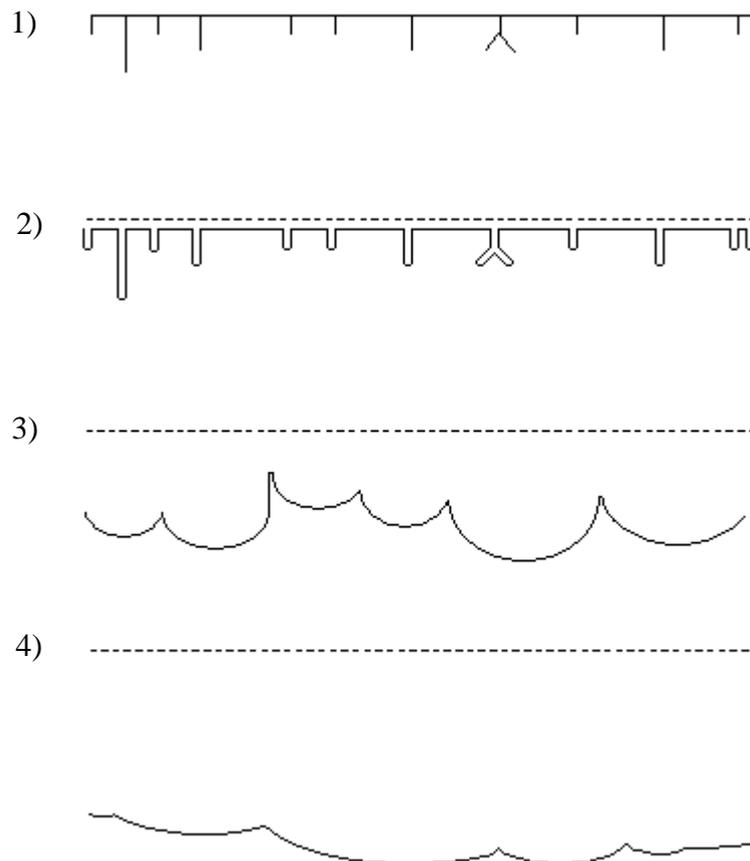


Figure 4-9
 Evolution de la surface du verre de silice poli lors de l'attaque chimique
 (d'après [Spierings-71])

Rappelons que les attaques chimiques réalisées dans cette étude (protocole expérimental, vitesses et figures d'attaque), ainsi que les résultats obtenus en terme d'amélioration du facteur de qualité ont été décrits de façon détaillée au Chapitre 3.

4.5 - Autres mécanismes de dissipation

4.5.1 - Relaxation structurale

Les expériences de frottement interne réalisées sur la silice amorphe SiO_2 mettent en évidence un pic de dissipation à basse température (40 K environ) dont l'intensité augmente avec la fréquence [Fine-54], [Anderson-55]. Cet amortissement n'étant pas observé dans la silice cristalline (quartz), les auteurs l'ont décrit comme le résultat d'une propriété particulière à l'état vitreux : la relaxation structurale. Le mécanisme retenu par les auteurs comme étant le plus probable pour expliquer cette relaxation structurale est relatif au possible mouvement latéral des atomes d'oxygène du réseau SiO_2 entre deux positions équivalentes au niveau énergétique [Kobayashi-94] (voir *Figure 4-10*).

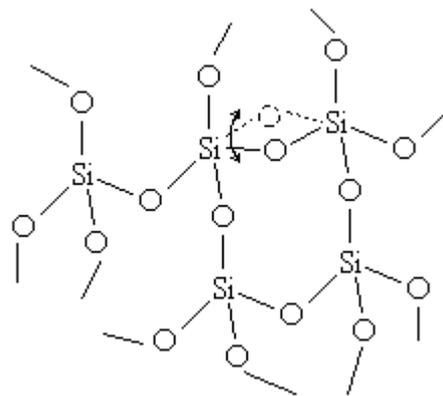


Figure 4-10

Relaxation structurale dans un réseau de silice amorphe engendrée par un déplacement latéral des atomes d'oxygène

Même si la dissipation générée par cette relaxation structurale est maximale à 40 K environ, certains auteurs [Saulson-01] pensent que la limite théorique pour le facteur de qualité de la silice pourrait être liée à un résidu de ce pic de relaxation à température ambiante. Il est malheureusement très difficile d'évaluer précisément l'importance de cette dissipation à température ambiante. En utilisant les quelques données disponibles dans la littérature [Anderson-55], on peut estimer que la fréquence du pic sera de l'ordre de 10^{12} Hz et que

l'intensité de la relaxation sera de l'ordre de 10^{-3} . En extrapolant aux fréquences proches de 10 kHz à partir d'une loi de relaxation de type $Q^{-1} = \Delta \frac{\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2}$ (voir Chapitre 1), la dissipation Q^{-1} associée à cette relaxation structurale ne devrait pas excéder 10^{-9} à température ambiante. Cependant il convient de garder à l'esprit que cette évaluation de l'ordre de grandeur de Q^{-1} est très discutable et qu'à notre connaissance, aucune preuve expérimentale de l'importance de cette relaxation à température ambiante n'a été apportée à ce jour.

4.5.2 - Dissipation par relaxation de phonons

Les vibrations thermiques d'un cristal peuvent être quantifiées, le quantum d'énergie étant appelé phonon [Kittel-83]. L'application d'une contrainte va modifier localement la distribution des fréquences de vibration thermique, ce qui conduit à une dissipation par relaxation vers un état stationnaire. La théorie de ce processus a été introduite en 1938 [Akhiezer-38] puis développée par Bömmel et Dransfeld (1960) [Bömmel-60]. L'expression la plus simple de ce processus de relaxation est la suivante [Braginsky-85] :

$$Q_{\text{ph}}^{-1} = \frac{CT\hat{\gamma}^2}{\rho v^2} \frac{\omega\tau_{\text{ph}}}{1 + (\omega\tau_{\text{ph}})^2} \quad (4-5)$$

avec :

C : chaleur spécifique par unité de volume [$\text{J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{m}^{-3}$]

T : température [K]

$\hat{\gamma}$: constante de Grüneisen (caractérise les anharmonicités dans le réseau cristallin en vibration)

ρ : masse volumique de l'échantillon [$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$]

v : vitesse de propagation de l'onde sonore dans le milieu [$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$]

τ_{ph} : temps de relaxation des phonons [s]

τ_{ph} peut être relié à la conductivité thermique [Kittel-83] :

$$k = \frac{1}{3} C v_D^2 \tau_{\text{ph}} \quad (4-6)$$

avec :

k : conductivité thermique [$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]

C : chaleur spécifique par unité de volume [$\text{J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{m}^{-3}$]

v_D : vitesse moyenne de Debye de propagation de l'onde sonore [$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$] : $\frac{3}{v_D^3} = \frac{1}{v_l^3} + \frac{2}{v_t^3}$ où v_l et

v_t sont les vitesses de propagation de ondes longitudinales et transverses dans le milieu.

On rappelle que les données nécessaires aux applications numériques sont fournies en Annexe 9.

Même si l'expression (4-5) n'est pas rigoureusement exacte, elle permet d'avoir une bonne estimation des pertes engendrées par ce processus*. En combinant les relation (4-5) et (4-6), on obtient pour la dissipation dans le domaine des fréquences proches du kHz ($\omega\tau \ll 1$) :

$$Q_{\text{ph}}^{-1} \approx \frac{3T\hat{\gamma}^2k}{\rho v^2 v_D^2} \omega \quad (4-7)$$

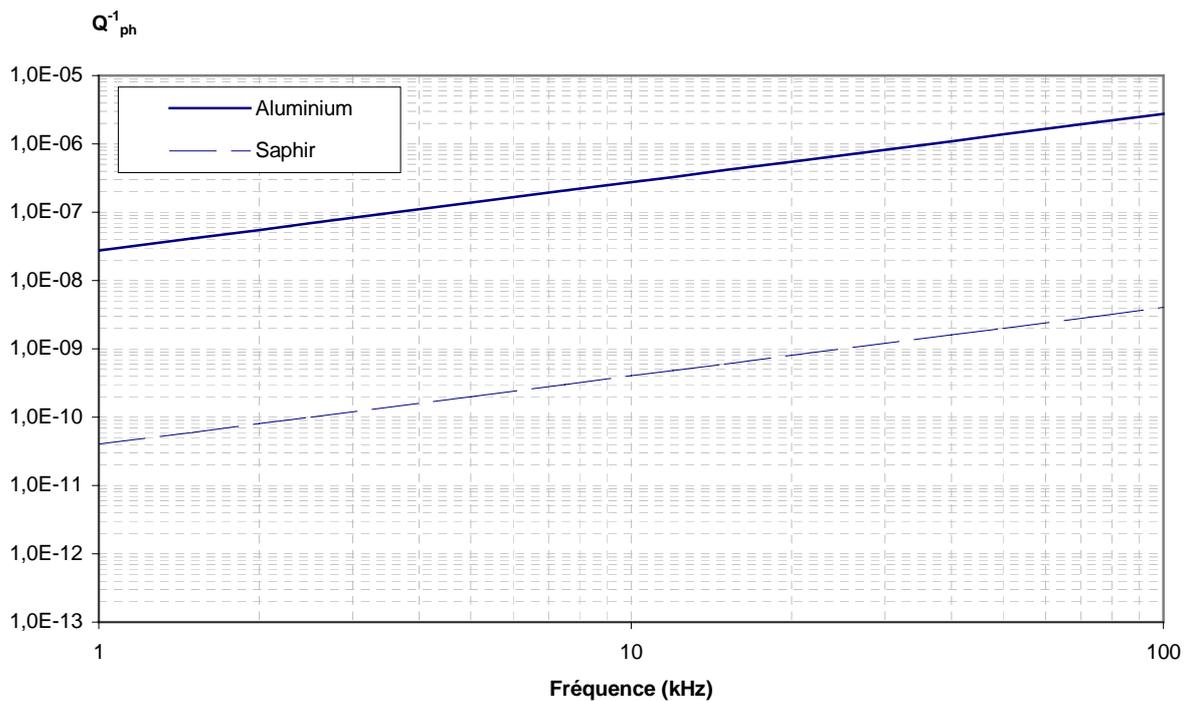


Figure 4-11

Dissipation théorique par relaxation de phonons dans le saphir et l'aluminium à 300 K

Etant donné l'ordre de grandeur du temps de relaxation mis en jeu ($\tau_{\text{ph}} \sim 10^{-12}$ s), ce mécanisme entraîne une atténuation notable (Q^{-1} supérieur à 10^{-7}) dans le cas des ondes de

* En toute rigueur cette expression n'est valable que pour le domaine $\omega\tau \ll 1$ où la longueur d'onde sonore est très grande devant le libre parcours moyen des phonons thermiques.

fréquence supérieure au GHz, ou à très faible température. Aux fréquences considérées (10 kHz) et à température proche de l'ambiante, Q_{ph}^{-1} reste faible (de l'ordre de 10^{-10} pour le saphir, 10^{-7} pour l'aluminium) si bien que cette source de perte ne sera pas prédominante dans notre application.

Enfin, l'application numérique de la formule (4-5) pour le cas de la silice amorphe donnerait, à température ambiante et dans la gamme de fréquence du kHz, une valeur de Q_{ph}^{-1} de l'ordre de 10^{-11} . Bien entendu, la prise en considération d'un tel mécanisme impliquant l'existence de phonons est très discutable dans le cas d'un matériau comme la silice, ne possédant pas d'ordre à longue distance. On peut cependant penser que, vu les ordres de grandeur mis en jeu, ce mécanisme entraînerait dans la silice une dissipation négligeable devant les autres sources de dissipation.

4.5.3 - Dissipation par relaxation d'électrons

Considérons à présent l'onde de vibration se propageant dans un cristal métallique. L'onde peut entraîner une oscillation des cations métalliques du réseau, et donc générer des champs électriques locaux variables, modifiant le mouvement des électrons non liés du système. Si on tient compte du fait que ce gaz d'électrons possède, comme tout fluide, une viscosité interne, le retour vers un état d'équilibre se fera avec une dissipation d'énergie [Nowick-72]. En d'autres termes, la surface de Fermi qui délimite les niveaux d'énergie des électrons du système dans l'état fondamental peut, sous l'effet d'une contrainte appliquée, se déformer. Les électrons occuperont alors des niveaux d'énergie supérieurs, laissant vides des niveaux d'énergie inférieurs, par rapport à l'état sans contrainte [Kittel-83]. Le retour vers un état d'équilibre se fera par relaxation et le temps τ nécessaire à cette relaxation peut être relié à la conductivité électrique du métal par la relation [Nowick-72] :

$$\sigma = \frac{N_v e^2 \tau}{m_e} \quad (4-8)$$

avec :

σ : conductivité électrique du métal [$\Omega^{-1} \cdot m^{-1}$]

N_v : nombre d'électrons par unité de volume [m^{-3}]

e : charge de l'électron [C]

m_e : masse de l'électron [kg]

Une expression de l'intensité de relaxation Δ relative à ce processus est donnée par Nowick [Nowick-72]. Pour des vibrations transverses :

$$\Delta = \frac{1}{5} \frac{N_V m_e v_F^2}{\rho v_t^2} \quad (4-9)$$

où v_F est la vitesse de Fermi et v_t la vitesse de propagation de l'onde transverse dans le milieu. En associant les relations (4-8) et (4-9) on obtient une expression du frottement interne dans le domaine du kHz ($\omega\tau \ll 1$), dans le cas d'une onde transverse :

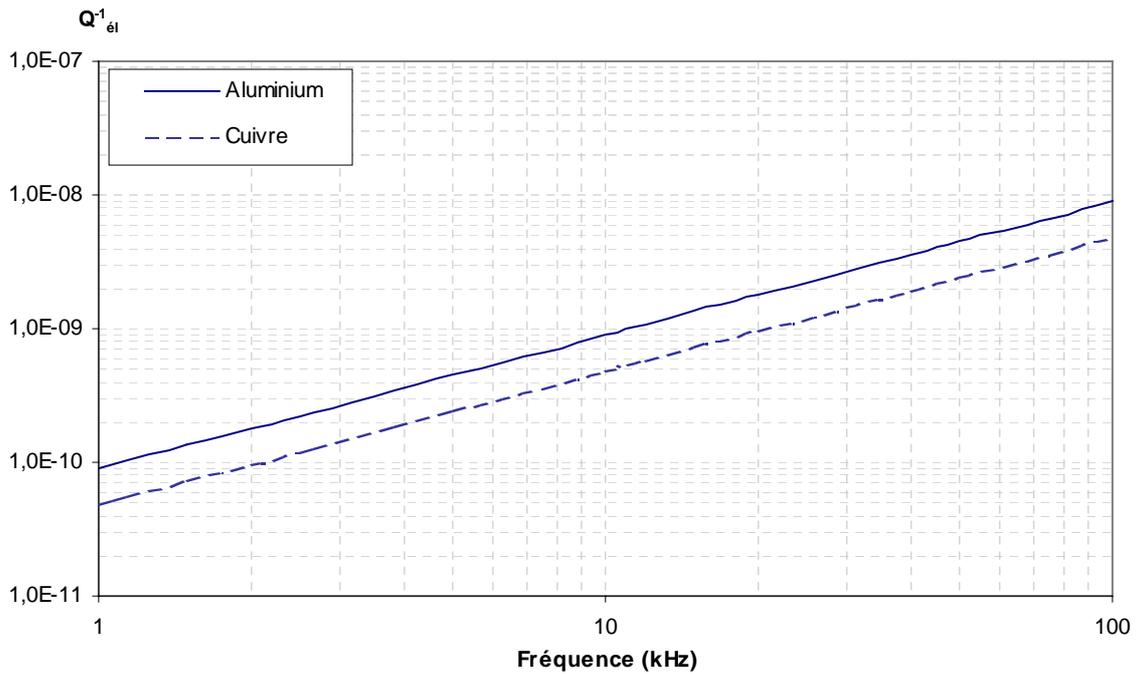
$$Q_{el}^{-1} \approx \frac{2}{5} \frac{\varepsilon_F m_e \sigma}{\rho v_t^2 e^2} \omega \quad (4-10)$$

avec :

$$\varepsilon_F : \text{énergie de Fermi [J]} : \varepsilon_F = \frac{1}{2} m_e v_F^2$$

ρ : masse volumique du métal [kg.m^{-3}]

On rappelle que les données nécessaires aux applications numériques sont fournies en Annexe 9.

**Figure 4-12**

Dissipation théorique à 300 K par relaxation des électrons après interaction phonons-électrons dans l'aluminium et le cuivre

Nous retiendrons que cette source de dissipation, que l'on rencontre essentiellement dans les conducteurs (et parfois semi-conducteurs), est de l'ordre de 10^{-9} aux fréquences proches de 10 kHz (**Figure 4-12**). La relaxation d'électrons sous l'effet d'une contrainte mécanique entraînera une dissipation notable (Q^{-1} supérieur à 10^{-7}) lorsque la fréquence des ondes sera de l'ordre du MHz.

4.6 - Conclusion

Un grand nombre de mécanismes de dissipation ont été étudiés dans la littérature. Pour certains, leur importance peut être déterminée de façon quantitative, ce qui permet d'évaluer l'intérêt potentiel d'une famille de matériaux donnée. Notre démarche a été d'écarter dans un premier temps les matériaux qui présentent des niveaux de dissipation très importants ($Q < 10^5$) dans nos conditions d'utilisation : les polymères, les céramiques poreuses, les métaux à forte teneur en dislocations par exemple. Ensuite, parmi les matériaux qui devraient théoriquement permettre d'atteindre des facteurs de qualité supérieurs à 10^5 , nous avons mis en évidence qu'il existe un critère primordial dans la recherche de matériaux à haut facteur de qualité ($Q > 10^6$) : les pertes générées par thermoélasticité. L'importance de la relaxation thermoélastique étant étroitement liée aux propriétés thermiques, il apparaît que seuls les matériaux possédant un

coefficient de dilatation et une diffusivité thermique peu élevés présenteront des pertes thermoélastiques faibles. C'est pour cette raison que la silice amorphe ($\alpha = 5,5 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$; $D_{\text{th}} = 8,6 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) est, à notre connaissance, le matériau pour lequel l'importance de la relaxation thermoélastique est la plus faible à température ambiante, ce qui la rend extrêmement intéressante pour la réalisation de résonateur à haut facteur de qualité. Nous avons également montré qu'à très basse température (4 K environ) certains matériaux tels que le saphir, le niobium ou l'aluminium, présentent des niveaux de dissipation thermoélastique faibles, leur permettant d'atteindre des facteurs de qualité très élevés ($> 5 \cdot 10^7$). De plus, l'étude théorique de la thermoélasticité est intéressante car elle permet, comme on le verra au Chapitre 5, de rendre compte d'autres sources de dissipation potentielles, telle que la présence de contraintes résiduelles par exemple. Enfin, à basse température, la silice amorphe présente un pic de dissipation attribué à la relaxation structurale (40 K environ).

D'autre part, nous avons vu que de nombreuses mesures de frottement interne ont visé à mettre en évidence l'influence des cations alcalins dans les verres de silice. D'une façon générale, l'introduction d'oxydes modificateurs du réseau SiO_2 dans le verre de silice entraîne l'apparition de pics de relaxation dont l'intensité est liée à la teneur en alcalins. Il apparaît ainsi deux pics T_1 et T_2 à des températures proches de l'ambiante et pour des fréquences de l'ordre du hertz. La teneur en eau dissoute dans le verre joue un rôle dans l'intensité du second pic de relaxation T_2 .

Malheureusement, alors que l'influence des cations alcalins est clairement démontrée lorsque leur concentration est telle que les pics d'amortissement générés sont importants (Q^{-1} de l'ordre de 10^{-3} à 10^{-2}), le cas des faibles teneurs en impuretés (de l'ordre du ppm) est beaucoup moins renseigné. Les études les plus significatives réalisées dans le domaine des hauts facteurs de qualité [Fraser-68][Startin-98] ont permis de mettre en évidence que les silices naturelles présentent de façon quasi systématique des facteurs de qualité inférieurs à ceux des silices synthétiques. Cependant, le rôle des impuretés dans ces observations n'a pas été clairement démontré. En effet, les silices naturelles et synthétiques sont obtenues par des procédés radicalement différents (voir Annexe 1). Par conséquent, les différences entre les facteurs de qualité mesurés peuvent tout aussi bien provenir des impuretés que de la présence éventuelle de défauts structuraux (microfissures par exemple) ou de niveaux de contraintes résiduelles qui pourront varier d'une qualité de silice à l'autre. Dans le but d'apporter quelques éclaircissements à ces nombreuses incertitudes, nous avons développé des modèles théoriques qui sont présentés au Chapitre suivant.

Chapitre 5 - Développement de modèles théoriques pour l'évaluation des processus de dissipation

5.1 - Evaluation de la dissipation liée à la présence de contraintes résiduelles.....	100
5.1.1 - Description du modèle	100
5.1.2 - Discussion	103
5.2 - Application à l'étude de l'influence de la sustentation	103
5.3 - Transport irréversible sous l'effet d'un gradient de concentration	106
5.3.1 - Expression de la création d'entropie	107
5.3.2 - Estimation de la force extérieure.....	109
5.3.3 - Estimation du gradient de concentration.....	109
5.3.4 - Evaluation de la dissipation.....	110
5.3.5 - Discussion, validité du modèle.....	111
5.4 - Influence du gaz environnant.....	112
5.4.1 - Développement d'un modèle théorique de la dissipation en régime visqueux	112
5.4.2 - Confrontation du modèle avec les points expérimentaux	114
5.5 - Conclusion sur les modèles développés	116

Comme nous l'avons vu au Chapitre 4, de nombreux phénomènes de dissipation ont été décrits de façon détaillée dans la littérature. Pour certains d'entre eux, il est possible d'évaluer l'amortissement qu'ils génèrent, et de comprendre ainsi pourquoi certaines familles de matériaux se révèlent être plus intéressantes que d'autres pour la réalisation de résonateurs mécaniques à haut facteur de qualité ($Q > 10^6$). Cependant, si certains mécanismes de dissipation (comme la thermoélasticité) permettent effectivement, pour une famille de matériaux donnée, d'évaluer un ordre de grandeur pour la valeur maximale de Q , les données de la littérature ne permettent pas toujours d'expliquer les écarts entre les valeurs de Q théoriques et celles mesurées expérimentalement (voir Chapitre 3). Par exemple, nous avons vu que la thermoélasticité permettait d'évaluer la dissipation générée lors des vibrations de flexion. Pour certains matériaux

(comme le saphir) cette dissipation peut être prédominante devant les autres sources d'amortissement, et donc imposer la valeur du facteur de qualité. Dans d'autres matériaux (comme la silice amorphe), le niveau de dissipation due à la thermoélasticité est très faible ($Q^{-1}=10^{-9}$ environ) et ne permet pas d'expliquer les facteurs de qualité mesurés expérimentalement ($Q^{-1}=10^{-7}$ environ). Il est alors nécessaire d'identifier et d'évaluer l'ordre de grandeur de la dissipation générée par ces phénomènes qui limitent les propriétés vibratoires.

Nous tenterons par conséquent de développer dans ce Chapitre des modèles permettant d'évaluer la dissipation générée par des processus qui n'ont, à notre connaissance, pas été détaillés dans la littérature. L'objectif de ces modèles théoriques est de répondre aux interrogations soulevées lors de l'analyse des résultats expérimentaux présentés au Chapitre 3 : pourquoi les facteurs de qualité de la silice sont-ils inférieurs aux valeurs prédites par la thermoélasticité ? Pourquoi l'amortissement dans les silices synthétiques est-il inférieur à celui dans les silices naturelles ? Pourquoi l'étape de sustentation ne permet-elle pas d'améliorer les propriétés vibratoires ? Quelle est la véritable influence des impuretés à l'état de trace dans le verre ?

Enfin, nous présenterons un modèle permettant d'évaluer l'ordre de grandeur de la quantité d'énergie dissipée par viscosité dans le gaz environnant un résonateur hémisphérique. Ce modèle permet d'expliquer les variations du facteur de qualité observées lorsque la pression varie, dans un domaine compris entre 10^{-3} mbar et 1 bar.

5.1 - Evaluation de la dissipation liée à la présence de contraintes résiduelles

5.1.1 - Description du modèle

On rappelle que le principe de la thermoélasticité est de relier le champ de déformation (ou de contrainte) d'un solide, au gradient de température pouvant exister en son sein (voir Chapitre 4 et Annexe 7). Connaissant l'expression du gradient de température, on sait évaluer la dissipation liée au transfert de chaleur par conduction, et donc, l'expression du facteur de qualité.

L'idée du modèle que nous présentons ici est de superposer au champ de contrainte σ_E engendré par la vibration, une distribution de contrainte supplémentaire σ_I liée aux procédés d'élaboration du verre et/ou d'usinage-polissage des échantillons. L'approche est volontairement

simpliste, l'idée étant d'identifier des mécanismes plutôt que de calculer de façon précise un amortissement. Par ailleurs, le champ de contrainte n'est pas une donnée « facile » à mesurer.

Intéressons-nous au cas des vibrations de flexion d'une plaque. La déformation « vraie » ε_v de la plaque de module de Young Y peut alors s'écrire :

$$\varepsilon_v = \frac{\sigma_E + \sigma_I}{Y} \quad (5-1)$$

Par analogie avec la relation donnée par Landau [Landau-67] exprimant l'augmentation de température causée par la flexion, on aura pour le domaine des hautes fréquences (10 kHz) qui nous intéresse :

$$\Delta T = (T - T_0) = \frac{\alpha T}{C} (\sigma_E + \sigma_I) \quad (5-2)$$

où α et C sont respectivement le coefficient de dilatation thermique et la capacité calorifique par unité de volume.

Hypothèses :

On suppose, d'une part, que les variations de σ_I sont de l'ordre de grandeur de la valeur typique $\bar{\sigma}_I$, et d'autre part, que les contraintes causées par la flexion sont négligeables devant les contraintes intrinsèques liées aux procédés d'élaboration : $\sigma_E < \sigma_I$.

On aura dans ce cas :

$$\Delta T \approx \frac{\alpha T}{C} \bar{\sigma}_I \quad (5-3)$$

L'énergie dissipée par unité de temps et de volume, lors du transfert par conduction s'écrit [Gié-91] :

$$\dot{e} = -\frac{k}{T} (\bar{\nabla} T)^2 \quad (5-4)$$

où $\bar{\nabla}$ est l'opérateur nabla et k la conductivité thermique [$W.m^{-1}.K^{-1}$].

A ce stade, une simplification consiste à réaliser dans la relation (5-4) une analyse des ordres de grandeur. Si on appelle d la distance caractéristique de variation spatiale du phénomène considéré (ici la variation de la contrainte de sa valeur typique à zéro), il est possible de remplacer dans le terme nabra les opérateurs de différenciation par une division par d [Bejan-84]. On obtient alors pour l'énergie dissipée :

$$\dot{e} = -\frac{k\alpha^2 T \bar{\sigma}_1^2}{C^2 d^2}$$

Par ailleurs, la densité moyenne de l'énergie mécanique totale pour l'unité de volume considérée peut s'exprimer par $e_0 \approx \rho \omega^2 u_0^2$ où u_0 est l'amplitude de vibration [Landau-67]. En rappelant que

la dissipation Q^{-1} s'écrit sous la forme $Q^{-1} = \frac{\dot{E}}{\omega E_0}$ avec $\dot{E} = \int_V \dot{e} dV$ et $E_0 = \int_V e_0 dV$, et en

considérant que le rapport entre le volume où se produit la dissipation et le volume total s'écrit d/e , il vient :

$$Q^{-1} \approx \frac{k \alpha^2 T \bar{\sigma}_1^2}{C^2 \omega^3 \rho u_0^2 e d} \quad (5-5)$$

avec u_0 l'amplitude de vibration [m] et e l'épaisseur de la plaque [m]. On notera que la dissipation est proportionnelle au carré de la contrainte. L'application numérique aux vibrations de flexion ($u_0 \sim 10^{-6}$ m ; $\omega \sim 2\pi \cdot 10^4$ rad.s⁻¹) d'une plaque en silice d'épaisseur 1 mm donne :

$$Q^{-1} \approx 9 \cdot 10^{-23} \frac{\bar{\sigma}_1^2}{d} \quad (5-6)$$

où $[\bar{\sigma}_1] = \text{Pa}$ et $[d] = \text{m}$.

Nous avons vu au Chapitre 3 que les facteurs de qualité obtenus pour les échantillons en silice étaient de l'ordre de 10^6 avant acidage. D'autre part, l'épaisseur de la couche surfacique perturbée après l'usinage et le polissage a été évaluée à 20 μm environ. En utilisant la relation (5-6), on peut estimer l'ordre de grandeur de la contrainte générée lors des étapes d'usinage-polissage à 1,5 MPa environ, ce qui nous semble être une estimation plausible. Le modèle nous paraît donc satisfaisant pour expliquer la limitation en facteur de qualité des échantillons avant attaque chimique.

Un autre intérêt de ce modèle est d'expliquer pourquoi les valeurs de Q obtenues sur nos échantillons en silice ne dépassent pas 10^7 en ordre de grandeur après acidage. On estime que suite aux procédés d'élaboration du verre de silice, les contraintes thermiques résiduelles se situent autour de 0,35 MPa pour une silice de qualité optique et 2,6 MPa pour un verre à vitre [Zarzycki-82]. En supposant ces contraintes réparties sur l'épaisseur de la plaque (en toute rigueur, le profil de contrainte thermique est parabolique : voir Annexe 1), l'ordre de grandeur de la valeur de Q obtenue par la relation (5-6) se situe vers 10^8 pour le verre optique et 10^6 pour le verre à vitre (l'épaisseur est prise égale à 1 mm), ce qui est en relativement bon accord avec les valeurs mesurées expérimentalement.

5.1.2 - Discussion

Validité de l'hypothèse :

L'ordre de grandeur des contraintes résiduelles σ_1 que nous venons d'évaluer se situe autour du MPa. Déterminons à présent l'ordre de grandeur de la contrainte élastique générée dans la plaque par sa vibration de flexion. Le profil de cette contrainte est linéaire sur l'épaisseur e de la plaque et sa valeur maximale peut être estimée par la relation [Landau-67] $\sigma = Yu_0e/(2L^2)$ où L est la largeur de la plaque, Y le module de Young et u_0 l'amplitude de vibration. En prenant $L=1$ cm, $e=1$ mm, $Y=73$ GPa et $u_0=10^{-6}$ m, cette relation donne pour σ une valeur typique de 0,35 MPa pour les vibrations de la plaque en silice. Cette contrainte de flexion étant inférieure aux contraintes résiduelles σ_1 les expériences réalisées sont dans le domaine de validité du modèle.

En conclusion, tout en gardant à l'esprit le caractère simpliste de notre modèle, il est intéressant de noter qu'il permet d'évaluer l'ordre de grandeur des contraintes générées en surface lors des étapes d'usinage-polissage, qui limitent les propriétés vibratoires. D'autre part, ce modèle a l'avantage de proposer une explication au fait que les valeurs de Q mesurées dans la silice (après attaque) n'atteignent pas les valeurs théoriques données par la thermoélasticité (de l'ordre de 10^9).

5.2 - Application à l'étude de l'influence de la sustentation

Les résultats expérimentaux présentés au Chapitre 3 montrent que l'étape de sustentation réalisée lors de l'élaboration des échantillons n'a pas permis d'améliorer les valeurs de facteur de qualité de façon significative. Dans l'hypothèse où ce sont les contraintes intrinsèques qui limitent les propriétés vibratoires, cela signifie que l'étape de sustentation n'a pas permis de modifier l'intensité des contraintes thermiques par rapport aux barreaux de silice

approvisionnés. On estime qu'à la température de recuisson (environ 1100°C pour la silice Spectrosil), le verre est libéré de ses contraintes internes en 15 minutes environ, tandis qu'à la température de tension (990°C pour la Spectrosil) cette élimination nécessiterait environ 2 à 3 heures [Scholze-80]. Etant donnée la température de travail lors du processus de sustentation (1920°C), on peut supposer que les contraintes initialement présentes dans les barreaux approvisionnés sont complètement relaxées au cours du maintien en température. S'il reste des contraintes internes après l'étape de sustentation, c'est donc qu'elles sont générées lors du refroidissement du verre. En effet, selon Zarzycki, les contraintes thermiques apparaissent majoritairement lors du refroidissement pour des températures comprises entre les points de recuisson et de tension [Zarzycki-82]. S'il est extrêmement difficile d'obtenir de la part des industriels verriers des détails concernant les procédés d'élaboration de leurs silices, on peut toutefois estimer que lors d'un recuit optique fin dans l'industrie, les vitesses de refroidissement ne doivent pas excéder 0,7°/min entre les points de recuisson et de tension [Zarzycki-82]. Pour un recuit optique courant, elles sont de l'ordre de 5°/min. Il convient de rappeler (voir Chapitre 3) que lors de l'étape de sustentation, les vitesses de refroidissement sont d'environ 100°/min entre les points de recuisson et de tension. On devrait donc s'attendre à une dégradation des propriétés vibratoires pour les échantillons sustentés. En fait, nous pensons que c'est moins la vitesse de refroidissement qui importe directement, que la présence d'un gradient de température induit par ce refroidissement. Ainsi, on introduira inévitablement des contraintes thermiques si la distribution de température n'est pas homogène à l'échelle de l'échantillon, et ce même pour des refroidissements infiniment lents. Inversement, si la vitesse de refroidissement est rapide mais qu'il y a un faible gradient de température dans l'environnement de l'échantillon, on peut supposer que l'introduction de contraintes thermiques sera minimisée. On comprend ainsi que les processus intervenant dans l'établissement de ces contraintes thermiques sont extrêmement délicats à estimer quantitativement. En outre, le développement d'un modèle à l'aide d'outils de simulation numérique ne permettrait probablement pas de résoudre le problème puisqu'il faudrait pour cela connaître précisément la distribution de température à l'échelle de l'échantillon. Or, la mesure de température par pyrométrie est entachée d'une erreur supérieure à 20°C. Il est toutefois possible d'estimer l'ordre de grandeur de ces gradients de température lors du processus de sustentation. En utilisant les résultats de Barbé [Barbé-00], nous trouvons que, pour le verre de silice à 1900°C, l'écart de température à l'échelle de la goutte doit être d'environ 50°C. Partant de cela, on peut évaluer les contraintes thermiques qui prendront naissance lors du refroidissement (d'après [Manson-67][Timoshenko-41]) :

$$\sigma_{\max} \approx \frac{2}{3} \frac{\alpha Y R}{1 - \nu} \|\vec{\nabla} T\| \quad (5-7)$$

où le gradient de température est de l'ordre de 50 K.cm^{-1} et le rayon R de la goutte est de 1 cm . Il vient pour la silice ($\alpha=5,5.10^{-7} \text{ K}^{-1}$; $\nu=0,17$; $Y=73 \text{ GPa}$) : $\sigma_{\max} \sim 1,5 \text{ MPa}$. Ce résultat, obtenu de façon tout à fait fortuite, est important car il laisse supposer que lors du refroidissement en sustentation, on introduit des contraintes thermiques dont l'ordre de grandeur est comparable à celui des contraintes initialement présentes dans les barreaux approvisionnés. Cela permettrait d'expliquer pourquoi l'étape de sustentation, telle qu'elle a été réalisée dans cette étude, ne permet pas d'améliorer les facteurs de qualité vibratoire.

Perspectives pour l'élaboration en sustentation :

Puisque l'introduction de contraintes thermiques, intervenant inévitablement lors des procédés d'élaboration des verres, semble jouer un rôle important dans l'amortissement interne, il serait intéressant de poursuivre ce travail en apportant une attention toute particulière aux conditions de refroidissement. En ce sens, des modifications prévues pour le dispositif d'élaboration par sustentation ont déjà été engagées. La géométrie envisagée pour le diffuseur devrait permettre de limiter les effets liés au rayonnement (voir *Figure 5-1*), conduisant à minimiser les gradients de température à l'échelle de la goutte. En réduisant en parallèle la vitesse de refroidissement de façon significative dans la zone critique de température (que l'on pourrait estimer à $1200\text{-}900^\circ\text{C}$), l'introduction de contraintes thermiques devrait être amoindrie. On a vu que notre modèle permet de prédire pour la dissipation une loi de variation en $Q^{-1} \propto \sigma_I^2$ (voir relation (5-6)), ce qui permettrait d'espérer une amélioration significative des facteurs de qualité.

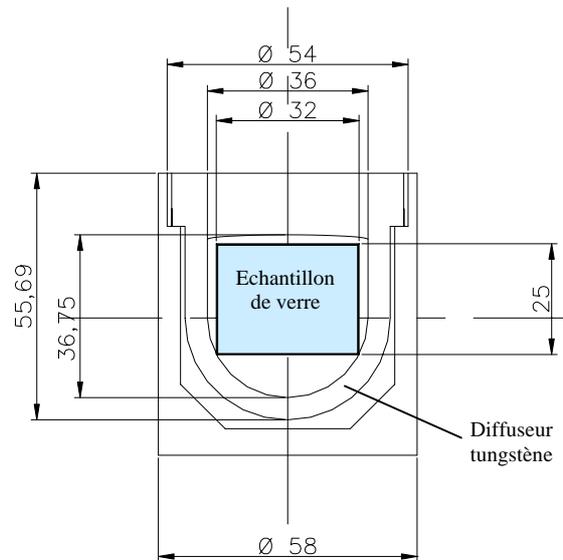


Figure 5-1

Modification de la géométrie du diffuseur pour l'élaboration de verres sustentés à faible teneur en contraintes thermiques (les dimensions indiquées sont en mm)

5.3 - Transport irréversible sous l'effet d'un gradient de concentration

Nous avons vu au Chapitre 3 que les silices naturelles présentaient de façon générale des facteurs de qualité vibratoire moins élevés que ceux des verres synthétiques. En parallèle nous avons mis en évidence des différences de teneurs en impuretés entre ces deux types de verres. Les silices naturelles (type ST10) contiennent des impuretés (essentiellement des métaux) en quantité importante : 20 ppm d'aluminium et des teneurs en métaux de transition et alcalins de l'ordre de quelques ppm. Par contre, elles contiennent peu de OH. Les silices synthétiques présentent quant à elle des teneurs en impuretés métalliques très faibles (de l'ordre du ppb d'après les fournisseurs), mais peuvent présenter des teneurs en chlore variant de 1 à 200 ppm selon les procédés utilisés pour l'élaboration. Les concentrations en OH peuvent également atteindre des valeurs très importantes (1000 ppm) selon les qualités. Si, comme nous l'avons vu au Chapitre 4, les groupements OH ne doivent pas entraîner de dissipation par diffusion ou diffusion sous contrainte (ils sont fixés au réseau), le problème de l'amortissement lié à la diffusion des impuretés métalliques et chlorures ne peut être résolu à partir des seules données de la littérature. En ce sens, il nous a paru nécessaire de proposer une estimation théorique pour l'ordre de

grandeur de la dissipation générée lors du transport d'impuretés dans les verres d'oxydes. Si cette estimation concerne la diffusion de n'importe quelle espèce mobile, nous avons pris pour les applications numériques l'exemple d'impuretés de type Na^+ dans le verre de silice.

5.3.1 - Expression de la création d'entropie

La théorie prévoit qu'à un gradient de concentration peut être associé un mécanisme de transport par diffusion qui est dissipatif. En utilisant le formalisme de la thermodynamique des phénomènes irréversibles [De Groot-59][Prigogine-68], il est possible d'évaluer la création d'entropie associée au transport d'impuretés. Dans ce cas, la création d'entropie \dot{s} par unité de temps et de volume peut se mettre sous la forme du produit du flux \vec{j}_k associé au transport de l'impureté k , par la force motrice \vec{X}_k pour le transport :

$$\dot{s} = \vec{j}_k \cdot \vec{X}_k \quad (5-8)$$

D'autre part, le flux \vec{j}_k peut se mettre sous la forme d'une somme de deux termes [Philibert-85] :

$$\vec{j}_k = -D_k \vec{\nabla} C_k + \langle \vec{v} \rangle C_k \quad (5-9)$$

- le premier terme correspond au transport diffusif, proportionnel au gradient de concentration : $\vec{j}_k = -D_k \vec{\nabla} C_k$ (Loi de Fick) avec D_k le coefficient de diffusion de l'espèce k dans le système considéré
- le deuxième terme correspond au transport convectif sous l'effet d'une force extérieure imposant un mouvement d'ensemble à la population d'une espèce

Il convient de garder à l'esprit que bien souvent, les coefficients de diffusion D_k dans les solides sont très faibles à température ambiante (ordres de grandeur : $10^{-20} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ pour les impuretés interstitielles C et N dans les métaux Fe-C et Fe-N [Weller-96], et 10^{-15} - $10^{-16} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ pour la diffusion de sodium dans le verre de silice [Tian-01]). Par conséquent, il est raisonnable de supposer que les gradients de concentration pouvant exister initialement dans l'échantillon seront relaxés sur une échelle de temps bien supérieure à celle de la caractérisation vibratoire. Dans ces conditions, seule l'influence du flux convectif sera prise en compte dans notre évaluation de la création d'entropie. En d'autres termes, s'il y a dissipation, c'est parce qu'un transport peut se

produire sous l'effet de l'application d'une force extérieure, qui peut être liée par exemple à des contraintes de flexion ou à la présence d'un champ électrique. Le terme associé au flux non convectif dans la relation (5-9) sera donc nul, et nous exprimerons la vitesse d'ensemble pour le flux convectif sous la forme [Adda-90] :

$$\langle \vec{v} \rangle = \frac{\vec{F}D_k}{kT} \quad (5-10)$$

où F est la force extérieure appliquée (par atome) et k la constante de Boltzmann ($k=1,38 \text{ J.K}^{-1}$).

Enfin, la force motrice \vec{X}_k pour le transport prendra dans la relation (5-8) la forme [Gié-91] :

$$\vec{X}_k = -\vec{\nabla} \left(\frac{\mu_k}{T} \right) \quad (5-11)$$

où μ_k est le potentiel chimique de l'espèce k. Soit, pour un système idéal où $\mu_k = \mu_k^0 + RT \ln x_k$ (avec x_k la fraction molaire d'impureté k) et en l'absence de gradient de température :

$$\vec{X}_k = -R \frac{\vec{\nabla} x_k}{x_k} \quad (5-12)$$

D'autre part, on peut montrer que $\frac{\vec{\nabla} x_k}{x_k} = \frac{\vec{\nabla} C_k}{C_k}$ avec $x_k = C_k / \bar{C}$ (C_k étant le nombre de moles d'impureté k par m^3 et \bar{C} le nombre de moles de SiO_2 par m^3).

On aura donc pour la création maximale d'entropie :

$$\dot{s} \approx \frac{D_k}{T} N_a F \left\| \vec{\nabla} C_k \right\| \quad (5-13)$$

où N_a est le nombre d'Avogadro ($N_a=R/k=6,022.10^{23}$ atomes/mol).

Nous allons maintenant procéder à une analyse des ordres de grandeur des termes F et $\left\| \vec{\nabla} C_k \right\|$ pour estimer quantitativement la dissipation énergétique.

5.3.2 - Estimation de la force extérieure

Il est possible d'évaluer la force extérieure intervenant dans le processus de diffusion sous contrainte. On a vu précédemment qu'une valeur typique de la contrainte dans une plaque en flexion était donnée par [Landau-67] :

$$\sigma = \frac{Y u_0 e}{2L^2} \quad (5-14)$$

Dans le cas des vibrations de flexion d'amplitude $u_0=1 \mu\text{m}$ d'une plaque en silice d'épaisseur $e=1 \text{ mm}$ et de largeur $L=1 \text{ cm}$, les contraintes maximales générées dans la plaque sont de 0,35 MPa environ. On peut ainsi estimer l'ordre de grandeur de la force F exercée sur un cation de rayon $r=1 \text{ \AA}$, typique de celui d'une impureté Na^+ [Bernard-90] :

$$F = 4\pi r^2 \sigma \quad (5-15)$$

$$F \approx 10^{-14} \text{ N}$$

5.3.3 - Estimation du gradient de concentration

Dans le cas où le transport d'impureté par diffusion peut être négligé devant le flux convectif, on pourra écrire l'équation de conservation sous la forme :

$$\frac{\partial C_k}{\partial t} = \bar{\nabla} \cdot (\langle \bar{v} \rangle C_k) \quad (5-16)$$

Insistons sur le fait que, contrairement au cas de la thermoélasticité où la flexion introduisait directement une source de chaleur, le processus est ici indirect : la flexion conduit à favoriser les sauts de l'impureté dans une direction privilégiée, mais le transport est limité par la cinétique de diffusion.

A ce niveau, une analyse volontairement simpliste des ordres de grandeur consiste à considérer que :

- 1) la vitesse d'ensemble est constante sur l'épaisseur e de la plaque

- 2) les variations de C_k se font sur l'échelle e et sont faibles par rapport à C_0 (concentration initiale pour l'impureté considérée)

Si l'on note ΔC_k la différence de concentration induite à l'échelle de l'épaisseur de la plaque, on peut écrire :

$$\omega(\Delta C_k) \approx \frac{\langle v \rangle C_0}{e}$$

Soit :

$$\|\vec{\nabla} C_k\| = \frac{(\Delta C_k)}{e} \approx \frac{\langle v \rangle C_0}{\omega e^2} \quad (5-17)$$

5.3.4 - Evaluation de la dissipation

Il est à présent possible d'évaluer numériquement l'ordre de grandeur de l'énergie dissipée par unité de temps et de volume lors de la migration sous contrainte des impuretés de type Na^+ dans le verre de silice :

La création d'entropie (5-13) s'écrit :

$$\dot{s} = \frac{D_k^2 N_a F^2 C_0}{\omega k T^2 e^2} \quad (5-18)$$

Par ailleurs, on rappelle que la densité d'énergie moyenne totale pour l'unité de volume considérée peut se mettre sous la forme $e_0 \approx \rho \omega^2 u_0^2$ [Landau-67], et que $Q^{-1} = \frac{|\dot{E}|}{\omega E_0}$ avec

$$E_0 = \int_V e_0 dV \text{ et } E = \int_V e dV .$$

Cela donne pour le facteur de qualité :

$$Q^{-1} = \frac{D_k^2 N_a F^2 C_0}{k T e^2 \rho u_0^2 \omega^4} \quad (5-19)$$

Application numérique :

En utilisant les valeurs suivantes :

$$\begin{array}{l}
 D_k \sim 10^{-16} \text{ m}^2.\text{s}^{-1} \\
 F \sim 10^{-14} \text{ N} \\
 N_a \sim 6,02.10^{23} \text{ atomes.mol}^{-1} \\
 e \sim 10^{-3} \text{ m} \\
 \rho \sim 2200 \text{ kg.m}^{-3} \\
 u_0 \sim 10^{-6} \text{ m}
 \end{array}
 \left| \begin{array}{l}
 \text{Il vient :} \\
 Q^{-1} \approx 10^{-1} \frac{C_0}{\omega^4} \quad (5-20) \\
 \text{avec } [C_0] = \text{mol.m}^{-3} \text{ et } [\omega] = \text{rad.s}^{-1}
 \end{array} \right.$$

$C_0 (\text{Na}^+) \text{ \% at}$	10			
$C_0 (\text{Na}^+) \text{ ppm masse}$		1	1	1000
$C_0 (\text{Na}^+) \text{ mol.m}^{-3}$	$\sim 4.10^3$	~ 1	~ 1	~ 1000
$f \text{ (Hz)}$	0,5	0,5	10^4	10^4
Q^{-1}	~ 1	$\sim 10^{-3}$	$\sim 10^{-20}$	$\sim 10^{-17}$

Tableau 5-1

Evaluation de la dissipation liée au transport d'impuretés sous contrainte : application au cas d'impuretés Na^+ dans le verre de silice

5.3.5 - Discussion, validité du modèle

Comme le montre le **Tableau 5-1**, notre estimation prédit un ordre de grandeur de l'ordre de l'unité pour la dissipation maximale liée au transport sous contrainte d'alcalins (10% de Na^+) dans le verre de silice, à basse fréquence. Cette valeur est supérieure aux données de la littérature (voir Chapitre 4) qui prévoient des valeurs de 10^{-3} - 10^{-2} pour le frottement interne dans les verres de silice contenant des alcalins. Toutefois, on rappelle que certaines approximations ont été effectuées de façon volontairement simpliste, notamment dans la surestimation du gradient de concentration. On peut donc s'attendre à ce que l'énergie réellement dissipée soit plus faible que celle estimée.

De plus, l'amortissement prédit par la relation (5-20) est proportionnel à la concentration en impuretés. Il en résulte que si le verre contient environ 1 ppm (en masse) de Na^+ , on aura pour la dissipation 10^{-3} environ (à 0,5 Hz).

D'autre part, notre modèle prévoit une dépendance en fréquence $Q^{-1} \propto 1/f^4$, si bien que pour le domaine de fréquence qui nous intéresse (de l'ordre de 10 kHz) la dissipation due à la diffusion solutale devient rapidement très faible devant les autres sources d'amortissement.

Malgré les approximations et les limites de ce modèle, il est légitime de penser qu'étant donnés les ordres de grandeur qu'il prédit, l'influence des impuretés doit être négligeable dans nos conditions. Cela devrait permettre d'expliquer pourquoi nous ne sommes pas en mesure de différencier, au niveau du facteur de qualité vibratoire, deux silices synthétiques qui présentent de teneurs en chlore variant de moins de 1 ppm à plusieurs centaines de ppm. En outre, ce modèle laisse présager que la limitation des facteurs de qualité des silices naturelles ne peut être attribué à la présence d'impuretés dont la teneur cumulée ne dépasse pas 1000 ppm.

Enfin, il est intéressant de souligner que ce modèle permet de prendre en considération l'influence d'une force extérieure, quelle que soit sa nature. Ainsi, si nous avons évalué l'influence des contraintes générées lors de la flexion, il serait également possible d'étudier la dissipation liée au transport d'impuretés chargées en présence d'un champ électrique (électrodifusion)*.

5.4 - Influence du gaz environnant

Nous avons vu au Chapitre 4 que l'amortissement des vibrations d'un dôme hémisphérique à basse pression (régime moléculaire) avait été étudié dans la littérature. Une expression analytique permet d'évaluer de façon quantitative la dissipation liée à la présence des molécules de gaz environnant. La loi proposée [Fima-95] met en évidence qu'en régime moléculaire, l'amortissement est de la forme $Q_{\text{molec}}^{-1} \propto P$. Dans ce qui suit, nous présentons un modèle permettant d'estimer la dissipation en régime visqueux, typiquement pour des pressions comprises entre 10^{-3} mbar et 1 bar. Nous nous intéressons ici au cas où le résonateur est éloigné de toute surface, c'est-à-dire pour une situation correspondant aux mesures effectuées dans notre dispositif. Le cas d'un résonateur entouré d'électrodes a été discuté au Chapitre 4.

5.4.1 - Développement d'un modèle théorique de la dissipation en régime visqueux[#]

Dans le cas où un fluide peut être considéré comme newtonien (de viscosité η) et incompressible, l'équation de Navier-Stokes peut être mise sous la forme :

* Pour l'application GRH, l'excitation du résonateur et la détection de l'amplitude de vibration sont de type capacitif, ce qui se traduit par la présence d'un champ électrique dans l'environnement du gyro.

[#] Cette étude fait l'objet d'une publication [Perret-03].

$$\rho_f \frac{\partial \vec{u}}{\partial t} + \rho_f (\vec{u} \cdot \vec{\nabla}) \vec{u} = -\vec{\nabla} P + \eta \Delta \vec{u} \quad (5-21)$$

ρ_f étant la masse volumique du fluide considéré, \vec{u} le champ de vitesse et P la pression du fluide. Notons que l'hypothèse d'incompressibilité de l'air est acceptable dans notre cas, les vitesses mises en jeu lors de la vibration étant faibles devant la vitesse de propagation du son.

Dans la pratique expérimentale, il est communément admis que la majeure partie du champ de vibration est localisée dans une couronne d'épaisseur e , de hauteur h et de rayon R (voir *Figure 5-2*).

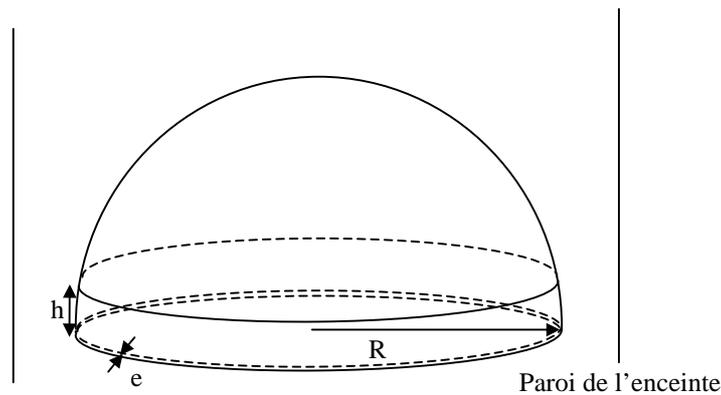


Figure 5-2

Modèle géométrique simplifié permettant d'évaluer l'ordre de grandeur de la dissipation en régime visqueux

Considérons donc les oscillations de pulsation ω effectuées par cette couronne dans un espace limité par les parois de l'enceinte. L'hypothèse de base est de supposer que la dissipation visqueuse se fait dans un volume $(2\pi\delta hR)$, δ représentant la valeur caractéristique de l'étendue de la propagation d'une perturbation de l'écoulement, pendant une durée correspondant à la période d'oscillation.

En remplaçant, dans le terme laplacien, les opérateurs de différentiation par une division par δ , l'énergie dissipée pendant un cycle de période $2\pi/\omega$ sur le volume V de l'enceinte

$$\int_V \left[\int_0^{2\pi/\omega} \vec{u} \cdot \eta \Delta \vec{u} dt \right] dV \text{ peut se mettre sous la forme } \Delta E = \eta \frac{u_c^2}{\delta^2} (2\pi\delta hR) \frac{2\pi}{\omega},$$

u_c représentant une valeur caractéristique de la vitesse de surface du résonateur*. Une valeur typique de l'énergie

* Seul le terme de viscosité a été pris en compte dans l'évaluation de l'énergie dissipée. En effet, on peut montrer que l'intégrale des termes de pression et d'inertie sur une période et sur le volume de la cavité est nulle.

mécanique, supposée constante pendant un cycle, est $E_0 = \frac{1}{2} \rho_r (2\pi e h R) u_c^2$, la quantité $(2\pi e h R)$ représentant le volume de la couronne considérée et ρ_r la masse volumique du résonateur. Le facteur de qualité peut donc s'exprimer sous la forme :

$$Q_{\text{visq}} = 2\pi \frac{E_0}{\Delta E} \approx 2\pi \frac{\frac{1}{2} \rho_r (2\pi e h R) u_c^2}{\eta \frac{u_c^2}{\delta^2} (2\pi \delta h R) \frac{2\pi}{\omega}}$$

soit :

$$Q_{\text{visq}}^{-1} = \frac{2\eta}{\rho_r e \omega \delta} \quad (5-22)$$

En utilisant comme échelle de temps la période $2\pi/\omega$, l'épaisseur δ de la couche limite hydrodynamique [Guyon-91] en amont du résonateur peut être identifiée à la longueur caractéristique de la perturbation de viscosité :

$$\delta = \sqrt{\frac{2\pi\eta}{\omega\rho_f}} \quad (5-23)$$

La masse volumique ρ_f du fluide peut s'exprimer en utilisant l'équation d'état du gaz parfait (de masse atomique molaire M_g), $\rho_f = \frac{PM_g}{RT}$, ce qui donne pour l'expression de la dissipation en régime visqueux :

$$Q_{\text{visq}}^{-1} = \frac{1}{\rho_r e} \sqrt{\frac{2\eta M_g P}{\pi R T \omega}} \quad (5-24)$$

En supposant la viscosité du gaz indépendante de la pression, hypothèse licite aux faibles pressions typiques de notre étude, on obtient donc une loi de dépendance $Q_{\text{visq}}^{-1} \propto \sqrt{P}$.

5.4.2 - Confrontation du modèle avec les points expérimentaux

Les facteurs de qualité Q expérimentaux ont été mesurés par SAGEM, en marge de ce travail de thèse. Ils ont été déterminés en fonction de la pression dans l'enceinte pour un résonateur hémisphérique, comme schématisé en **Figure 5-2**. La gamme de pression étudiée

s'étend de 6.10^{-5} mbar à 1 bar. La méthode utilisée est une mesure du temps caractéristique τ de l'amortissement de l'amplitude des vibrations du résonateur après excitation par choc.

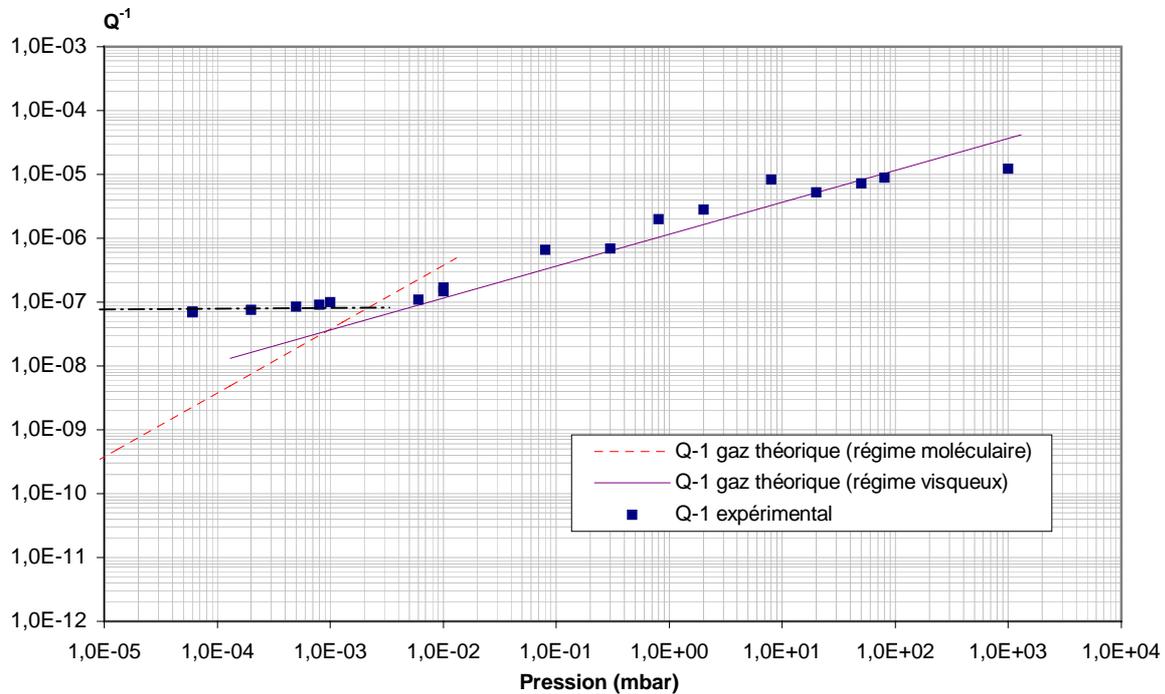


Figure 5-3

Influence de la pression sur l'amortissement d'un résonateur hémisphérique en régime visqueux. Confrontation du modèle (trait plein) avec les points expérimentaux (données SAGEM). La loi de variation de la dissipation en régime moléculaire [Fima-95] est indiquée en pointillés.

Comme le montre la **Figure 5-3**, les valeurs expérimentales sont en accord avec notre modèle d'évaluation de la dissipation, au moins pour des pressions comprises entre 10^{-2} mbar et 1 bar. En effet, les ordres de grandeur calculés à l'aide du modèle sont satisfaisants, de même la loi de variation de la dissipation Q_{visq}^{-1} en \sqrt{P} prédite par notre modèle semble être vérifiée.

Pour des pressions inférieures à 10^{-3} mbar, l'étude des résultats expérimentaux montre que la dissipation mesurée n'est plus déterminée par l'environnement gazeux. En dessous de cette pression, l'influence du gaz devient très faible et la valeur mesurée tend vers une valeur limite indépendante de la pression, déterminée uniquement par les autres mécanismes de dissipation : on n'observe donc pas le modèle de dissipation proposé par Fima, valable en régime moléculaire.

Enfin, signalons qu'il est possible d'évaluer la frontière entre les deux régimes par une autre méthode. En effet, en égalant la loi d'amortissement en régime moléculaire $Q_{\text{molec}}^{-1} \propto P$ [Fima-95] et celle prévue notre modèle de dissipation en régime visqueux $Q_{\text{visq}}^{-1} \propto \sqrt{P}$, on situe le changement de régime aux environs de 10^{-3} mbar (voir *Figure 5-3*), ce qui est en accord avec l'estimation donnée par le nombre de Knudsen.

5.5 - Conclusion sur les modèles développés

Le premier modèle développé dans ce chapitre a pour but de proposer une explication possible au fait que les facteurs de qualité mesurés sur la silice n'atteignent pas les valeurs théoriques, prédites par la thermoélasticité classique. Basé sur la présence de contraintes intrinsèques issues des procédés d'élaboration, ce modèle pourrait également expliquer pourquoi l'amortissement dans les silices synthétiques est plus faible que celui dans les silices naturelles. En outre, il permet de comprendre pourquoi le procédé de sustentation tel qu'il a été réalisé dans le cadre de cette étude, n'a pas permis d'améliorer de façon significative les propriétés vibratoires. A ce stade, il serait intéressant de pouvoir vérifier la validité de ce modèle avec des données issues des procédés de fabrication des verres commercialisés (vitesses de refroidissement, contraintes résiduelles). Malheureusement, ces renseignements sont souvent difficiles à obtenir de la part des industriels cherchant légitimement à protéger leur savoir-faire. En parallèle, des modifications ont été engagées sur le dispositif de sustentation. Celles-ci ont pour but de minimiser les gradients de température à l'échelle de la goutte (via la géométrie du diffuseur). Il est également envisagé de diminuer de façon significative la vitesse de refroidissement, notamment dans l'intervalle autour la température de transition T_g . Au final, on peut penser que l'introduction de contraintes thermiques sera diminuée, et par conséquent que les facteurs de qualité obtenus seront augmentés.

Nous avons ensuite montré combien l'influence des impuretés (à l'état de traces) sur l'amortissement intrinsèque était difficile à évaluer de façon théorique. Cependant, l'estimation que nous avons proposée dans ce chapitre permet, même si elle peut apparaître comme simpliste, d'expliquer l'amortissement observé dans la littérature pour des verres contenant des teneurs importantes en alcalins (de l'ordre de la dizaine de %). D'autre part, une limitation des facteurs de qualité qui serait liée à la présence d'impuretés à l'état de traces nous paraît bien improbable étant donné les ordres de grandeur prédits par ce modèle (Q^{-1} de l'ordre de 10^{-17}), pour des fréquences dans la gamme du kHz.

Enfin, le dernier modèle développé dans le cadre de ce travail concerne l'étude de l'influence du gaz environnant le résonateur. Pour des pressions comprises entre 10^{-3} mbar et 1 atm, il permet d'évaluer l'ordre de grandeur de l'amortissement visqueux de l'amplitude de vibration, ainsi qu'une dépendance en $Q_{\text{visq}}^{-1} \propto \sqrt{P}$ en accord avec les données expérimentales, dans le cas où le résonateur est éloigné de toute surface matérielle (type électrodes). On rappelle que pour un dôme entouré d'électrodes, le régime de pression n'est plus visqueux mais moléculaire (jusqu'à environ 10 mbar). Dans ce cas, la loi dissipation qui s'applique est celle de Fima : $Q_{\text{molec}}^{-1} \propto P$.

Conclusion générale - Perspectives

Les objectifs de ce travail de thèse étaient, au niveau expérimental, d'élaborer et de caractériser les propriétés vibratoires de matériaux potentiellement intéressants pour la réalisation de résonateurs acoustiques à haut facteur de qualité. D'un point de vue théorique, le but était d'identifier et d'évaluer les mécanismes de dissipation de l'énergie vibratoire dans le domaine des fréquences proches du kHz qui nous intéresse.

Le dispositif de caractérisation vibratoire développé dans le cadre de cette étude repose sur la détection des modes propres de vibration et la détermination des facteurs de qualité des échantillons mesurés. Ce dispositif, basé sur la mesure de la décroissance temporelle de l'amplitude de vibration après excitation par choc, permet de mesurer des amortissements intrinsèques très faibles. Nous avons ainsi pu atteindre des valeurs de facteur de qualité de l'ordre de 10^7 .

Le procédé de sustentation sur film de gaz a permis de mettre en forme à haute température des échantillons en verre de silice de différentes qualités. Des écarts significatifs ont été mis en évidence au niveau des propriétés vibratoires entre les silices naturelles et les silices synthétiques. En effet, nous avons montré que l'amortissement intrinsèque des silices synthétiques est environ un ordre de grandeur inférieur à celui des silices naturelles, dans le domaine des fréquences proches de 10 kHz.

Une procédure de traitement de surface post-élaboration par attaque chimique a été développée, elle permet d'augmenter de façon importante les facteurs de qualité des échantillons en verre de silice.

Les propriétés vibratoires de deux autres familles de matériaux, identifiées comme potentiellement intéressantes, ont également été étudiées. Les échantillons en saphir monocristallin élaborés par la technique du préformage local et les échantillons en verre métallique Pd-Ni-Cu-P obtenus par fusion en creuset froid et coulée en lingotière, présentent des facteurs de qualité inférieurs à ceux des échantillons en verre de silice.

Dans le but de comprendre l'origine de ces différences d'amortissement dans les matériaux, des caractérisations chimiques, optiques et acoustiques ont été réalisées. L'analyse de ces résultats, couplée à une interprétation théorique basée sur les données de la littérature, a permis de comprendre en partie les mécanismes de dissipation à l'origine de la limitation des facteurs de qualité. Nous avons ainsi mis en évidence un critère théorique important de sélection des matériaux résonnants : les pertes générées par thermoélasticité. En effet, le calcul de la dissipation thermoélastique permet de comprendre pourquoi l'amortissement dans les verres de silice est, dans nos conditions d'utilisation, plus faible que celui dans les métaux et dans le saphir. Cependant, ce calcul ne permet ni d'expliquer les écarts entre les différentes qualités de silices étudiées, ni la limitation de leurs facteurs de qualité à 10^7 environ. En ce sens, les différents modèles théoriques développés dans le cadre de ce travail permettent d'apporter quelques éléments de réponse.

Le premier de ces modèles semble mettre en évidence une influence importante des contraintes internes au niveau de la dissipation intrinsèque. Ces contraintes sont générées lors des procédés d'élaboration et ont deux origines. Tout d'abord, les étapes d'usinage et de polissage engendrent des contraintes surfaciques qui dégradent fortement le facteur de qualité et qui peuvent être éliminées de façon efficace par attaque chimique. Ensuite, des contraintes thermiques apparaissent inévitablement lors du refroidissement du verre à partir de la température de travail. Ces contraintes ne sont plus surfaciques mais volumiques et elles ne pourront être minimisées qu'en apportant une attention toute particulière aux conditions expérimentales d'élaboration.

D'après les résultats prédits par le deuxième modèle, il semble que les différences d'amortissement observées dans nos verres de silice ne proviennent pas de la présence d'impuretés chimiques. En effet, notre estimation montre que pour les longueurs d'onde métriques qui nous intéressent, la dissipation associée au transport d'impuretés doit être négligeable devant les autres sources d'amortissement.

Enfin, le troisième modèle développé concerne l'étude de l'influence du gaz dans l'environnement du résonateur. Pour des pressions comprises entre 10^{-3} mbar et 1 bar, il permet d'évaluer un ordre de grandeur pour l'amortissement visqueux de l'amplitude de vibration qui est en accord avec les données expérimentales.

Suite à ces travaux, un certain nombre de perspectives sont ouvertes. Nous avons montré expérimentalement et par un modèle théorique qu'il existait, dans nos conditions expérimentales, une dépendance entre le niveau de dissipation intrinsèque à la présence de

contraintes internes. Nous proposons une réflexion visant à apporter certaines modifications sur le dispositif d'élaboration des verres par sustentation. En ce sens, la nouvelle géométrie prévue pour les diffuseurs devrait permettre de minimiser les gradients de température qui prennent naissance à l'échelle de la goutte lors de l'élaboration. En diminuant en parallèle la vitesse de refroidissement du verre de façon significative dans l'intervalle de température autour de T_g on devrait être en mesure de réduire les niveaux de contraintes internes.

D'autre part, il convient d'insister sur la grande difficulté inhérente à la mesure expérimentale des très faibles niveaux d'amortissement (de l'ordre de 10^{-7}). Nous avons ainsi montré que le dispositif développé, reposant sur le principe d'encastrement des échantillons, présentait certaines limites. Le LDMS de l'INSA Lyon a décidé pour poursuivre le développement du dispositif en intégrant la possibilité de réaliser des mesures de type libre.

Notre recherche des défauts de type microfissures pouvant exister dans la structure du verre n'a pas encore pu donner de résultat significatif faute de temps. Cette étude devra être poursuivie en utilisant par exemple les méthodes acoustiques proposées.

Enfin, l'action déjà engagée sur l'élaboration des verres métalliques permettra, à court terme, d'élaborer différentes compositions d'alliages et de couler des échantillons tests de géométrie mieux contrôlée. Les valeurs de facteurs de qualité mesurées sur ces échantillons permettront alors d'avoir une idée plus précise de l'intérêt potentiel de ces matériaux en tant que résonateurs.

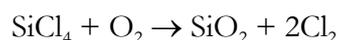
Annexe 1 - Généralités sur le verre de silice

A1.1 - Origine et procédés d'élaboration

La silice (oxyde de silicium SiO_2) est certainement un des composés chimiques les plus répandus dans la nature puisqu'elle constitue plus de 50% de la masse de croûte terrestre. Sa forme la plus fréquente est celle du sable marin qui en contient 78%, le reste étant constitué par de l'alumine, du carbonate de chaux et divers oxydes (de fer, de magnésium, etc...) [Champeix-76]. Les sables de rivière et plus encore les sables de gisement dits « sables quartzeux » peuvent être beaucoup plus purs : c'est ainsi que le sable des régions de Fontainebleau et de Nemours contient environ 99,8% de SiO_2 . Par fusion (chauffage par résistance ou chauffage à l'arc) de ce sable on obtient une **silice opaque**, les gaz contenus dans le sable ne pouvant migrer vers la surface en raison d'une trop grande viscosité de la silice fondue à ces températures d'élaboration. Toutefois ces bulles sont isolées les unes des autres, de sorte que le produit obtenu reste étanche aux liquides comme aux gaz.

On trouve aussi, mais en petites quantités, de la silice cristallisée dans le système hexagonal, et que l'on appelle le quartz hyalin ou cristal de roche. Sa pureté est de l'ordre de 99,99%. Les grands cristaux sont utilisés en piézoélectricité, et les petits comme matière première pour la fabrication de la **silice naturelle transparente**.

Enfin, une silice ayant un taux infime d'impuretés peut être obtenue à partir du tétrachlorure de silicium (SiCl_4) qui se décompose dans la flamme d'un chalumeau, le silicium étant oxydé par l'eau de combustion :



Telle que, **la silice synthétique** a une teneur remarquablement faible en impuretés métalliques, mais elle contient une importante teneur en OH, dont l'élimination exige une nouvelle fusion, sous vide cette fois.

A1.2 - Structure du verre de silice

La structure du verre de silice consiste en un assemblage de tétraèdres $[\text{SiO}_4]$ par les sommets sur des atomes d'oxygène mis en commun (voir *Figure A 1-1*). Ce mode d'assemblage se retrouve également dans les formes cristallines de SiO_2 : système cubique (cristobalite) et hexagonal (tridymite).

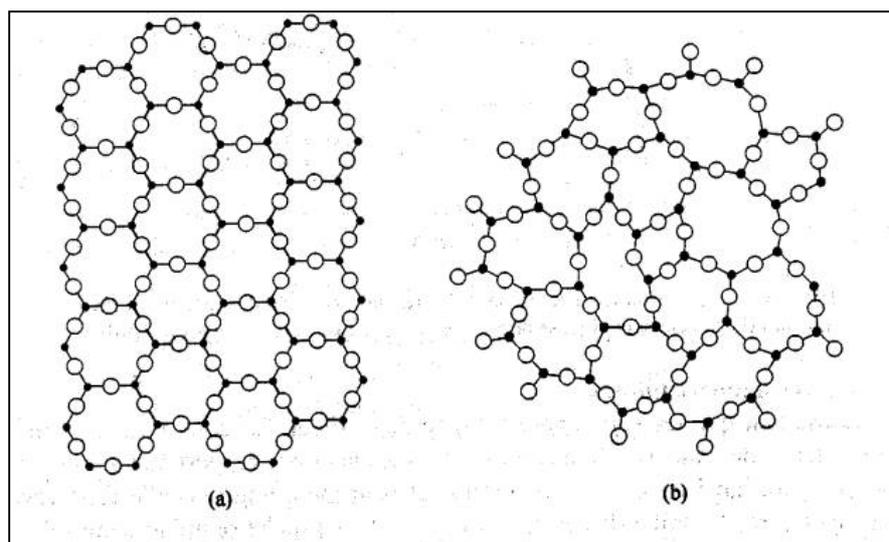


Figure A 1-1

Disposition des atomes : (a) dans le plan le plus compact de SiO_2 cristallin ; (b) dans la surface équivalente du verre SiO_2 (d'après [Perez-01])

La diffraction des rayons X permet de construire la courbe de la distribution radiale des entités atomiques ou électroniques. A partir d'une telle courbe, on déduit la probabilité de présence d'un atome à une distance déterminée d'un autre atome. Dans une substance complètement désordonnée, ce n'est qu'une question de volume : la densité radiale doit augmenter comme la carré de la distance, c'est-à-dire que la courbe a la forme d'une parabole (voir *Figure A 1-2*). Si la courbe expérimentale s'écarte de cette parabole, il y a, pour la distance considérée, une plus grande probabilité de trouver un autre atome. Cela signifie qu'il existe un certain état d'ordre. Cet ordre est d'autant plus grand que l'écart est plus grand, si bien que l'on peut calculer la coordinence à partir de la valeur de cet écart : en effet, l'aire limitée par la partie déformée de la courbe est une mesure du nombre d'atomes qu'on peut trouver à la distance considérée.

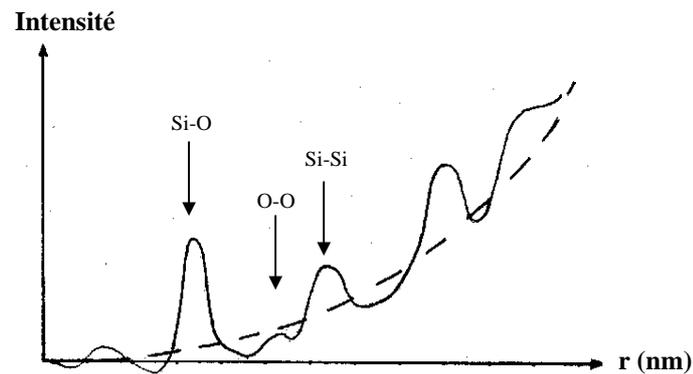


Figure A 1-2

Distribution radiale des densités électroniques du verre de silice par diffraction X (d'après [Scholze-80])

Pour le verre de silice, Mozzi et Warren [Mozzi-69] ont trouvé une première distance bien marquée égale à 0,162 nm qui correspond à la distance Si-O. La détermination de l'aire du pic correspondant conduisait à une coordinence de 4. La seconde distance (O-O) correspondait à 0,265 nm ce qui confirme l'existence du groupement $[\text{SiO}_4]$ (théoriquement, dans un tétraèdre cette distance serait $0,162 \cdot \sqrt{8/3} = 0,2645$ nm). La courbe expérimentale permet encore de distinguer d'autres distances remarquables, mais avec l'augmentation de l'abscisse r , elles deviennent de moins en moins nettes. Toujours est-il qu'on peut attribuer à la distance Si-Si la valeur 0,312 nm ce qui donne un angle de liaison moyen Si-O-Si de 144° , pouvant varier entre 120 et 180° .

A1.3 - Viscosité du verre de silice

1.3.1 Equation VFT

Pour un grand nombre de verres, la variation de la viscosité en fonction de la température suit une loi de la forme [Scholze-80] :

$$\log \eta = A + \frac{B}{T - T_0} \quad (\text{A 1-1})$$

où A et B sont des constantes et T_0 la température idéale de transition vitreuse (temps de relaxation infini). Cette loi est appelée équation de Vogel-Fulcher-Tammann (en abrégé : équation VFT). Ainsi, Brückner donne pour la silice fondue la loi [Brückner-70] :

$$\log \eta = -2,49 + \frac{15004}{T - 253} \quad (\text{A 1-2})$$

où la viscosité η est en Pa.s et la température T en °C.

L'expérience confirme assez bien cette loi, encore que l'on ne puisse vraiment effectuer des mesures de viscosité qu'à partir de 1000°C. En dessous on ne peut faire que des extrapolations. C'est ainsi qu'à température ambiante, on estime la viscosité de la silice à 10^{18} Pa.s [Scholze-80].

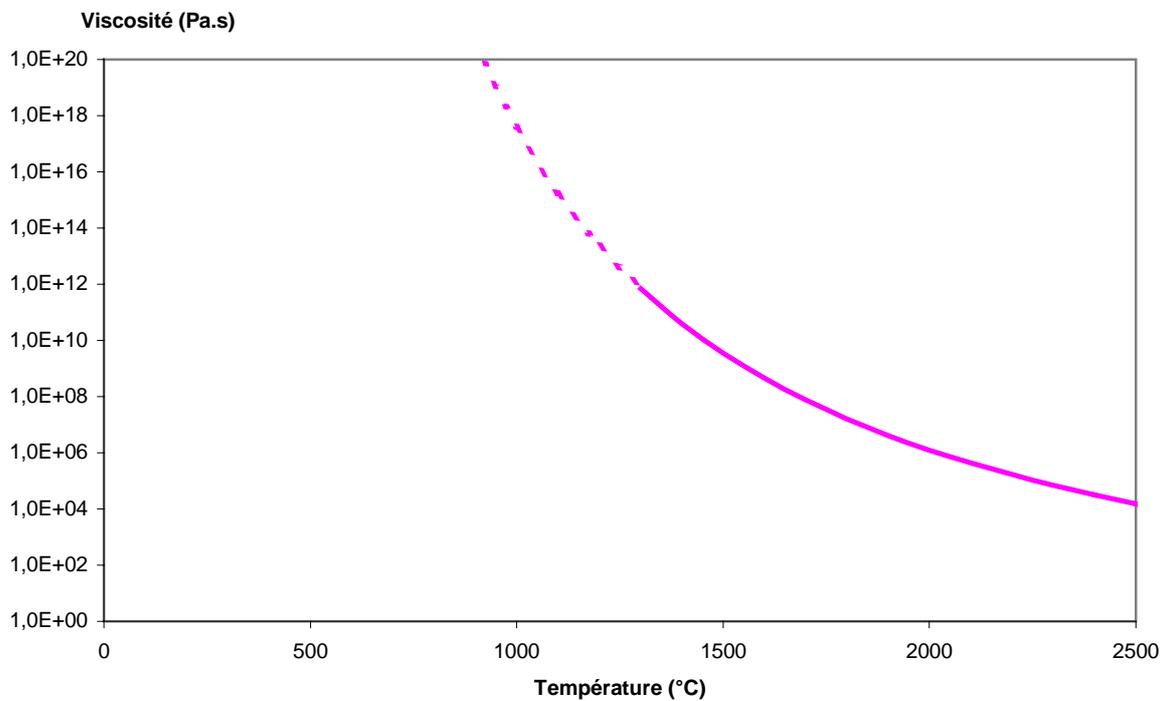


Figure A 1-3

Viscosité de la silice en fonction de la température (équation VFT donnée par Brückner)

1.3.2 Définition des points fixes

Par convention, les points fixes d'un verre sont les températures pour lesquelles la viscosité prend une valeur particulière (*Tableau A 1-1*) :

Désignation	Equivalent anglo-saxon	log η (Pa.s)
Température de fusion	Melting point	1
Température de travail	Working point	3
Température d'enfoncement	Sink point	3,2
Température d'écoulement	Flow point	4
Température de ramolissement	Softening point (Littleton's point)	6,6
Température de ramolissement dilatométrique	Dilatometric point	10,3
Température de recuisson	Annealing point	12
Température de transition vitreuse T_G	Transition point	12 à 12,6
Température de tension (ou de contrainte)	Strain point	13,5

1 Pa.s = 10 dPa.s (Poise)

Tableau A 1-1
Définition des points fixes [Zarzycki-82]

On notera que les températures de recuisson et de tension sont liées au temps de relaxation des contraintes internes. A la température de recuisson, un verre est libéré de ses contraintes internes en 15 minutes environ tandis qu'à la température de tension cette élimination nécessiterait environ 2 à 3 heures. Selon les verriers, le point de recuisson est la température qui correspond au début du refroidissement lent au cours de l'opération de recuisson, alors que le point de tension est la température au-dessous de laquelle la vitesse de refroidissement peut être augmentée sans risque d'introduire des contraintes d'origine thermique appréciables (*Figure A 1-4*).

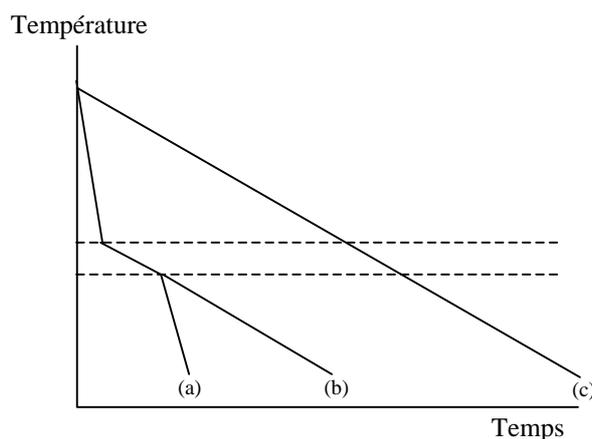


Figure A 1-4
Programme de traitement thermique de recuisson d'un verre (type verre à glace) : (a) cycle économique ; (b) refroidissement accéléré ; (c) refroidissement continu (d'après [Zarzycki-82])

A1.4 - Profil de contraintes dans les verres

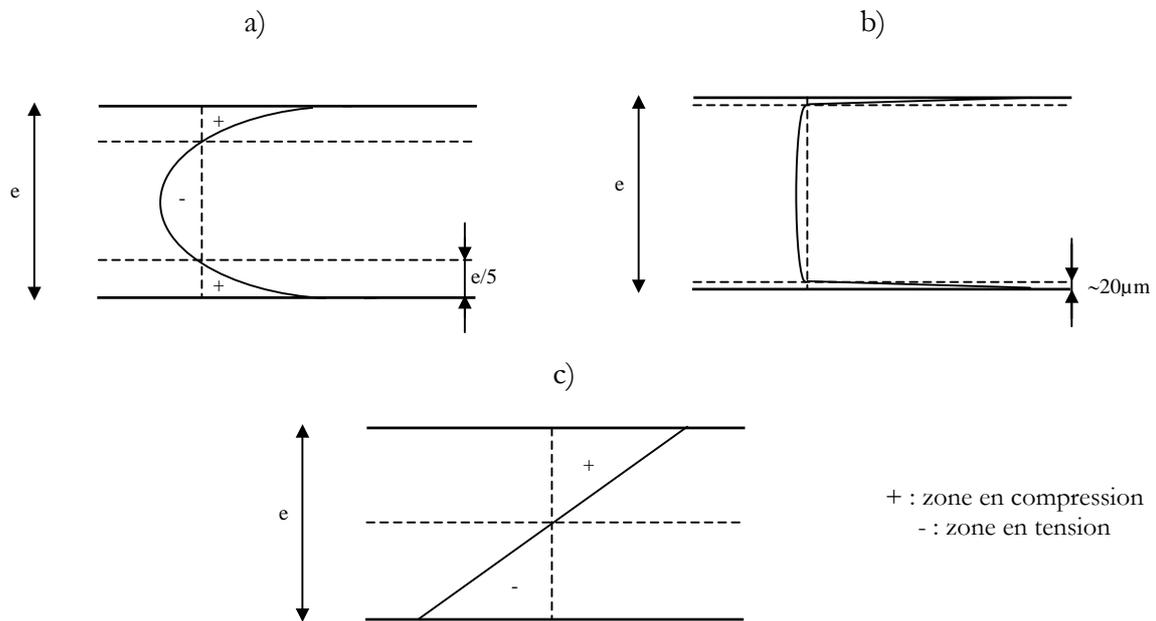


Figure A 1-5

Description schématique des profils de contraintes dans une plaque :
 a) contraintes thermiques (d'après [Zarzycki-82]) ; b) contraintes mécaniques (suite aux étapes d'usinage-polissage) ; c) contraintes de flexion (d'après [Landau-67])

Annexe 2 - Diffractogrammes de rayons X des échantillons en silice

Les diffractogrammes présentés sur la *Figure A 2-1* ont été déterminés de façon expérimentale dans le cadre de ce travail de thèse.

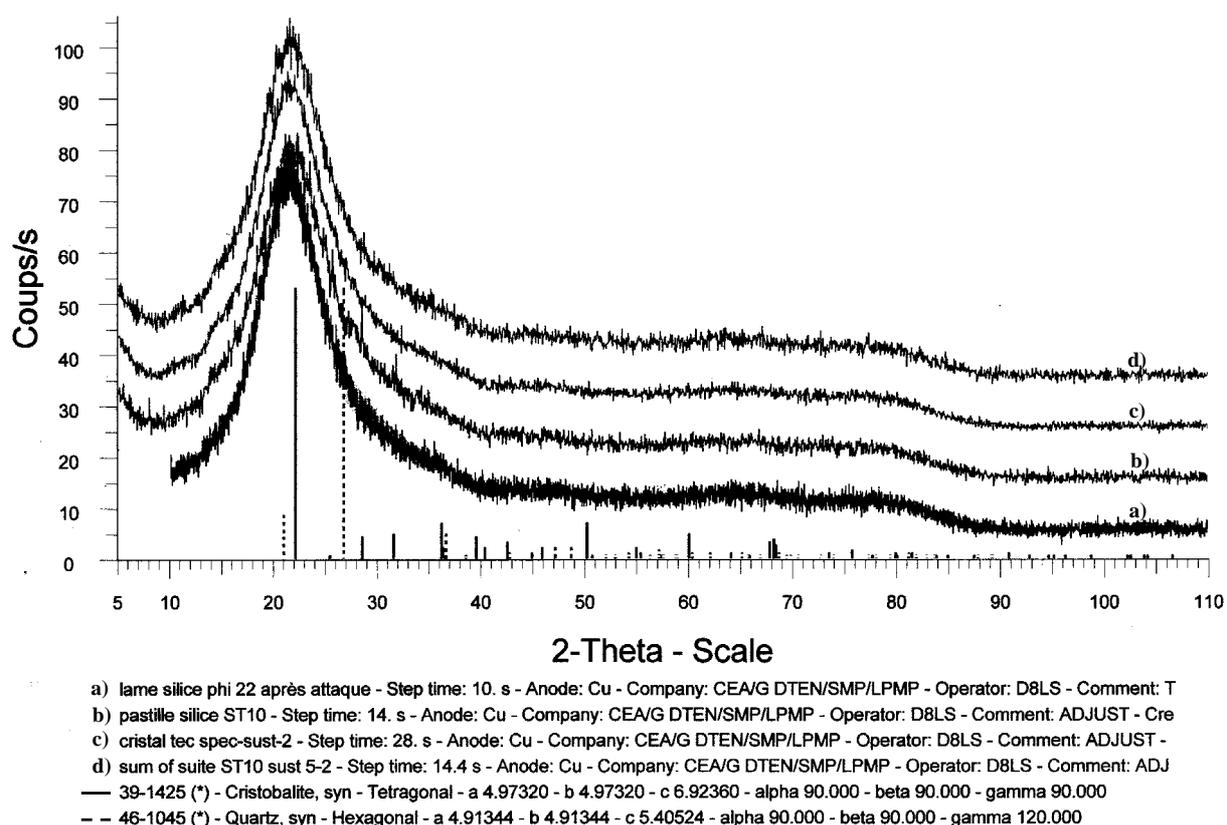


Figure A 2-1

Diffractogramme RX de quatre qualités de silice : a) synthétique (Spectrosil) non sustentée ; b) naturelle (ST10) non sustentée ; c) synthétique (Spectrosil) sustentée ; d) naturelle (ST10) sustentée

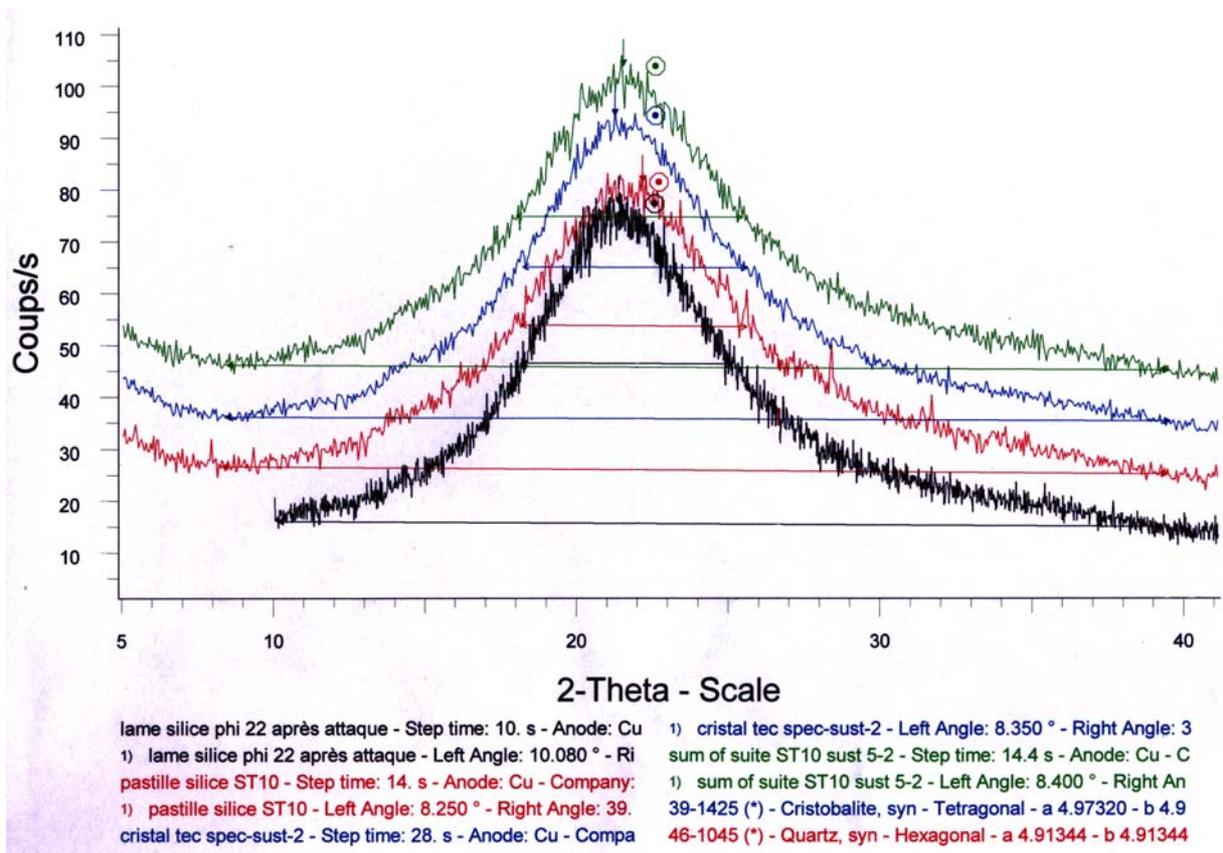


Figure A 2-2

Diffractogramme RX (élargissement) de quatre qualités de silice : a) synthétique (Spectrosil) non sustentée ; b) naturelle (ST10) non sustentée ; c) synthétique (Spectrosil) sustentée ; d) naturelle (ST10) sustentée

Annexe 3 - Techniques expérimentales de caractérisation chimique

A3.1 - Spectroscopie Infra-Rouge à Transformée de Fourier (FTIR) : détermination de la teneur en OH

Les groupes moléculaires constituant le verre possèdent un certain nombre de modes de vibration caractéristiques qui sont déterminés par les masses des atomes constituants, les forces interatomiques et la géométrie des arrangements, c'est-à-dire la structure. Les vibrations modifient le moment électrique dipolaire, ce qui entraîne l'absorption des ondes électromagnétiques dans la région 1-100 μm (10^4 - 100 cm^{-1}) qui correspond au domaine de la spectroscopie infra-rouge. Les verres contenant des traces d'eau absorbent fortement les radiations infra-rouges dans la région spectrale 2,7-4,5 μm (3700 - 2250 cm^{-1}). Ce sont ces bandes qui sont utilisées pour doser le contenu en eau des verres [Zarzycki-82]. Dans le verre de silice, l'eau est présente sous forme d'hydroxyles OH⁻ et les diverses bandes sont attribuées aux groupements OH simplement liés à un Si (2,7 μm) ou bien présentant des liaisons hydrogènes avec un oxygène non pontant (vers 3,5 μm).

Détermination de la teneur en OH :

Soit I_0 l'intensité lumineuse du faisceau incident et I l'intensité du faisceau transmis. On définit la **transmission** (T), telle que $T = I/I_0$ (T est souvent exprimée en %), ainsi que l'**absorbance** (A) définie par : $A = -\log T$ (A est sans unité, on l'appelle parfois **densité optique**). Si c est la concentration en impureté responsable de l'atténuation, on a :

$$A = \epsilon c l \quad (\text{A 3-1})$$

(loi de Beer-Lambert)

où la concentration c est exprimée en mol.L^{-1} , e en cm , et le coefficient d'absorption molaire ε en $\text{L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$. La valeur de ε dépend de l'impureté et du milieu considérés, et peut être trouvée dans la littérature : environ $77,5 \text{ L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ pour Si-OH [Davis-96].

On aura :

$$c[\text{mol.L}^{-1}] = \frac{1}{\varepsilon e} \log\left(\frac{T_{2,73}}{T_0}\right)$$

Et finalement :

$$c[\text{ppm}] = 99,7 \frac{1}{e[\text{cm}]} \log\left(\frac{T_{2,73}}{T_0}\right) \quad (\text{A 3-2})$$

où $T_{2,73}$ et T_0 sont évaluées expérimentalement à l'aide du spectre (voir *Figure A 3-1*).

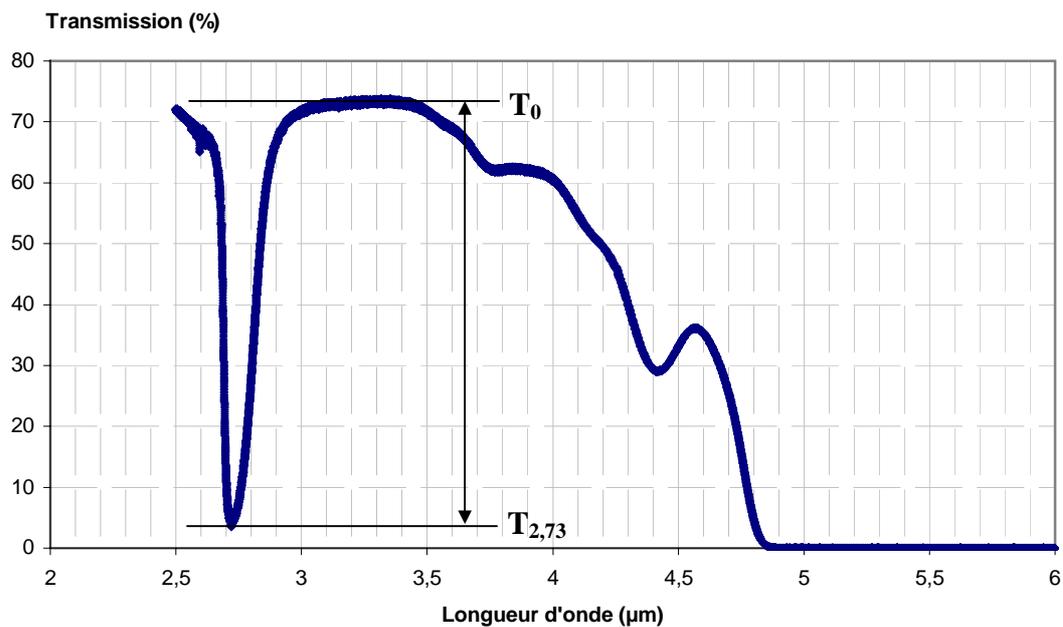


Figure A 3-1

Exemple de spectre obtenu dans le cadre de ce travail de thèse par FTIR sur un échantillon de verre de silice contenant des OH (forte absorption à 2,73 µm).

A3.2 - Spectroscopie de masse à décharge lumineuse (GDMS)

Cette technique est utilisée pour l'analyse élémentaire de solides inorganiques conducteurs ou semiconducteurs. Elle a été sous-traitée à la société SHIVA TECHNOLOGIES. Le dispositif expérimental utilise une décharge lumineuse, généralement dans un plasma d'argon, pour pulvériser le matériau et analyser les particules arrachées grâce à un spectromètre de masse. Le produit à analyser peut constituer directement la cathode (ici en tantale), ou, dans le cas de matériaux isolants, être incorporé à celle-ci. Cette technique a permis de mesurer des concentrations de l'ordre du ppm en masse (voire du ppb) pour les 75 éléments suivants :

	CEA - 1	CEA - 2	CEA - 3	CEA - 4	CEA - 5	CEA - 6	CEA - 7	CEA - 8	CEA - 9	CEA - 10
	ST10	spectrosil	ST10	spectrosil	ST10	ST10	spectrosil	spectrosil	sa	sa
	<i>sustentée</i>	<i>sustentée</i>	<i>sustentée</i>	<i>sustentée</i>	<i>non sustentée</i>					
Shiva	E030306005	E030306006	E030306007	E030306008	E030306009	E030306010	E030306011	E030306012	E030306013	E030306014
Job #	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230
Element	[ppm wt]	[ppm wt]	[ppm wt]	[ppm wt]	[ppm wt]	[ppm wt]				
Li	0,12	0,06	0,47	< 0,05	< 0,05	0,89	0,26	0,66	< 0,05	< 0,05
Be	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
B	0,16	0,09	0,36	< 0,05	0,21	0,28	0,26	0,31	< 0,05	0,24
C	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
N	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
O	Matrix	Matrix	Matrix	Matrix	Matrix	Matrix	Matrix	Matrix	Matrix	Matrix
F	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5
Na	0,66	0,75	1,6	< 0,05	1,4	4,4	2,4	5,6	0,34	1,6
Mg	0,66	< 0,05	0,15	< 0,05	0,11	0,13	< 0,05	0,11	< 0,05	0,13
Al	26	0,43	19	0,34	19	21	1,3	1,5	0,43	2,4
Si	Matrix	Matrix	Matrix	Matrix	Matrix	Matrix	Matrix	Matrix	Matrix	Matrix
P	0,33	2,9	0,47	1,3	0,34	0,27	0,13	0,13	0,75	2,2
S	0,14	0,42	0,25	0,18	0,24	0,11	0,42	0,16	0,20	1,1
Cl	0,94	0,89	0,26	0,47	0,66	0,52	0,47	0,43	280	160
K	0,19	0,12	0,23	0,89	0,14	1,7	1,1	2,4	0,47	3,8
Ca	47	3,3	2,4	24	2,4	1,9	3,3	4,6	1,9	14
Sc	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
Ti	3,3	0,37	2,3	< 0,05	2,6	2,6	0,15	0,31	< 0,05	1,9
V	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
Cr	5,6	0,47	0,47	14	0,35	0,35	0,19	0,29	0,14	2,1
Mn	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
Fe	11	1,9	0,94	4,1	0,94	0,94	< 0,5	< 0,5	< 0,5	2,0
Co	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
Ni	0,24	0,47	0,38	1,2	< 0,10	0,16	0,14	0,16	< 0,10	2,6

	CEA - 1	CEA - 2	CEA - 3	CEA - 4	CEA - 5	CEA - 6	CEA - 7	CEA - 8	CEA - 9	CEA - 10
	ST10	spectrosil	ST10	spectrosil	ST10	ST10	spectrosil	spectrosil	sa	sa
	<i>sustentée</i>	<i>sustentée</i>	<i>sustentée</i>	<i>sustentée</i>	<i>non sustentée</i>					
Shiva	E030306005	E030306006	E030306007	E030306008	E030306009	E030306010	E030306011	E030306012	E030306013	E030306014
Job #	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230
Element	[ppm wt]	[ppm wt]	[ppm wt]	[ppm wt]	[ppm wt]	[ppm wt]				
Cu	0,38	0,47	0,56	0,56	0,45	0,47	0,19	0,31	0,61	0,52
Zn	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Ga	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Ge	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
As	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
Se	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Br	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
Rb	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
Sr	0,09	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
Y	0,35	< 0.05	0,16	< 0.05	< 0.05	0,24	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
Zr	3,8	1,1	2,0	0,28	2,7	1,5	< 0.1	< 0.1	0,47	0,80
Nb	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5
Mo	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
Ru	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
Rh	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
Pd	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Ag	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Cd	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
In	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Sn	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
Sb	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
Te	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
I	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
Cs	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
Ba	0,38	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	0,11	0,16	0,08	< 0.05	< 0.05
La	0,33	0,28	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	0,47
Ce	1,3	0,16	< 0.01	< 0.01	< 0.01	0,21	0,15	0,18	< 0.01	0,47
Pr	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
Nd	0,85	0,33	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	0,71
Sm	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
Eu	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
Gd	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
Tb	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
Dy	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	0,14	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
Ho	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
Er	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01

	CEA - 1	CEA - 2	CEA - 3	CEA - 4	CEA - 5	CEA - 6	CEA - 7	CEA - 8	CEA - 9	CEA - 10
	ST10	spectrosil	ST10	spectrosil	ST10	ST10	spectrosil	spectrosil	sa	sa
	<i>sustentée</i>	<i>sustentée</i>	<i>sustentée</i>	<i>sustentée</i>	<i>non sustentée</i>					
<i>Shiva</i>	E030306005	E030306006	E030306007	E030306008	E030306009	E030306010	E030306011	E030306012	E030306013	E030306014
<i>Job #</i>	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230	EI0230
Element	[ppm wt]	[ppm wt]	[ppm wt]	[ppm wt]	[ppm wt]	[ppm wt]				
Tm	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
Yb	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
Lu	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
Hf	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
Ta	Binder	Binder	Binder	Binder	Binder	Binder	Binder	Binder	Binder	Binder
W	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Re	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
Os	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
Ir	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
Pt	< 0.2	< 0.2	< 0.2	< 0.2	< 0.2	< 0.2	< 0.2	< 0.2	< 0.2	< 0.2
Au	Interference	Interference	Interference	Interference	Interference	Interference	Interference	Interference	Interference	Interference
Hg	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Tl	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
Pb	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
Bi	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
Th	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05
U	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05	< 0.05

Tableau A 3-1

Analyse par GDMS des échantillons de silice étudiés dans le cadre de ce travail

Annexe 4 - Caractérisation métrologique des échantillons tests

A4.1 - Caractéristiques dimensionnelles

Toutes les dimensions sont en mm et mesurées avec une précision de 1 μm par un palpeur.

Planéité d'une face : écart mesuré par la méthode des moindres carrés entre la surface et son plan moyen (le plan moyen est déterminé à l'aide de 20 points répartis sur deux diamètres orthogonaux de la face).

Parallélisme entre deux faces : écart entre les plans moyens des deux faces considérées.

Perpendicularité de la tige par rapport au disque : écart mesuré (à l'extrémité de la tige) entre la tige et la normale au plan moyen de la face supérieure du disque (c'est-à-dire la face du disque côté tige).

Echantillons silice :

Géométrie 1 :

N° échantillon	Epaisseur disque (mm)	Planéité disque (Ecart de Forme en mm)		Parallélisme (Ecart en mm)	Diamètre disque et Ecart de Forme (en mm)	Diamètre tige et Ecart de Forme (en mm)	Perpendicularité (Ecart en mm)
		Plan inf	Plan sup (tige)				
SiO2-ST10-2-1-1	0,54	0,009	0,024	0,037	20,135 (0,003)	2,105 (0,008)	0,032
SiO2-spec2000-2-2-1	0,53	0,005	0,007	0,009	20,099 (0,004)	2,080 (0,021)	0,011
SiO2-HERA3-2-3-1	0,55	0,006	0,020	0,030	20,127 (0,003)	2,103 (0,005)	0,028
SUPRASIL300-2-4-1	0,53	0,006	0,042	0,037	20,081 (0,005)	2,078 (0,010)	0,054
SiO2 SAGEM-2-5	0,53	0,008	0,008	0,009	20,047 (0,014)	2,127 (0,006)	0,085
SiO2-ST10-1-3		0,015	0,033	0,044	20,004 (0,003)	2,015 (0,013)	0,068

Géométrie 3 :

N° échantillon	Epaisseur disque (mm)	Planéité disque (Ecart de Forme en mm)		Parallélisme (Ecart en mm)	Diam disque et Ecart de Forme (en mm)	Diam tige et Ecart de Forme (en mm)	Perpendicularité (Ecart en mm)	Centrage (en mm)
		Plan inf	Plan sup (tige)					
sp2000-5	0,8	0,006	0,022	1,886	20,029 (0,001)	2,026 (0,013)	1,896	0,011
sp2000-6	0,8	0,005	0,059	0,056	20,022 (0,001)	2,008 (0,015)	0,062	0,020
sp2000-7	0,8	0,007	0,028	0,042	20,031 (0,001)	2,021 (0,006)	0,033	0,007
sup300-4	0,8	0,004	0,048	0,190	20,041 (0,001)	2,021 (0,004)	0,590	0,007
sup300-5	0,8	0,007	0,041	0,042	20,042 (0,001)	2,049 (0,009)	0,044	0,012
sup300-6	0,8	0,005	0,059	0,057	20,028 (0,001)	2,030 (0,007)	0,310	0,012
sa-3	0,8	0,007	0,039	0,050	19,995 (0,064)	1,987 (0,011)	0,054	0,037
sa-4	0,8	0,005	0,039	0,020	20,018 (0,003)	1,994 (0,013)	0,057	0,024
sa-5	0,8	0,008	0,056	0,074	20,031 (0,001)	2,010 (0,013)	0,059	0,007

Echantillons saphir :

N° échantillon	Epaisseur disque (mm)	Planéité disque (Ecart de Forme en mm)		Parallélisme (Ecart en mm)	Diam disque et Ecart de Forme (en mm)	Diam tige et Ecart de Forme (en mm)	Perpendicularité (Ecart en mm)	Centrage (en mm)
		Plan inf	Plan sup (tige)					
170401	0,52	0,007	0,023	0,055	20,045 (0,000)	1,978 (0,019)	0,031	
saphir_assemb_1	0,73	0,006	0,008	0,029	19,987 (0,015)	2,941 (0,018)	0,032	0,520
saphir_assemb_2	0,74	0,006	0,006	0,007	19,987 (0,010)	1,966 (0,029)	0,078	0,066
saphir_assemb_3	0,72	0,003	0,008	0,031	19,982 (0,011)	1,976 (0,005)	0,028	0,059

A4.2 - Mesures de rugosité

Les valeurs typiques de rugosité RMS* ont été mesurées par microscopie à force atomique (AFM) sur les échantillons tests de géométrie 1. On remarque que la qualité de l'état de surface de la face supérieure du disque est bien inférieure à celle de l'autre face. Cela provient des difficultés rencontrées lors du polissage, du fait de la présence de la tige au centre de cette face.

Valeurs RMS en μm	Face inférieure disque	Face supérieure disque (tige)		Face cylindrique tige
		Zone périphérique	Zone centrale	
Echantillons silice	0,001-0,005	0,01	0,5	0,5-1,0
Echantillons saphir (élaboration CEA)	0,02			0,1
Echantillons saphir (élaboration extérieure)	0,002	0,002	0,002	

* Root Mean Squared

Annexe 5 - Détermination de l'indice optique par la technique de mesure de l'angle limite de réflexion totale

Le principe de cette technique repose sur l'existence d'un angle limite θ_c pour lequel le faisceau monochromatique incident est totalement réfléchi à l'interface prisme-échantillon (voir *Figure A 5-1*). Cet angle dépendant des indices optiques des milieux constituant l'interface, il est possible, en effectuant une mesure précise de cet angle, de déterminer l'indice optique de l'échantillon, celui du prisme étant connu. En pratique, la mesure revient à déterminer l'angle d'incidence pour lequel on a l'extinction de la moitié du faisceau émergent (moitié qui correspond à la partie du faisceau incident qui est transmise à l'interface puis que arrivant sur celle-ci avec un angle d'incidence inférieur à θ_c).

Remarques :

- En réalité, le contraste entre les zones angulaires de réflexion totale et de réflexion atténuée dépend de l'épaisseur du gap d'air entre l'échantillon et le prisme. Du fait de la courbure de l'échantillon lors du serrage, l'épaisseur de ce gap n'est pas uniforme. Cela permet d'optimiser ce contraste en déplaçant le faisceau incident dans la zone de couplage. La zone de couplage correspondant à la zone où ce gap est suffisamment petit pour permettre le passage de l'onde lumineuse du prisme dans l'échantillon par effet tunnel.
- Le dispositif permet de modifier la longueur d'onde et la polarisation du faisceau incident.
- La mesure de θ_c peut être effectuée à 0.02° près ce qui représente une précision de quelques 10^{-4} sur la mesure de l'indice optique.

Le prisme utilisé est en verre lourd d'indice 1,86056 à 633 nm et d'angle $64,933^\circ$.

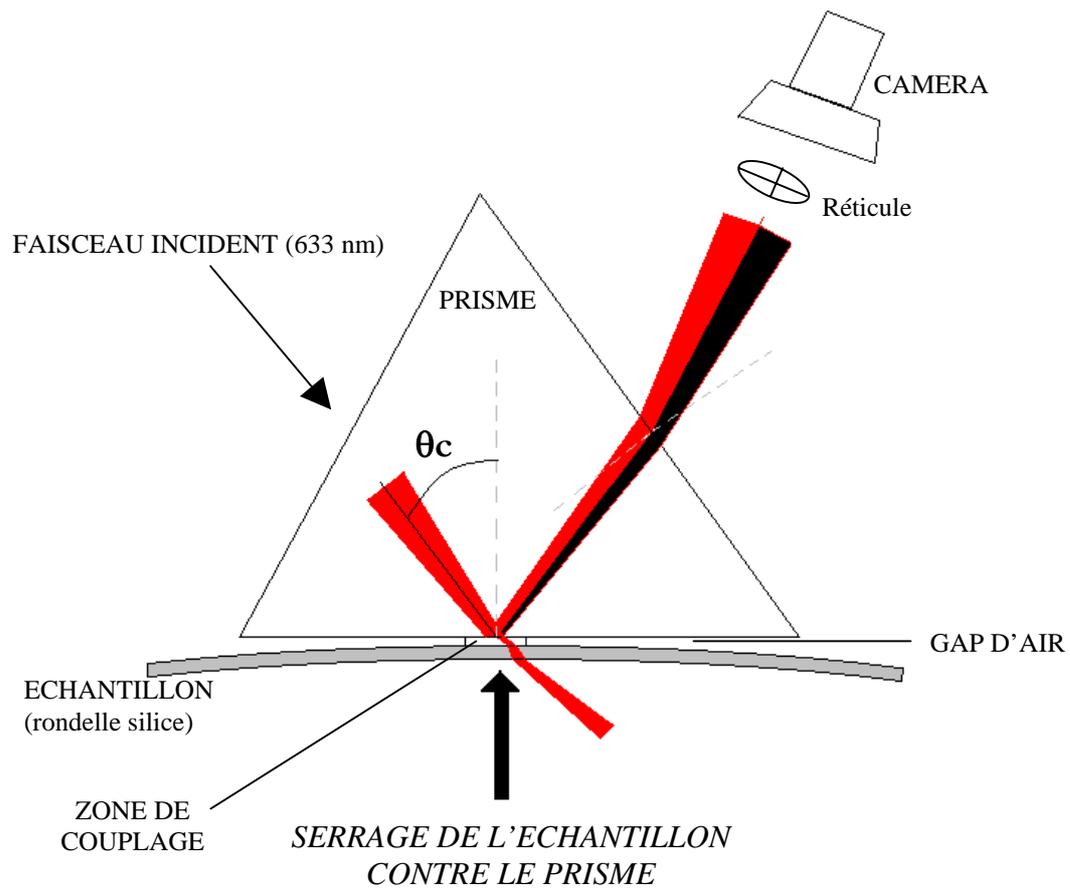


Figure A 5-1

Principe de la détermination de l'indice optique par la mesure de l'angle limite de réflexion totale

Annexe 6 - Simulation numérique par éléments finis

Trois versions des logiciels ANSYS Inc. de calcul par éléments finis ont été utilisées pour calculer les fréquences propres de la géométrie disque-tige par simulation numérique : ANSYS 5.5 au CEA-Grenoble dans le cadre de ce travail de thèse, ANSYS University 5.6 (INSA Lyon) et DesignSpace (DGA/LRBA) dans le cadre du contrat DGA-CEA-INSA.

A6.1 - Modélisation

Matériau (silice)	$E=73E9 \text{ N/m}^2$ $\rho=2,2E3 \text{ kg/m}^3$ $\nu=0,17$
Elément fini	Tétraèdre 10 noeuds à 3 ddl (Ansys solid92)
Conditions aux limites	Tous les ddl=0 (encastrement à l'extrémité de la tige) Pas de conditions aux limites (échantillon suspendu par l'extrémité de la tige)

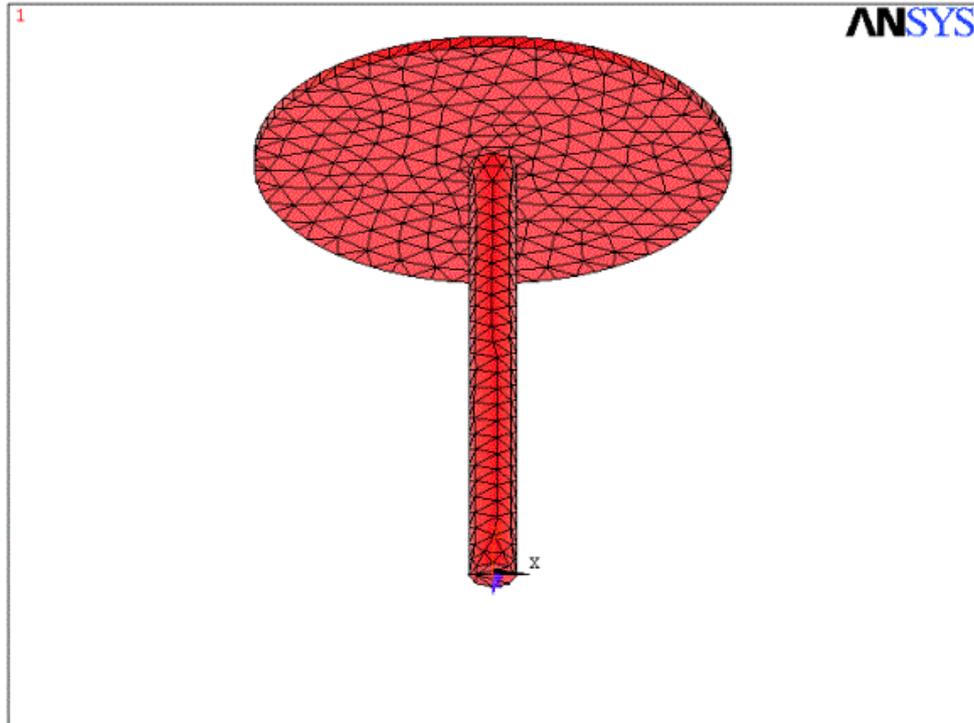


Figure A 6-1
Maillage de l'échantillon de géométrie test

Annexe 7 - Calculs de la thermoélasticité

A7.1 - Equations fondamentales de la théorie de l'élasticité

7.1.1 Relations déplacements-déformations

On détermine chaque point du corps par le vecteur $\vec{r} = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}$ dans un système de coordonnées.

Après déformation, ce vecteur devient $\vec{r}' = \begin{bmatrix} x_1' \\ x_2' \\ x_3' \end{bmatrix}$. Le déplacement du point du corps au cours de

la déformation est alors représenté par le vecteur $\vec{u} = \vec{r}' - \vec{r}$:

$$\vec{u} = \begin{bmatrix} u_1 = x_1' - x_1 \\ u_2 = x_2' - x_2 \\ u_3 = x_3' - x_3 \end{bmatrix}$$

\vec{u} est appelé vecteur déplacement.

Les coordonnées x_i' du point déplacé sont fonctions de celles x_i du même point avant déformation. Par conséquent, le vecteur déplacement \vec{u} est lui aussi fonction des x_i . La donnée de \vec{u} en fonction des x_i détermine complètement la déformation du corps.

Au cours de la déformation du corps les distances entre ses points varient :

Si $dr = \sqrt{dx_1^2 + dx_2^2 + dx_3^2}$ est la distance entre deux points avant déformation, cette distance deviendra $dr' = \sqrt{dx_1'^2 + dx_2'^2 + dx_3'^2}$ après déformation.

Dans le cas envisagé des petites déformations, on appelle tenseur des déformations le tenseur $\underline{\varepsilon}_{ij}$ défini par :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (\text{A 7-1})$$

Par définition, le tenseur des déformations est symétrique ($\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ji}$).

7.1.2 Relations déformations-contraintes (loi de Hooke généralisée)

Pour un corps isotrope à température constante, les relations contraintes-déformations s'écrivent :

$$\begin{cases} \varepsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{Y} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{Y} \sigma_{\ell\ell} \delta_{ij} \\ \sigma_{ij} = \frac{Y}{1+\nu} \left(\varepsilon_{ij} + \frac{\nu}{1-2\nu} \varepsilon_{\ell\ell} \delta_{ij} \right) \end{cases} \quad (\text{A 7-2})$$

Y étant le module de traction-compression (module de Young) et ν le coefficient de Poisson.

Il est également possible d'exprimer ces relations à l'aide des coefficients G (module de cisaillement) et λ (coefficient de Lamé) :

$$\begin{cases} \varepsilon_{ij} = \frac{1}{2G} \left(\sigma_{ij} - \frac{\lambda}{3\lambda + 2G} \sigma_{\ell\ell} \delta_{ij} \right) \\ \sigma_{ij} = 2G\varepsilon_{ij} + \lambda\varepsilon_{\ell\ell} \delta_{ij} \end{cases} \quad (\text{A 7-3})$$

Dans ces relations :

$$\varepsilon_{\ell\ell} = \varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33} = \frac{dV' - dV}{dV}$$

$$\sigma_{\ell\ell} = \sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}$$

$$\delta_{ij} = 0 \text{ si } i \neq j$$

$$\delta_{ij} = 1 \text{ si } i = j$$

7.1.3 Equations d'équilibre des corps

L'équilibre du volume (V) soumis aux forces de volume $\vec{f} dV$ et aux forces de surface $\underline{\sigma}.d\vec{n}$ exercées par le reste du solide sur (V) s'écrit :

$$\int_V \vec{f} dV + \oint_S \underline{\sigma}.d\vec{n} = \vec{0}$$

soit : $\int_V \vec{f} dV + \int_V \text{div}(\underline{\sigma}) dV = \vec{0}$ (théorème de Green-Ostrogradski).

La condition d'équilibre s'écrit donc :

$$\vec{f} + \text{div}(\underline{\sigma}) = \vec{0} \quad (\text{A 7-4})$$

7.1.4 Energie libre d'un corps isotrope déformé

L'énergie de déformation par unité de volume est définie par la quantité :

$$F = \frac{1}{2} \sigma_{ij} \varepsilon_{ij} \quad (\text{A 7-5})$$

Pour un corps isotrope à température constante, elle peut s'exprimer par :

$$F = G \left(\varepsilon_{ij} - \frac{1}{3} \delta_{ij} \varepsilon_{\ell\ell} \right)^2 + \frac{K}{2} \varepsilon_{\ell\ell}^2 \quad (\text{A 7-6})$$

Où K est le module de compression uniforme.

A7.2 - Equations de la thermoélasticité

Dans le cas des faibles variations de température, l'énergie libre de déformation peut s'écrire [Landau-67] :

$$F = F_0(T) - K\alpha(T - T_0)\varepsilon_{\ell\ell} + G \left(\varepsilon_{ij} - \frac{1}{3} \delta_{ij} \varepsilon_{\ell\ell} \right)^2 + \frac{K}{2} \varepsilon_{\ell\ell}^2 \quad (\text{A 7-7})$$

D'autre part, au premier ordre en ε_{ik} , l'entropie peut s'écrire [Landau-67] :

$$s = -\frac{\partial F}{\partial T} = s_0(T) + K\alpha\varepsilon_{\ell\ell} \quad (\text{A 7-8})$$

Les quantités G , K (module de compressibilité) et α sont supposées constantes (la prise en compte d'une dépendance vis-à-vis de la température entraînerait des infiniment petits d'ordre supérieur).

Notons qu'il est possible d'obtenir le tenseur des contraintes en dérivant l'expression de l'énergie F par rapport à la déformation ε_{ik} :

$$\sigma_{ij} = -K\alpha(T - T_0)\delta_{ij} + K\varepsilon_{\ell\ell}\delta_{ij} + 2G\left(\varepsilon_{ij} - \frac{1}{3}\delta_{ij}\varepsilon_{\ell\ell}\right) \quad (\text{A 7-9})$$

Le terme $-K\alpha(T - T_0)\delta_{ij}$ représente les contraintes supplémentaires dues à la variation de température du corps isotrope.

En dilatation libre du corps (en l'absence de forces extérieures) les contraintes internes sont nulles. Si on annule σ_{ij} dans la relation précédente, on trouve que ε_{ij} est de la forme (constante δ_{ij}) avec $\varepsilon_{\ell\ell} = \alpha(T - T_0)$, α représentant le coefficient de dilatation thermique du corps.

Cas des déformations isothermes :

La température du corps ne varie pas, en posant $(T - T_0) = 0$ on retrouve les formules usuelles de l'élasticité. K et G pourront donc être appelés modules isothermes.

Cas des déformations adiabatiques :

Elles s'effectuent sans échange de chaleur entre les diverses parties du corps et, bien sûr, entre le corps et le milieu ambiant. Dans ce cas on aura [Landau-67] :

$$\frac{1}{K_{\text{ad}}} = \frac{1}{K} - \frac{T\alpha^2}{C_p} \quad (\text{A 7-10})$$

$$G_{\text{ad}} = G \quad (\text{A 7-11})$$

$$E_{ad} = \frac{E}{1 - E \frac{T\alpha^2}{9C_p}} \quad (\text{A 7-12})$$

$$v_{ad} = v + (1 + v)E \frac{T\alpha^2}{9C_p} \quad (\text{A 7-13})$$

où C_p est la capacité calorifique volumique [$J.K^{-1}.m^{-3}$].

A7.3 - Thermoélasticité et dissipation

On montre en thermodynamique des processus irréversibles que la production d'entropie (par unité de temps et de volume) liée au flux de chaleur et au gradient de température peut s'écrire :

$$\dot{s} = \frac{\partial s}{\partial t} = \vec{j}_Q \cdot \vec{X}_Q \quad (\text{A 7-14})$$

où la force motrice au transport peut s'écrire : $\vec{X}_Q = \vec{\nabla} \left(\frac{1}{T} \right)$.

Dans le cas où le flux de chaleur est le fait de la seule conduction thermique et en supposant applicable la loi de Fourier : $\vec{j}_Q = -k\vec{\nabla}T$ (k : conductibilité thermique), on a :

$$\begin{aligned} \dot{s} &= \vec{\nabla} \left(\frac{1}{T} \right) \cdot (-k\vec{\nabla}T) \\ \dot{s} &= \frac{k}{T^2} (\vec{\nabla}T)^2 \geq 0 \end{aligned} \quad (\text{A 7-15})$$

Il en découle que la part de l'énergie dissipée par conduction thermique peut s'exprimer par :

$$\dot{E} = -\frac{k}{T} \iiint_V (\vec{\nabla}T)^2 dV \quad (\text{A 7-16})$$

et la dissipation Q^{-1} associée sera :

$$Q_{th}^{-1} = \frac{|\dot{E}|}{\omega E_0} = \frac{\frac{k}{T} \iiint_V (\vec{\nabla} T)^2 dV}{\omega E_0} \quad (A 7-17)$$

A7.4 - Application : dissipation thermoélastique dans une plaque en flexion

D'une manière générale, il est possible de mettre l'équation de conservation de la chaleur sous la forme :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = -\text{div} \vec{j}_Q + \dot{q} \quad (A 7-18)$$

où le terme source \dot{q} est relatif à une création d'énergie à l'intérieur du système considéré (exprimée par unité de volume et de temps). Dans le cas où le flux diffusif peut se mettre sous la forme $\vec{j}_Q = -k \vec{\nabla} T$, on aura :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \vec{\nabla}^2 T + \dot{q} \quad (A 7-19)$$

Dans le cas qui nous intéresse, le terme \dot{q} représente la création instantanée d'énergie qui se produit au sein du solide au moment de la déformation. En utilisant la création d'entropie (A 7-8), on aura :

$$\dot{q} = -\omega K \alpha \varepsilon_{\ell\ell} \quad (A 7-20)$$

Cas des hautes fréquences :

Lorsque la période de la vibration est très faible devant le temps nécessaire à l'établissement du transfert de chaleur, c'est-à-dire lorsque $\omega \gg \frac{D_{th}}{d^2}$ où d est la distance sur laquelle s'effectue le transfert de chaleur et D_{th} la diffusivité thermique, on peut considérer les vibrations comme adiabatiques.

Remarque :

Dans le cas des vibrations à 10kHz d'une plaque en silice d'épaisseur 1mm, on a $\omega \approx 6.10^4 \text{ s}^{-1}$ et

$$\frac{D_{\text{th}}}{d^2} \approx 1 \text{ s}^{-1}.$$

Dans ce cas, on pourra négliger l'influence du terme diffusif dans l'équation (A 7-19) : on se trouve effectivement dans une condition d'adiabaticité et on peut écrire que :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} \approx -\omega K \alpha \varepsilon_{\ell} T_0 \quad (\text{A 7-21})$$

Une analyse des ordres de grandeur, similaire à celle effectuée au Chapitre 5, conduit à :

$$\omega \rho C_p |\Delta T|_{\text{ad}} \approx -\omega K \alpha \varepsilon_{\ell} T_0$$

Soit :

$$|\Delta T|_{\text{ad}} \approx -\frac{K \alpha \varepsilon_{\ell} T_0}{\rho C_p} \quad (\text{A 7-22})$$

ou :

$$|\Delta T|_{\text{ad}} \approx -\frac{\alpha \sigma_{\ell} T_0}{\rho C_p} \quad (\text{A 7-23})$$

Si le déplacement est de la forme $u_x = u_0 \cos(kx - \omega t)$ avec $k = \omega/c$ (c étant la célérité de

l'onde), on aura pour la déformation : $\varepsilon_{xx} = \frac{\omega}{c} u_0 \sin(kx - \omega t)$, soit en remplaçant dans

(A 7-22) :

$$|\Delta T|_{\text{ad}}^2 \approx \left(\frac{K \alpha T_0 \omega u_0 \sin(kx - \omega t)}{\rho C_p c} \right)^2 \quad (\text{A 7-24})$$

Par ailleurs, l'énergie moyenne totale pour l'unité de volume considérée est égale au double de l'énergie cinétique, soit $e_0 \approx \rho \omega^2 u_0^2 \sin^2(\omega t - kx)$ [Landau-67]. On obtient tous calculs faits :

$$Q_{th}^{-1} = \frac{|\dot{E}|}{\omega E_0} \approx \frac{K\alpha^2 T}{C} \frac{D_{th}}{\omega e^2} \quad (A\ 7-25)$$

En posant $\tau_{th} = \frac{d^2}{D_{th}}$ on obtient :

$$Q_{th}^{-1} \approx \frac{K\alpha^2 T}{C} \frac{1}{\omega\tau_{th}} \quad (A\ 7-26)$$

Cas des basses fréquences :

Dans ce cas, la période de la vibration est suffisamment grande pour permettre l'homogénéisation du gradient de température par transfert de chaleur : $\omega \ll \frac{D_{th}}{d^2}$. On peut alors considérer les vibrations comme quasi-isothermes.

L'équation (A 7-19) devient :

$$\frac{\partial T|_{ad}}{\partial t} = D \frac{\partial^2 T|_{iso}}{\partial x^2} \quad (A\ 7-27)$$

Une approche similaire à celle que nous venons de réaliser conduit à :

$$\omega |\Delta T|_{ad} \approx D \frac{|\Delta T|_{iso}}{e^2} \quad (A\ 7-28)$$

Et on a pour la dissipation :

$$Q_{th}^{-1} \approx \frac{K\alpha^2 T}{C} \omega\tau_{th} \quad (A\ 7-29)$$

Remarque :

En considérant les deux cas limites des hautes et basses fréquences, on retrouve les régimes asymptotiques de la loi de type $Q^{-1} = \Delta \frac{\omega\tau_{th}}{1 + (\omega\tau_{th})^2}$ (ou frottement interne) [Zener-48]

[Nowick-72] décrivant la dissipation associée à un processus de relaxation. A haute fréquence on

est dans le cas où $\omega\tau_{th} \gg 1$ ce qui entraîne pour la dissipation une loi $Q^{-1} \propto \frac{1}{\omega\tau_{th}}$; à basse fréquence, $\omega\tau_{th} \ll 1$ et $Q^{-1} \propto \omega\tau_{th}$.

Une telle loi traduit le fait que dans le cas des vibrations de basse fréquence, la vitesse de variation de la contrainte appliquée est suffisamment lente pour que l'échantillon reste toujours en équilibre thermique : le processus est quasi isotherme et réversible, il n'y a pas de dissipation. Aux fréquences élevées ($\omega\tau_{th} \gg 1$) le temps nécessaire pour qu'un flux appréciable de chaleur puisse s'instaurer entre les zones de température différente est insuffisant pendant une demi-période : le processus est quasi adiabatique et non dissipatif.

Annexe 8 - Les différents types de comportement mécanique

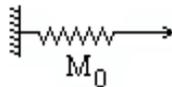
A8.1 - Introduction

Afin de décrire un modèle mécanique décrivant l'anélasticité, rappelons quelques modèles mécaniques simples, permettant d'obtenir une loi de comportement (relation contrainte-déformation) linéaire du type :

$$a_0\sigma + a_1\dot{\sigma} + a_2\ddot{\sigma} + \dots = b_0\varepsilon + b_1\dot{\varepsilon} + b_2\ddot{\varepsilon} + \dots$$

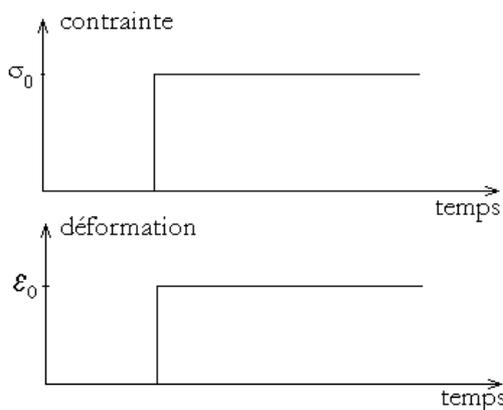
$$\text{que l'on peut noter : } f(\sigma, \dot{\sigma}, \ddot{\sigma}, \dots, \varepsilon, \dot{\varepsilon}, \ddot{\varepsilon}, \dots) = 0$$

A8.2 - Ressort idéal



Soit ε la déformation subie par le ressort idéal (constante de raideur M_0)

Soit σ la contrainte subie par le ressort idéal



La loi de comportement s'écrit : $\sigma = M_0\varepsilon$

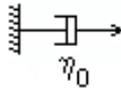
$$\text{soit } f(\sigma, \varepsilon) = 0$$

Expérience de fluage :

$$\text{à } t=0^+ : \sigma = \sigma_0$$

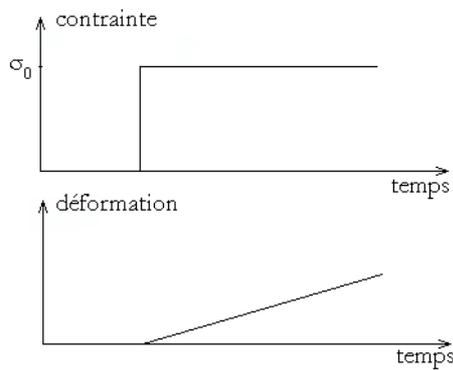
$$\varepsilon(t) = \frac{1}{M_0} \sigma_0 = \varepsilon_0$$

A8.3 - Amortisseur idéal



Soit ε la déformation subie par l'amortisseur idéal (viscosité η_0)

Soit σ la contrainte subie par l'amortisseur idéal



La loi de comportement s'écrit : $\sigma = \eta_0 \dot{\varepsilon}$

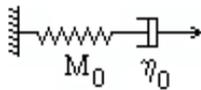
soit $f(\sigma, \dot{\varepsilon}) = 0$

Expérience de fluage :

à $t=0^+$: $\sigma = \sigma_0$

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma_0}{\eta_0} t$$

A8.4 - Solide de Maxwell



Soit ε_1 la déformation subie par le ressort idéal (constante de raideur M_0)

Soit ε_2 la déformation subie par l'amortisseur idéal (viscosité η_0)

Soit σ_1 la contrainte subie par le ressort idéal

Soit σ_2 la contrainte subie par l'amortisseur idéal

On a les relations suivantes :

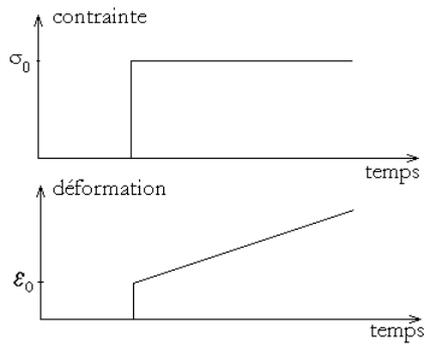
$$\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma$$

$$\varepsilon_1 + \varepsilon_2 = \varepsilon$$

$$\sigma = M_0 \varepsilon_1$$

$$\sigma = \eta_0 \dot{\varepsilon}_2$$

$$\text{on pose : } \tau_0 = \frac{\eta_0}{M_0}$$



La loi de comportement s'écrit :

$$\dot{\sigma} + \frac{M_0}{\eta_0} \sigma = M_0 \dot{\varepsilon}$$

$$\text{soit } f(\sigma, \dot{\sigma}, \dot{\varepsilon}) = 0$$

Expérience de fluage :

$$\text{à } t=0^+ : \sigma = \sigma_0 ; \varepsilon = \varepsilon_0$$

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma_0}{\eta_0} t + \varepsilon_0$$

Cas d'une sollicitation harmonique :

$$\sigma = \text{Ré}(\underline{\sigma}); \varepsilon = \text{Ré}(\underline{\varepsilon})$$

$$\underline{\sigma} = \sigma_0 e^{i\omega t}$$

on cherche une solution telle que :

$$\underline{\varepsilon} = \varepsilon_0 e^{i(\omega t - \varphi)} = (\varepsilon_1 - i\varepsilon_2) e^{i\omega t}$$

$$\varepsilon_1 = \varepsilon_0 \cos \varphi$$

$$\varepsilon_2 = \varepsilon_0 \sin \varphi$$

Ceci revient à dire que ε varie avec la même période que σ , avec un retard de phase de φ .

En notation complexe, l'équation différentielle devient :

$$i\omega \underline{\sigma} + \frac{M_0}{\eta_0} \underline{\sigma} = i\omega M_0 \underline{\varepsilon}$$

d'où :

$$\underline{\sigma} = \frac{i\omega\eta_0}{1+i\omega\tau_0} \underline{\varepsilon} \quad (\tau_0 = \frac{\eta_0}{M_0})$$

$$\underline{\sigma} = \underline{M} \underline{\varepsilon}$$

$$\underline{M} = \frac{i\omega\eta_0}{1+i\omega\tau_0} = \frac{\omega^2\eta_0\tau_0}{1+(\omega\tau_0)^2} + i \frac{\omega\eta_0}{1+(\omega\tau_0)^2}$$

$$\underline{M} = M' + i M''$$

M' est appelé module de conservation

M'' est appelé module de perte ou frottement interne

On a :

$$\underline{\sigma} = \sigma_0 e^{i\omega t}$$

$$\underline{\varepsilon} = \varepsilon_0 e^{-i\varphi} e^{i\omega t}$$

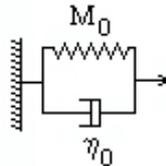
$$\Rightarrow \underline{\sigma} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{i\varphi} \underline{\varepsilon} = \underline{M} \underline{\varepsilon}$$

$$\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{i\varphi} = \frac{\omega^2 \eta_0 \tau_0}{1 + (\omega \tau_0)^2} + i \frac{\omega \eta_0}{1 + (\omega \tau_0)^2}$$

On a :

$$\tan \varphi = \frac{M''(t)}{M'(t)} = \frac{1}{\omega \tau_0}$$

A8.5 - Modèle Kelvin-Voigt



Soit ε_1 la déformation subie par le ressort idéal (constante de raideur M_0)

Soit ε_2 la déformation subie par l'amortisseur idéal (viscosité η_0)

Soit σ_1 la contrainte subie par le ressort idéal

Soit σ_2 la contrainte subie par l'amortisseur idéal

On a les relations suivantes :

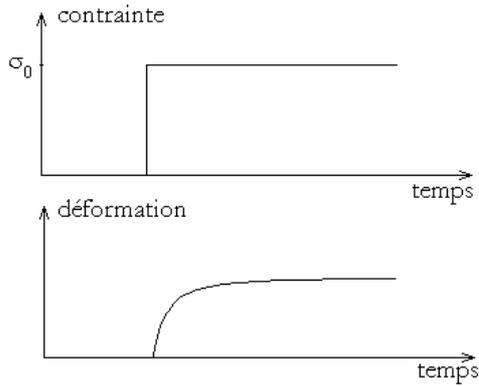
$$\sigma_1 + \sigma_2 = \sigma$$

$$\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = \varepsilon$$

$$\sigma_1 = M_0 \varepsilon$$

$$\sigma_2 = \eta_0 \dot{\varepsilon}$$

$$\text{on pose : } \tau_0 = \frac{\eta_0}{M_0}$$



La loi de comportement s'écrit :

$$\sigma = \eta_0 \dot{\varepsilon} + M_0 \varepsilon$$

$$\text{soit } f(\sigma, \dot{\varepsilon}, \varepsilon) = 0$$

Expérience de fluage :

$$\text{à } t=0^+ : \sigma = \sigma_0$$

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma_0}{M_0} \left(1 - e^{-t/\tau_0} \right)$$

Cas d'une sollicitation harmonique :

$$\sigma = \text{Ré}(\underline{\sigma}); \varepsilon = \text{Ré}(\underline{\varepsilon})$$

$$\underline{\sigma} = \sigma_0 e^{i\omega t}$$

on cherche une solution telle que :

$$\underline{\varepsilon} = \varepsilon_0 e^{i(\omega t - \varphi)} = (\varepsilon_1 - i\varepsilon_2) e^{i\omega t}$$

$$\varepsilon_1 = \varepsilon_0 \cos \varphi$$

$$\varepsilon_2 = \varepsilon_0 \sin \varphi$$

Ceci revient à dire que ε varie avec la même période que σ , avec un retard de phase de φ .

En notation complexe, l'équation différentielle devient :

$$\underline{\sigma} = i\omega\eta_0 \underline{\varepsilon} + M_0 \underline{\varepsilon}$$

d'où :

$$\underline{\sigma} = (i\omega\eta_0 + M_0) \underline{\varepsilon}$$

$$\underline{\sigma} = \underline{M} \underline{\varepsilon}$$

$$\underline{M} = M_0 + i\omega\eta_0$$

$$\underline{M} = M' + i M''$$

M' est appelé module de conservation

M'' est appelé module de perte ou frottement interne

$$\underline{\sigma} = \sigma_0 e^{i\omega t}$$

$$\underline{\varepsilon} = \varepsilon_0 e^{-i\varphi} e^{i\omega t}$$

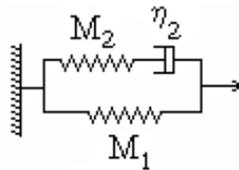
$$\Rightarrow \underline{\sigma} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{i\varphi} \underline{\varepsilon} = \underline{M} \underline{\varepsilon}$$

$$\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{i\varphi} = M_0 + i\omega\eta_0$$

On a :

$$\tan \varphi = \frac{M''(t)}{M'(t)} = \frac{\omega\eta_0}{M_0}$$

A8.6 - Modèle de Zener : le solide anélastique idéal



Soit ε_1 la déformation subie par le ressort idéal (constante de raideur M_1)

Soit ε_2' la déformation subie par le ressort idéal (constante de raideur M_2)

Soit ε_2'' la déformation subie par l'amortisseur idéal (viscosité η_2)

Soit σ_1 la contrainte subie par le ressort idéal (constante de raideur M_1)

Soit σ_2' la contrainte subie par le ressort idéal (constante de raideur M_2)

Soit σ_2'' la contrainte subie par l'amortisseur idéal (viscosité η_2)

On a les relations suivantes :

$$\sigma_1 + \sigma_2 = \sigma$$

$$\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = \varepsilon$$

$$\varepsilon_2 = \varepsilon_2' + \varepsilon_2''$$

$$\sigma_1 = M_1 \varepsilon_1$$

$$\sigma_2' = M_2 \varepsilon_2' = \sigma_2'$$

$$\sigma_2'' = \eta_2 \dot{\varepsilon}_2'' = \sigma_2''$$

d'où le système suivant :

$$\begin{cases} \sigma = M_1 \varepsilon + \sigma_2 \\ \dot{\sigma}_2 = M_2 \left(\dot{\varepsilon} - \frac{\sigma_2}{\eta_2} \right) \end{cases}$$

dont la résolution conduit à la loi de comportement :

$$\sigma + \frac{\eta_2}{M_2} \dot{\sigma} = M_1 \varepsilon + (M_1 + M_2) \frac{\eta_2}{M_2} \dot{\varepsilon}$$

Posons :

$$\tau_\varepsilon = \frac{\eta_2}{M_2}$$

$$M_R = M_1$$

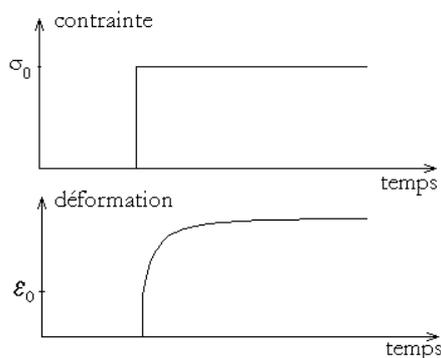
$$\tau_\sigma = \frac{M_1 + M_2}{M_1} \frac{\eta_2}{M_2}$$

il vient :

$$\sigma + \tau_\varepsilon \dot{\sigma} = M_R \varepsilon + M_R \tau_\sigma \dot{\varepsilon} \quad (8-1)$$

soit $f(\dot{\sigma}, \sigma, \dot{\varepsilon}, \varepsilon) = 0$

τ_ε et τ_σ sont des constantes homogènes à un temps, appelées temps de relaxation. M_R caractérise la déformation totale (instantanée + relaxée), on l'appelle le «module relaxé». Dans le cas d'une transformation infiniment lente, pendant laquelle la relaxation a le temps de se produire totalement, l'équation (8-1) se réduit à $\sigma = M_R \varepsilon$; M_R est donc bien le module relaxé.



Expérience de fluage :

$$\text{à } t=0^+ : \sigma = \sigma_0 ; \varepsilon = \varepsilon_0$$

$$\varepsilon(t) = \left(\varepsilon_0 - \frac{\sigma_0}{M_R} \right) e^{-t/\tau_\sigma} + \frac{\sigma_0}{M_R}$$

$$\varepsilon(t) = (\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty) e^{-t/\tau_\sigma} + \varepsilon_\infty$$

Cas d'une sollicitation harmonique :

$$\sigma = \text{Ré}(\underline{\sigma}); \varepsilon = \text{Ré}(\underline{\varepsilon})$$

$$\underline{\sigma} = \sigma_0 e^{i\omega t}$$

on cherche une solution telle que :

$$\underline{\varepsilon} = \varepsilon_0 e^{i(\omega t - \varphi)} = (\varepsilon_1 - i\varepsilon_2) e^{i\omega t}$$

$$\varepsilon_1 = \varepsilon_0 \cos \varphi$$

$$\varepsilon_2 = \varepsilon_0 \sin \varphi$$

Ceci revient à dire que ε varie avec la même période que σ , avec un retard de phase de φ .

En notation complexe, l'équation différentielle devient :

$$\underline{\sigma}(1 + i\omega\tau_\varepsilon) = M_R (1 + \omega\tau_\sigma) \underline{\varepsilon}$$

d'où :

$$\underline{\sigma} = \underline{M} \underline{\varepsilon}$$

$$\underline{M} = M_R \frac{1 + i\omega\tau_\sigma}{1 + i\omega\tau_\varepsilon}$$

$$\underline{M} = M_R \left(\frac{1 + \omega^2 \tau_\sigma \tau_\varepsilon}{1 + (\omega\tau_\varepsilon)^2} - i \frac{\omega(\tau_\varepsilon - \tau_\sigma)}{1 + (\omega\tau_\varepsilon)^2} \right)$$

$$\underline{M} = M' + i M''$$

M' est appelé module de conservation

M'' est appelé module de perte ou frottement interne

On a :

$$\underline{\sigma} = \sigma_0 e^{i\omega t}$$

$$\underline{\varepsilon} = \varepsilon_0 e^{-i\varphi} e^{i\omega t}$$

$$\Rightarrow \underline{\sigma} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{i\varphi} \underline{\varepsilon} = \underline{M} \underline{\varepsilon}$$

$$\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{i\varphi} = M_R \left(\frac{1 + \omega^2 \tau_\sigma \tau_\varepsilon}{1 + (\omega\tau_\varepsilon)^2} + i \frac{\omega(\tau_\sigma - \tau_\varepsilon)}{1 + (\omega\tau_\varepsilon)^2} \right)$$

Posons $\tau^2 = \tau_\varepsilon \tau_\sigma$

On a :

$$\left\{ \begin{array}{l} \tan \varphi = \frac{M''(t)}{M'(t)} = \frac{\omega(\tau_{\sigma} - \tau_{\varepsilon})}{1 + (\omega\tau)^2} \\ \Delta = \frac{\tau_{\sigma} - \tau_{\varepsilon}}{\tau_{\varepsilon}} \\ \tau = \sqrt{\tau_{\sigma}\tau_{\varepsilon}} \end{array} \right.$$

Soit :

$$\tan \varphi = \frac{\Delta}{\sqrt{\Delta+1}} \frac{\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2}$$

$$\tan \varphi \approx \Delta \frac{\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2} \quad (8-2)$$

($\Delta \ll 1$)

Annexe 9 - Données numériques

300K	silice	verre à vitre	saphir	cuivre	argent	verre métallique (base Zr)	aluminium
Conductivité thermique k [$W^{-1}.m^{-1}.K^{-1}$]	1,37	1,09	40,0	398	427	10	237
Coefficient de dilatation thermique linéaire α [K^{-1}]	5,5E-7	9,2E-6	6,6E-6	1,7E-5	1,9E-5	7,0E-6	2,7E-5
Masse volumique ρ [$kg.m^{-3}$]	2200	2470	3980	8960	10500	5900	2700
Capacité calorifique massique C [$J.K^{-1}.kg^{-1}$]	723,8	795	790	384,9	238,5	508	900
Capacité calorifique volumique C [$J.K^{-1}.m^{-3}$]	1,6E6	2,0E6	3,1E6	3,4E6	2,5E6	3,0E6	2,4E6
Module de Young Y [Pa]	7,3E10	7,0E10	4,5E11	1,2E11	7,2E10	8,8E10	6,9E10
Coefficient de Poisson ν	0,17	0,24	0,30	0,36	0,37		0,33
Constante de Grüneisen γ			1,40	1,96	2,40		2,70
Vitesse de propagation (ondes longitudinales) V_l [$m.s^{-1}$]	5900		10500	3700	2650		5100
Vitesse de propagation (ondes transverses) V_t [$m.s^{-1}$]	3750		6594	2325	1640		3050
Conductivité électrique σ [$\Omega^{-1}.m^{-1}$]	< 1E-10	1E-5	1E-12	5,9E7	6,2E7		3,8E7
Energie de Fermi ε_f [J]				1,12E-18	8,77E-19		1,86E-18

	silice		saphir	
	233K	363K	233K	363K
Conductivité thermique k [W ⁻¹ .m ⁻¹ .K ⁻¹]	1,23	1,45	60	20
Coefficient de dilatation thermique linéaire α [K ⁻¹]	3,0E-7	4,9E-7	4,0E-6	7,0E-6
Capacité calorifique massique C [J.K ⁻¹ .kg ⁻¹]	667,6	766,9	650	850
Capacité calorifique volumique C [J.K ⁻¹ .m ⁻³]	1,5E6	1,7E6	2,6E6	3,4E6

Références bibliographiques pour les données numériques :

[Bolz-76][Braginsky-85][Brückner-70][Theodore-98][Zener-48]

Annexe 10 - Recherche bibliographique sur les verres métalliques

On croyait jusqu'à peu que le recours aux techniques de solidification rapide, type trempe sur roue, était nécessaire pour obtenir des matériaux métalliques amorphes à l'échelle atomique*. Une conséquence étant que les procédés mis en œuvre ne permettaient pas d'élaborer sous forme massive ce type d'alliages. A ce titre, l'identification récente de nouvelles classes d'alliages, permettant l'amorphisation à des vitesses de refroidissement beaucoup plus faibles (jusqu'à 0,1 K/s) ouvre des perspectives très intéressantes. D'une façon générale, les idées de base sont, d'une part, utiliser des alliages à grand nombre de constituants pour rendre plus difficile la formation d'un noyau cristallin thermodynamiquement stable, et d'autre part, associer des éléments de taille atomique très différentes pour limiter la cinétique du transport des solutés. Le *Tableau A 10-1* constitue un synthèse de l'étude bibliographique réalisée dans le cadre de ce travail de thèse, sur les différentes familles de verres métalliques identifiées (fin de la recherche : décembre 2002).

T_g : température de transition vitreuse

T_x : température de cristallisation

T_l : température du liquidus

R_c : vitesse de refroidissement critique

e_c : épaisseur critique

* Le premier alliage métallique amorphe fut obtenu sur le système $Au_{75}Si_{25}$ en 1960 [Klement-60]. L'épaisseur du ruban obtenu était de l'ordre du micron et la vitesse de refroidissement nécessaire se situait autour de 10^5 - 10^6 K/s. A titre de comparaison, les vitesses de refroidissement critiques sont de l'ordre de 1 à 10^{-4} K/s pour les verres d'oxydes.

	T _g (K)	T _x (K)	T _i (K)	T _i (°C)	R _c (K/s)	e _c (mm)	T _x -T _g	T _g /T _i	T _x /(T _g +T _i)
Mg ₈₀ Ni ₁₀ Nd ₁₀	454,2	470,5	878,0	604,9	1251,4	0,6	16,3	0,517	0,353
Mg ₇₅ Ni ₁₅ Nd ₁₀	450,0	470,4	789,8	516,7	46,1	2,8	20,4	0,570	0,379
Mg ₇₀ Ni ₁₅ Nd ₁₅	467,1	489,4	844,3	571,2	178,2	1,5	22,3	0,553	0,373
Mg ₆₅ Ni ₂₀ Nd ₁₅	459,3	501,4	804,9	531,8	30	3,5	42,1	0,571	0,397
Mg ₆₅ Cu ₂₅ Y ₁₀	424,5	479,4	770,9	497,8	50	7,0	54,9	0,551	0,401
Zr ₆₆ Al ₈ Ni ₂₆	672,0	707,6	1251,0	977,9	66,6		35,6	0,537	0,368
Zr ₆₆ Al ₈ Cu ₇ Ni ₁₉	662,3	720,7	1200,8	927,7	22,7		58,4	0,552	0,387
Zr ₆₆ Al ₈ Cu ₁₂ Ni ₁₄	655,1	732,5	1172,1	899,0	9,8		77,4	0,559	0,401
Zr ₆₆ Al ₉ Cu ₁₆ Ni ₉	657,2	736,7	1170,6	897,5	4,1		79,5	0,561	0,403
Zr ₆₅ Al _{7,5} Cu _{17,5} Ni ₁₀	656,5	735,6	1167,6	894,5	1,5	16,0	79,1	0,562	0,403
Zr ₅₇ Ti ₅ Al ₁₀ Cu ₂₀ Ni ₈	676,7	720,0	1145,2	872,1	10	10,0	43,3	0,591	0,395
Zr _{38,5} Ti _{16,5} Ni _{9,75} Cu _{15,25} Be ₂₀	630,0	678,0	1003,0	729,9	1,4		48,0	0,628	0,415
Zr _{39,88} Ti _{15,12} Ni _{9,98} Cu _{13,77} Be _{21,25}	629,0	686,0	1006,0	732,9	1,4		57,0	0,625	0,420
Zr _{41,2} Ti _{13,8} Ni ₁₀ Cu _{12,5} Be _{22,5}	623,0	672,0	996,0	722,9	1,4	50,0	49,0	0,626	0,415
Zr _{42,63} Ti _{12,37} Ni ₁₀ Cu _{11,25} Be _{23,75}	623,0	712,0	1057,0	783,9	5		89,0	0,589	0,424
Zr ₄₄ Ti ₁₁ Ni ₁₀ Cu ₁₀ Be ₂₅	625,0	739,0	1206,0	932,9	12,5		114,0	0,518	0,404
Zr _{45,38} Ti _{9,62} Ni ₁₀ Cu _{8,75} Be _{26,25}	623,0	740,0	1239,0	965,9	17,5		117,0	0,503	0,397
Zr _{46,25} Ti _{8,25} Ni ₁₀ Cu _{7,5} Be _{27,5}	622,0	727,0	1185,0	911,9	28		105,0	0,525	0,402
Hf _{17,5} Zr ₃₅ Cu _{17,9} Ni _{14,6} Al ₁₀ Ti ₅	708,0	753,0	1126,0	852,9			45,0	0,629	0,411
Hf _{26,25} Zr _{26,25} Cu _{17,9} Ni _{14,6} Al ₁₀ Ti ₅	722,0	767,0	1150,0	876,9			45,0	0,628	0,410
Hf ₃₅ Zr _{17,5} Cu _{17,9} Ni _{14,6} Al ₁₀ Ti ₅	737,0	786,0	1181,0	907,9			49,0	0,624	0,410
Hf _{52,5} Cu _{17,9} Ni _{14,6} Al ₁₀ Ti ₅	767,0	820,0	1237,0	963,9			53,0	0,620	0,409
La ₅₅ Al ₂₅ Ni ₂₀	490,8	555,1	941,3	668,2	67,5	3,0	64,3	0,521	0,388
La ₅₅ Al ₂₅ Ni ₁₅ Cu ₅	473,6	541,2	899,6	626,5	34,5		67,6	0,526	0,394
La ₅₅ Al ₂₅ Ni ₁₀ Cu ₁₀	467,4	547,2	835,0	561,9	22,5	5,0	79,8	0,560	0,420
La ₅₅ Al ₂₅ Ni ₅ Cu ₁₅	459,1	520,0	878,1	605,0	35,9		60,9	0,523	0,389
La ₅₅ Al ₂₅ Cu ₂₀	455,9	494,8	896,1	623,0	72,3	3,0	38,9	0,509	0,366
La ₅₅ Al ₂₅ Ni ₅ Cu ₁₀ Co ₅	465,2	541,8	822,5	549,4	18,8	9,0	76,6	0,566	0,421
La ₆₆ Al ₁₄ Cu ₂₀	395,0	449,0	731,0	457,9	37,5	2,0	54,0	0,540	0,399
Pd ₄₀ Cu ₃₀ Ni ₁₀ P ₂₀	576,9	655,8	836,0	562,9	0,1	72,0	78,9	0,690	0,464
Pd _{81,5} Cu ₂ Si _{16,5}	633,0	670,0	1097,3	824,2		2,0	37,0	0,577	0,387
Pd _{79,5} Cu ₄ Si _{16,5}	635,0	675,0	1086,0	812,9	500	0,8	40,0	0,585	0,392
Pd _{77,5} Cu ₆ Si _{16,5}	637,0	678,0	1058,1	785,0	100	1,5	41,0	0,602	0,400
Pd ₇₇ Cu ₆ Si ₁₇	642,4	686,4	1128,4	855,3	125	2,0	44,0	0,569	0,388
Pd _{73,5} Cu ₁₀ Si _{16,5}	645,0	685,0	1135,9	862,8		2,0	40,0	0,568	0,385
Pd _{71,5} Cu ₁₂ Si _{16,5}	652,0	680,0	1153,6	880,5		2,0	28,0	0,565	0,377
Pd ₄₀ Ni ₄₀ P ₂₀	590,0	671,0	991,0	717,9	0,167	25,0	81,0	0,595	0,424
Nd ₆₀ Al ₁₅ Ni ₁₀ Cu ₁₀ Fe ₅	430,0	475,0	779,0	505,9		5,0	45,0	0,552	0,393
Nd ₆₁ Al ₁₁ Ni ₈ Co ₅ Cu ₁₅	445,0	469,0	744,0	470,9		6,0	24,0	0,598	0,394
Cu ₆₀ Zr ₃₀ Ti ₁₀	713,0	763,0	1151,0	877,9		4,0	50,0	0,619	0,409
Cu ₅₄ Zr ₂₇ Ti ₉ Be ₁₀	720,0	762,0	1130,0	856,9		5,0	42,0	0,637	0,412
Ti ₃₄ Zr ₁₁ Cu ₄₇ Ni ₈	698,4	727,2	1169,2	896,1	100	4,5	28,8	0,597	0,389
Ti ₅₀ Ni ₂₄ Cu ₂₀ B ₁ Si ₂ Sn ₃	726,0	800,0	1310,0	1036,9		1,0	74,0	0,554	0,393
Ni	425,0	425,0	1725,0	1451,9	3,0E+10		0,0	0,246	0,198
Fe ₉₁ B ₉	600,0	600,0	1628,0	1354,9	2,6E+07		0,0	0,369	0,269
Pd ₉₅ Si ₅	647,0	647,0	1688,0	1414,9	5,0E+07		0,0	0,383	0,277
Pd ₇₅ Si ₂₅	656,0	656,0	1343,0	1069,9	1,0E+06		0,0	0,488	0,328
Zr ₆₅ Be ₃₅	623,0	623,0	1238,0	964,9	1,0E+07		0,0	0,503	0,335
Ti ₆₃ Be ₃₇	673,0	673,0	1353,0	1079,9	6,3E+06		0,0	0,497	0,332
Pd ₈₂ Si ₁₈	648,0	648,0	1071,0	797,9	1,8E+03		0,0	0,605	0,377
Mg ₇₇ Ni ₁₈ Nd ₅	429,4	437,2	886,9	613,8	4,9E+04		7,8	0,484	0,332
Mg ₉₀ Ni ₅ Nd ₅	426,2	449,0	918,8	645,7	5,3E+04		22,8	0,464	0,334
Au _{77,8} Si _{8,4} Ge _{13,8}	293,0	293,0	629,0	355,9	3,0E+06		0,0	0,466	0,318

Tableau A 10-1

Recherche bibliographique sur les différentes familles de verres métalliques identifiées

Références bibliographiques

- [Aben-93] **ABEN, H., GUILLEMET, C.** *Photoelasticity of Glass*, Berlin : Springer-Verlag, 1993, 255p.
- [Acloque-60] **ACLOQUE, P., GUILLEMET, C.** Méthode pour la mesure par voie photo-élastique des contraintes "équilibrées dans l'épaisseur" d'une plaque. *Verres et Réfractaires*, 1960, n°1, p.3-10
- [Adda-87] **ADDA, Y., DUPOUY, J.M., PHILIBERT, J., QUERE, Y.** *Eléments de métallurgie physique*. Saclay (Fr). CEA INSTN Collection Enseignement, 1987, Tome 1 (Rappels), 222 p. ISBN 2-7272-0111-7
- [Adda-90] **ADDA, Y., DUPOUY, J.M., PHILIBERT, J., QUERE, Y.** *Eléments de métallurgie physique*. Saclay (Fr). CEA INSTN Collection Enseignement, 1990, Tome 4 (Diffusion Transformations), ISBN 2-7272-0114-1
- [Akhiezer-38] **AKHIEZER, A.Y.** Absorption du son dans les ondes sonores (traduction article russe). *Zh. Eksp. Teor. Fiz.*, 1938, vol 8, p.1318-1329
- [Anderson-55] **ANDERSON, O.L., BÖMMEL, H.E.** Ultrasonic absorption in fused silica at low temperatures and high frequencies. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1955, vol 38, n°4, p.125-131
- [Ashby-89] **ASHBY, M.F.** On the engineering properties materials. *Acta Metall.*, 1989, vol 37, p.1273-1293
- [Bagdasarov-75] **BAGDASAROV, K.S., BRAGINSKI, V.B., MITROFANOV, V.P.** Absorption of longitudinal acoustic waves in single crystals of ruby and sapphire. *Sov. Phys. Crystallogr.*, 1975, vol 19, n°4, p.549-551
- [Baniel-96] **BANIEL, P., LOPEZ, A., GALL, P., GRANIER, J.** Influence of processing parameters on the scattering properties of fluorozirconate glasses prepared by the gas film levitation technique. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1996, vol 203, p.143-152
- [Barbé-00] **BARBE, J.C.** *Sustentation sur film de gaz : application à l'étude de la rhéologie des mélanges corium-béton*, Thèse Sci. : Institut National Polytechnique de Grenoble, 2000, 206p.
- [Bejan-84] **BEJAN, A.** *Convection Heat Transfert*. New-York : John Wiley & Sons, 1984
- [Bernard-90] **BERNARD, M.** *Cours de Chimie Minérale*. Paris : Bordas, 1990, 407p. ISBN 2-04-019615-3
- [Bird-60] **BIRD, R.B., STEWART, W.E., LIGHTFOOT, E.N.** *Transport Phenomena*, New-York : John Wiley & Sons, Inc., 1960, 780p.
- [Blanc-95] **BLANC, O.** *Elaboration sans conteneur sous atmosphères réactives de verres fluorés ZBLAN et optimisation des pertes par diffusion pour l'application aux fibres optiques de télécommunication*. Thèse Sci. : Institut National Polytechnique de Grenoble, 1995. 188 p.
- [Blom-92] **BLOM, F.R., BOUWSTRA, S., ELWENSPOEK, M., FLUITMAN, J.H.J.** Dependence of the quality factor of micromachined silicon beam resonators on pressure and geometry. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 1992, vol 10, n°1, p.19-26

- [Bolz-76] **BOLZ, R.E., TUVE, G.L.** *CRC Handbook of tables for Applied Engineering Science*. 2nd Edition. Boca Raton (USA) : CRC Press, Inc., 1976. 1166 p. ISBN 0-8493-0252-8
- [Bömmel-60] **BÖMMEL, H.E., DRANSFELD, K.** Excitation and attenuation of hypersonic waves in quartz. *Physical Review*, 1960, vol 117, n°5, p.1245-1252
- [Braginsky-85] **BRAGINSKY, V.B., MITROFANOV, V.P., PANOV, V.I.** *Systems with small dissipation*. Chicago : The University of Chicago Press, 1985. 145 p. ISBN 0-226-07073-5
- [Brückner-70] **BRÜCKNER, R.** Properties and structure of vitreous silica. *J. Non-Cryst. Solids*, 1970, vol 5, p.123-175 et 177-216
- [Bryan-90] **BRYAN, G.H.** *Proceedings of the Cambridge Philosophical Society*, 1890, vol 7, p.101-107
- [Champeix-76] **CHAMPEIX, R., PEQUIGNOT, M.** Un matériau technique d'avenir : la silice. *Matériaux et Techniques*, 1976, jan-fev., p.7-13
- [Cochin-63] **COCHIN, I.** *Analysis and design of the gyroscope for inertial guidance*. New-York : John Wiley & Sons, 1963
- [Danchevskaya-95] **DANCHEVSKAYA, M.N., LUNIN, B.S., TORBIN, S.N.** Structure of surface defect layer of silica glass resonators. *Proceedings of the XVIIth International Congress on Glass, Beijing*, 1995, vol 4, p.137-141
- [Davis-96] **DAVIS, K.M., ARGAWAL, A., TOMOZAWA, M., HIRAO, K.** Quantitative infrared spectroscopic measurement of hydroxyl concentrations in silica glass, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1996, vol 203, p.27-36
- [Day-69] **DAY, D.E., STEINKAMP, W.E.** Mechanical damping spectrum for mixed-alkali $R_2O-Al_2O_3-6SiO_2$ glasses. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1969, vol 52, n°11, p.571-574
- [De Batist-72] **DE BATIST R.** *Internal Friction of Structural Defects in Crystalline Solids*. New York : North-Holland Publishing Company – American Elsevier Publishing Company, Inc., 1972. 477 p.
- [De Groot-59] **DE GROOT, S.R.** *Thermodynamics of irreversible processes*, Amsterdam : North-holland Pub.Co., Third reprint of the first edition, 1959, 242p.
- [Delafosse-61] **DELAFOSSE, J., MONGODIN, G.** *Les calculs de la technique du vide*. Vesoul : Société Française des Ingénieurs et Techniciens du Vide, 1961. 107 p.
- [Dijkstra-47] **DIJKSTRA, L.J.** Elastic relaxation and some other properties of the solid solutions of carbon and nitrogen in iron. *Philips Res. Rep.*, 1947, vol 2, p.357-381
- [Doremus-76] **DOREMUS, R.H.** Oxidation of silicon by water and oxygen and diffusion in fused silica. *Journal of Physical Chemistry*, 1976, vol 80, n°16, p.1773-1775
- [Doremus-94] **DOREMUS, R.H.** *Glass Science*, New-York : John Wiley & Sons, Inc., 1994
- [Doremus-95] **DOREMUS, R.H.** Diffusion of water in silica glass. *J. Mater. Res*, 1995, vol 10, n°9, p.2379-2389
- [Dushman-62] **DUSHMAN, S., LAFFERTY, J.M.** *Scientific foundations of vacuum technique*. 2nd Edition, New York, London, Sydney : John Wiley & Sons, Inc., 1962. 806 p.
- [Fima-95] **FIMA, H.** *Propriétés des vibrations de flexion des poutres et des coques appliquées à la réalisation d'accéléromètres et de gyromètres*. Thèse Sci. : UFR des Sciences et Techniques de l'Université de Franche-Comté, 1995. 216 p.
- [Fine-54] **FINE, M.E., VAN DUYN, H., KENNEY, N.T.** Low-T internal friction and elasticity effects in vitreous silica. *J. of Applied Physics*, 1954, vol 25, n°3, p.402-405

- [Fitzgerald-51] **FITZGERALD, J.V.** Anelasticity of glass: I, Introduction. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1951, vol 34, n°10, p.314-319
- [François-95] **FRANCOIS, D., PINEAU, A., ZAOUI, A.** *Comportement mécanique des matériaux*. Paris : Editions Hermès, 1995. 508 p. ISBN 2-86601-314-X
- [Fraser-68] **FRASER, D.B.** Factors influencing the acoustic properties of vitreous silica. *J. Appl. Phys.*, 1968, vol 39, n°13, p.5868-5878
- [Gall-03] **GALL-BORRUT, P., PERRET, D., DREVET, B., et al.** Evaluation of low scattering defects density by Laser Scattering Tomography : application to levitated glasses. *The European Physical Journal-Applied Physics*, accepté pour publication.
- [Garandet-89] **GARANDET, J.P.** *Etude des phénomènes de transport et des défauts cristallins dans les alliages GaSb et GaInSb élaborés par la méthode Bridgman*, Thèse Sci. : Institut National Polytechnique de Grenoble, 1989, 117p.
- [Garnier-89] **GARNIER, M., PAILLERE, P.** La coulée 4c : une première mondiale en électrothermie dans la région Rhône-Alpes, *Journal Français de l'Electrothermie*, 1989, n°38 mars/avril
- [Gié-91] **GIE, H.** Entropie et chaleur, *Bulletin de l'Union des Physiciens*, 1991, vol 85, n°734, p.851-875
- [Gorsky-35] **GORSKY, W.S.**, Theorie der elastischen Nachwirkung in ungeordneten Mischkristallen (elastische Nachwirkung zweiter art.).
- [Granier-87] **GRANIER, J., POTARD, C.** *Proc. 6th Eur. Symp. Materials Sciences Microgravity Conditions, ESA Symp. Series*, 1987, SP-256, p.421
- [Grayson-84] **GRAYSON, M.** *Encyclopedia of glass, ceramics, and cement*, New-York, John Wiley & Sons, 1984, 925p.
- [Greer-95] **GREER, A.L.** Metallic Glasses. *Science*, 1995, vol 267, p.1947-1953
- [Gretarsson-99] **GRETARSSON, A.M., HARRY, G.M.** Dissipation of mechanical energy in fused silica fibers. *Review of Scientific Instruments*, 1999, vol 70, n°10, p.4081-4087
- [Guyon-91] **GUYON, E., HULIN, J.P., PETIT, L.** *Hydrodynamique physique*. Paris : InterEditions, 1991. 506 p. ISBN 2-7296-0255-0
- [Hart-71] **HART, J.E.** On sideways diffusive instability. *J. Fluid. Mech.*, 1971, vol 49, p.279
- [Ismail-72] **ISMAIL, A., ABDEL-LATIF, A., DAY, D.E.** Internal friction of ion-exchanged Li₂O-Al₂O₃-2SiO₂ glass. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1972, vol 55, n°6, p.279-284
- [Kirchhof-87] **KIRCHHOF, J., KLEINERT, P., RADLOFF, W., BELOW, E.** Diffusion processes in lightguide materials - The diffusion of OH in silica glass at high temperature. *Phys. Stat. Sol. A*, 1987, vol 101, p.391-401
- [Kittel-83] **KITTEL, C.** *Physique de l'état solide*. 5^{ème} édition. Paris : Dunod Université, Bordas, 1983. 593 p. ISBN 2-04-010611-1
- [Klement-60] **KLEMENT, W., WILLENS, R.H., DUWEZ, P.** *Nature*, 1960, vol 187, p.869
- [Kobayashi-94] **KOBAYASHI, H., KOSUGI, T., KOGURE, Y.** Internal friction of SiO₂ glass with excessive oxygen. *J. of Non-Crystalline Solids*, 1994, vol 179, p.324-327
- [Kobayashi-99] **KOBAYASHI, H., KOGURE Y., KOSUGI, T.** Internal friction and relaxation mechanism of F-doped SiO₂ glasses. *Physica B*, 1999, vol 263-264, p.346-349
- [LaBelle-80] **LABELLE, H.E.Jr.** EFG The invention and application to sapphire growth, *Journal of Crystal Growth*, 1980, vol 50, p.8-17

- [Lalanne-83] **LALANNE M., BERTHIER P., DER HAGOPIAN J.** *Mechanical Vibrations for Engineers*. Chichester, New York, Brisbane, Toronto, Singapore : John Wiley and Sons, 1983. 266 p. ISBN 0-471-90197-0
- [Landau-67] **LANDAU L., LIFCHITZ E.** *Théorie de l'élasticité*. Moscou : Editions MIR, 1967. 207 p.
- [Liang-87] **LIANG, D.T., READEY, D.W.** Dissolution kinetics of crystalline and amorphous silica in hydrofluoric-hydrochloric acid mixtures. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1987, vol 70, n°8, p.570-577
- [Locher-90] **LOCHER, J. et al.** Large diameter sapphire dome: fabrication and characterization. *SPIE Windows and Dome Technologies and Materials III*, 1990, vol 1326, p.2-10
- [Loper-83] **LOPER, E.J., LYNCH, D.D.** Projected system performance based on recent HRG results. *Proceedings of the IEEE/ALAA 5th Digital Avionics Systems Conference, NY, USA*, 1983, p.1-6
- [Loper-86] **LOPER, E.J., LYNCH, D.D., STEVENSON, K.M.** Projected performance of smaller HRG. *IEEE Plans 1986 Position Location and Navigation Symposium Record ; NY ; USA ;* p.61-64
- [Lopez-91] **LOPEZ, A.** *Elaboration de verres fluorés par la technique de sustentation sur film de gaz. Etude des défauts diffusant dans ces verres*. Thèse Sci. : UER de l'Université de Rennes I, 1991, 157p.
- [Lunin-98] **LUNIN, B.S., TORBIN, S.N., SMIRNOV, V.N.** Internal friction in silica glass. *Proceedings of the XVIIIth International Congress on Glass, San Fransisco, USA*, vol D3, p.36-41
- [Manson-67] **MANSON, S.S.** *Les contraintes d'origine thermique*, Paris : Dunod, 1967, 328p.
- [Martinez] **MARTINEZ-VEGA, J.J., RIVIERE, A.** Mesure de frottement interne, *Techniques de l'Ingénieur, traité Analyse et Caractérisation*, P1 310, p.1-8
- [Marx-53] **MARX, J.W., SIVERTSEN, J.M.** Temperature dependence of the elastic moduli and internal friction of silica glass. *Journal of Applied Physics*, 1953, vol 24, n°1, p.81-87
- [Mitrofanov-79] **MITROFANOV, V.P., SHIYAN, V.S.** Low-temperature peak of internal friction in sapphire. *Sov. Phys. Crystallogr.*, 1979, vol 24, n°2, p.174-176
- [Moriya-83] **MORIYA, K., OGAWA, T.** Observation of lattice defects in gallium arsenide crystals by infrared light scattering tomography. *Jpn. Appl. Phys.*, 1983, vol 22, n°4, p.207-209
- [Mozzi-69] **MOZZI, R.L., WARREN, B.E.** Structure of vitreous silica. *J. Appl. Cryst.*, 1969, vol 2, p.164-172
- [Nogami-84] **NOGAMI, M., TOMOZAWA, M.** Diffusion of water in high silica glasses at low temperature. *Physics and Chemistry of Glasses*, 1984, vol 25, n°3, p.82-85
- [Nowick-72] **NOWICK, A.S., BERRY, B.S.** *Anelastic relaxation in crystalline solids*. New-York : Academic Press, Materials Science Series, 1972. 677 p.
- [Numata-02] **NUMATA, K., OTSUKA, S., ANDO, M., et al.** Intrinsic losses in various kinds of fused silica. *Class. Quantum Grav.*, 2002, vol 19, p.1697-1702
- [Ota-96] **OTA, K., PEZZOTTI, G.** Anelastic and plastic relaxation in polycrystalline alumina and single-crystal sapphire. *J. Mater. Res.*, 1996, vol 11, n°11, p.2785-2789
- [Penn-01] **PENN, S.D., HARRY, G.M., GRETARSSON, A.M., et al.** High quality factor measured in fused silica. *Review of Scientific Instruments*, 2001, vol 72, n°9, p.3670-3673
- [Perez-01] **PEREZ, J.** *Matériaux non cristallins et science du désordre*, Lausanne : Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 2001, 557p., ISBN 2-88074-485-7

- [Perret-03] **PERRET, D., GARANDET, J.P., JEANROY, A.** Amortissement visqueux d'un résonateur mécanique en environnement gazeux. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences – Mécanique*, 2003, vol 331, n°5, p.331-336
- [Pezzotti-97] **PEZZOTTI, G, OTA, K.** Mechanical damping arising from dislocation motion in sapphire and ruby crystals. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1997, vol 80, n°9, p.2205-2212
- [Phalippou-83] **PHALIPPOU, J.** *Contribution à l'étude du frottement interne dans les verres d'oxydes*, Thèse Sci. : Université des Sciences et Techniques du Languedoc, Académie de Montpellier, 1983
- [Philibert-85] **PHILIBERT, J.** *Diffusion et transport de matière dans les solides*. Les Ulis (Fr) : Les Editions de Physique, 1985. 472 p.
- [Pleska-00] **PLESKA, E.M.A., KIEFFER, J.F., BOUNIOL, P.** Les senseurs inertiels du XXIème siècle. *RSTD –STTC-*, 2000, n°49, p.115-135
- [Prigogine-68] **PRIGOGINE, I.** *Introduction à la thermodynamique des processus irréversibles*, Paris : Dunod, 1968, 160p.
- [Rat-99] **RAT, E.** *Comportement des vibrations acoustiques des milieux désordonnés dans le domaine du térahertz*. Thèse Sci. : Université Montpellier II, 1999, 151p.
- [Rose-98] **ROSE, A.H., BRUNO, T.J.** The observation of OH in annealed optical fiber. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1998, vol 231, p.280-285
- [Saulson-01] **SAULSON, P.R.** Communication privée, 2001
- [Shelby-70] **SHELBY, J.E., DAY, D.E.** Mechanical relaxations in mixed alkali silicate glasses: II, discussion. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1970, vol 53, n°4, p.182-187
- [Schaller-01] **SCHALLER, R. , FANTOZZI, G. ; GREMAUD, G.** *Mechanical Spectroscopy Q¹ 2001 with applications to Materials Science*, Trans Tech Publications Ltd, Switzerland, 2001, 683p. ISBN 0-87849-876-1
- [Scholze-59] **SCHOLZE, H.** Der Einbau des Wassers in Gläsern. *Glastechn. Ber.*, 1959, vol 32, p.81-88
- [Scholze-80] **SCHOLZE, H.** *Le Verre – Nature, Structure et Propriétés*, Paris : Institut du Verre, 2nd ed., 1980, 364p.
- [Simons-50] **SIMONS, J.H.** *Fluorine Chemistry*, New-York : Academic Press, 1950, vol 1
- [Snoek-41] **SNOEK, J.L.** Effect of small quantities of carbon and nitrogen on the elastic and plastic properties of iron. *Physica*, 1941, vol 8, p.711-733
- [Spierings-93] **SPIERINGS, G.A.C.M.** Wet chemical etching of silicate glasses in hydrofluoric acid based solutions. *Journal of Materials Science*, 1993, vol 28, p.6261-6273
- [Startin-98] **STARTIN, W.J., BEILBY, M.A., SAULSON, P.R.** Mechanical quality factors of fused silica resonators. *Rev. Sci. Instrum.*, 1998, vol 69, n°10, p.3681-3689
- [Suire-71] **SUIRE, J.** Réactions entre le verre et l'acide fluorhydrique. *Silicates Industriels*, 1971, vol 36, p.73-79 et 101-104
- [Tatarchenko-93] **TATARCHENKO, V.A.** *Shaped Crystal Growth*, Dordrecht : Kluwer Academic Publishers, 1993, 287p.
- [Theodore-98] **THEODORE, F.** *Préformage de cristaux de saphir optique. Optimisation de la croissance hors fissuration par simulation numérique du problème thermomécanique*. Thèse sci. : Institut National Polytechnique de Grenoble, 1998. p.168
- [Tian-01] **TIAN, L. et al.** Effect of water incorporation on the diffusion of sodium in Type I silica glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2001, vol 286, p.146-161

- [Timoshenko-41] **TIMOSHENKO, S.** *Strength of Materials, part II, advanced Theory and Problems, 2nd ed*, Van Nostrand Co., 1941, p.262
- [Tomozawa-85] **TOMOZAWA, M.** Concentration dependence of the diffusion coefficient of water in SiO₂ glass. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1985, vol 68, n°9, p.C251-C252
- [Uhlmann-90] **UHLMANN, D.R., KREIDL, N.J.** *Glass Science and Technology*, vol 4A, Academic Press, Inc., 1990
- [Weller-96] **WELLER, M.** Analysis of mechanical loss spectra in zirconia ceramics by applying the coupling model. *Journal de Physique IV*, 1996, vol 6, p.703-706
- [Zarzycki-82] **ZARZYCKI, J.** *Les verres et l'état vitreux*. Paris : Masson, 1982. 391 p. ISBN 2-225-69036-7
- [Zatulovski-85] **ZATULOVSKII, L.M., PEL'TS, B.B., BEREZINA, I.E., et al.** Quality characteristics and extended applications for profiled sapphire crystals made from various initial materials. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences*, 1985, vol 49, n°12, p.2393-2397
- [Zener-38] **ZENER, C.** Internal friction in solids. *Physical Review*, 1938, vol 53, p.90-99
- [Zener-48] **ZENER, C.** *Elasticity and anelasticity of metals*. Chicago : The University of Chicago Press, 1948. 170 p.

FOLIO ADMINISTRATIF

THESE SOUTENUE DEVANT L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUEES DE LYON

NOM : PERRET (avec précision du nom de jeune fille, le cas échéant)	DATE de SOUTENANCE : 06/10/2003
Prénoms : Damien	
TITRE : Approche expérimentale et étude théorique des mécanismes de dissipation de l'énergie vibratoire. Application aux résonateurs acoustiques à haut facteur de qualité.	
NATURE : Doctorat	Numéro d'ordre : 03 ISAL 0046
Ecole doctorale : Mécanique, Energétique, Génie civil, Acoustique	
Spécialité : Mécanique	
Cote B.I.U. - Lyon : T 50/210/19 /	CLASSE :
et bis	
RESUME : Les objectifs de ce travail de thèse sont, au niveau expérimental, d'élaborer et de caractériser les propriétés vibratoires de matériaux potentiellement intéressants pour la réalisation de résonateurs acoustiques à haut facteur de qualité. D'un point de vue théorique, le but est d'identifier et d'évaluer les mécanismes de dissipation de l'énergie vibratoire dans le domaine des fréquences proches du kHz qui nous intéresse. D'un point de vue expérimental, un dispositif de caractérisation vibratoire a été développé ; il repose sur la détection des modes propres de vibration et la détermination des facteurs de qualité des échantillons mesurés. Le procédé de sustentation sur film de gaz a permis d'élaborer des échantillons en verre de silice de différentes qualités. Nous avons montré que l'amortissement intrinsèque des silices synthétiques est environ un ordre de grandeur inférieur à celui des silices naturelles, dans le domaine des fréquences proches de 10 kHz. Une procédure de traitement de surface post-élaboration par attaque chimique a été développée, elle permet d'augmenter de façon importante les facteurs de qualité des échantillons en verre de silice. Les valeurs maximales atteintes pour le facteur de qualité sont de l'ordre de 107 pour les silices synthétiques. Afin de comprendre l'origine de ces différents niveaux d'amortissement observés, une série de caractérisations chimiques, optiques et acoustiques a été réalisée. Au niveau théorique, nous avons étudié les processus de dissipation rencontrés dans les matériaux, qui sont à l'origine de l'amortissement intrinsèque. Parmi les mécanismes identifiés dans la littérature, nous avons mis en évidence un important critère de sélection des matériaux résonnants : les pertes générées par thermoélasticité. En ce qui concerne les processus de dissipation ayant peu été étudiés dans la littérature, nous avons développé différents modèles théoriques. Les résultats de ces modèles montrent l'importance des contraintes internes dans l'amortissement intrinsèque. Par contre, la présence d'impuretés à l'état de traces ne semble pas avoir d'influence, au premier ordre, sur la valeur du facteur de qualité. Enfin, les propriétés vibratoires de deux autres familles de matériaux, identifiées comme potentiellement intéressantes, ont également été étudiées. Des échantillons en saphir monocristallin élaborés par la technique du préformage local, et des échantillons en verre métallique Pd-Ni-Cu-P obtenus par fusion en creuset froid et coulée en lingotière, présentent des facteurs de qualité inférieurs à ceux des échantillons en verre de silice.	
MOTS-CLES : Dissipation, Résonateur, Facteur de qualité, Amortissement, Verre, Silice	
Laboratoire (s) de recherches : Laboratoire de Dynamique des Machines et des Structures (INSA Lyon) Laboratoire Elaboration, Solidification et Assemblage (CEA-Grenoble)	
Directeur de thèse: Pr. FERRARIS-BESSO Guy	
Président de jury : Pr. SOUQUET Jean-Louis Composition du jury : BLETRY Jean, FERRARIS-BESSO Guy, GARANDET Jean-Paul, FANTOZZI Gilbert, SOUQUET Jean-Louis, GUEURY Michel. Membres invités : BEYLAT Laurence, JEANROY Alain	

RESUME :

Les objectifs de ce travail de thèse sont, au niveau expérimental, d'élaborer et de caractériser les propriétés vibratoires de matériaux potentiellement intéressants pour la réalisation de résonateurs acoustiques à haut facteur de qualité. D'un point de vue théorique, le but est d'identifier et d'évaluer les mécanismes de dissipation de l'énergie vibratoire dans le domaine des fréquences proches du kHz qui nous intéresse.

D'un point de vue expérimental, un dispositif de caractérisation vibratoire a été développé ; il repose sur la détection des modes propres de vibration et la détermination des facteurs de qualité des échantillons mesurés. Le procédé de sustentation sur film de gaz a permis d'élaborer des échantillons en verre de silice de différentes qualités. Nous avons montré que l'amortissement intrinsèque des silices synthétiques est environ d'un ordre de grandeur inférieur à celui des silices naturelles, dans le domaine des fréquences proches de 10 kHz. Une procédure de traitement de surface post-élaboration par attaque chimique a été développée, elle permet d'augmenter de façon importante les facteurs de qualité des échantillons en verre de silice. Les valeurs maximales atteintes pour le facteur de qualité sont de l'ordre de 10^7 pour les silices synthétiques. Afin de comprendre l'origine de ces différents niveaux d'amortissement observés, une série de caractérisations chimiques, optiques et acoustiques a été réalisée.

Au niveau théorique, nous avons étudié les processus de dissipation rencontrés dans les matériaux, qui sont à l'origine de l'amortissement intrinsèque. Parmi les mécanismes identifiés dans la littérature, nous avons mis en évidence un important critère de sélection des matériaux résonnants : les pertes générées par thermoélasticité. En ce qui concerne les processus de dissipation ayant été peu étudiés dans la littérature, nous avons développé différents modèles théoriques. Les résultats de ces modèles montrent l'importance des contraintes internes dans l'amortissement intrinsèque. En revanche, la présence d'impuretés à l'état de traces ne semble pas avoir d'influence, au premier ordre, sur la valeur du facteur de qualité.

Enfin, les propriétés vibratoires de deux autres familles de matériaux, identifiées comme potentiellement intéressantes, ont également été étudiées. Des échantillons en saphir monocristallin élaborés par la technique du préformage local, et des échantillons en verre métallique Pd-Ni-Cu-P obtenus par fusion en creuset froid et coulée en lingotière, présentent des facteurs de qualité inférieurs à ceux des échantillons en verre de silice.

Mots clés : Dissipation, Résonateur, Facteur de qualité, Amortissement, Frottement interne, Verre, Silice

ABSTRACT :

The objectives of the present work are, from the experimental aspect, the elaboration and the characterization of the vibratory properties of materials, for mechanical resonators with high quality factor (Q) applications. From a theoretical point of view, the aim is the identification and the evaluation of the vibratory energy damping mechanisms in the 10 kHz frequencies range.

From the experimental aspect, we developed a vibratory characterisation device which allows detection of the resonant modes and the measurement of Q. We used the gaz-film levitation process in order to elaborate silica glass samples of various qualities. We showed that the intrinsic damping of synthetic silica glasses is about one order of magnitude less compared to natural silica glasses damping in the 10 kHz range. A post-elaboration chemical surface treatment was developed ; the Q values of samples attacked were significantly increased. The highest Q values measured are about 10^7 for synthetic glass samples. In order to understand the origin of the different damping levels observed, a set of chemical, optical and acoustical characterisations was carried out.

From a theoretical point of view, we investigated the dissipation sources leading to internal damping in materials. We showed that thermoelastic damping may be an important criteria for the selection of resonant materials. We also developed theoretical models to evaluate the dissipation mechanisms that have not been clearly identified before. Thus we showed an important relationship between the internal stress level and intrinsic damping. On the other hand, Q values do not seem to be affected by the presence of low concentration impurities.

Finally, we also investigated vibratory properties of two other potentially interesting materials: monocrystalline sapphire samples elaborated by the shaping crystal growth technique, and Pd-Ni-Cu-P bulk metallic glasses obtained by fusion in cold crucible and casting. These two materials exhibit lower Q values compared to those measured on silica glass samples.

Keywords : Dissipation, Resonator, Quality Factor, Damping, Internal friction, Glass, Silica