UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

CARACTÉRISATIONS THERMIQUE, OPTIQUE ET MÉCANIQUE DE MATÉRIAUX COMPOSITES PAR DES MÉTHODES OPTIQUES

MAROUN MASSABKI
DÉPARTEMENT DE GÉNIE PHYSIQUE
ET DE GÉNIE DES MATÉRIAUX
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE PHYSIQUE)
NOVEMBRE 1998

© Maroun Massabki, 1998.

National Library of Canada
Acquisitions and Bibliographic Services
395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque nationale du Canada
Acquisitions et services bibliographiques
395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

Our file Notre référence

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

0-612-38694-5

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

CARACTÉRISATIONS THERMIQUE, OPTIQUE ET MÉCANIQUE DE MATÉRIAUX COMPOSITES PAR DES MÉTHODES OPTIQUES

Présenté par: MASSABKI Maroun

en vue de l'obtention du diplôme de: Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de:

M. BOUKHILI Rachid, Ph.D., président

M. BERTRAND Lionel, D.d'État, membre et directeur de recherche

M. MONCHALIN Jean-Pierre, Ph.D., membre

REMERCIEMENTS

J'aimerais exprimer ma reconnaissance à tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce mémoire :

M. Lionel Bertrand, pour m'avoir accueilli dans son équipe de recherche, pour ses conseils et sa confiance.

M. Rachid Boukhili, pour avoir accepté de présider le jury d'examen ainsi que M. Jean-Pierre Monchalin pour avoir accepté d'être membre du jury.

Je remercie particulièrement MM. Franck Enguehard et Christophe Bescond pour le support, l'aide et les conseils qu'ils m'ont donnés tout au long du projet, sans eux l'exploration d'autant de domaines de la science du contrôle non-destructif aurait été impossible.

Je voudrais également remercier MM. Pierre-André Dion et Yvon Lemire pour leur aide technique pour la préparation des échantillons et des montages, ainsi que pour leur disponibilité.

Enfin, je remercie tous les étudiants : Alain Hénault, Alain Cournoyer, Vincent Tréanton et Ammar Hammoutene qui ont contribué d'une façon ou d'une autre à ce projet, que ce soit par leurs conseils techniques et scientifiques ou pour tout simplement leur sens de l'humour et le pastis hebdomadaire.

RÉSUMÉ

Nous présentons les principaux résultats obtenus par trois méthodes optiques pour déterminer les propriétés physiques d'un composite carbone-époxy recouvert d'une mince couche de peinture de 75 μm. La diffusivité thermique, la profondeur de pénétration optique et les constantes d'élasticité d'un matériau composite ont été déterminées par, respectivement, la technique photothermique pulsée, la technique photoacoustique et la technique laser-ultrasons. Nous présentons aussi des résultats de nature thermique et optique obtenus sur trois autres échantillons composites avec différents films à leur surface (peel-ply ou peinture). De plus, une comparaison est effectuée entre les signaux recueillis grâce à une sonde hétérodyne interférométrique Michelson et une sonde Fabry-Perot pour une génération avec, respectivement, un laser Nd :YAG et un laser CO_2.

Nous avons effectué une triple caractérisation : mécanique, thermique et optique, d'un matériau composite. Nous avons ainsi déterminé la diffusivité thermique, la profondeur de pénétration optique, l'épaisseur de la couche d'époxy et les constantes d'élasticité du matériau composite. Le résultat final qui corroborera la validité de chacune de ces mesures, est une comparaison entre un résultat expérimental et une simulation dans laquelle a été injectée chacune des propriétés physiques mesurées. La connaissance de ces paramètres nous permet d'avoir une bonne compréhension des phénomènes de génération et de propagation.

La méthode photothermique pulsée consiste à irradier la surface d'un échantillon avec un faisceau divergent provenant d'un laser pulsé. On mesure la montée en température en fonction du temps sur la surface irradiée ou celle opposée à cette dernière avec un détecteur infrarouge. La détection sur la face opposée à celle irradiée nous permet d'obtenir une caractérisation thermique moyenne normale à la surface de l'échantillon. La montée de température sur la face irradiée est très sensible à la présence d'une fine

pellicule à cette surface ; de la sorte, l'étude de cette montée nous permet de la caractériser thermiquement. Les résultats expérimentaux ont été confrontés à des simulations basées sur deux modèles. Le premier modélise l'élévation de température en face arrière et tient compte de la profondeur de pénétration optique et de la diffusivité thermique moyenne normale à la surface de l'échantillon. Le second modélise l'élévation de température en face avant et tient compte de la présence de deux couches, de leurs propriétés thermiques et optiques et d'une résistance thermique d'interface. Les deux modèles ont été utilisés pour déterminer les diffusivités thermiques des pellicules et des substrats. Les diffusivités thermiques de l'échantillon DAS-1-A, de la pellicule de peinture du DAS-1-A et des autres échantillons ont été déterminées. Les diffusivités thermiques du DAS-1-A et de la pellicule de peinture du DAS-1-A sont respectivement 9.53×10^{-7} m^2/s et 1.85×10^{-6} m^2/s.

Des mesures avec la technique photoacoustique spectroscopique à transformée de Fourier, à l'aide de la technique de saturation de la partie réelle, nous ont permis de déterminer les profondeurs de pénétration optique de nos échantillons avec ou sans recouvrement pour une fenêtre spectrale englobant la longueur d'onde du laser CO_2. Nous démontrons qu'à cette longueur d'onde, l'époxy, les différentes pellicules et le substrat de carbone-époxy sont opaques. Des mesures photoacoustiques conventionnelles ont été effectuées sur les mêmes échantillons pour déterminer les profondeurs de pénétration optique de nos échantillons avec ou sans recouvrement pour la longueur d'onde du laser Nd:YAG. Dans ce dernier cas, deux courbes de modulation de pression en fonction de la fréquence de modulation de l'excitation laser (30 Hz à 1 KHz) ont été prises : une pour l'échantillon composite DAS-1-A et une pour une référence de poudre noire (corps noir). L'amplitude du rapport de ces courbes démontre clairement une variation de pente à 80 Hz. Cette brusque variation est directement liée à la variation dans la réponse thermique de l'échantillon qui passe de thermiquement mince à thermiquement épais. L'époxy est totalement transparente à la radiation du Nd:YAG et le substrat totalement opaque. Cette réponse de l'échantillon nous permet

de conclure que l'épaisseur de la couche d'époxy est de 23 μm. Des mesures en transmission et en réflexion nous ont permis de déterminer que la profondeur de pénétration optique de la mince couche de peinture blanche est de 15 μm. Notons que les mêmes mesures photoacoustiques ont été prises pour les trois autres échantillons de carbone-époxy.

Contrairement aux mesures thermiques et optiques, les mesures mécaniques (laser-ultrasons) ont porté uniquement sur un échantillon, le DAS-1-A. Les ondes ultrasonores ont été générées dans le composite avec un laser Nd :YAG multimode pulsé et un laser CO_2 et détectées, respectivement, avec l'interféromètre hétérodyne de Michelson et le Fabry-Perot. La différence entre les deux signaux a été étudiée.

Une étude a été menée sur la caractérisation mécanique de ce matériau composite par la technique laser-ultrasons. À cette fin, les déplacements normaux et parallèles de la surface ont été mesurés avec le détecteur hétérodyne, pour une génération dans le régime d'ablation. Une auscultation des formes d'onde pour différentes directions d'observation a été effectuée pour mettre en évidence le caractère anisotrope de l'échantillon dont la symétrie est orthotrope. Les vitesses de propagation des ondes ultrasonores dans différentes directions de propagation ont été mesurées afin de pouvoir remonter aux constantes d'élasticité. Elles ont été déterminées à l'aide d'une routine d'inversion et des mesures de vitesses de groupe, recueillies à partir des déplacements normaux et parallèles mesurés dans deux plans principaux. Les constantes d'élasticité trouvées sont : C_{11}=14.6, C_{12}=8.0, C_{13}=6.8, C_{22}=60.3, C_{33}=53.4, C_{55}= 4.1 and C_{66}=5.6 (en Gpa) et la densité 1535 kg/m^3.

En utilisant les paramètres thermiques, optiques et mécaniques obtenus, une simulation des déplacements de la surface a été effectuée dans le but de comparer les résultats expérimentaux et théoriques en régime thermoélastique. La diffusivité thermique et la profondeur de pénétration optique mesurées respectivement avec la technique

photothermique pulsé et la technique photoacoustique nous permettent de modéliser la génération. Tandis que les constantes d'élasticité déterminées à partir des résultats obtenus avec la technique laser-ultrasons nous ont permis de modéliser la propagation. Cette comparaison confirme la validité des techniques utilisées.

Outre l'intérêt pour la caractérisation du matériau, la connaissance de la diffusivité thermique, de la longueur de pénétration optique, de l'épaisseur et des constantes d'élasticité est d'un intérêt certain pour effectuer une simulation qui nous permet de bien comprendre les phénomènes de génération et de détection. La similitude entre les résultats expérimentaux et simulés démontre clairement l'intérêt des techniques optiques utilisées.

Ces techniques et méthodes de mesures permettent aussi de mieux utiliser la technique laser-ultrasons pour des multiples applications industrielles.

ABSTRACT

We present three all-optical methods that were used for the determination of the physical properties of a carbon-epoxy composite. The pulsed photothermal method, the photoacoustic method and the laser-ultrasonics method were used for the determination of, respectively, the thermal diffusivity, the optical penetration length and the elastic coefficients of a carbon-epoxy composite (thickness = 3.05 mm) covered with a 75 μm paint film on its surface. We also present a brief report on the thermal and optical properties of three other carbon-epoxy composites covered with different films (paint or peel-ply). Furthermore, a comparison between two signals, one 1D velocity curve obtain by a Fabry-Perot probe and one 1D displacement curve obtain by a Michelson heterodyne interferometric probe on the carbon-epoxy sample (with and without paint) is made.

Ultrasonic wave generation by laser impact on composite materials circumvent many difficulties that arise when classical piezoelectric transducers and emitters are used. Thus laser-ultrasonics is a powerful tool to investigate composite materials, it suffers a major weakness in that the generated ultrasonic signal is difficult to analyse. This is particularly true when the sample is anisotropic, inhomogeneous, viscous and damaged. The identification of transversal wave arrival on a normal displacement curve is nearly impossible, thus complicating the task of mechanical characterisation of the material. One way to solve this problem is to measure this transversal wave arrival on an in-plane displacement curve. For that purpose, in plane and out-of-plane measurement were obtained in the thermoelastic and ablation regime on a multilayer composite material. Furthermore, thermal and optical characterisations were made using also all-optical techniques. These characterisations enable us to obtain the thermal diffusivity, the optical penetration length and the elastic constants of the material. Finally, these thermal, optical and mechanical parameters were injected in a 3D-thermoelastic

simulation routine and the result compared with a thermoelastic experiment. The use of these parameters gives us a good comprehension of the generation and propagation phenomenon. In this document, a presentation of the three techniques used and physical parameters measured is done. As a final result, a comparison between theory and experiment validates the procedure.

The pulsed photothermal method consists in irradiating the front surface of the sample with a divergent beam originating from a pulsed laser and in measuring the temperature rise as a function of time at either the front surface or the rear surface of the sample with an infrared detector. The rear side measurement allows an average thermal characterisation of the sample over its whole thickness, whereas the front side measurement is very sensitive to the presence of a thin coating covering the front side of the sample. A rear side measurement experiment performed on our composite sample, coupled to a one-dimensional thermal diffusion model integrating optical penetration effects, allowed the evaluation of the thermal diffusivity of the carbon-epoxy substrate in the direction normal to the surfaces of the sample. Then, a front side measurement experiment was performed on the surface of the sample covered with the paint film. The experimental result was confronted to the data of a more complicated one-dimensional thermal diffusion model considering two layers, a non-perfect thermal contact and a non-negligible optical penetration length. The excellent agreement between experiment and calculation led to the evaluations of both the thermal diffusivity of the paint film and the interface thermal resistance between the paint film and the carbon-epoxy substrate.

Fourier transform photoacoustic spectroscopy measurements on the carbon-epoxy samples was achieved. These measurements coupled with the real part saturation method enabled us to determine the optical penetration lengths at the CO_2 wavelength. We showed that the epoxy layer and the paint film where opaque to the CO_2 radiation. A Nd:YAG continuous laser was used to perform two photoacoustics experiments, one on the composite sample DAS-1-A without the paint film and one on a reference blackbody

sample made of carbon. The resulting amplitude of the ratio of the two complex photoacoustic pressure modulation curves as a function of the modulation frequency of the laser excitation (varied from 30 Hz to 1 kHz) exhibited a clear slope variation at 80 Hz. This variation is directly related to a variation in the thermal response of the sample that is passing from a thermally thin to a thermally thick medium. As a result we can conclude that the epoxy layer is virtually transparent to Nd:YAG radiation and that the carbon-epoxy is completely opaque. Thus, we have determined the thickness of the epoxy layer to be equal to 23 μm. Transmission and reflection measurements on the paint film are made with the continuous Nd:YAG laser giving an optical penetration length of 15 μm.

Ultrasonic waves were generated in the composite sample with a pulsed multimode Nd:YAG laser, and the transient divergent waves were detected with an *Ultra-Optec* OP35-I/O heterodyne interferometer equipped with a frequency-doubled Nd:YAG laser as the probe beam and a Fabry-Perot interferometer. As the first part of our work, the results on the same sample obtained by the two techniques were compared. With the heterodyne interferometer, in-plane and out-of-plane displacements of the detection surface were measured for an ablation or thermoelastic generation regime. Normal (out-of-plane) and tangential (in-plane) displacement curves on the rear surface of the composite sample in ablation regime were used to locate the arrival of the waves at different angles. The free surface of the sample is a symmetry plane and the reference axes are one and the same with the symmetry directions, axis 1 is normal to the free surface. The sample belongs to the orthotropic symmetry. In order to investigate the anisotropy of bulk wave velocities, the planes of symmetry 1-3 and 1-2 are investigated by scanning directions of propagation. These directions are defined with the angles between the normal and the point-source point-detection directions. One of the main difficulties is to measure the arrival times of shear waves since the sample is made of many plies introducing undesired discontinuities.

The determination of the elastic constants of the composite, supposed homogeneous, was derived with the help of an inversion routine from bulk wave group velocity evaluations resulting from experimental in-plane and out-of-plane displacement waveforms measured in these principal planes.

A simulation was then performed with the measured thermal, optical and mechanical parameters of the sample. The thermal diffusivity and the optical penetration length measured with respectively the photothermal technique and the photoacoustic technique enable to modelize the generation whereas the elastic constants measured with the laser-ultrasonic technique enable to modelize the propagation. We can note that the three quasi-transverse wave arrivals are not as clear for the thermoelastic regime as it is for the ablation regime. The elastic constants found by our inversion routine and used for the simulation were C_{11}=14.6, C_{12}=8.0, C_{13}=6.8, C_{22}=60.3, C_{33}=53.4, C_{55}= 4.1 and C_{66}=5.6 (in GPa) and the density is 1535 kg/m^3. A generally good accordance between theory and experiment was achieved. The experimental signal was low-pass filtered with a Hamming filter in order to eliminate the multireflection effects on the 20 plies composing the sample.

Three all-optical techniques have enabled us to determine thermal, optical and mechanical characteristics of a multilayered carbon-epoxy composite sample. The knowledge of the thermal diffusivity, the optical penetration length, the thickness and the elastic constants is of prime interest to provide accurate data to our laser-ultrasonics simulations and hence to match the experimental results. The similitude between calculated and experimental results confirms the validity of the techniques used.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS.....iv
RÉSUMÉ.....v
ABSTRACT.....ix
TABLE DES MATIÈRES.....xiii
LISTE DES TABLEAUX.....xvii
LISTE DES FIGURES.....xviii
LISTE DES SYMBOLES.....xxi

INTRODUCTION.....1

PRÉSENTATION DES ÉCHANTILLONS.....5
1.1 INTRODUCTION.....5
1.2 LES MATÉRIAUX COMPOSITES (MALLICK P.K., 1993 ; BOUKHILI R., 1996).....5
1.2.1 Introduction.....5
1.2.2 Fibres de carbones.....6
1.2.3 Matrice.....7
1.3 LES ÉCHANTILLONS À L'ÉTUDE.....11
1.3.1 Introduction.....11
1.3.2 DAS-1-A.....12
1.3.3 IRP-339-a.....15
1.3.4 DREP-CP-1A.....15
1.3.5 81755-50F-7337.....16
1.4 CONCLUSION.....16

CARACTÉRISATION THERMIQUE.....17
2.1 OBJECTIFS.....17

2.2 MÉTHODES EXPÉRIMENTALES 17
2.3 APPROCHE THÉORIQUE 19
2.3.1 Méthode flash face arrière *20*
2.3.2 Méthode flash face avant *23*
2.4 RÉSULTATS, ANALYSES ET DISCUSSION 26
2.4.1 Introduction *26*
2.4.2 Méthode flash face arrière *28*
2.4.2.1 Résultats 28
2.4.2.2 Analyses 30
2.4.3 Méthode flash face avant *33*
2.4.3.1 Résultats 33
2.4.3.2 Analyse de l'échantillon DAS-1-A, méthode alternative 35
2.4.3.3 Analyse de l'échantillon 81755, méthode conventionelle. 37
2.5 CONCLUSION 39

CARACTÉRISATION OPTIQUE 41
3.1 OBJECTIFS 41
3.2 APPROCHE THÉORIQUE 42
3.2.1 Théorie de Rosencwaig-Gersho. *44*
3.2.2 Théorie de McDonald-Wetsel. *47*
3.2.3 Approche expérimentale de Choquet *48*
3.3 DÉMARCHE EXPÉRIMENTALE 50
3.3.1 Laser CO_2 ..... *50*
3.3.2 Laser Nd :YAG *51*
3.4 RÉSULTATS, ANALYSE ET DISCUSSION. 52
3.4.1 Laser CO_2 ..... *52*
3.4.1.1 Échantillon DAS 1-A 52
3.4.1.2 Échantillon IRP-339-a 55
3.4.1.3 Échantillon DREP-CP1-a 57

3.4.1.4 Échantillon 81755/50F 7337-814A 60
3.4.1.5 Conclusion 63
3.4.2 Laser Nd:YAG *64*
3.4.2.1 Introduction 64
3.4.2.2 Échantillon DAS-1-A 64
3.4.2.2.1 Technique photoacoustique 64
3.4.2.2.2 Mesure par transmission 66
3.4.2.3 Autres échantillons 67
3.5 CONCLUSION 70

CARACTÉRISATION MÉCANIQUE 71
4.1 INTRODUCTION 72
4.1.1 Ondes dans les solides *73*
4.1.2 Générations d'ondes élastiques dans les solides *76*
4.2 SIGNAUX 1D FACE AVANT (CO_2 ET ND:YAG) 79
4.2.1 Interféromètre confocal Fabry-Perot *80*
4.2.2 Interféromètre hétérodyne Michelson *81*
4.2.3 Présentation et analyse des résultats *88*
4.2.3.1 Cause de la différence dans la qualité et l'allure des signaux 89
4.2.3.2 Description de l'allure des signaux 95
4.3 SIGNAUX 2D FACE ARRIÈRE (ND:YAG) 96
4.3.1 Méthode expérimentale et théorie *97*
4.3.1.1 Problèmes expérimentaux liés à l'identification des temps d'arrivée. 99
4.3.1.2 Problèmes théoriques liés à la détermination des constantes élastiques à partir des vitesses de groupes et aspects théoriques de la résolution du problème 102
4.3.2 Présentation et analyse des résultats *106*
4.3.3 Conclusion *115*
4.4 CONCLUSION 117

CONCLUSION.....118
RÉFÉRENCES.....120

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2. 1 Conditions expérimentales pour les mesures flash, face avant..... 29
Tableau 2. 2 Diffusivités thermiques expérimentales.....32
Tableau 2. 3 Diffusivités thermiques obtenues par la méthode flash en fonction des échantillons..... 39

Tableau 3. 1 Profondeurs de pénétration optique et amplitudes des signaux photoacoustiques normalisées aux longueurs d'ondes des lasers Nd:YAG et CO_2..... 71

LISTE DES FIGURES

Figure 1. 1 Vue en coupe de la surface de l'échantillon DAS-1-A. Identification de la couche de peinture blanche, de la couche d'époxy et du substrat de carbone-époxy.... 12
Figure 1. 2 Illustration schématisée de la position des plis..... 14

Figure 2.1 Schéma du montage expérimental pour les méthodes thermiques flash..... 19
Figure 2.2 Vue en coupe d'un échantillon type et identification des points de références..... 24
Figure 2.3 Élévation de température de la face arrière en fonction du temps pour l'échantillon DAS-1-A sans peinture..... 28
Figure 2.4 Augmentation de la température sur la face arrière en fonction du temps, simulation et valeur expérimentale..... 31
Figure 2.5 Variations de température adimentionnées sur la face irradiée en fonction du temps pour l'échantillon DAS-1-A..... 33
Figure 2. 6 Comparaison entre le résultat expérimental et la simulation pour l'élévation de la température en face avant pour l'échantillon DAS-1-A..... 37
Figure 2. 7 Variations de température en fonction du temps pour l'échantillon 81722 par la méthode flash face avant. Interception des deux droites tangentes..... 38

Figure 3. 1 Schéma du montage pour les mesures photoacoustiques.....51
Figure 3. 2 Amplitude du signal photoacoustique avec peinture (—) et sans peinture (---) pour l'échantillon DAS-1-A.....53
Figure 3. 3 a) Amplitude du signal photoacoustique en phase et en quadrature de phase sans peinture pour le DAS-1-A.....53
Figure 3. 3 b) Amplitude du signal photoacoustique en phase et en quadrature de phase avec peinture pour le DAS-1-A.....54

Figure 3. 4 Profondeur de pénétration optique avec peinture (—) et sans peinture (----) pour l'échantillon DAS-1-A. 54
Figure 3. 5 Amplitude du signal photoacoustique pour l'échantillon IRP-339-a.....56
Figure 3. 6 Amplitude des signaux photoacoustiques en phase et en quadrature de phase pour l'échantillon IRP-339-a. 56
Figure 3. 7 Profondeur de pénétration optique pour l'échantillon IRP-339-a.....58
Figure 3. 8 Amplitude du signal photoacoustique pour l'échantillon DREP-1-A..... 58
Figure 3. 9 Amplitude du signal photoacoustique en phase et en quadrature de phase pour l'échantillon DREP-1-A. 59
Figure 3. 10 Profondeur de pénétration optique adimentionnée pour l'échantillon DREP-1-A. 59
Figure 3. 11 Amplitude du signal photoacoustique avec (----) et sans peel-ply (—) pour l'échantillon 817/F7337-814A. 61
Figure 3. 12 a) Amplitude du signal photoacoustique en phase (—) et en quadrature (---) de phase pour l'échantillon 817/F7337-814A avec peel-ply..... 61
Figure 3. 12 b) Amplitude du signal photoacoustique en phase (—) et en quadrature (---) de phase pour l'échantillon 817/F7337-814A sans peel-ply..... 62
Figure 3. 13 Profondeur de pénétration optique sans (—) et avec (----) peel-ply pour l'échantillon 817/F7337-814A. 62
Figure 3. 14 Amplitude du ratio des pressions de modulations photoacoustiques complexes en fonction de $f^{-1/2}$. 65
Figure 3. 15 Profondeur de pénétration optique pour la peinture blanche de l'échantillon DAS-1-A.....67

Figure 4. 1 a) Diagrammes de directivité d'une source thermoélastique ponctuelle. et b) d'une source ablative ponctuelle. 78
Figure 4. 2 Le montage expérimental pour la génération avec le laser Nd:YAG avec la sonde interférométrique hétérodyne. 83
Figure 4. 3 Schéma du plan d'incidence..... 86

Figure 4. 4 Schéma du contrôleur électronique..... 88
Figure 4. 5 Amplitude des signaux générés avec les lasers TEA CO_2 et Nd:YAG et détectés respectivement avec les sondes Fabry-Perot et Michelson sur l'échantillon DAS-1-A avec et sans la pellicule de peinture. La courbe (avec peinture) des déplacements détectés avec le Michelson a été décalée de 0.1 u.a. pour plus de clarté..... 90
Figure 4.6 Déplacements normaux de la surface obtenus pour une génération sur le carbone-époxy en face opposée et une détection sur une fine couche d'aluminium.....93
Figure 4.7 Géométrie de l'échantillon et système de cordonnées..... 98
Figure 4.8 Illustration de la surface des lenteurs de phase et des vecteurs vitesses correspondants.....104
Figure 4.9 Illustration de la géométrie et de la position du point de détection et de génération.....107
Figure 4.10 Déplacements normaux en fonction du temps selon l'axe 2. Localisation des arrivées des ondes longitudinales en fonction de l'angle d'incidence..... 108
Figure 4.11 Déplacements tangentiels en fonction du temps selon l'axe 2..... 109
Figure 4.12 Déplacements normaux (—) et tangentiels (----) sur les axes 2 et 3 pour un angle d'observation de 45 degrés. Les lignes verticales représentent les temps d'arrivée des ondes longitudinales et transversales..... 112
Figure 4.13 Calcul optimisé (—) et mesures expérimentales (X) des vitesses de groupes pour les plans 12 et 13. La droite oblique sert à identifier l'arrivée des ondes à 45°... 113
Figure 4.14 Comparaison entre les déplacements normaux calculés (—) et expérimentaux (----) pour un angle d'observation de 30° selon l'axe 2..... 116

LISTE DES SYMBOLES

α	Diffusivité thermique (m^2/s)
β	Coefficient d'absorption optique (m^{-1})
l_β	Longueur de pénétration optique (m)
κ	Conductivité thermique ($Js^{-1}cm^{-1}K^{-1}$)
μ	Longueur de diffusion thermique (m)
e	Épaisseur de l'échantillon (m)
λ	Longueur d'onde optique (m)
ρ	Densité (g/m^3)
ω	Pulsation (rad/s)
E	Energie (J)
t	Temps (s)
τ_{imp}	Durée de l'impulsion laser (s)
ΔT	Variation de température (K)
T	Température (K)
n	Direction de propagation
C_{ij}, **C**	Matrice d'élasticité (Gpa)
$U_i(x_i,t)$	Déplacement de chaque point matériel de coordonée x_i (m)
U	Polarisation
δ_{il}	Delta de Kroeneker
I_o	Intensité de l'impulsion laser incidente (W/cm^2)
L{f}	Transformée de Laplace de la fonction f
s	Variable de Laplace
*	Variable adimentionnée (en exposant)
C	Chaleur spécifique à pression constante (J/kg K)
Inphas	Composante réelle du signal photoacoustique
Inquad	Composante imaginaire du signal photoacoustique
v, v_g, v_p, v_e	Vitesse, vitesse de groupe, vitesse de phase, vitesse d'énergie (m/s)

INTRODUCTION

Parmi la très grande famille des techniques de génération et de détection d'ondes ultrasonores, les techniques utilisant des transducteurs piézo-électriques sont les plus connues et les mieux maîtrisées (Scruby C.B., Drain L.E., 1990). Bien qu'efficaces, ces méthodes comportent un bon nombre d'inconvénients, tant dans leurs principes de génération que dans leurs principes de détection. Un des inconvénients les plus importants, est qu'un couplage est nécessaire entre la sonde et le matériau étudié. Le couplant est généralement un fluide (eau, huile, graisse, gel). Il faut s'assurer de la qualité et de l'uniformité du couplage entre la sonde et l'échantillon. De plus, il est nécessaire de nettoyer la surface de l'échantillon après avoir pris la mesure. Des aspects géométriques viennent aussi limiter l'usage des transducteurs piézo-électriques, car la géométrie des transducteurs est souvent incompatible avec la géométrie des pièces à étudier. Notons aussi que l'utilisation de cette technique à haute température est difficile. Or, il existe un besoin certain dans le monde industriel pour des mesures à très haute température, notamment pour des contrôles de procédés lors de la fabrication de céramiques et de métaux ou pour l'étude des matériaux composites thermostructuraux dans leurs domaines d'utilisation.

Les techniques optiques de génération et de détection d'ondes ultrasonores permettent de s'affranchir de ces difficultés en proposant des systèmes rapides, sans contact, utilisables à haute température et pratiquement insensibles à la nature géométrique de la structure étudiée. Ces techniques tout-optique utilisent des lasers pour générer et détecter les ultrasons. On utilise un laser haute puissance pulsé pour produire des ondes ultrasonores et un second laser couplé à un interféromètre optique pour la détection (Calder C.A., Wicox W.W., 1980 ; Monchalin J.-P., 1986). L'impulsion du laser de génération produit une expansion thermique ou une force de recul suffisante pour générer des ultrasons qui se propagent dans le matériau étudié. Cette source d'ondes ultrasonores est

reproductible, d'où son intérêt pour étudier les matériaux. De plus, suivant le régime d'utilisation, elle fournit une technique de contrôle et d'évaluation non-destructive.

La technique laser-ultrasons possède des potentialités certaines vis-à-vis des techniques utilisant des transducteurs piézo-électriques ; elle possède cependant une lacune non négligeable : les signaux recueillis sont difficilement analysables. Ceci est particulièrement vrai lors de l'étude d'échantillons anisotropes, inhomogènes et visco-élastiques. Compte tenu de la complexité des signaux détectés, une difficulté majeure dans diverses applications est la chronométrie des ondes ultrasonores. Pour détecter l'arrivée des ondes, nous proposons dans ce travail d'utiliser conjointement une sonde en mode parallèle (détection des déplacements dans le plan de la surface de l'échantillon) et une sonde en mode normal (détection des déplacements normaux à la surface de l'échantillon). L'intérêt majeur d'avoir combiné des mesures en mode parallèle aux mesures en mode normal est un apport d'information qui se révèle être précieux pour la chronométrie des arrivées des ondes.

Les phénomènes liés à la propagation d'ultrasons dans des matériaux composites anisotropes sont plus complexes que ceux liés à la propagation d'ultrasons dans des matériaux isotropes. En effet, généralement la direction du vecteur d'énergie ne coïncide pas avec le vecteur d'onde (Royer D., Dieulesaint E., 1996). De plus, dans la configuration expérimentale utilisée, point-source et point-sonde, les vitesses mesurées correspondent aux vitesses de groupe, et non pas aux vitesses de phase. Ceci complique sérieusement la détermination des constantes d'élasticité du matériau, un point important de ce travail. En effet, contrairement aux vitesses de phase qui sont directement liées aux constantes d'élasticité par l'équation de Christoffel, il n'existe pas de relation analytique simple entre les constantes d'élasticité et les vitesses de groupe. Un tel lien direct apparaîtrait sous une forme extrêmement complexe et inutilisable pour résoudre le problème inverse. Nous devons donc appliquer une technique d'inversion basée sur une

formulation analytique et originale (Bescond C., 1997) qui nous permettra de déterminer les constantes d'élasticité à partir des vitesses de groupe mesurées.

L'étude de la symétrie du matériau nous permet de comprendre les phénomènes de propagation. L'allure du signal dépend aussi grandement des phénomènes de génération. Donc, nous nous attardons premièrement sur les propriétés thermiques et optiques des matériaux étudiés pour mieux comprendre les phénomènes de génération. La source acoustique dépend grandement de la diffusivité thermique et de la profondeur de pénétration optique. Ainsi, ces paramètres modifient du même coup l'allure générale des courbes de déplacement. Par ailleurs, le type de surface sur lequel a lieu la génération ainsi que le mode de détection, influencent aussi l'aspect des signaux de déplacement. Les effets du type de surface et du mode de détection sont étudiés dans ce mémoire.

Nous débutons ce mémoire avec une présentation générale des matériaux composites et des quatre échantillons composites étudiés. La présentation des échantillons expose les principales caractéristiques des matériaux tels leur apparence, le nombre de couches et leur densité. Cette présentation est sommaire car à priori, nous n'avons aucune information sur ces matériaux. Deuxièmement, nous présentons une description de la théorie et de la démarche expérimentale reliées aux méthodes photothermiques impulsionelles et nous exposons les résultats obtenus qui nous ont permis de déterminer les diffusivités thermiques. Ensuite, au chapitre trois, les résultats photoacoustiques sont présentés et nous déterminons les profondeurs de pénétration optique aux longueurs d'ondes des lasers Nd:YAG et CO_2. Les profondeurs de pénétration optique sont déterminées pour tous les échantillons à la longueur d'onde du laser CO_2 avec et sans leur recouvrement (peel-ply ou peinture). La longueur de pénétration optique nous permet de correctement simuler la source acoustique dans le matériau. Le chapitre quatre présente les résultats laser-ultrasons sur un échantillon en particulier, le DAS-1A. Une comparaison entre la génération avec un laser CO_2 et Nd :YAG avec des sondes de détection de type Fabry-Perot et hétérodyne Michelson est présentée. Nous exposons

aussi la démarche pour obtenir les constantes d'élasticité à partir des mesures de vitesses de groupe. Les résultats obtenus sur deux plans de symétrie pour une génération opposée à la face de détection sont présentés. Nous avons ainsi déterminé les constantes d'élasticité d'un matériau composite par une technique tout optique, sans contact. La détermination des constantes d'élasticité nous permet de simuler correctement le phénomène de propagation dans l'échantillon. Finalement, nous validons les paramètres physiques déterminés par les techniques thermique, optique et laser-ultrasons avec différentes simulations.

CHAPITRE 1

PRÉSENTATION DES ÉCHANTILLONS

1.1 Introduction

Dans cette section, nous allons présenter les principales caractéristiques des composites qui sont étudiés dans ce travail. Il s'agit principalement de composites utilisés dans l'aéronautique, il s'agit donc de composites carbones-époxy. En effet, vu leur petite masse volumique, leur intégrité et leur durabilité, ces matériaux se sont rapidement taillé une place de choix dans ce domaine.

Une énumération des principales fibres et matrices utilisées sera présentée. Nous allons nous attarder principalement sur les fibres de carbone et les matrices époxy, ainsi que sur quelques éléments susceptibles de se retrouver dans nos échantillons. Ensuite, nous allons présenter les quatre échantillons mis à notre disposition en donnant leurs principales caractéristiques.

1.2 Les matériaux composites (Mallick P.K., 1993 ; Boukhili R., 1996)

1.2.1 Introduction

Un composite est fabriqué principalement des deux composantes : la fibre et la matrice. Ces deux composantes affectent les caractéristiques mécaniques du matériau. Par contre, d'autres constituants, comme l'agent liant et les enrobeurs qui sont utilisés pour améliorer le mouillage de la fibre avec la matrice et pour augmenter la qualité de l'interface matrice-fibre, rentrent dans la fabrication des composites. En augmentant la

qualité de l'interface matrice-fibre, le transfert de charge entre la matrice et la fibre est amélioré. On emploie aussi des charges qui sont principalement utilisées dans les plastiques pour des applications de basses performances. Elles sont utilisées pour réduire la densité du composite, réduire les coûts et pour faciliter la mise en forme. Dans le domaine de l'aéronautique, les charges sont très rarement utilisées car elles ne renforcent pas le matériau. Nous débutons la description avec les fibres pour ensuite étudier les matrices.

1.2.2 Fibres de carbones

En occupant la plus grande fraction volumique et en supportant une fraction importante de la charge imposée sur le matériau, les fibres forment la partie principale du composite. Il est bien important de sélectionner d'une façon judicieuse le type, la quantité et l'orientation des fibres pour une utilisation optimale de ces dernières. Bien entendu, cette sélection devra se baser sur des critères de qualité, de coûts et de temps. Parmi la gamme variée de fibres disponibles, il y a les fibres de verre, les fibres aramides, les fibres de bore, les fibres céramiques et les fibres de carbone. Nous allons nous attarder principalement sur les fibres de carbone, car ce sont ces dernières qu'on retrouve dans nos échantillons.

Les fibres de carbone nous offrent une variété importante de caractéristiques mécaniques. Le module d'Young varie de 200 à plus de 1000 Gpa. La tenue à la compression et à haute température (200 °C) en atmosphère non-oxydante est bonne comparativement aux autres types de fibres. De plus, elles possèdent un comportement linéaire à la fatigue, ce qui nous permet de prévoir à l'avance leur comportement. Les fibres de carbone sont insensibles aux rayures, à la corrosion et aux agents chimiques (sauf O_2 et acides oxydants à chaud). Leur usinage est facile et leur coefficient de dilatation thermique est nul où même légèrement négatif, ce qui permet leur utilisation

dans des satellites. Leur masse volumique , ~1.8T/ m^3, est petite par rapport aux fibres de verre et aux fibres de bore. Pour des applications militaires et/ou de haute technologie, leur prix est relativement faible (15$/Kg), par contre ce prix limite les utilisations commerciales courantes. Du coté des inconvénients, on constate que les fibres sont en général difficiles à imprégner par les résines époxy. Cet inconvénient tend toutefois à disparaître avec l'utilisation des préimprégnés. En contact avec les métaux, il y a un effet de pile galvanique qui corrode le métal. Il faut donc peindre ou anodiser les inserts métalliques ou utiliser des inserts en titane. La conductivité électrique élevée peut aussi engendrer quelques problèmes lors de certaines utilisations. Leur faible résistance à l'impact pourrait causer des problèmes lors du design.

La fibre de carbone est composée d'un mélange de carbone amorphe et de carbone cristallin. L'arrangement cristallographique en plans parallèles du carbone cristallin donne au matériau ces propriétés mécaniques. Les plans de carbone sont liés par des liaisons faibles de Van der Waals, tandis que deux atomes voisins dans le même plan sont liés par des liaisons covalentes. Cet arrangement explique le caractère hautement anisotropique des propriétés physiques et mécaniques de la fibre. Le positionnement des plans par rapport aux axes de la fibre influence grandement les propriétés thermoélastiques comme le module d'Young et le coefficient d'expansion thermique. Le positionnement des fibres dans la matrice ainsi que la disposition des multicouches influencent les propriétés globales du matériau. La connaissance de la symétrie est donc cruciale pour prévoir la propagation des ondes acoustiques dans le composite. Cette symétrie est dictée par la nature, la direction et le type d'empilement des multicouches.

1.2.3 Matrice

Le rôle de la matrice dans un composite est double. Premièrement elle a un rôle de liaison. En effet, elle supporte la fibre, s'assure du transfert de charge vers la fibre et

affecte la résistance inter et intra laminaire. Deuxièmement, elle a un rôle de protection, elle protège la fibre de la corrosion, de l'humidité, des rayons solaires et des températures excessives. Par contre, la matrice joue un rôle secondaire dans les caractéristiques mécaniques du composite. En effet, par son rôle de liaison, une grande partie de la charge est transférée aux fibres. Ce transfert de charge est d'une importance cruciale pour le design de structure. Un des aspects intéressants à considérer est l'utilisation de la matrice pour la protection en surface du composite. En effet, des couches d'époxy de quelques dizaines à quelques centaines de micromètres recouvrent le carbone-époxy en surface du matériau. Cette fine couche permet de protéger le matériau en surface contre des égratignures ou tout autre abrasion mécanique. Cette couche supplémentaire occasionne toutefois quelques difficultés dans le cas d'une analyse laser-ultrasons. Le faisceau laser incident peut être complètement ou partiellement absorbé par cette couche, modifiant complètement le lieu de la génération d'ultrasons. De plus, sur le même matériau, l'épaisseur de cette couche peut varier de plus de 100%, occasionnant de la sorte des difficultés supplémentaires lors de l'identification du lieu de génération.

Il y a trois grandes familles de matrices : les matrices polymériques, métalliques et céramiques. Les matrices polymériques sont divisées en deux classes. Il y a les polymères thermodurcissables, comme les époxys (aéronautique), les polyesters et vinylesthers (industries automobiles, marine, chimique et électrique), les polyimides (utilisation à haute température) et les phénols. Il y a aussi les polymères thermoplastiques comme les nylons (utilisés en injection), les polyamides, les polyesters thermoplastiques et les polycarbonates (utilisation avec fibres continues à haute température). Les matrices métalliques sont principalement des alliages d'aluminium, de titane, de magnésium, de cuivre et de nickel. Ces matrices se prêtent bien à des utilisations en haute température (300-500 °C). Finalement, il y a les matrices céramiques : oxyde d'aluminium, carbone, carbure de silicium et nitrite de silicium. Elles sont toutes conçues pour une utilisation à haute température. Dans la section

suivante, nous allons nous attarder principalement sur les matrices polymériques thermodurcisables qui sont celles utilisées en aéronautique et qui se retrouvent dans nos échantillons.

Les résines polyesters, vinylesters et époxydes sont toutes des polymères thermodurcissables. Les résines polyesters sont divisées en deux classes : les orthotropes et les isotropes. À tous les points de vue, les résines polyesters isotropes sont supérieures. Par contre, leur développement est plus coûteux. Ces résines ont en général une bonne rigidité et stabilité dimensionnelle pour l'usage dont on en fait. Les fibres et tissus employés ont une bonne mouillabilité avec cette résine. Elles possèdent aussi une bonne tenue chimique aux hydrocarbures à température ambiante. Par contre, leur tenue en température est assez basse : en charge continue elles flanchent à partir de 100 °C. Elles sont aussi attaquées par les bases et les hydrocarbures à chaud. Ces résines sont inflammables, elles sont rendues auto-extinguibles par l'addition d'ignifugeants, tels que le trioxyde d'antimoine ou le trihydrate d'aluminium. On ajoute aussi des stabilisants car elles se dégradent sous l'effet de rayons ultraviolets. Un des plus gros problèmes avec les résines polyesters est leur retrait important (de 8 à 10%) au démoulage. On ajoute donc un diluant réactif, le styrène, pour augmenter le degré de réticulation et diminuer le retrait.

Les résines vinylesthers ont en général les mêmes avantages et désavantages que les résines polyesters : de bonnes propriétés mécaniques, une excellente résistance à la corrosion et à l'eau. Elles sont plus flexibles que le polyester et elles adhèrent particulièrement bien aux renforts. Elles coûtent par contre deux fois plus cher.

Finalement, il y a les résines époxydes qui sont celles principalement utilisées en aéronautique. Les résines époxydes ont des propriétés mécaniques supérieures à celles des polyesters. Elles ont aussi un meilleur comportement thermique car, en charge continu, elles peuvent atteindre 180 ^{0}C. On constate qu'elles ont une excellente

résistance chimique aux acides et aux bases, une petite reprise d'humidité (0.1 à 0.5%), une bonne stabilité dimensionnelle. Elles sont auto-extinguibles et la mouillabilité des renforts est supérieure à celle des autres résines. Elles sont aussi résistantes à l'abrasion et elles ont un très faible retrait (0.5 a 1%) au moulage. Par contre, elles ont une faible résistance aux ultraviolets et leur temps de polymérisation est long. Elles coûtent plus cher à fabriquer (3 à 15 fois le coût des polyesters). Mais en général, dans les domaines militaires et de hautes performances, le prix n'est pas une contrainte. De plus, en ajoutant des stabilisants, on peut remédier au problème de dégradation par les UV. En gros, il ne reste que le problème du temps de polymérisation et comme en aéronautique il ne s'agit pas de procédés industriels de hautes vitesses et de volume de production élevé, on peut se permettre des étapes de production plus longues.

Le matériau précurseur dans une matrice époxy est une résine liquide organique ayant une faible masse moléculaire et contenant un certain nombre de groupes époxydes. Un groupe époxyde est composé d'un agencement triangulaire d'un atome d'oxygène et de deux atomes de carbone. Pour les applications courantes (pas l'aéronautique), la résine initiale est l'éther diglycidyl de bisphénol A (DGEBA), qui contient deux groupes époxydes, chacun aux extrémités de la molécule. La réaction de polymérisation qui solidifie la résine est initiée en ajoutant de petites quantités d'un agent réactif juste avant incorporation de la fibre dans la résine.

Actuellement, la principale résine utilisée en aéronautique est le tétraglycidal diaminodiphényl méthane (TGDDM) et son agent réactif le diaminodiphényl sulfone (DDS). Cette combinaison est principalement utilisée pour ses bonnes propriétés, notamment une température de transition élevée (250 ^{0}C) et la conservation de ses propriétés mécaniques malgré une exposition à des températures élevées. Par contre, cette combinaison TGDDM-DDS souffre d'un faible allongement à la rupture et d'une absorption d'eau élevée. Cette dernière propriété réduit la température de transition vitreuse et le module d'Young. Heureusement, en modifiant quelques éléments

chimiques, on peut plus ou moins éliminer cet inconvénient. Par contre, le faible allongement à la rupture est une propriété intrinsèque de toutes les résines ayant une densité de réticulation élevée. Il est possible de contrer cet effet en ajoutant durant le procédé des quantités minimes d'un liquide élastomère hautement réactif : le carboxyl butadiène-acrylonitrile (CTBN). Cet agent forme une seconde phase dans la matrice et limite la propagation des microfissures qui provoquent la rupture du composite. Ce procédé affecte toutefois de façon négative d'autres paramètres, telles la résistance aux solvants et la transition vitreuse.

1.3 Les échantillons à l'étude

1.3.1 Introduction

Notre étude porte sur quatre échantillons, le DAS-1-A, le DREP-CP-1A, le IRP-339-a et le 81755-50F-7337, les quatre échantillons proviennent de l'Institut des Matériaux Industriels (IMI) à Boucherville. Selon l'IMI, le DAS-1-A est un échantillon fourni par Dassault et le DREP-CP-1A est fourni par les Forces armées canadiennes. Outre le fait que ce sont des carbones-époxy, les seules informations que l'on possède sont de nature visuelle. En effet, ni les densités, ni les constituants des composites, ni leur symétrie, ni le nombre de couches ainsi que les épaisseurs, ni les propriétés optiques, thermiques et mécaniques des composites, des peintures et des peel-ply ne sont, a priori, connus. Si nous n'avons aucune information sur les matériaux, c'est principalement pour des raisons scientifiques : pour ne pas influencer les résultats et pour évaluer la capacité de nos techniques d'analyse.

Dans ce chapitre, nous présentons les caractéristiques générales du matériau telles l'épaisseur et la densité. Une étude des propriétés thermique, optique et mécanique suivra aux chapitres suivants. Il est à noter que l'étude complète (thermique, optique et mécanique) du matériau n'a été effectuée que pour un échantillon, le DAS-1-A, les autres ayant droit à une étude partielle (thermique et optique). L'étendue de l'étude est

limitée principalement pour des raisons de temps. Une étude complète des quatre échantillons aurait dépassé largement le cadre de ce mémoire.

1.3.2 DAS-1-A

La figure 1.1 représente une vue en coupe de l'échantillon DAS-1-A. On constate clairement la pellicule de peinture détachable à sa surface. L'épaisseur de ce film de peinture est de 75 μm. Sous cette pellicule, on est en mesure d'identifier une très fine couche, fort probablement de l'époxy, dont l'épaisseur varie de 20 à 30 μm selon la position d'observation. L'épaisseur de l'échantillon dans sa totalité (film, époxy et carbone-époxy) est de 3.05±0.05 mm et sa densité est de 1535±60 Kg/m^3. La mesure de la densité est effectuée à partir des dimensions de l'échantillon prises au micromètre et d'une pesée à la balance électronique.

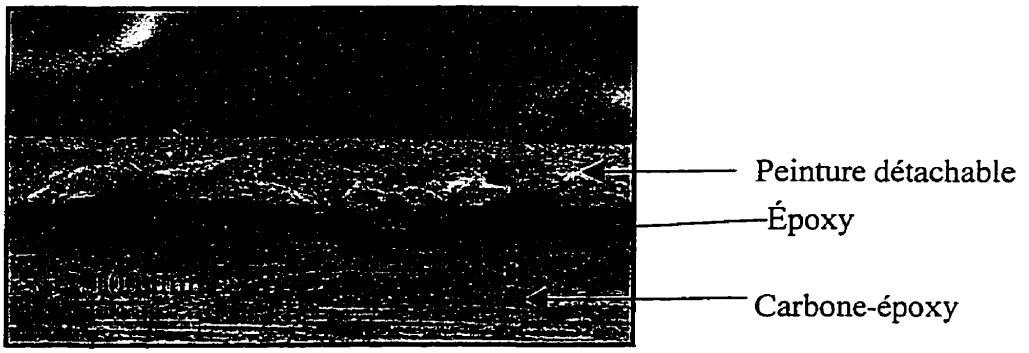


Figure 1.1 Vue en coupe de la surface de l'échantillon DAS-1-A. Localisation de la couche de peinture blanche, de la couche d'époxy et du substrat de carbone-époxy.

Une des particularités très importantes dans un composite, est la disposition des fibres dans la matrice. Cette disposition est connue sous le nom de maillage ou tissage et joue

un rôle clé dans la propagation des ondes élastiques dans le milieu. Selon ce tissage et la répartition des plis tissés, l'échantillon adoptera une symétrie particulière. La symétrie existe dans l'ensemble du composite. Un matériau composite peut être complètement isotrope (deux constantes élastiques indépendantes). C'est le cas d'un matériau aux fibres discontinues et aléatoirement orientées. Un matériau parfaitement anisotrope (triclinique) ne possède aucun plan de symétrie. Les matériaux composites sont en général orthotropes : ils possèdent trois plans de symétrie orthogonaux.

Une des étapes initiales dans l'étude de l'échantillon DAS-1-A est la détermination de sa symétrie. Nous allons tenter de déterminer la symétrie du matériau avec des photographies par microscopie électronique et optique. Cette méthode peut nous donner une bonne idée de la disposition des fibres et des plis dans la matrice. Deux hypothèses peuvent être proposées : notre échantillon est un multicouche unidirectionnel ou un multicouche croisé. On peut facilement confirmer l'hypothèse du multicouche car à l'œil nu on constate la présence de plusieurs couches pâles et foncées. L'aspect pâle et foncé n'est pas visible sur le cliché au microscope électronique, mais on peut toutefois clairement identifier la démarcation entre deux plis. Une étude subséquente au microscope optique nous permet d'identifier plus clairement les multicouches. La vue en coupe du matériau peut être schématisée par la figure 1.2 où l'on illustre les positions des plis avec les orientations des fibres à l'intérieur.

Une orientation de 0 degré signifie que les fibres sont parallèles au plan de coupe (parallèle horizontalement par rapport à la page), une orientation de 90 degrés signifie que les fibres sont perpendiculaires au plan de coupe (normal par rapport à la page). Les orientations peuvent être résumées par le code suivant : $(0/+30/-30/90)_2/0/\pm30/0/(90/-30/+30/0)_2$.

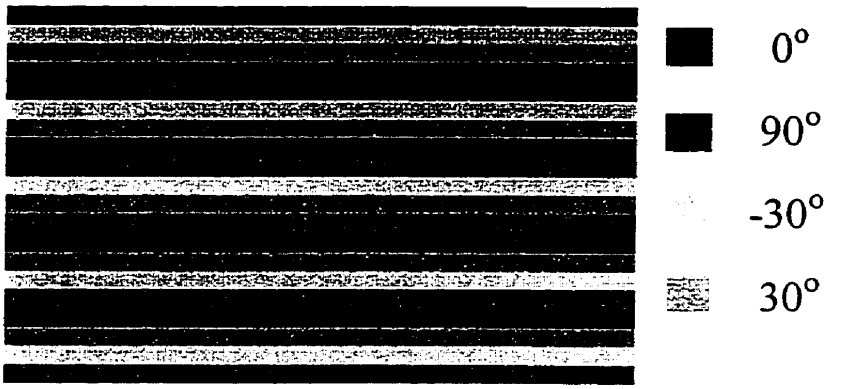


Figure 1.2 Illustration schématisée de la position des plis.

Si on effectue un grossissement plus important sur le substrat, on constate la présence des fibres. On peut facilement conclure sur les directions pour les fibres à 0 et 90 degrés, par contre les directions des autres fibres sont moins évidentes. Nous supposons des directions possibles de 30, 45 ou 60 degrés. Cette supposition se base sur le fait qu'il est très rare de concevoir des composites avec d'autres directions. En calculant la superficie des ellipses créées par le plan de coupe de la fibre, on peut conclure que l'angle est de 30°. Les fibres ont un diamètre d'environ 7μm et la distance entre deux fibres (axe à axe) est d'environ 10 μm. Le contenu en fibres est approximativement de 62% et l'épaisseur d'un pli est environ 150 μm

Le fait qu'il soit multicouche et croisé nous permet de prévoir un comportement anisotrope. La disposition des fibres et des plis nous porte à croire qu'il possède trois directions principales orthogonales entre elles. À partir des images obtenues par microscopie optique, on en a déduit les deux directions principales, notées 2 et 3, qui sont parallèles à la surface. La troisième, notée 1, est normale à la surface du matériau. On note une apériodicité dans l'empilement des plis suivant cette direction principale. Cette apériodicité aura des conséquences sur l'allure des signaux obtenus par la

technique laser-ultrasons. Cette disposition nous permet de conclure que le matériau composite DAS-1-A a une symétrie orthotrope.

Notons, avant de passer aux autres échantillons, que c'est le DAS-1-A qui sera le principal échantillon étudié dans ce mémoire. Par conséquent, les descriptions des trois autres échantillons ne sont que sommaires pour les raisons évoquées précédemment.

1.3.3 IRP-339-a

En étudiant une vue en coupe de l'échantillon IRP-339-a, on constate une couche de peel-ply à sa surface ; l'épaisseur du peel-ply est de 45 μm. Il est impossible d'identifier la fine couche d'époxy à la surface de l'échantillon, probablement parce que les propriétés chimiques du substrat et de l'époxy sont proches les unes des autres. L'épaisseur de l'échantillon dans sa totalité (peel-ply et composite) est de 2.50±0.05 mm et sa densité de 1440±60 Kg/m^3. La mesure de la densité est effectuée selon la même méthode que celle précédemment utilisée.

1.3.4 DREP-CP-1A

Une vue en coupe de l'échantillon DREP-CP-1A, permet d'identifier une couche de peinture à sa surface dont l'épaisseur est de 100 μm. Il est difficile d'identifier la couche d'époxy à la surface de l'échantillon. On constate clairement par contre les fibres de carbone perpendiculaires au plan de l'image. Le diamètre d'une fibre est d'environ 10 μm. L'épaisseur de l'échantillon dans sa totalité (peinture et composite) est de 12.85±0.05 mm et sa densité de 1460±60 Kg/m^3. La mesure de la densité est effectuée par la même méthode que celle précédemment utilisée. Il est à noter que cet échantillon provient des Forces armées canadiennes, plus spécifiquement d'un CF-18.

1.3.5 81755-50F-7337

En étudiant une vue en coupe de l'échantillon 81755-50F-7337, on constate la présence d'une couche de peel-ply à sa surface, l'épaisseur de cette couche est de 210 μm. On constate aussi la présence d'une autre couche sous le peel-ply qui pourrait être de l'époxy. L'épaisseur de l'échantillon dans sa totalité (peel-ply et composite) est de 4.10±0.05 mm et sa densité de 1590±60 Kg/m^3.

1.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons résumé les principales propriétés et caractéristiques des matériaux composites en décrivant brièvement la composition de leurs principaux constituants : les fibres et les matrices. Nous nous sommes attardés quelque peu sur les avantages et inconvénients de chaque type de composite en insistant sur les carbones-époxy. Les performances des carbones-époxy font qu'ils sont des matériaux de choix en aéronautique et en aérospatial. De plus, nous avons décrit les échantillons mis à notre disposition. C'est le DAS-1-A qui fut sélectionné pour l'étude complète de ses propriétés thermique, optique et mécanique. Une étude partielle est effectuée pour les autres échantillons. Par conséquent, leur description est sommaire et ne touche par leurs propriétés de symétrie. Dans le cas du DAS-1-A, à l'aide des clichés au microscope électronique et optique, nous avons été en mesure de démontrer l'existence d'un drapage multicouche croisé qui lui impose un comportement anisotropique orthotrope.

CHAPITRE 2

CARACTÉRISATION THERMIQUE

2.1 Objectifs

L'objectif de ce chapitre est de déterminer les diffusivités thermiques (α) des échantillons de peintures, de peel-ply et de composites mis à notre disposition. La connaissance de cette diffusivité thermique est d'une importance cruciale. Comme on le verra au prochain chapitre, les données spectroscopiques recueillies par la spectroscopie photoacoustique à transformée de Fourier, nous donnent accès uniquement au produit $\beta\mu$ (β : coefficient de pénétration optique. μ : profondeur de pénétration thermique : $\mu = (2\alpha/\omega)^{-1/2}$, où ω est la pulsation utilisée pour moduler la chaleur.). Donc, pour déterminer la profondeur de pénétration optique ($1/\beta$), la connaissance de la diffusivité thermique est essentielle. De plus, si l'on veut simuler correctement l'expérience laser-ultrasons que nous effectuerons au dernier chapitre, il est nécessaire de connaître les propriétés thermiques des échantillons qui nous permettent en effet de simuler correctement la source de génération d'ultrasons. Nous allons donc, dans cette section, déterminer les diffusivités thermique des peintures, peel-ply et composites.

2.2 Méthodes expérimentales

Toutes les mesures expérimentales concernant la caractérisation thermique ont été effectuées à l'Office National d'Études et de Recherche Aérospatiales (ONÉRA) en France par le Dr Franck Enguehard. Malheureusement, tous les échantillons n'ont pas été étudiés et certains n'ont eu droit qu'à une étude partielle faute de temps. Nous présentons donc dans ce chapitre les résultats qui ont pu être obtenus durant le séjour du Dr Enguehard à Paris. Les mesures sont basées sur une méthode photothermique

radiométrique impulsionelle, dite méthode flash. La méthode a été développée dans les laboratoires de l'ONÉRA, elle a été depuis adoptée par de nombreux laboratoires. Cette méthode consiste à irradier une surface de l'échantillon et de mesurer, grâce à une caméra thermographique infrarouge, la variation de température sur une des surfaces de l'échantillon (Lepoutre F., 1987). Elle permet de mesurer la variation de température sur la face irradiée (Parker W.J. et al., 1961 ; Cape J.A. et al., 1963) ou sur la face opposée à cette dernière (Balageas D.L. et al., 1986 ; Balageas D.L. et al., 1987 ; Pitchumani R. et al., 1992). Ces deux mesures que nous utiliserons, offrent des signaux distincts, qui se complètent. Elles permettent de déterminer les diffusivités thermiques, les longueurs de pénétrations optiques (à la longueur d'onde utilisée), le produit ρC (densité et chaleur spécifique), ainsi que la résistance thermique d'interface (R). Dans la sous-section qui suivra, nous présentons la démarche générale utilisée ainsi que l'instrumentation mise à notre disposition.

Le montage expérimental pour la mesure flash avant est illustré à la figure 2.1. Pour la méthode flash arrière, on réoriente le détecteur vers le dos de l'échantillon. Le faisceau d'un laser à rubis impulsionel (longueur d'onde : λ=632 nm, énergie émise totale pendant une impulsion E = 1J, durée de l'impulsion : τ_{imp}= 350 μs) est dirigé vers une lentille divergente et est orienté sur la surface de l'échantillon. La lentille divergente est utile pour répartir la zone de chauffage pour éviter des effets de diffusion thermique radiale. Cette énergie optique est absorbée par la surface et le rayonnement infrarouge généré est détecté par un détecteur thermographique infrarouge HgCdTe. Un miroir sphérique infrarouge est nécessaire pour collecter les radiations émises par la surface absorbante et pour réorienter le rayonnement sur un miroir plan qui à son tour renvoie l'énergie sur le détecteur. Ce signal est amplifié, filtré et numérisé par le système informatique qui automatise tout le système. Une fois le signal traité, il ne reste qu'à l'analyser pour en obtenir les informations qu'il contient. La prochaine section, résume cette étape d'analyse.

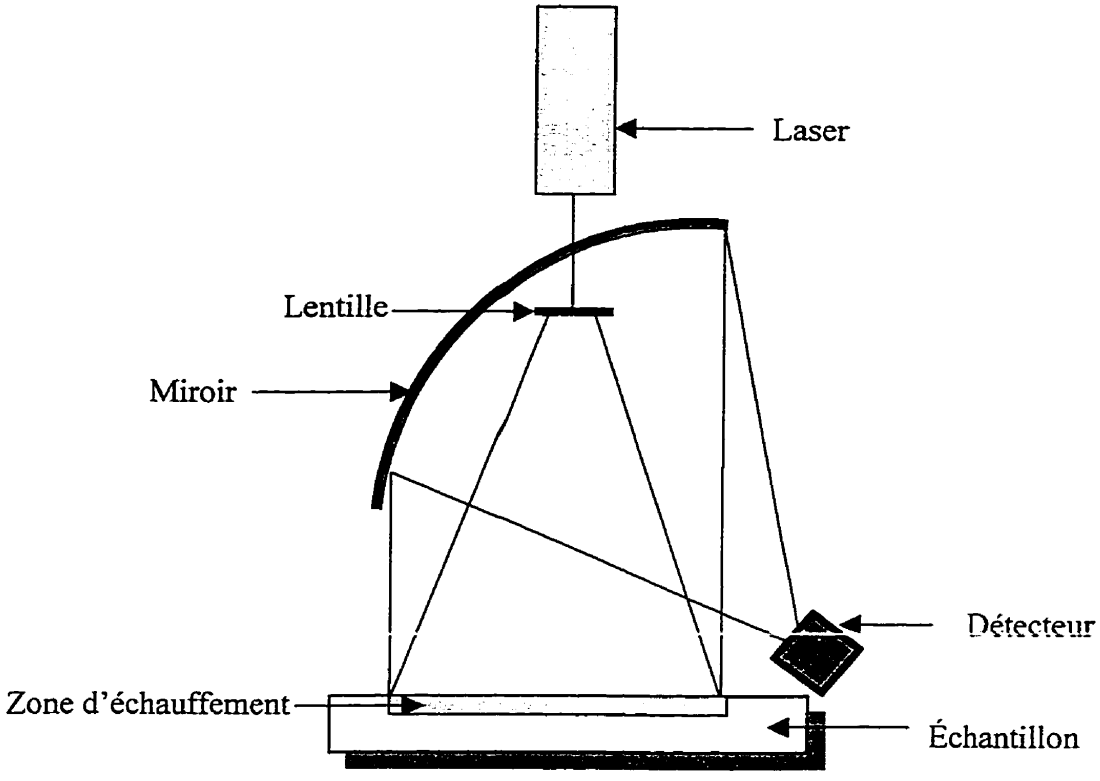


Figure 2.1 Schéma du montage expérimental pour les méthodes thermiques flash.

2.3 Approche théorique

Il a été indiqué que deux méthodes expérimentales ont été utilisées pour déterminer les diffusivités thermiques de nos échantillons. Pour l'analyse des résultats obtenus, ces méthodes expérimentales ont nécessité des approches théoriques différentes. Dans cette section, nous allons expliquer la procédure utilisée pour analyser les signaux expérimentaux recueillis grâce aux méthodes flash face arrière et flash face avant.

2.3.1 Méthode flash face arrière

Considérons un échantillon monocouche dont l'équation de la diffusion de la chaleur pour une profondeur de pénétration optique non nulle et sans perte thermique à sa surface est :

$$\frac{1}{\alpha}\frac{\partial \Delta T}{\partial t} = \nabla^2 \Delta T + \frac{I_0 \beta e^{-\beta x}}{k} \tag{2.1}$$

où α représente la diffusivité thermique, ΔT la variation de température, β le coefficient d'absorption optique, t le temps, k la conductivité thermique et I_0 l'intensité incidente. A cette équation sont reliées la condition initiale et les conditions limites imposées :

Condition initiale : t=0 : $\Delta T=0$

Conditions limites : x=0 et x=e : $\frac{\partial \Delta T}{\partial x} = 0$

En appliquant la transformée de Laplace, l'équation (2.1) devient :

$$\frac{s}{\alpha} L\{\Delta T\} = \frac{\partial^2}{\partial x^2} L\{\Delta T\} + \frac{\beta I_0 e^{-\beta x}}{k} \tag{2.2}$$

qui a pour solution :

$$L\{\Delta T\} = A(q)\cosh(qx) + B(q)\sinh(qx) + \text{solution inhomogène} \tag{2.3}$$

où $q = \sqrt{\frac{s}{\alpha}}$,

avec les variables adimentionnées suivantes :

$x^*=x/e$, $\beta^*=\beta e$, $t^*=\alpha t/e^2$, $st=st^*e^2/\alpha$, $s^*=se^2/\alpha$, $st=s^*t^*$, $q=(s^*/e^2)^{1/2}$, $\Delta T_0=I_0/\rho Ce$, $\Delta T^*=\Delta T/\Delta T_0$

En respectant la condition initiale, nous avons la solution suivante pour la variation de température sur l'échantillon :

$$L\{\Delta T^*\}=\frac{\beta^{*2}}{\sqrt{s^*}(s^*-\beta^{*2})}\left[\sinh(\sqrt{s^*}x^*)+\frac{e^{-\beta^*}-\cosh(\sqrt{s^*})}{\sinh(\sqrt{s^*})}\cosh(\sqrt{s^*}x^*)+\frac{\sqrt{s^*}}{\beta^*}e^{-\beta^* x^*}\right] \tag{2.4}$$

Il est à noter toutefois que nous allons uniquement travailler avec l'élévation de température sur la face arrière. Un autre traitement sera appliqué pour étudier les cas d'irradiation en face avant. En effet, contrairement à l'élévation de température en face arrière, l'élévation de température en face avant est très sensible à la présence de dépôt (mince pellicule de peinture, peel-ply) à la surface, à la profondeur de pénétration optique ainsi qu'à la résistance thermique d'interface. La méthode flash arrière par contre nous permet de supposer que l'échantillon est monocouche et de ne pas considérer la profondeur de pénétration optique. Cependant, dans nos calculs, nous l'avons maintenu pour plus de rigueur.

Donc, en face arrière, i.e. x=e , nous avons :

$$L\{\Delta T^*\}=\frac{\beta^{*2}}{\sqrt{s^*}(s^*-\beta^{*2})}\left[\sinh(\sqrt{s^*})+\frac{e^{-\beta^*}-\cosh(\sqrt{s^*})}{\sinh(\sqrt{s^*})}\cosh(\sqrt{s^*})+\frac{\sqrt{s^*}}{\beta^*}e^{-\beta^*}\right] \tag{2.5}$$

Une transformée inverse de Laplace numérique de ce résultat, nous permet d'avoir les élévations de températures sur la face opposée à l'irradiation. L'algorithme de la

transformée de Laplace numérique inverse est basé sur une routine classique de transformée de Fourier rapide pré-écrite dans le logiciel MATCAD version +5.0. Cette routine se rapproche de la paire de Cooley-Tukey et se traduit par :

$$\begin{aligned} \mathrm{H_j} &= \frac{1}{M}\sum_{m=0}^{M-1} h_m \exp\left(\frac{-2i\pi jm}{\mathrm{M}}\right) \qquad \text{où } \mathrm{j} = 0,1,\ldots,\mathrm{M}-1 \\ h_m &= \sum_{j=0}^{M-1} H_j \exp\left(\frac{2i\pi jm}{M}\right) \qquad \text{où } \mathrm{m} = 0,1,\ldots,\mathrm{M}-1 \end{aligned} \tag{2.6}$$

H représente la transformée de Fourier complexe de h et donc h représente la transformée de Fourier inverse complexe de H. Nous devons donc adapter cet algorithme pour qu'il puisse supporter les transformée de Laplace directe et inverse selon la paire de Wilcox :

$$\begin{aligned} F(s_k) &= \frac{T}{2N}\sum_{n=1}^{2N} f(t_n)\exp(-s_k t_n) \\ f(t_n) &= \frac{1}{T}\sum_{|k|=1}^{N} F(s_k)\exp(s_k t_n) \\ t_n &= (2n-1)\frac{T}{4N} \qquad \mathrm{n} = 1,2,\ldots 2\mathrm{N} \\ \mathrm{s_k} &= \begin{cases} \frac{\pi}{T}(2+i(2K+1)) & \text{pour } \mathrm{k} = \text{-N,-N+1,...-1} \\ \frac{\pi}{T}(2+i(2K-1)) & \text{pour } \mathrm{k} = 1,2,\ldots,\mathrm{N} \end{cases} \end{aligned} \tag{2.7}$$

F représente la transformée de Laplace de f. T est la valeur maximale du temps d'intégration. Il est démontré que cet algorithme est inexact lorsqu'on atteint les derniers 10% de la fonction. Il est donc coutume de considérer des valeurs de temps 10% supérieures aux valeurs initialement sélectionnées. T/2N correspond à l'incrément de temps et doit être suffisamment petit pour tenir compte de la forme de l'impulsion laser.

Finalement, 2N est la valeur correspondante au nombre de points dans les espaces temporel et de Laplace.

L'adaptation de la paire de Cooley-Tukey débute en numérisant la fonction $F(s_i)$ avec $s_i=\pi/T*(2+j*(2i-M+1)$ et en multipliant par $\exp(ij\pi/M)$ pour chaque point i qui est incrémenté de zéro à M-1. Une transformée de Fourier rapide inverse de ce produit est effectuée et le résultat est multiplié en chaque point par $\frac{1}{T}*\exp\left[\frac{\pi*(2*i+1)*(2+j*(1-M))}{2M}\right]$ ce qui nous donne notre élévation de température en chaque instant t_i où $t_i=(2*i+1)*\frac{T}{2M}*\frac{L^2*10^{-6}}{val2}$. Cette élévation de température simulée sera comparée aux résultats expérimentaux obtenus. Il en découlera une détermination de la diffusivité thermique dans la direction normale à la surface de nos échantillons. Les détails de cette comparaison seront présentés dans la section résultats, analyses et discussion.

2.3.2 Méthode flash face avant

Comme indiqué précédemment, le traitement théorique de la méthode flash face avant prend en considération la présence de la fine pellicule de peinture et du substrat. La profondeur de pénétration optique dans le film de peinture, les épaisseurs, les diffusivités thermiques du film et du substrat ainsi que la résistance thermique d'interface et l'énergie de l'impulsion initiale sont aussi prises en considération dans notre modèle. Comme dans le cas de la méthode flash face arrière, nous considérons qu'il n'y a pas de pertes thermiques radiale et surfacique. De plus, nous considérons que le flux optique a été absorbé au complet dans la première couche, ce qui correspond, nous le verrons ultérieurement, aux conditions expérimentales.

Nous avons donc l'équation de diffusion de la chaleur dans les deux milieux :

$$\frac{1}{\alpha_1}\frac{\partial \Delta T_1}{\partial t} = \nabla^2 \Delta T_1 + \frac{I_0 \beta e^{\beta z}}{k_1}$$
$$\frac{1}{\alpha_2}\frac{\partial \Delta T_2}{\partial t} = \nabla^2 \Delta T_2 \qquad (2.8)$$

avec les conditions initiales et limites imposées :

Conditions initiales : t=0 : $\Delta T_1(z) = \Delta T_2(z) = 0$

Conditions limites : z=0 : $-k_1 \frac{\partial \Delta T}{\partial z} = 0$

z=L1 : $-k_1 \frac{\partial \Delta T_1}{\partial z} = -k_2 \frac{\partial \Delta T_2}{\partial z} = h(\Delta T_1 - \Delta T_2)$

z=L2 : $-k_2 \frac{\partial \Delta T}{\partial z} = 0$

L'indice 1 identifie la pellicule de peinture ou le peel-ply et l'indice 2 identifie le carbone-époxy (voir figure 2.2).

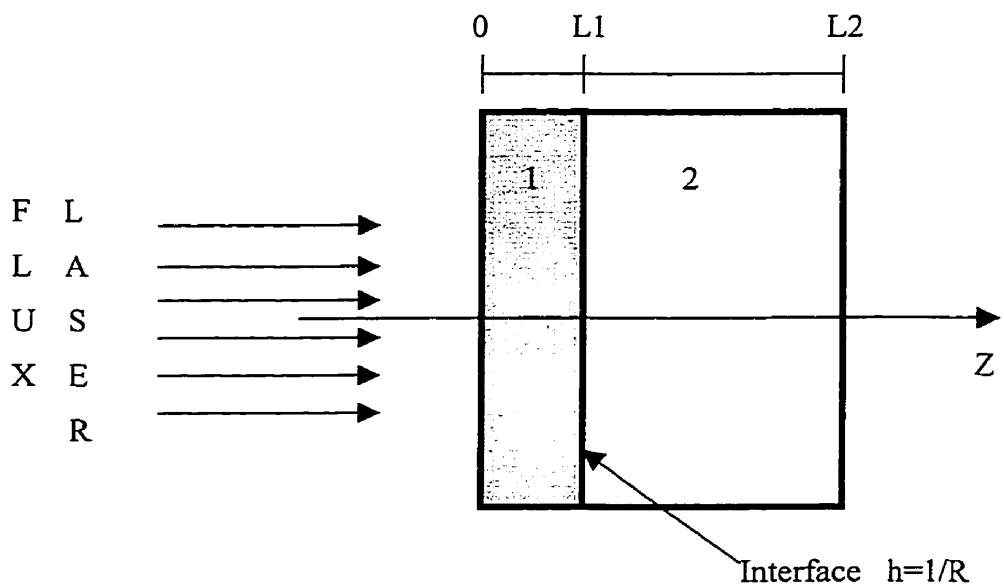


Figure 2.2 Vue en coupe d'un échantillon type et identification des points de références.

En appliquant la transformée de Laplace et en considérant le changement de variable : $\Delta T=\theta$ et $L\{\Delta T\}=\overline{\theta}$, les équations deviennent :

$$\frac{s}{\alpha_1}\overline{\theta_1} = \frac{\partial^2}{\partial z^2}\overline{\theta_1} + \frac{\beta I_0 e^{-\beta z}}{k_1}$$
$$\frac{s}{\alpha}\overline{\theta_2} = \frac{\partial^2}{\partial z^2}\overline{\theta_2} \tag{2.9}$$

en posant $q_i = \sqrt{\frac{s}{\alpha_i}}$ i=1,2 nous avons les solutions générales :

$$\overline{\theta_i} = A_1(q_1)\cosh(qz) + B_1(q_1)\sinh(qz) + \varphi_i\, e^{-\beta z} \tag{2.10}$$

où : $\varphi_1 = \dfrac{\beta I_0}{k_1(q_1^2-\beta^2)}$

$$\overline{\theta_2} = A_2(q_2)\cosh(q_2 z) + B_2(q_2)\sinh(q_2 z) \tag{2.11}$$

Avec les conditions limites :

$z=0$: $-k_1\dfrac{\partial\overline{\theta_1}}{\partial z} = 0$

$z=L1$: $-k_1\dfrac{\partial\overline{\theta_1}}{\partial z} = -k_2\dfrac{\partial\overline{\theta_2}}{\partial z} = h(\overline{\theta_1}-\overline{\theta_2})$

$z=L2$: $-k_2\dfrac{\partial\overline{\theta_2}}{\partial z} = 0$

En utilisant les conditions limites, nous sommes en mesure, après calcul, d'évaluer les valeurs des paramètres $A_1(q_1)$, $A_2(q_2)$, $B_1(q_1)$, $B_2(q_2)$:

$$A_1 = \frac{\beta\varphi_1}{q_1}\frac{\left[sh(q_2(L_2-L_1))+\frac{h}{k_2q_2}ch(q_2(L_2-L_1))\right]\left[e^{-\beta L_1}-ch(q_1L_1)\right]-\frac{h}{k_1q_1}sh(q_2(L_2-L_1))\left[sh(q_1L_1)+\frac{q_1}{\beta}e^{-\beta L_1}\right]}{\left[sh(q_2(L_2-L_1))+\frac{h}{k_2q_2}ch(q_2(L_2-L_1))\right]sh(q_1L_1)+\frac{h}{k_1q_1}ch(q_1L_1)sh(q_2(L_2-L_1))}$$

$$A_2 = \frac{hch(q_1L_1)*A_1+\frac{h\varphi_1}{q_1}\left[\beta sh(q_1L_1)+q_1e^{-\beta L_1}\right]}{k_2q_2sh[q_2(L_2-L_1)]+hch[q_2(L_2-L_1)]}*ch(q_2L_2)$$

$$B_1 = \frac{\beta\varphi_1}{q_1}$$

$$B_2 = -B_1(q_1)*th(q_2L_2)$$

Ce qui nous donne pour z=o (en face avant) : $\overline{\theta} = A_1 + \varphi_1$ (2.12)

La transformée numérique de Laplace inverse est effectuée selon la méthode décrite précédemment. Le résultat nous donne l'élévation de température de la face avant d'un matériau bi-couche en tenant compte de la longueur de pénétration optique dans la première couche, des diffusivités et conductivités thermiques des deux couches, de la résistance thermique d'interface et de l'intensité énergétique incidente.

2.4 Résultats, analyses et discussion

2.4.1 Introduction

Dans cette section nous présentons les principaux résultats obtenus et nous les analysons. Nous allons démontrer que les premiers signaux infrarouges captés (premiers

instants de la réaction i.e. méthode flash face avant) sont dus au coefficient d'absorption optique de la peinture blanche, à la résistance thermique d'interface et à la diffusivité thermique de la pellicule et du substrat. Aux temps plus long i.e. flash face arrière, seule la diffusivité thermique moyenne du composite et son épaisseur entrent en ligne de compte. Nous utilisons les modèles développés pour l'irradiation en face avant et pour l'irradiation en face arrière avec nos résultats expérimentaux. Premièrement, nous présentons les résultats expérimentaux obtenus et nous les commentons brièvement. Ensuite, nous débutons notre analyse en décrivant sommairement les routines programmées sous Matcad 5.0+. Tel qu'indiqué, deux programmes ont été construits, l'un pour simuler l'élévation de température en face avant et l'autre en face arrière. Notez bien que les deux programmes sont nécessaires. En effet, même si l'étude de l'élévation de température en face avant permet de déterminer tous les paramètres désirés, la routine repose en partie sur une approche "essais-erreurs". En déterminant la diffusivité thermique normale à la surface du substrat de carbone-époxy avec la méthode flash face arrière, on élimine ainsi une inconnue, ce qui facilite grandement la démarche lors de l'analyse suivante.

Nous présentons les résultats des simulations et nous les comparons avec les résultats expérimentaux. Cette comparaison nous permettra de déduire les paramètres thermiques, optiques et physiques qui nous intéressent. Ces paramètres sont la profondeur de pénétration optique dans le film de peinture (à la longueur d'onde du laser à rubis), les épaisseurs des deux couches, les diffusivités thermiques respectives du film et du substrat ainsi que la résistance thermique d'interface.

2.4.2 Méthode flash face arrière

2.4.2.1 Résultats

La figure 2.3 expose un des résultats obtenus avec la méthode flash face arrière pour l'échantillon DAS-1-A. Pour le même échantillon, plusieurs mesures différentes ont été effectuées. Elles ont été prises principalement avec et sans peinture (ou peel-ply) et sur les deux faces. Le tableau 2.1 résume les conditions expérimentales pour tous les échantillons exceptés le DREP. Notons que le terme "sans peinture" proposé dans le tableau 2.1 signifie que la peinture a été retirée de la surface. Donc, lorsqu'on indique dans ce cas, que le coté irradié est le coté peinture, on veut tout simplement indiquer que c'est le coté qui avait la peinture à sa surface qui est irradié et non le verso. Nous décrivons ici uniquement un des résultats expérimentaux, mais l'analyse que nous faisons a été appliquée à tous les résultats.

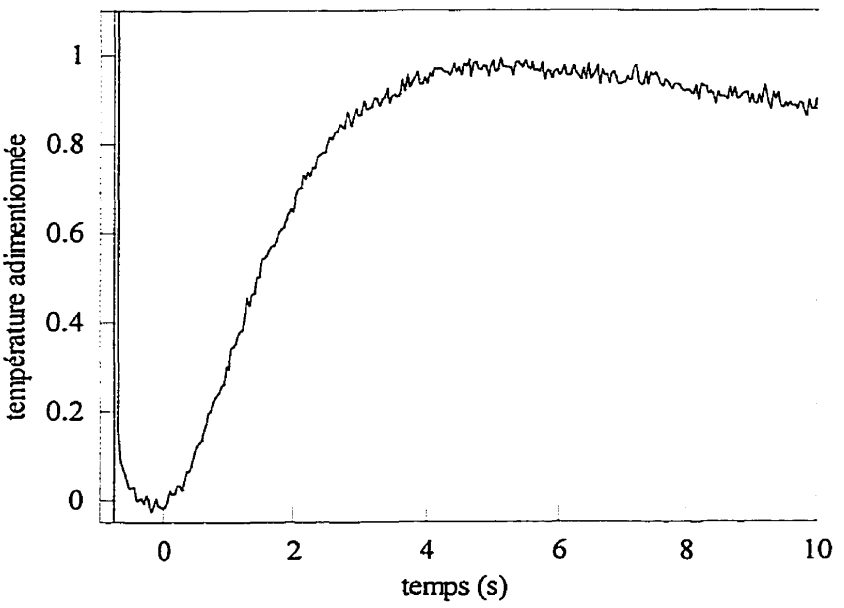


Figure 2.3 Élévation de température de la face arrière en fonction du temps pour l'échantillon DAS-1-A sans peinture.

Tableau 2. 1 Conditions expérimentales pour les mesures flash, face avant.

Échantillon	Avec ou sans peinture	Coté irradié	Fréquence d'acquisition
DAS			
DAS	Sans peinture	Côté peinture	27 Hz
DASP1	Avec peinture	Côté sans peinture	54 Hz
DASP2	Avec peinture	Côté peinture	27 Hz
81755			
81755-1	Avec peel-ply	Côté peel-ply	27 Hz
81755-2	Avec peel-ply	Côté sans peel-ply	27 Hz
IRP339			
IRP339	Non applicable	Face poli	27 Hz

Sur la figure 2.3, on constate une montée soudaine et importante de la température au temps –0.6 s. Cette montée n'a aucune explication physique reliée aux composites étudiés. Elle provient uniquement du fait que le détecteur infrarouge capte une portion de l'énergie laser incidente, elle ne dépend donc aucunement de l'absorption optique de l'échantillon (sans peinture dans ce cas). Il ne faut donc pas considérer cette montée de température dans notre analyse. Fait intéressant, ce pic peut nous être fort utile. En effet, il nous fournit des informations sur la forme du flux laser incident. Il nous permet aussi d'identifier le temps zéro, autrement dit le temps où la mesure expérimentale mérite d'être étudiée plus en détail. La montée en température est adimentionnée et normalisée à 1 pour des temps supérieurs à zéro. La température maximale est atteinte à un temps donné et par la suite, on constate une diminution graduelle de la température. Cette diminution est normale car il s'agit d'un effet de pertes thermiques radiatives et convectives à la surface du matériau. Dans notre étude, nous ne considérons pas les pertes thermiques ; cette approximation est valable car nous allons nous attarder uniquement sur la zone de montée en température.

2.4.2.2 Analyse

Étudions le phénomène de montée en température sur la face arrière (figure 2.3). Considérons le temps adimentionné où la température adimentionnée et normalisée atteint le tiers de sa valeur maximale (notons ce temps $t^*_{1/3}$). Nous avons une valeur de $t^*_{1/3} = 0.108 = \alpha t_{1/3}/e^2$ (Parker et al., 1961) (on avait préalablement défini la variable adimentionnée t^* par : $t_{1/3}^* = \alpha t_{1/3}/e^2$) : α représente la diffusivité thermique, e l'épaisseur de l'échantillon et $t_{1/3}$ le temps où la température adimentionnée atteint le tiers de sa valeur maximale. Nous pouvons donc isoler le temps où la montée de température atteint le tiers de son maximum. Cette démarche est applicable aussi pour toute autre valeur du temps adimentionné.

Il s'agit de déterminer le temps $t_{1/3}$ sur notre courbe expérimentale. Connaissant e, l'épaisseur de notre échantillon, il ne nous reste qu'à isoler la diffusivité thermique. La figure 2.4 présente la montée de température simulée ainsi que le résultat expérimental pour l'échantillon DAS-1-A. La simulation est basée sur la détermination de α à partir du temps 1/3. Il aurait été aussi possible de déterminer α à partir des temps 1/2 ou 5/6 tel que proposé par Parker (Parker et al., 1961) (d'ailleurs, n'importe quel autre temps aurait été valable). On constate que, mis à part les effets radiatifs et convectifs, la courbe expérimentale et la courbe simulée sont très similaires.

Les résultats nous indiquent une diffusivité légèrement différente (2-4%) pour le même échantillon selon la face irradiée. Théoriquement, il ne devrait pas avoir de différence entre les valeurs. Cette différence est attribuable à la nature expérimentale des mesures comme la forme du flux laser incident, la précision dans l'identification des temps et la précision du détecteur thermographique infrarouge. La diffusivité retenue est la moyenne respective des diffusivités obtenues selon chaque configuration (avec et sans peinture). Notez qu'on aurait pu retenir simplement qu'une seule valeur pour la

diffusivité thermique sans faire la moyenne. Cette procédure est un choix qu'on s'est donné.

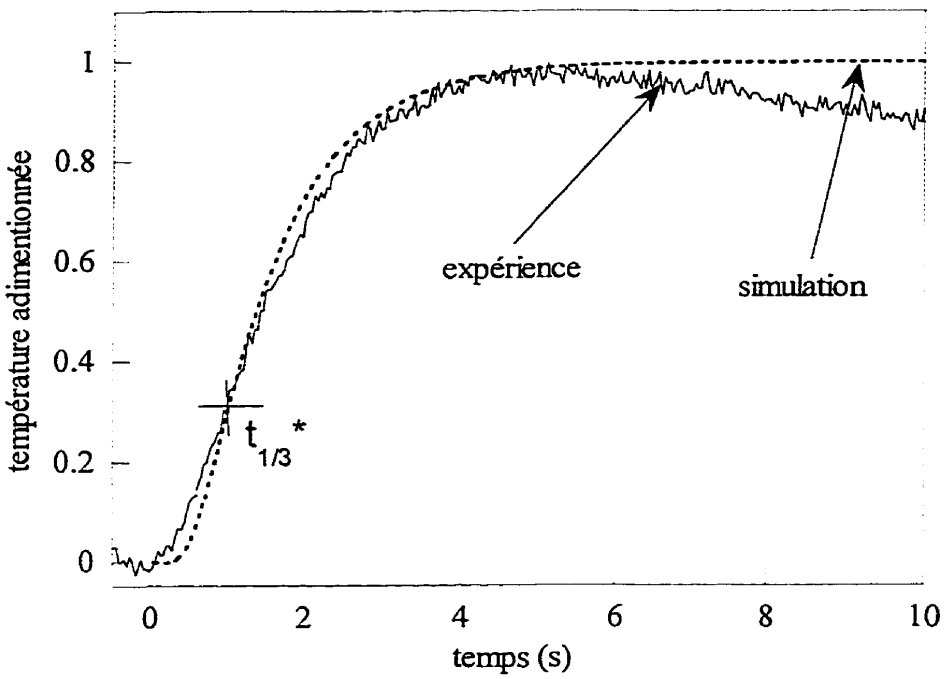


Figure 2.4 Augmentation de la température sur la face arrière en fonction du temps, simulation (----) et valeur expérimentale (—).

Les simulations ont été effectuées en considérant une profondeur de pénétration optique nulle. Dans l'élaboration du modèle, nous avons par contre inclus un paramètre qui tient compte de la profondeur de pénétration optique. On constate toutefois que pour une diffusivité thermique donnée, dans le cas de l'élévation de température sur la face arrière, la profondeur de pénétration optique influence peu l'allure de la courbe. En effet, l'influence de la profondeur de pénétration optique n'est observable que pour des profondeurs de pénétration optique égalant ou étant supérieure à un dixième de l'épaisseur totale de l'échantillon observé. Pour les composites carbone-époxy, cette condition est rarement observée, car généralement l'énergie est absorbée à la surface du carbone-époxy sur quelques micromètres. De plus, étant donné que l'épaisseur de la

couche d'époxy en surface n'est que de que 25 μm, son influence thermique sur le comportement thermique moyen de l'échantillon est négligeable.

On insiste ici sur la couche d'époxy car c'est la seule susceptible d'être transparente au flux laser incident, les fibres de carbone étant bien entendu complètement opaques, le carbone pouvant être associé à un corps noir. Dans le cas d'autres matériaux composites avec des fibres en verre, il est fort possible qu'il soit nécessaire de considérer la profondeur de pénétration optique.

Tableau 2. 2 Diffusivités thermiques expérimentales

Échantillon	Diffusivité thermique (m^2/s)
DAS	
DAS	$9.336X\ 10^{-7}$
DASP1 (sans peinture)	$9.450X10^{-7}$
DASP2 (sans peinture No. 2)	$9.815X10^{-7}$
81755	
81755-1 (1er essai)	$7.206X10^{-7}$
81755-2 (2ièm essai)	$7.191X10^{-7}$
IRP339	
IRP339	$4.350X10^{-7}$

2.4.3 Méthode flash face avant

2.4.3.1 Résultats

La figure 2.5 présente un exemple de la variation expérimentale de température sur la face irradiée en fonction du temps.

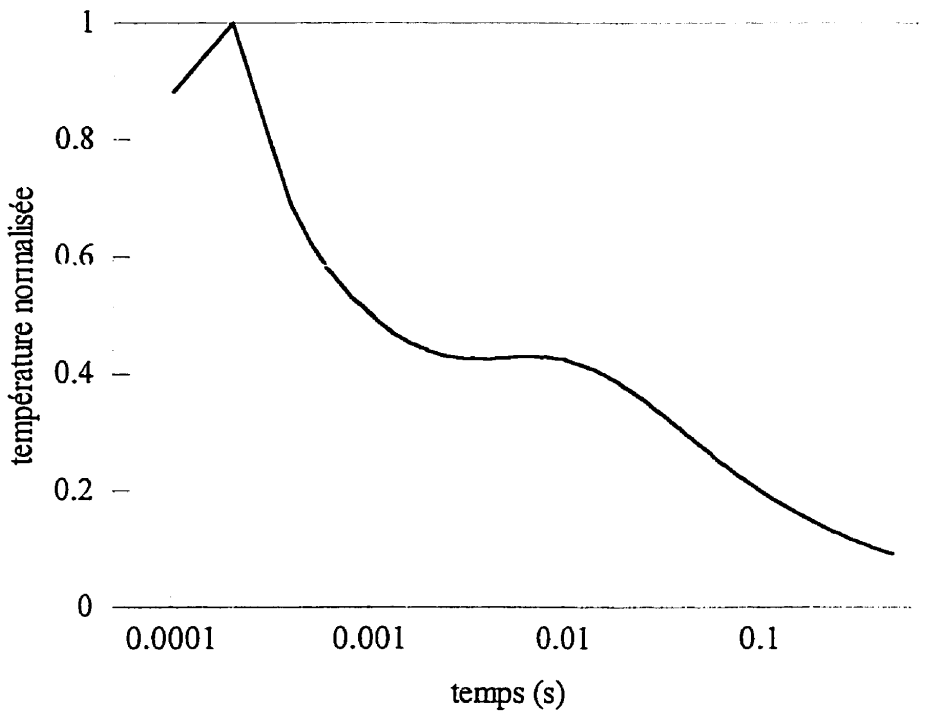


Figure 2.5 Variations de température adimentionnée sur la face irradiée en fonction du temps pour l'échantillon DAS-1-A.

Au début du processus, on constate une élévation de température causée par l'absorption du flux laser incident par la surface de l'échantillon. L'allure de la montée est directement reliée au profil du flux laser. Après un certain temps, la pente devient négative, la diffusion thermique est plus importante que l'absorption optique qui est limitée spatialement donc temporellement. Les premiers instants sont uniquement reliés à la première couche déposée sur le substrat. La courbe adopte une pente –1/2 sur

l'échelle log-log étant donné que la variation de température est inversement proportionnelle à la racine carrée du temps. Un plateau est atteint : ce plateau indique la présence d'une résistance thermique d'interface entre les deux couches de l'échantillon. En effet, la chaleur prend un certain temps à diffuser à travers l'interface. Ce temps est lié à la résistance thermique d'interface. Plus cette résistance est élevée, plus ce temps est long. Après le plateau, une autre zone de pente –1/2 est observable. S'il n'y avait pas eu de résistance thermique d'interface, on aurait observé une chute continue de la température : donc aucun plateau, tout comme s'il s'agissait d'un échantillon monocouche. Après un certain temps, la température étant stabilisée dans l'échantillon en sa totalité, on atteint une pente nulle.

Considérons le cas où l'on peut supposer le flux laser comme étant impulsionnel (largeur du profil temporel négligeable par rapport au temps que prend l'onde thermique pour diffuser sur l'épaisseur de la couche absorbante). Aux temps courts, la variation de température $\Delta T(t)$ est égale à (Balageas D.L. et al., 1987) :

$$\Delta T(t) = \frac{Q}{k\rho\, C\sqrt{\pi\, t}}$$

Aux temps longs, la pente est nulle et la variation de température tend vers la valeur asymptotique $Q/\rho Ce$. L'interception des deux droites se produira à un temps caractéristique t_{int}. Ce temps a pour expression : $t_{int}=L_1^2/\pi\alpha$. Donc la détermination de l'intersection des deux droites en échelle log-log, nous permet d'isoler la diffusivité thermique et de la déterminer. Pour un de nos échantillons, le DAS-1-A, l'hypothèse du flux laser impulsionel n'est pas valide. En effet, la durée de l'impulsion laser τ_{imp} n'est négligeable qu'à partir d'un temps t_{negl} ($t_{negl} = 10\tau_{imp}$). Or ce temps (t_{negl}= 0.0035s) n'est pas négligeable par rapport au temps que prend l'onde thermique pour diffuser sur l'épaisseur de la couche absorbante (0.05 s). Par conséquent, dans ce cas particulier, cette démarche n'est pas applicable et nous devons trouver une méthode alternative.

2.4.3.2 Analyse de l'échantillon DAS-1-A, méthode alternative

Nous présentons dans cette section la méthode utilisée pour traiter les résultats qui concernent l'échantillon DAS-1-A. Le traitement des autres échantillons est exposé plus loin dans le texte. La méthode alternative à la technique de Balageas et al. consiste à effectuer une simulation qui respecte deux paramètres. Ces deux paramètres sont l'amplitude maximale de la température et l'aire sous la courbe entre le point d'amplitude maximale et un temps suffisamment long qui fait partie du plateau causé par la résistance thermique d'interface (0.01 s environ). Le respect de ces deux paramètres nous permettra de conclure sur la profondeur de pénétration optique et la diffusivité thermique de la première couche.

On constate que pour avoir une amplitude maximale de température atteinte à un temps donné et une aire sous la courbe spécifique, il faut judicieusement sélectionner la paire de paramètres βL_I, τ^*. Or, les paramètres βL_I et τ^* concernent respectivement la profondeur de pénétration optique et la diffusivité thermique de la pellicule en surface de l'échantillon. Étant donné que la profondeur de pénétration optique et la diffusivité thermique affectent l'amplitude maximale de température et l'aire sous la courbe, la sélection judicieuse de la paire βL_I, τ^*, nous permettra de déterminer les propriétés recherchées.

Il existe malheureusement plusieurs paires βL_I, τ^* qui vont nous donner la valeur maximale recherchée d'amplitude à un temps donné. Heureusement, les différentes paires qui respectent le premier critère, ne respecteront pas le deuxième critère (aire sous la courbe). En effet, il est possible de sélectionner une paire βL_I, τ^* qui donnera le maximum recherché à un temps donné, mais la valeur des paramètres peut être surestimée ce qui influencera l'allure de la courbe sans modifier la position du maximum. En effet, la sous-estimation de τ^* tend à augmenter la température (le

maximum) et à décaler le pic vers des temps plus courts. Tandis que la sous-estimation de βL_1 tend à diminuer la température (le maximum) et à décaler le pic vers des temps plus longs.

Mais cet effet ne se produit pas sans influencer l'allure générale de la courbe. Il est donc nécessaire de choisir la paire qui respectera le critère de l'aire sous la courbe pour satisfaire l'allure générale de cette dernière. On détermine donc une relation entre βL_1, et l'aire sous la courbe et on sélectionne le βL_1 qui respecte les deux critères. Une fois le paramètre βL_1 déterminé (qui respecte les deux critères), il ne reste qu'à identifier le paramètre τ^* avec lequel il forme la paire.

La diffusivité thermique de la première couche ainsi que la profondeur de pénétration optique sont donc déterminées. Il nous reste uniquement à déterminer la résistance thermique d'interface en étudiant le comportement du plateau. L'étendue temporelle du plateau est reliée à cette résistance d'interface.

βL_1 représente le rapport entre l'épaisseur de l'échantillon et la profondeur de pénétration optique. Plus ce rapport est grand, plus l'amplitude du signal est élevée et est décalée vers des temps plus courts. Ceci est facilement explicable car pour un facteur βL_1 élevé, l'absorption se fait un peu plus vers la surface et toute l'énergie déposée est rapidement détectée par le détecteur infrarouge (pic du maximum rapidement atteint). τ^* représente un facteur adimentionné relié à la diffusivité thermique, à l'épaisseur de la couche, à la forme du flux et à sa largeur à mi-hauteur par l'équation $\tau^*=\alpha\tau/L_1^2$. Dans notre cas, nous avons un flux de type impulsionnel de largeur à mi-hauteur de 150 µs, la constante de temps τ est 150µs /2.45= 60µs. L'épaisseur de la couche est connue et est égale à L_1=75 µm. Le facteur τ^* étant directement proportionnel à la diffusivité thermique et les autres valeurs étant connues, il ne reste qu'a déterminer ce facteur. Plus cette diffusivité thermique est petite, plus la température maximale atteinte sera élevée,

car la chaleur n'a pas le temps de diffuser dans le volume de l'échantillon. La figure 2.6 représente une simulation comparée à un résultat expérimental. La diffusivité thermique trouvée pour la pellicule de peinture est de $1.85X10^{-6}$ m^2/s.

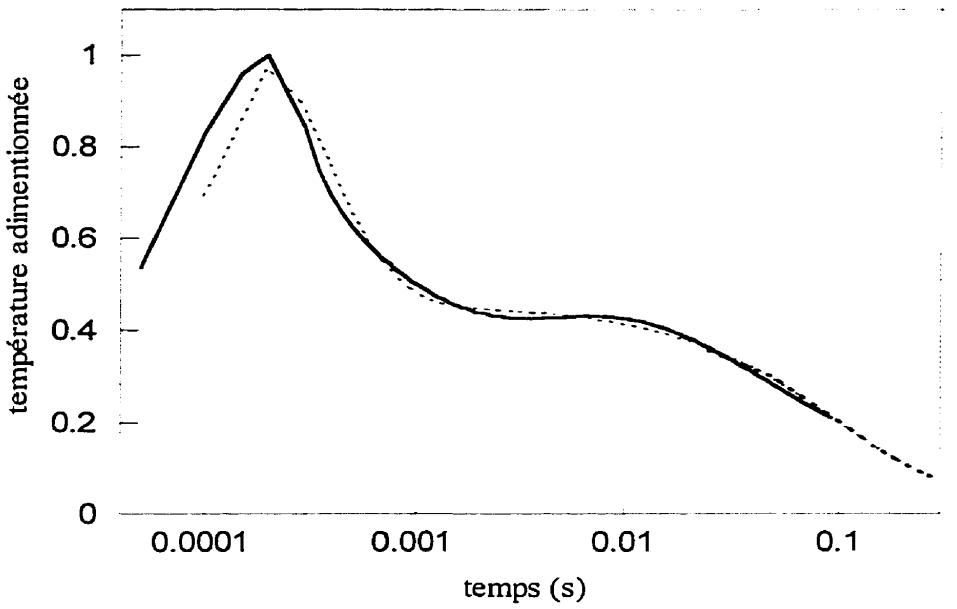


Figure 2.6 Comparaison entre le résultat expérimental et la simulation pour l'élévation de la température en face avant pour l'échantillon DAS-1-A.

2.4.3.3 Analyse de l'échantillon 81755, méthode conventionnelle

Faute de temps et de disponibilité du montage à l'ONÉRA, seuls les échantillons DAS-1-A et 81755 ont été étudiés par la méthode flash face avant. Nous présentons ici les résultats obtenus avec l'échantillon 81755. Pour cet échantillon, nous pouvons considérer le flux laser comme une impulsion de Dirac. En effet, l'épaisseur de la couche de peel-ply (215μm) étant relativement grande, le temps que la chaleur prend pour diffuser sur toute l'épaisseur de l'échantillon est important par rapport à la largeur temporelle du flux d'énergie incident. Donc, l'analyse présentée préalablement et qui concerne l'interception des deux droites tangentes (une par rapport à la chute de

température (de pente – ½) et l'autre de pente nulle (tangente au plateau de la résistance thermique d'interface), peut être utilisée. Cette interception se produira à un temps caractéristique t_{int}. Ce temps a pour expression : $t_{int} = \frac{L_1^2}{\pi \alpha}$. En étudiant notre courbe présentée à la figure 2.7 pour l'échantillon 81755, nous constatons que l'intersection des deux tangentes se produit à un temps caractéristique t_{int} = 1.222X10^{-2}s. Pour une épaisseur de la couche de peel-ply de 215 µm, nous obtenons une diffusivité thermique de 1.204 X 10^{-6} m^2/s dans le peel-ply de l'échantillon 81755. Le tableau 2.4 résume les différentes diffusivités thermiques trouvées pour tous les échantillons étudiés.

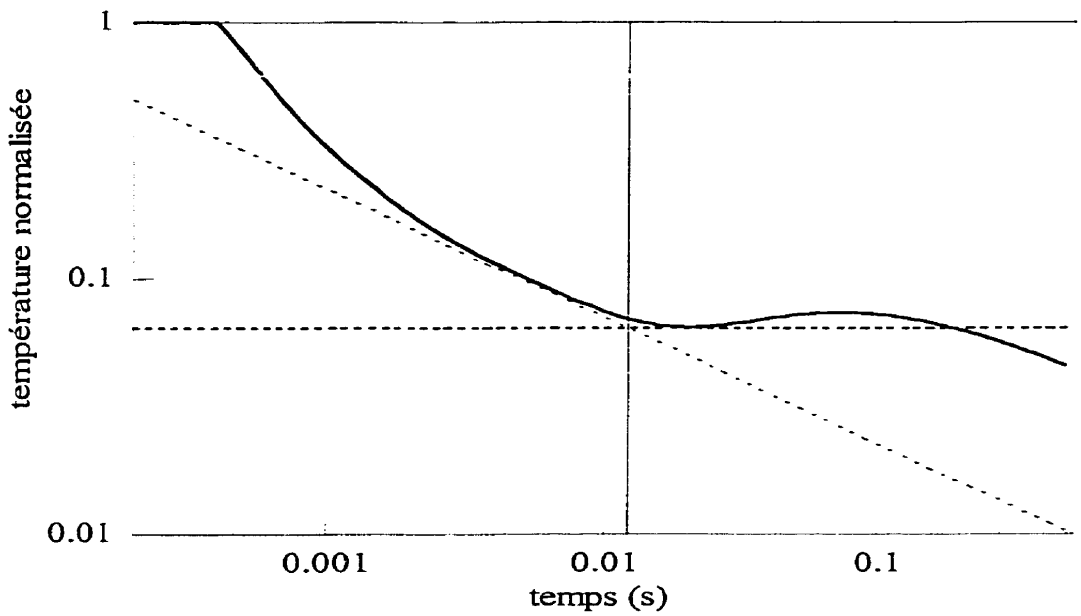


Figure 2.7 Variation de température en fonction du temps pour l'échantillon 81755 par la méthode flash face avant. Interception des deux droites tangentes.

Tableau 2. 3 Diffusivités thermiques obtenues par la méthode flash en fonction des échantillons.

	Diffusivité thermique.
Peinture du DAS-1-A	1.85×10^{-6} m^2/s
DAS-1-A substrat	9.53×10^{-7} m^2/s
Peel-ply du 81755	1.20×10^{-6} m^2/s
81755 substrat	7.20×10^{-7} m^2/s
IRP	4.35×10^{-7} m^2/s

2.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons résumé les démarches expérimentales utilisées pour déterminer les diffusivités thermiques des échantillons. De plus, deux approches théoriques adoptées ont été présentées. Pour la méthode flash face avant, nous avons constaté que les signaux des premiers instants sont dus au coefficient d'absorption optique de la surface de l'échantillon (pellicule de peinture pour le DAS-1-A et peel-ply pour le 81755), à la résistance thermique d'interface et à la diffusivité thermique de la pellicule ou peel-ply et de l'échantillon. Pour la méthode flash face arrière, uniquement la diffusivité thermique moyenne et l'épaisseur de l'échantillon (substrat uniquement) entrent en ligne de compte. La profondeur de pénétration optique n'a aucune influence sur l'allure des courbes.

Nous avons aussi comparé nos résultats expérimentaux avec des simulations. Dans le cas de la méthode flash face arrière, la démarche de Parker et al. (1961) a été utilisée pour la détermination des diffusivités thermiques. Dans le cas des mesures en face avant, deux

démarches ont été employées. Pour l'échantillon 81755, la supposition d'un flux laser de forme impulsionnelle était valable, donc la méthode classique de Balageas et al. (1987) a été utilisée. Dans le cas du DAS-1-A, étant donné l'épaisseur de la couche de peinture, cette démarche n'a pas pu être utilisée et nous avons adopté une autre démarche. La nouvelle démarche impose aux paramètres de simulation une paire de coefficient $\beta L_1, \tau^*$. Cette paire est la seule qui respecte deux critères : position du point d'amplitude maximum et similitude de l'aire sous les courbes expérimentale et simulée. Le respect de ces deux critères est synonyme de la détermination de la profondeur de pénétration optique et de la diffusivité thermique de la pellicule en surface. Une fois cette paire de coefficient $\beta L_1, \tau^*$ trouvée, les autres paramètres physiques de l'échantillon sont déduits.

Maintenant que les diffusivités thermiques sont connues, nous allons être en mesure de les jumeler avec les résultats spectroscopiques du chapitre suivant. Ceci nous permettra d'isoler le coefficient d'absorption optique du produit $\beta\mu$ et de déterminer le lieu dans l'échantillon où la génération ultrasonore se produit.

CHAPITRE 3
CARACTÉRISATION OPTIQUE

3.1 Objectifs

Ce chapitre a pour objectif de déterminer les profondeurs de pénétration optique dans nos échantillons pour les longueurs d'ondes des lasers CO_2 (10.6 μm) et Nd:YAG (1.06 μm). La connaissance des profondeurs de pénétration optique est importante, car la directivité de l'onde ultrasonore longitudinale est directement reliée à la profondeur de pénétration optique (Dubois M., 1994 ; Enguehard F. et al., 1997). En effet, plus la pénétration optique est importante, plus l'intensité acoustique de l'onde longitudinale se propageant perpendiculairement à la surface est grande. De plus, cette pénétration optique permet d'enfouir les sources de génération ultrasonore dans le volume du matériau, créant une source thermoélastique contrainte, donc un signal plus important. Plusieurs techniques permettent d'évaluer les profondeurs de pénétration optique, mais aucune, sauf la technique photoacoustique, où encore la technique photoacoustique à transformée de Fourier (SPTF), autorise une analyse complète des matériaux opaques et la détermination de leur profondeur de pénétration optique (Wetsel G.C. et al., 1977 ; Teng Y.C. et al., 1980 ; Dubois M. et al., 1994b). En effet, les techniques conventionnelles de transmission sont inutiles pour nos échantillons, les fibres de carbones et les peel-ply étant presque complètement opaques aux longueurs d'onde utilisées. Il est à noter toutefois, que l'application de cette technique (SPTF), avec nos installations, est limitée. En effet, le spectromètre photoacoustique avec les sources et séparatrices que l'on possède, ne permet pas d'étudier de façon satisfaisante la bande 0.9-2,5μm. Or, cette bande contient la longueur d'onde du laser Nd:YAG. Nous contournons ce problème en adoptant l'approche photoacoustique conventionnelle. Nous allons donc diviser la section résultats, analyse et discussion en deux sous-sections : une section réservée à l'analyse des résultats obtenus pour les longueurs d'ondes englobants celle du

laser CO_2 et une section réservée à l'analyse des résultats obtenus pour la longueur d'onde du laser Nd:YAG.

Dans ce chapitre, nous présentons premièrement un résumé de la théorie sous-jacente à la technique photoacoustique. Ensuite nous exposons les démarches expérimentales utilisées. Finalement, nous présentons les résultats suivis d'une analyse et d'une discussion.

3.2 Approche théorique

La technique photoacoustique se base sur la propriété qu'ont les solides d'absorber l'énergie optique et de la remettre sous forme de chaleur. Pour mesurer cette chaleur et donc l'absorption, on place l'échantillon à étudier dans une cellule photoacoustique étanche remplie généralement d'hélium (l'hélium est sélectionné pour ses propriétés inertes et thermiques) à une pression atmosphérique normale. La variation de chaleur consécutive à l'absorption est transformée en variation de pression alors mesurée par un microphone. Il est nécessaire préalablement de faire un vide dans la cellule pour retirer toutes particules et gaz qui pourraient être absorbés par la radiation incidente et donner lieu à un signal parasite. Cette radiation peut provenir d'une source monochromatique laser ou d'une source à bande spectrale étendue. Dans le cas d'une source à bande spectrale étendue, on réalise la dispersion optique grâce à un interféromètre de Michelson. Cette technique permet de meilleurs résultats que la dispersion par prisme. En déplaçant un des miroirs à vitesse constante (v), chaque composante spectrale est modulée à une fréquence propre (f) donnée par la relation $f=2v/\lambda$, λ représente la longueur d'onde moyenne de la composante spectrale. La radiation est absorbée par l'échantillon placé dans la cellule. Deux effets en découlent : premièrement une élévation périodique de la température à la surface de l'échantillon et deuxièmement une dilatation thermique périodique de ce dernier. Ces deux effets résultent en une dilatation périodique du gaz qui module donc la pression dans la cellule photoacoustique. Cette

modulation de pression est captée par un microphone. Le signal capté est fonction de la source, de la fréquence de modulation, des caractéristiques de la cellule et du gaz utilisé dans cette dernière, ainsi que des propriétés optiques (β) et thermiques (μ) de l'échantillon étudié. Pour s'affranchir de la dépendance du signal aux caractéristiques expérimentales (type de source, fréquence de modulation, caractéristiques de la cellule et du gaz utilisé), on normalise ce signal avec un signal obtenu dans les mêmes conditions avec un échantillon référence de poudre noire (corps noir). Après normalisation, la seule dépendance résultante est liée aux propriétés optique (β) et thermique (μ) de l'échantillon. Comme les propriétés thermiques sont connues, il sera possible d'obtenir l'élément clé de cette mesure : la profondeur de pénétration optique ($1/\beta$).

Le signal photoacoustique dans une cellule PAS est principalement dû au réchauffement périodique du gaz contenu dans la cellule et à la dilatation de l'échantillon dus à l'absorption optique de l'échantillon. Les modèles théoriques de l'effet photoacoustique ont pour but l'interprétation du signal PAS en terme de l'absorption optique de l'échantillon. Les travaux de Rosencwaig et Gersho (piston thermique) (Rosencwaig A. et al., 1976) ainsi que ceux de McDonald et Wetsel (piston composite) (McDonald F.A. et al., 1978) ont démontré que le signal photoacoustique est proportionnel au spectre d'absorption normal dans certaines conditions.

Dans cette section, nous allons présenter les principaux résultats exposés par la théorie de Rosencwaig-Gersho (RG), ainsi que de McDonald-Wetsel (MW). Ces théories donnent sensiblement les mêmes résultats, mais les théories qui ont suivi les travaux de RG ont poussé un peu plus loin l'étude des phénomènes qui causent l'effet photoacoustique dans une cellule. Les travaux de Choquet permettent une analyse plus complète du signal dans le cas de la spectroscopie photoacoustique à transformée de Fourier. La transformée de Fourier complexe d'un interférogramme, permet d'isoler le signal obtenu pour chaque fréquence ainsi que sa phase (Marchand H. et al., 1997). C'est

l'étude et l'analyse de ces signaux qui nous permettent, grâce aux connaissances des propriétés thermiques, de déterminer la profondeur de pénétration optique.

3.2.1 Théorie de Rosencwaig-Gersho

Cette théorie se base sur un modèle unidimensionnel qui permet l'analyse de la production d'un signal photoacoustique dans une cellule cylindrique. Le microphone dont est dotée la cellule, détecte les pressions moyennes engendrées dans cette dernière. On dispose l'échantillon dans la cellule, sa face avant vers une colonne de gaz de longueur l et sa face arrière vers un matériau qui possède une faible conductivité thermique. La théorie RG considère que le gaz ainsi que le matériau arrière ont une absorption optique négligeable. Elle implique aussi la dilatation de l'échantillon dans le signal photoacoustique.

A partir de l'intensité d'une source lumineuse monochromatique (de longueur d'onde λ) sinusoïdale : $I = 0.5\ I_0\ (1 + \cos \omega t)$ modulée à une fréquence ω (RAD/s), nous pouvons déterminer la densité de chaleur déposée dans l'échantillon à une profondeur donnée, x:

$$Q = 0.5\ (1\text{-}R) I_0 \beta e^{\beta x}\ (1 + \cos\omega t) \qquad (3.1)$$

I_0 représente le flux lumineux monochromatique incident (W/cm^2) et β est le coefficient d'absorption optique de l'échantillon (cm^{-1}) pour la longueur d'onde donnée et R le coefficient de réflexion. Cette intensité thermique produite dans l'échantillon est due à la lumière absorbée. En tenant compte de la source de chaleur distribuée, nous pouvons écrire les équations de la diffusion thermique dans le solide, dans le gaz et le matériau de la face arrière :

$$\frac{\partial^2\theta}{\partial x^2} = \frac{1}{\alpha}\frac{\partial\theta}{\partial t} - A\,e^{\beta x}(1+e^{i\omega t}) \text{ : pour le solide} \qquad avec \quad A = \frac{\beta I_0 \eta}{2\kappa} \tag{3.2}$$

où θ représente la température, κ la conductivité thermique (cal/cm·s·°C), α la diffusivité thermique (cm^2/s) ($\alpha = \kappa/\rho C$), ρ est la densité (g/cm^2) et C la chaleur spécifique (cal/g°C). Le paramètre η représente l'efficacité avec laquelle la lumière absorbée est convertie en chaleur par des désexcitations nonradiatives. Généralement nous pouvons considérer en approximation ce terme comme étant égal à 1. Toute les désexcitations sont non-radiatives. Dans le modèle RG, le coefficient de réflexion est nul.

Pour le matériau qui compose la face arrière du porte-échantillon et pour le gaz, nous considérons l'absorption optique nulle. Nous avons donc les équations suivantes pour la diffusion de la chaleur :

$$\frac{\partial^2\theta}{\partial x^2} = \frac{1}{\alpha}\frac{\partial\theta}{\partial t} \quad \text{pour la face arrière et le gaz} \tag{3.3}$$

La solution complète est déterminée en satisfaisant aux conditions limites : continuité de la température et du flux thermique aux parois délimitant le gaz et l'échantillon ainsi que l'échantillon et le matériau de la face arrière. L'expression de l'amplitude complexe de la température à la frontière échantillon-gaz (x=0) est donnée par l'expression :

$$\theta_o(x=0,t) = \frac{\beta I_o}{2\kappa\,(\beta^2-\sigma^2)}\left[\frac{(r-1)(b+1)e^{\sigma l}-(r+1)(b-1)e^{-\sigma l}+2(b-r)e^{-\beta l}}{(g+1)(b+1)e^{\sigma l}-(g-1)(b-1)e^{-\sigma l}}\right] \tag{3.4}$$

où $b = \frac{\kappa_{fa} a_{fa}}{\kappa a}, g = \frac{\kappa_g a_g}{\kappa a}, r = (1-i)\frac{\beta}{2a}$

Avec $a=1/\mu$, $\sigma = (1+i)a$, l'indice *g* réfère au gaz l'indice *fa* au matériau composant la face arrière du porte-échantillon et les caractères sans indice réfèrent à l'échantillon. En considérant la partie réelle de l'équation de la température dans le gaz, on constate qu'elle s'atténue rapidement pour atteindre une valeur nulle. En effet, à une distance de $2\pi/a_g = 2\pi\mu_g$, où μ_g est la longueur de diffusion thermique dans le gaz, la variation périodique de température dans ce dernier est complètement amortie. On définit donc une couche limite d'épaisseur $2\pi\mu_g$, cette couche de gaz se contracte et prend de l'expansion périodiquement sous l'effet de l'échauffement périodique de la surface de l'échantillon. Ce mouvement d'expansion et de contraction agit comme un piston acoustique sur le reste de la colonne de gaz. Ceci produit un signal acoustique qui se propage dans la colonne de gaz.

On peut considérer des cas particuliers qui sont fréquemment rencontrés et qui facilitent considérablement l'étude. Nous divisons ces cas particuliers en deux grandes familles. Premièrement, il y a des échantillons optiquement transparents. Nous définissons un échantillon optiquement transparent comme un échantillon dont la longueur de pénétration optique ($l_\beta = 1/\beta$) est plus grande que l'épaisseur de l'échantillon i.e. $l_\beta > e$. Deuxièmement il y a des échantillons optiquement opaques. Pour ces échantillons, nous avons la relation suivante : $l_\beta < e$. Pour chacune de ces deux familles, la théorie RG considère trois cas particuliers qui concernent les propriétés thermiques de l'échantillon: deux cas d'échantillons thermiquement minces : $\mu >> e$, $\mu > l_\beta$ et $\mu > e$, $\mu < l_\beta$ et le cas des échantillons thermiquement épais : $\mu < e$; $\mu << l_\beta$. Dans chaque cas, des simplifications viennent réduire considérablement l'expression (3.4) de l'amplitude complexe de la température à la frontière échantillon-gaz.

3.2.2 Théorie de McDonald-Wetsel.

McDonald et Wetsel ont présenté une théorie qui tient compte des effets causés par la propagation des ondes acoustiques dans l'échantillon ainsi que dans le gaz de la cellule. Ils ont donc abordé le problème en solutionnant deux équations couplées, une concernant la pression et l'autre concernant la température. Ils ont démontré que ce traitement prévoit des variations importantes avec la théorie de Rosencwaig et Gersho dans une certaine bande de modulation fréquemment utilisée en spectroscopie.

Le problème est sensiblement le même que celui traité précédemment. On considère un système unidimensionnel où des processus couplés acoustiques et thermiques sont permis. Il est donc nécessaire de coupler deux équations, une pour les ondes acoustiques et l'autre pour la diffusion thermique et ce, en respectant les conditions limites. Il est à noter que les effets de viscosité ont été ignorés dans le traitement de McDonald et Wetsel. Les deux équations à coupler sont les suivantes :

$$\nabla^2 p - \frac{\rho_o}{B}\frac{\partial^2 p}{\partial t^2} = -\rho_o \beta_T \frac{\partial^2 T}{\partial t^2} \qquad (3.5\ a)$$

$$\kappa \nabla^2 T - \frac{\kappa}{\alpha}\frac{\partial T}{\partial t} + S = -T_o \beta_T \frac{\partial p}{\partial t} \qquad (3.5\ b)$$

où p représente la pression, T la température, ρ_o et T_o la densité et la température ambiante, B le module de compressibilité, β_t est le coefficient volumique d'expansion thermique et S représente le terme source d'énergie thermique due à l'absorption optique. Les conditions initiales et aux frontières permettent de simplifier ces équations. Le modèle de McDonald et Wetsel est connu sous le nom de piston composite, car il inclut le piston thermique de Rosencwaig et Gersho et un piston acoustique : la dilatation périodique de l'échantillon et donc la vibration de la surface de l'échantillon. Dans le cas

d'un échantillon optiquement mince et thermiquement épais (de l'époxy par exemple) McDonald a démontré (McDonald, F.A., 1980) que le signal photoacoustique pour la variation de pression P(t) est donné par l'expression :

$$P(t) = \frac{C}{\omega}\left[\frac{1}{T_o}\frac{\sqrt{A}}{(1+B)}\frac{\beta_s\mu_s}{(1+\beta_s\mu_s+j)} + \alpha_s(1-e^{-\beta_s l_s})\right]je^{j\omega t} \tag{3.6 a}$$

C représente une constante expérimentale indépendante de β_s et de ω qui sont respectivement le coefficient d'absorption optique et la fréquence de modulation. T_o est la température ambiante, A et B sont respectivement les rapports des diffusivités et des effusivités thermiques du gaz sur celles de l'échantillon. μ_s est la longueur de diffusion thermique, α_s est le coefficient de dilatation thermique linéaire, l_s l'épaisseur de l'échantillon ; l'indice s fait référence à l'échantillon. Cette expression constitue l'expression de départ dans l'approche expérimentale de Choquet et sera détaillée plus largement dans la section qui suit.

3.2.3 Approche expérimentale de Choquet

Le processus de saturation photoacoustique dans le cas d'échantillons optiquement opaques peut être très utile pour déterminer les profondeurs de pénétration optique (Choquet et al., 1986). Résumons cette méthode d'analyse basée sur la saturation photoacoustique et développée à l'École Polytechnique de Montréal.

On détermine premièrement les composantes réelle (Inphas : en phase) et imaginaire (Inquad : en quadrature de phase) du signal photoacoustique. Ces composantes sont déterminées expérimentalement et sont directement liées à l'expression de la variation de pression :

$$P(t) = \frac{C}{\omega}\left[\frac{\beta\mu}{\beta^2\mu^2 + 2\beta\mu + 2} + j\left\{\frac{(\beta\mu + 1)\beta\mu}{\beta^2\mu^2 + 2\beta\mu + 2} + D\right\}\right]e^{j\omega t} \tag{3.6 b}$$

où

$$\text{Inphas} = \frac{C\beta\mu}{1 + (1 + \beta\mu)^2} = P$$

$$\text{Inquad} = \frac{C\beta\mu(1 + \beta\mu)}{1 + (1 + \beta\mu)^2} + D = Q \tag{3.7}$$

Notez bien le coefficient D, il représente la dilatation thermique de l'échantillon. En général il est négligeable, mais cette approche expérimentale le considère pour plus de généralité. Dans le cas précis de nos mesures, nous avons adopté la méthode photoacoustique à transformée de Fourier et le signal est donc un interférogramme. On acquiert l'amplitude et la phase du signal photoacoustique en calculant la transformée de Fourier complexe de l'interférogramme photoacoustique. Pour effectuer la correction des paramètres expérimentaux, on enregistre dans un premier temps, l'interférogramme photoacoustique d'une référence (dans nos manipulations, la référence est une poudre noire). Dans un second temps, on enregistre l'interférogramme photoacoustique de notre échantillon. Pour corriger les erreurs de phases, on effectue une division complexe des deux résultats. On a donc les composantes (réelle et complexe) du signal photoacoustique de l'échantillon.

A partir des mesures des valeurs en phase et en quadrature de phase du signal photoacoustique, il est possible d'isoler le produit $\beta\mu$ et par conséquent de déterminer la valeur de la profondeur de pénétration optique (en connaissant préalablement les propriétés thermiques de l'échantillon étudié), grâce à la technique de saturation de la partie réelle.

Dubois (Dubois M., 1994) a démontré que le terme $\alpha_s(1-e^{-\beta s l_s})$ (équation 3.6a), qui est directement relié à la dilatation thermique, peut être négligé dans le cas de l'époxy et dans le cas d'un composite carbone-époxy (car le coeficient de dilatation thermique est encore plus faible pour ce dernier). Cette approximation nous permet de poser une expression corrigée pour le signal de pression dans la cellule photoacoustique. Après correction pour la réponse spectrale de la source à l'aide du spectre du corps noir, nous avons :

$$P = \frac{C}{\omega}\left[\frac{\beta\mu}{\beta^2\mu^2+2\beta\mu+2} + j\left\{\frac{(\beta\mu+1)\beta\mu}{\beta^2\mu^2+2\beta\mu+2}\right\}\right]e^{j\omega t} \qquad (3.6\ b)$$

3.3 Démarche expérimentale

3.3.1 Laser CO_2

La détermination de la profondeur de pénétration optique pour une fenêtre spectrale de 3 à 12 µm sur le composite a été effectuée grâce à une analyse spectroscopique photoacoustique par transformée de Fourier (Dubois M. et al., 1994). Deux échantillons du composite DAS-1-A ont été utilisés : un avec la fine couche de peinture et l'autre sans peinture. Des petits blocs de 4x4x3 mm ont été taillés pour les déposer dans le porte-échantillon et ensuite dans la cellule photoacoustique. Un vide de 10^{-6} torr a été effectué en purgeant la cellule pendant 24 heures pour éliminer tout contaminant ou gaz. Ensuite, un gaz d'hélium est injecté dans la cellule à une pression de 760 torrs. Une fois le gaz injecté, les mesures sont prises avec le *Bomem DA-8* avec une source globar et une séparatrice en KBr. Le spectre final est la moyenne de 700 spectres enregistrés pour les bandes 800 à 4000 cm^{-1} (environ 12 à 3 µm) avec une résolution de 8 cm^{-1}. A partir des signaux en phase et en quadrature de phase, nous avons localisé les zones de dilatation et de saturation de la partie réelle pour l'échantillon. Ensuite, nous avons déterminé la profondeur de pénétration optique avec la technique de saturation de la partie réelle.

3.3.2 Laser Nd :YAG

Les mesures sont prises avec le *Bomem DA-8* avec une source de quartz et une séparatrice en quartz-TiO_2. Dans le cas de l'étude d'une bande spectrale englobant la fréquence du Nd :YAG, deux obstacles nous empêchent d'utiliser le *Bomem DA-8* et l'analyse spectroscopique par la saturation de la partie réelle. Premièrement, on observe des zones d'absorption pour le spectre de la source/séparatrice à 1.4 μm et 2.2 μm ce qui diminue la sensibilité des mesures à cette longueur d'onde. Deuxièmement, on n'observe aucune saturation de la partie réelle. Nous utilisons donc la technique photoacoustique conventionelle avec une source monochromatique modulée (laser Nd :YAG continu 1.06 μm). Le gaz dans la colonne est de l'air à la pression ambiante. Les mêmes échantillons sont utilisés que ceux employés pour l'étude spectroscopique englobant la longueur d'onde du CO_2. La figure 3.1 illustre le montage.

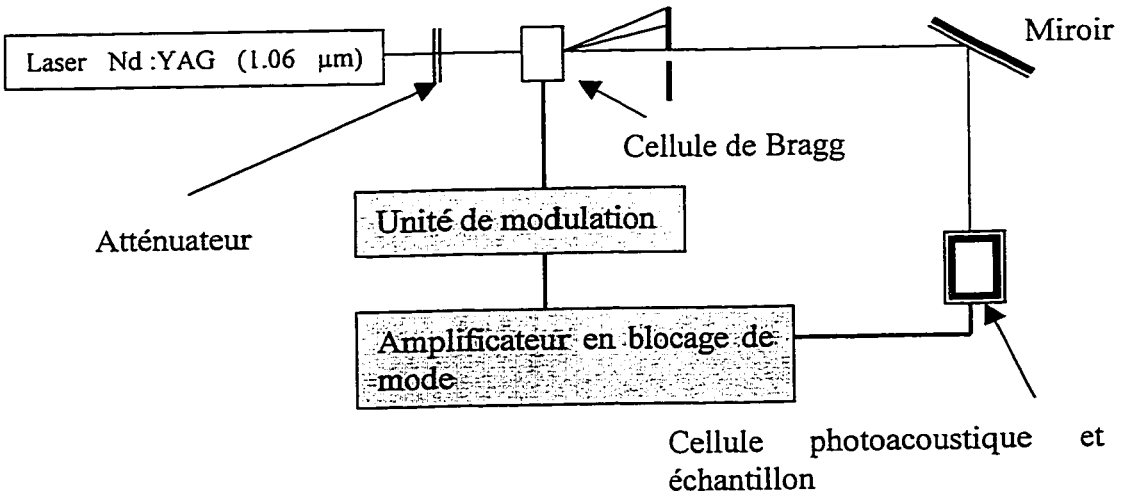


Figure 3.1 Schéma du montage pour les mesures photoacoustiques

Cette méthode nous a permis d'étudier l'échantillon DAS-A-1 sans peinture et les autres échantillons. Une méthode de transmission classique a été utilisée pour étudier la peinture du DAS-1-A.

3.4 Résultats, analyse et discussion

3.4.1 Laser CO_2

3.4.1.1 Échantillon DAS 1-A

La figure 3.2 présente l'amplitude du signal photoacoustique en fonction de la longueur d'onde pour l'échantillon DAS-1-A avec et sans peinture. On constate une nette différence entre les deux signaux. Cette différence nous laisse croire que sur toute la fenêtre (3-12 μm), l'absorption optique dans la couche de peinture est importante. En effet, si l'absorption n'avait pas été importante, on aurait constaté des signaux similaires dans certaines fenêtres (pics identiques). Le fait que les signaux avec et sans peinture sont différents, nous permet d'imaginer que les molécules qui absorbent le rayonnement ne sont pas les mêmes. Pour identifier les zones de saturation, nous devons étudier les signaux en phase et en quadrature de phase. La figure 3.3 présente ces signaux pour l'échantillon DAS-1-A sans et avec peinture. La zone de saturation du signal photoacoustique est facilement identifiable dans le cas de l'échantillon DAS-1-A avec peinture. En effet, on constate une très claire saturation du signal à environ 5.8 μm. Par contre, les zones de saturation du signal photoacoustique sont moins évidentes pour le même échantillon sans le film de peinture. Une étude approfondie du signal nous permet de localiser une saturation de la composante réelle du signal à 3.44 μm.. La localisation de la zone de saturation et de dilatation pour les deux cas nous permet d'employer la technique de la saturation de partie réelle et de calculer les courbes suivantes pour les profondeurs de pénétration optique (figure 3.4).

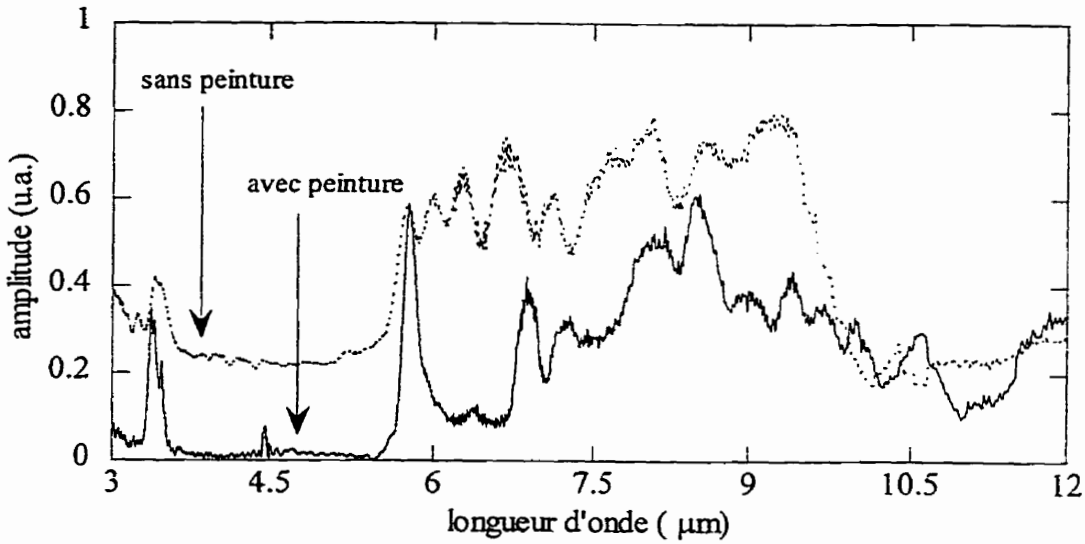


Figure 3.2 Amplitude du signal photoacoustique avec peinture (—) et sans peinture (----) pour l'échantillon DAS-1-A.

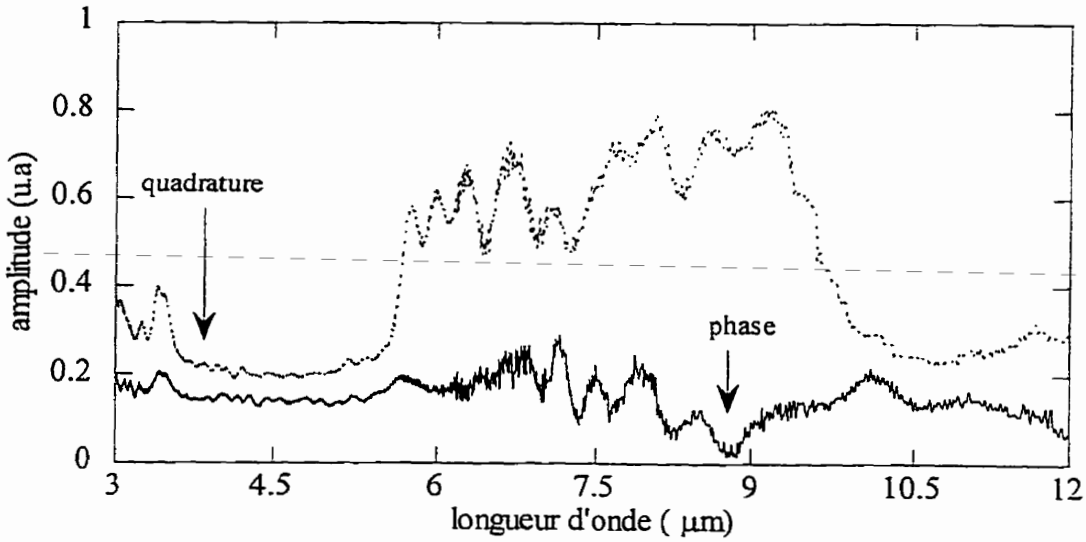


Figure 3.3 a) Amplitude du signal photoacoustique en phase (—) et en quadrature de phase (----) sans peinture pour le DAS-1-A.

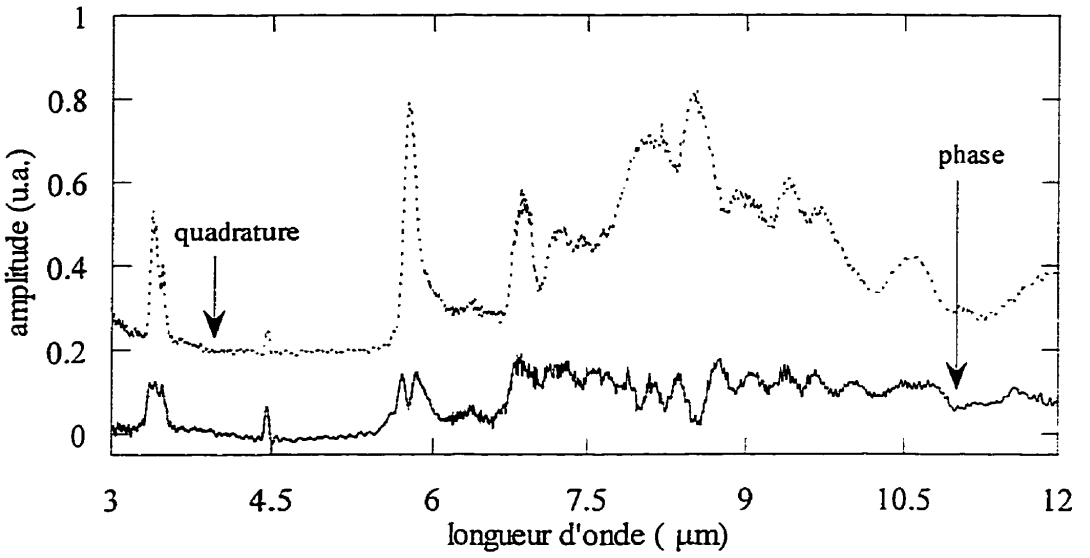


Figure 3.3 b) Amplitude du signal photoacoustique en phase (—) et en quadrature de phase (----) avec peinture pour le DAS-1-A

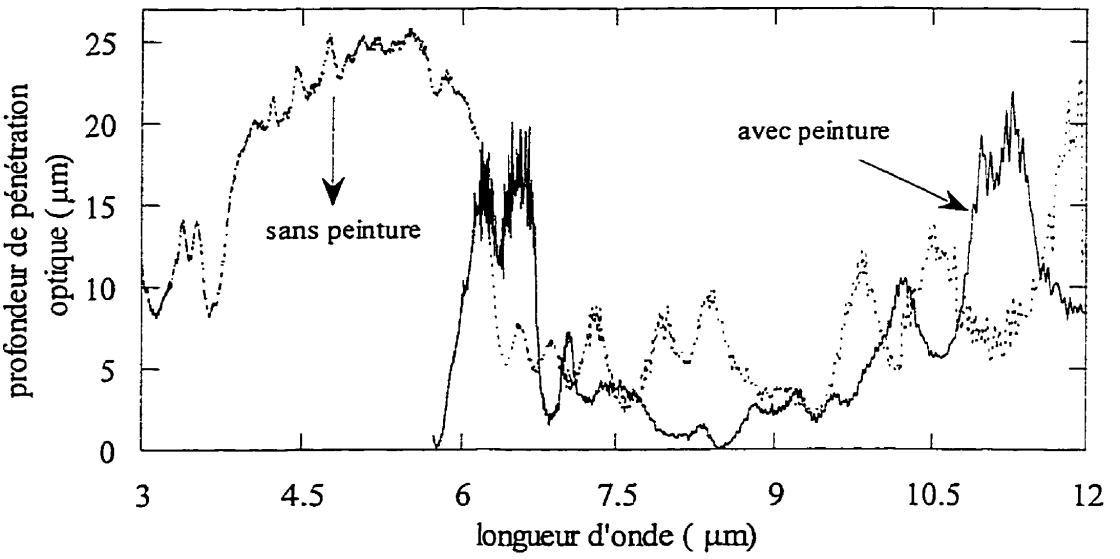


Figure 3.4 Profondeur de pénétration optique avec peinture (—) et sans peinture (----) pour l'échantillon DAS-1-A.

Dans le cas avec peinture, on constate que la profondeur de pénétration optique à 10.6 μm est relativement faible (5 μm). Par conséquent, presque toute l'énergie optique est absorbée par la peinture et la génération se fait donc uniquement dans cette couche. Notez bien que les résultats sous une certaine longueur d'onde (5.5μm) ne sont pas présentés car le signal photoacoustique réel passait par zéro, ce qui occasionnait des singularités. Dans le second cas (sans le film de peinture) (figure 3.4), on constate que la profondeur de pénétration optique à la longueur d'onde du CO_2 (10.6 μm) est sensiblement supérieure et atteint 12 μm. On peut supposer que l'énergie optique est presque entièrement absorbée dans la couche d'époxy pour une longueur d'onde de 10.6 μm. On peut aussi constater que la profondeur de pénétration optique atteint un maximum à environ 25 μm pour une certaine fenêtre, ce qui est approximativement l'épaisseur de la couche d'époxy sur le substrat de carbone-époxy. L'époxy semble donc être transparente pour cette fenêtre et l'énergie est absorbée à l'interface époxy-substrat.

3.4.1.2 Échantillon IRP-339-a

La figure 3.5 présente l'amplitude du signal photoacoustique en fonction de la longueur d'onde pour l'échantillon IRP-339-a. Cet échantillon est recouvert d'un tissu. Puisqu'il a été impossible de détacher ce tissu de la surface, nous considérons donc que le tissu est une composante indissociable du matériau. On constate une amplitude du signal photoacoustique relativement élevée. Nous pouvons donc supposer que l'absorption optique est importante. Les signaux en phase et en quadrature de phase ont été étudiés pour identifier les zones de saturation. La figure 3.6 présente ces signaux.

Le signal photoacoustique réel (in-phase) est relativement petit par rapport au signal complexe (in-quad) et est très bruité. Plusieurs spectres ont été repris avec le même échantillon et ils ont tous présenté des niveaux de bruit importants sur leur composante réelle.

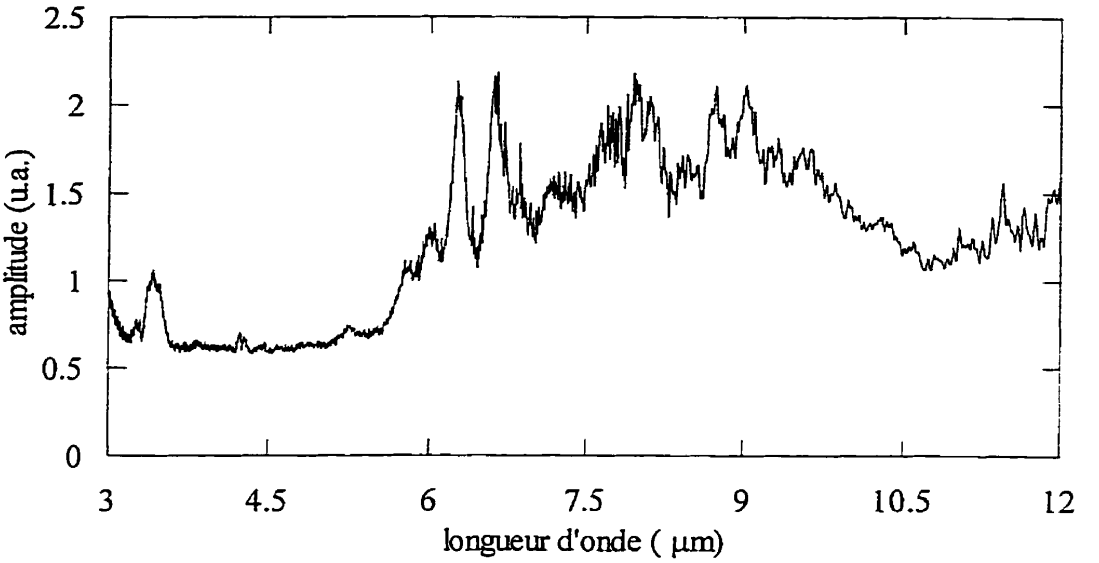


Figure 3.5 Amplitude du signal photoacoustique pour l'échantillon IRP-339-a

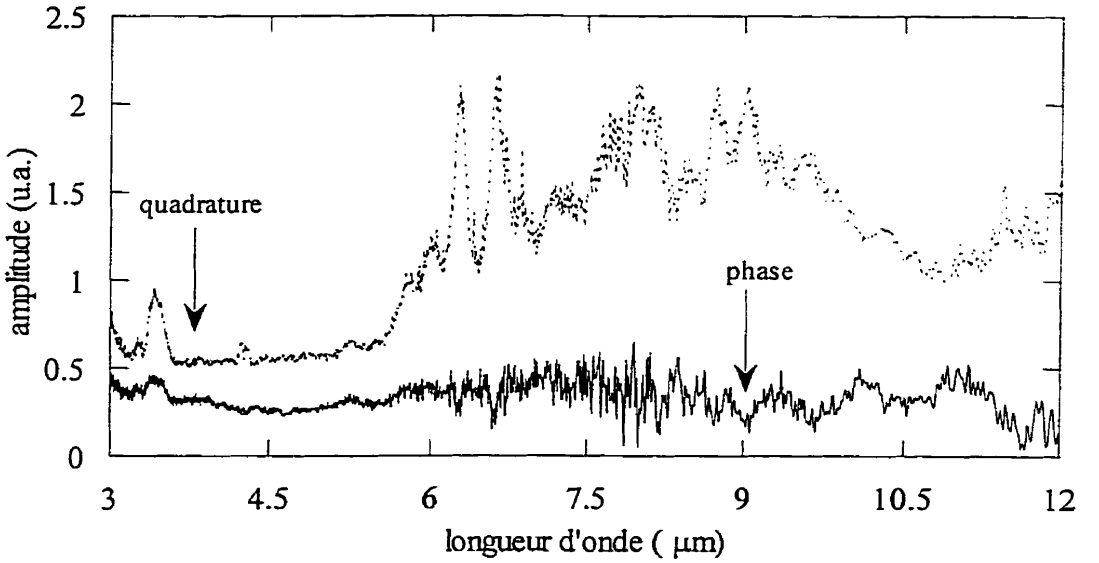


Figure 3.6 Amplitude des signaux photoacoustique en phase (—) et en quadrature de phase (----)pour l'échantillon IRP-339-a.

Un lissage du signal réel nous permet d'observer une saturation du signal à 6.25 μm et à 6.65 μm. En considérant une diffusivité thermique de $4.35X10^{-7}$ m^2/s, nous sommes en mesure de déterminer la profondeur de pénétration optique telle que présentée à la figure 3.7. À la longueur d'onde du CO_2, la profondeur de pénétration optique est d'environ 10 μm.

3.4.1.3 Échantillon DREP-CP1-a

La figure 3.8 présente l'amplitude du signal photoacoustique en fonction de la longueur d'onde pour l'échantillon DREP-CP1-a. Cet échantillon est recouvert d'une peinture. Le spectre présenté est tiré d'un échantillon avec la peinture. Nous avons été en mesure de détacher cette peinture de sa surface mais non sans endommager cette dernière. Les spectres qui ont été pris sans la peinture (verso de l'échantillon et recto sans peinture) ont donné un signal en amplitude très similaire au spectre de la poudre noire. La normalisation a donné un résultat quasi-constant à 1. On peut donc supposer que l'échantillon en volume est principalement composé de carbone. Comme pour l'échantillon précédent, le signal dans le plan (in-plane) est faible et très bruité. Nous notons toutefois une saturation du signal photoacoustique à 5.8 μm. Malheureusement, les mesures thermiques n'ont pas été effectuées et nous n'avons pas une valeur de diffusivité thermique quantitative. Qualitativement nous pouvons croire qu'elle est très élevée compte tenu de l'utilisation de cette peinture (peinture d'un CF-18). Ce genre de peinture a tout intérêt à diffuser la chaleur rapidement pour éviter une détection thermique par des caméras infrarouges. Nous présentons donc uniquement un spectre relatif de la profondeur de pénétration optique (figure 3.10). Si nous supposons une diffusivité thermique type pour des polymères de $5X10^{-7}$ m^2/s, la profondeur de pénétration optique à 10.6 μm serait d'environ 10 μm. Toutefois, cette valeur est avancée sous toutes réserves.

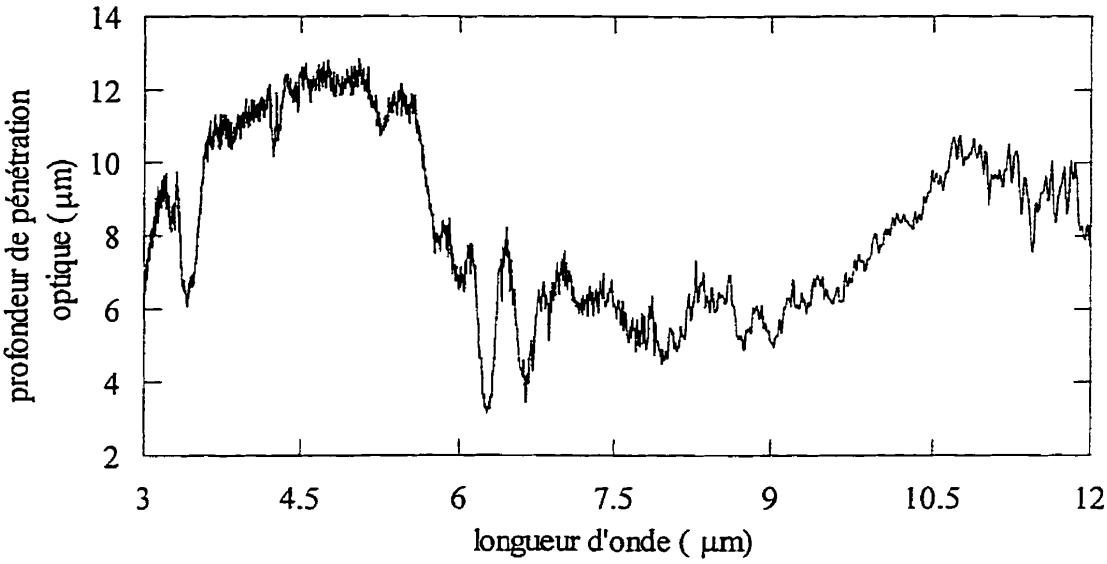


Figure 3.7 Profondeur de pénétration optique pour l'échantillon IRP-339-a

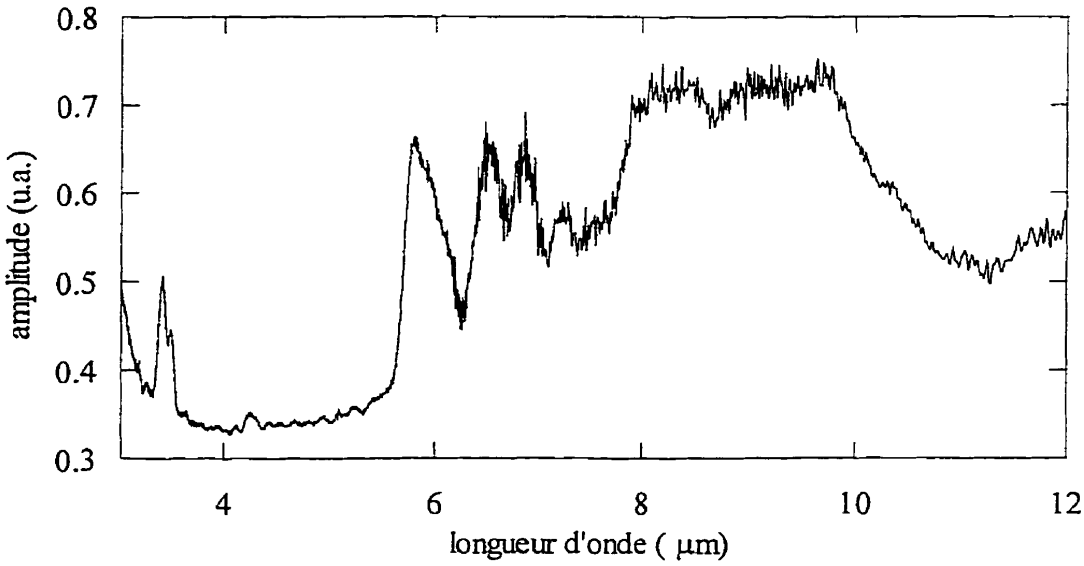


Figure 3.8 Amplitude du signal photoacoustique pour l'échantillon DREP-1-A.

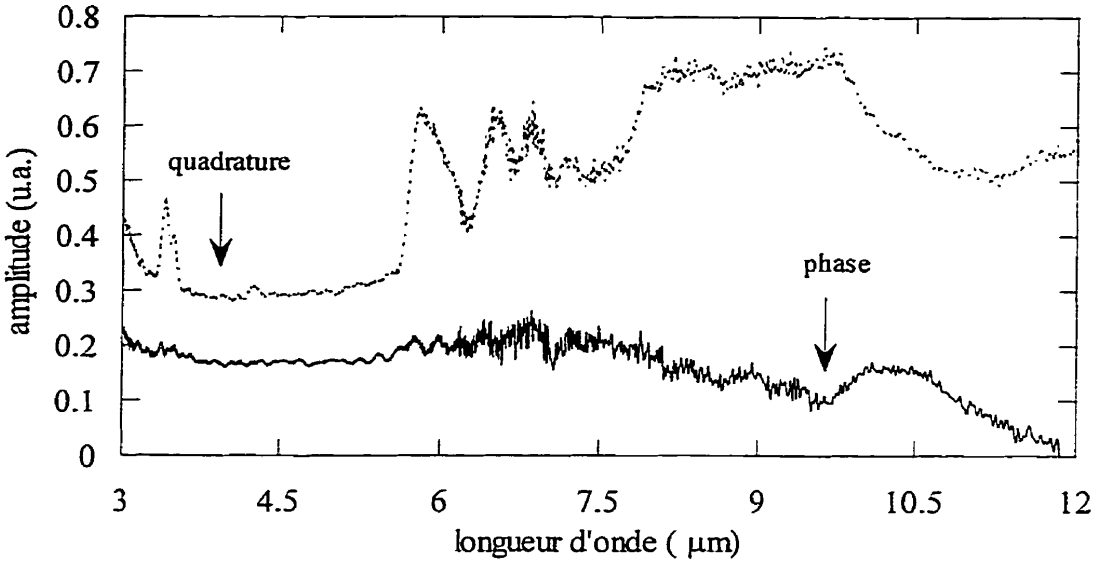


Figure 3.9 Amplitude du signal photoacoustique en phase et en quadrature de phase pour l'échantillon DREP-1-A.

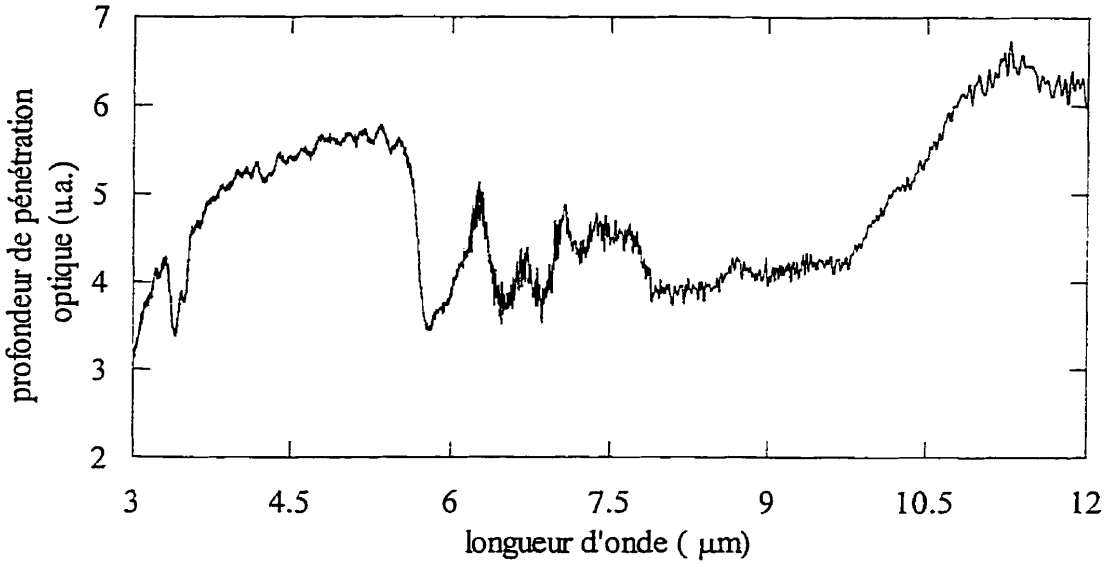


Figure 3.10 Profondeur de pénétration optique adimentionnée pour l'échantillon DREP-1-A.

3.4.1.4 Échantillon 81755/50F 7337-814A

La figure 3.11 présente l'amplitude du signal photoacoustique en fonction de la longueur d'onde pour l'échantillon 81755/50F 7337-814A avec et sans peel-ply. On ne constate qu'une très petite différence entre les deux signaux. Cette petite différence nous laisse croire que sur toute la fenêtre (3-12 μm) ce sont les même molécules qui absorbent le signal optique, l'unique différence étant l'amplitude de l'absorption. Pour identifier les zones de saturation, nous devons étudier les signaux en phase et en quadrature de phase. La figure 3.12 présente ces signaux pour l'échantillon 81755/50F 7337-814A avec et sans peel-ply.

La zone de saturation du signal photoacoustique est difficilement identifiable dans les deux cas. On peut toutefois localiser une très faible saturation du signal à environ 3.5 μm et 5.8 μm pour l'échantillon avec peel-ply. Mais dans ce cas, l'anomalie mesurée où l'amplitude du signal de phase devient plus importante que le signal en quadrature (ce qui est théoriquement impossible) nous laisse à penser que la phase des signaux n'est pas correcte. Par contre, aucune zone évidente de saturation du signal photoacoustique est détectable pour le même échantillon sans peel-ply. Une étude du signal pourrait laisser croire à une saturation de la composante réelle du signal à 5.8 μm. Mais cette zone correspond à une absorption en surface et non en volume qui laisse supposer la présence d'un contaminant à la surface de l'époxy. Ce contaminant est probablement une colle employée pour faire adhérer le peel-ply au substrat. Les courbes de profondeurs de pénétration optique (figure 3.13) sont toutefois calculées en supposant stables les saturations observées. On constate que la profondeur de pénétration optique à 10.6 μm est relativement faible avec ou sans peel-ply (11 μm). Par conséquent presque toute l'énergie optique est absorbée par la couche en surface et la génération se fait donc uniquement dans cette couche.

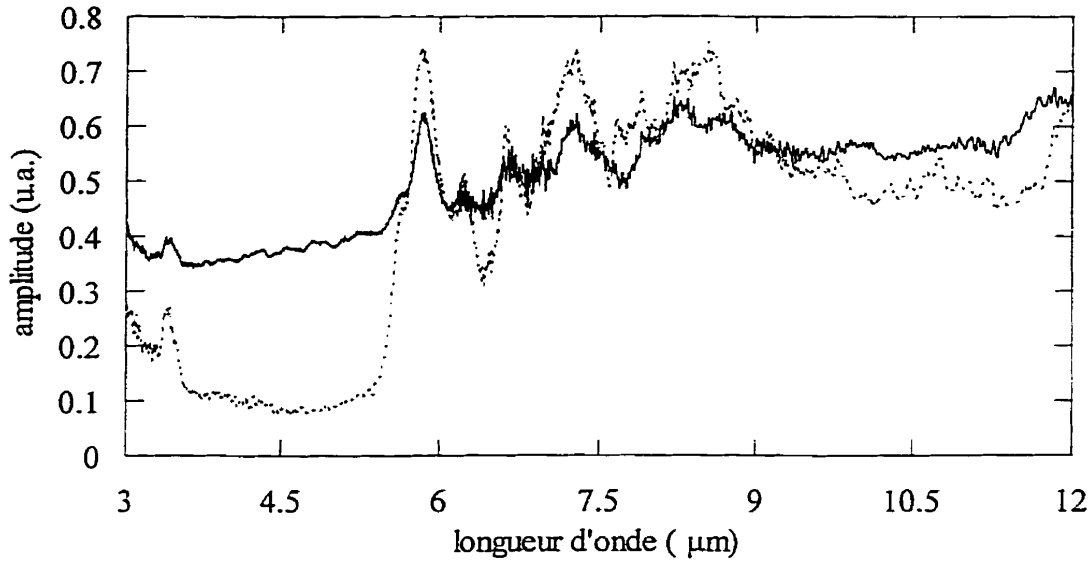


Figure 3.11 Amplitude du signal photoacoustique avec (----) et sans peel-ply (—) pour l'échantillon 817/F7337-814A.

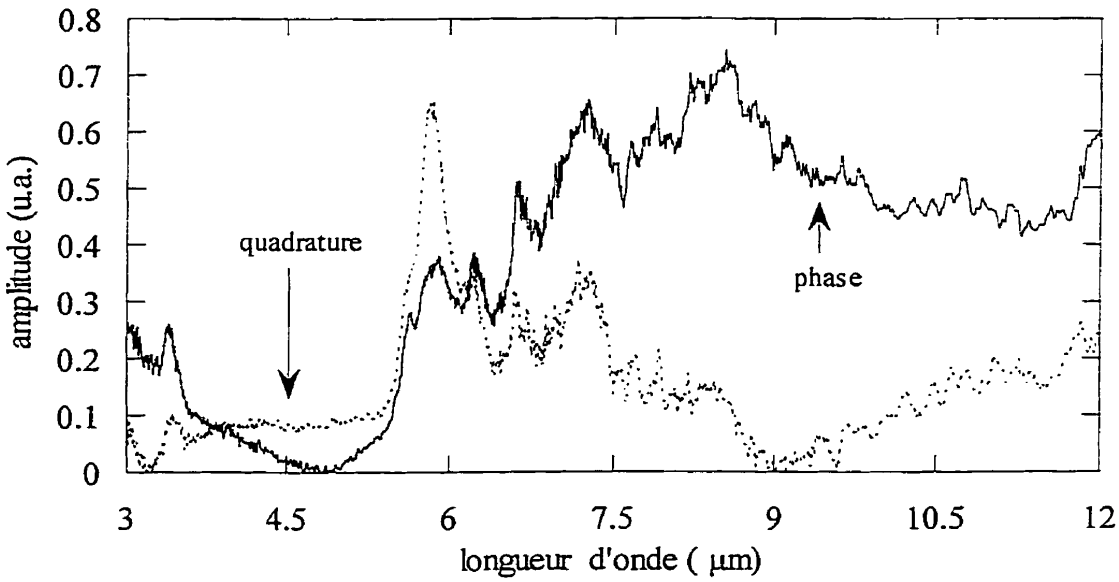


Figure 3.12 a) Amplitude du signal photoacoustique en phase (—) et en quadrature (----) de phase pour l'échantillon 817/F7337-814A avec peel-ply.

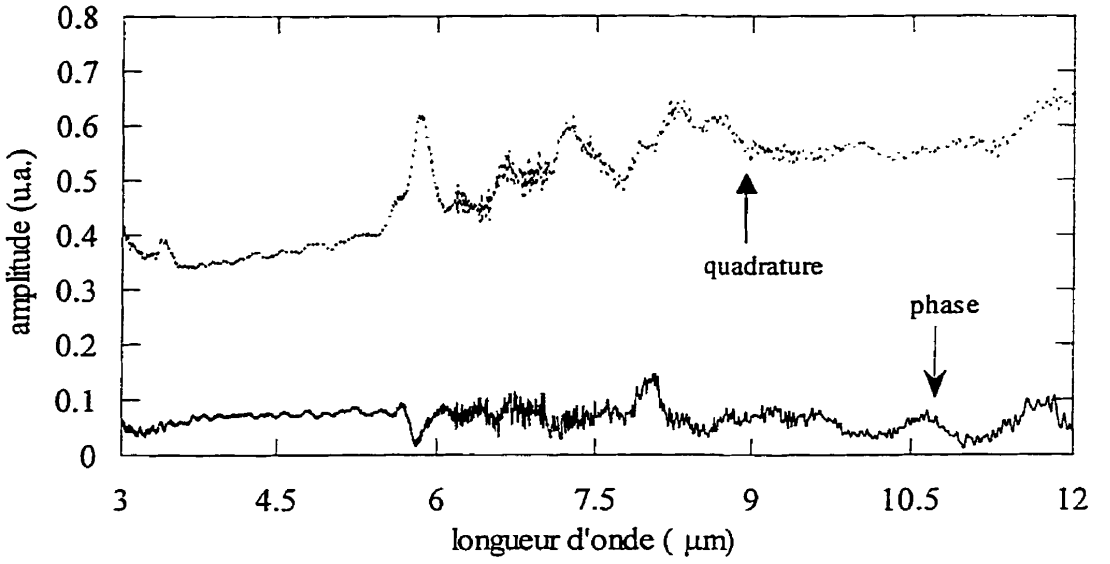


Figure 3.12 b) Amplitude du signal photoacoustique en phase (—) et en quadrature (----) de phase pour l'échantillon 817/F7337-814A sans peel-ply.

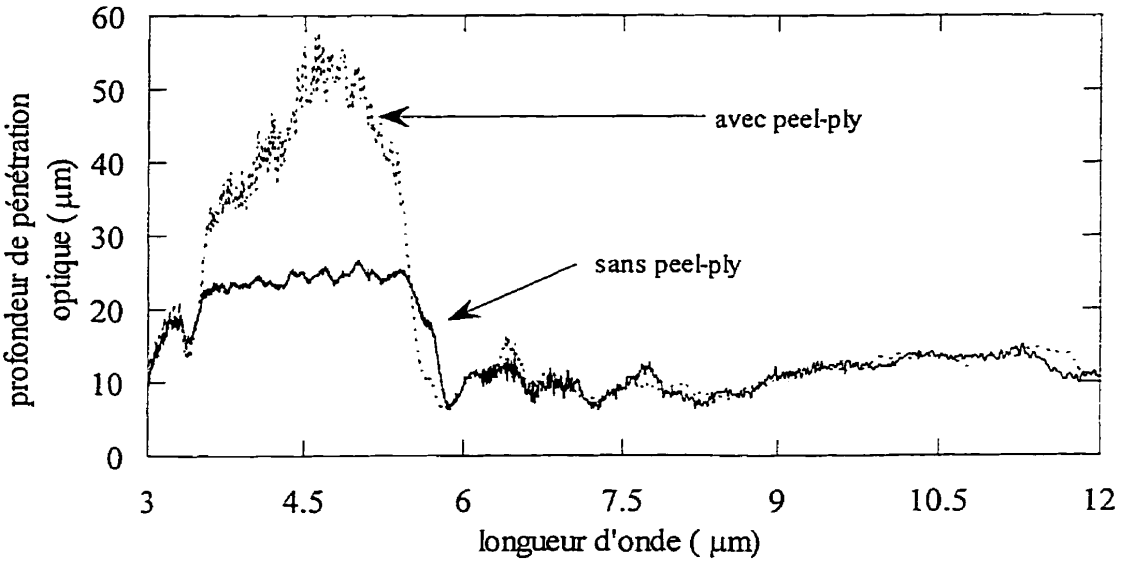


Figure 3.13 Profondeur de pénétration optique sans (—) et avec (----) peel-ply pour l'échantillon 817/F7337-814A.

Notez bien que les résultats avec et sans peel-ply sont très semblables. D'ailleurs, ils ressemblent énormément aux signaux recueillis sans peinture pour l'échantillon DAS-1-A. Ces signaux sont l'empreinte typique de l'époxy. Dans le cas de l'échantillon sans peel-ply la profondeur de pénétration optique plafonne à environ 25 μm, ce qui est approximativement l'épaisseur type de la couche d'époxy sur le substrat de carbone-époxy. Dans le cas de l'échantillon avec peel-ply, la profondeur de pénétration optique plafonne à environ 50 μm. On est donc porté à croire que le peel-ply n'est qu'un maillage de fibres trempé dans de l'époxy. Cette constatation semble être confirmée par une observation visuelle du peel-ply. Il est intéressant de noter que dans les zones de plafonnement (2-3 μm – 3.75-5.5 μm) l'époxy est relativement transparente à cette longueur d'onde, sa profondeur de pénétration optique atteingnant la centaine de μm (Dubois M., 1994). Donc, les distances déterminées par nos mesures, correspondent directement à l'épaisseur de la couche d'époxy recouvrant le substrat de carbone-époxy ou la fibre.

3.4.1.5 Conclusion

Dans cette section, nous avons déterminé les profondeurs de pénétration optique par spectroscopie photoacoustique par transformée de Fourier pour la fenêtre optique 3-12 μm sur nos échantillons. Dans tous les cas, la méthode par saturation de la partie réelle à été utilisée. Nous avons clairement constaté la différence dans la qualité des signaux entre les mesures sur les composites et la peinture blanche de l'échantillon DAS-1-A. En effet, la peinture étant un polymère et monocouche, son signal photoacoustique est plus clair et moins bruité que des signaux recueillis sur des composites. Dans tous les cas, à la longueur d'onde du CO_2 , la profondeur de pénétration optique est relativement faible. C'est donc dire que la génération avec le CO_2 se fait principalement en surface et ce pour les échantillons avec et sans peinture et peel-ply. Dans la prochaine section, nous allons présenter les résultats obtenus avec la cellule photoacoustique pour la longueur d'onde

du Nd :YAG (1.06 μm). Ensuite une conclusion générale sur ce chapitre résumera le tout sous la forme de tableau.

3.4.2 Laser Nd:YAG

3.4.2.1 Introduction

Nous avons mentionné que deux obstacles nous empêchent d'utiliser le *Bomem DA-8* et l'analyse spectroscopique par la saturation de la partie réelle: premièrement, les zones d'absorption causées par l'appareillage (combinaison source séparatrice) et deuxièmement l'absence de saturation du signal. Pour déterminer la profondeur de pénétration optique dans la peinture blanche à la longueur d'onde du Nd :YAG, le spectromètre Lambda 19 UV/VIS/NIR de Perkin Elmer a été utilisé. Dans les autres cas, une cellule photoacoustique nous permet d'obtenir l'amplitude du signal photoacoustique. Ces amplitudes seront utilisées pour déterminer le coefficient de pénétration optique.

3.4.2.2 Échantillon DAS-1-A

L'étude de l'échantillon DAS-1-A est divisée en deux parties. Nous explorons premièrement l'échantillon sans la pellicule de peinture par la technique photoacoustique et deuxièmement, la peinture est étudiée individuellement par transmission. Dans cette section, nous exposons et analysons les résultats des deux méthodes.

3.4.2.2.1 Technique photoacoustique

Deux mesures photoacoustiques ont été menées : une sur le composite DAS-1-A sans la pellicule de peinture et l'autre sur un corps noir : une référence de carbone.

La courbe expérimentale de l'amplitude du ratio des deux (échantillon et référence) pressions de modulations photoacoustiques complexes pour une fenêtre de modulation de 30 Hz à 1 kHz montre une claire variation de pente à 80 Hz (figure 3.14).

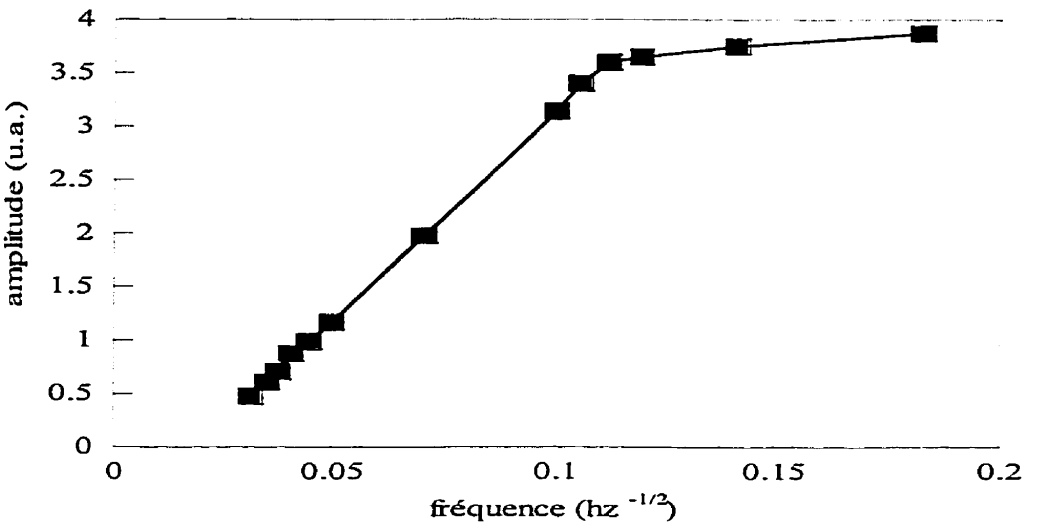


Figure 3.14 Amplitude du ratio des pressions de modulations photoacoustiques complexes en fonction de $f^{-1/2}$.

Cette variation du comportement en fonction de la fréquence est directement reliée à une variation dans la réponse thermique de l'échantillon qui passe d'un état thermiquement mince à thermiquement épais. Or, dans nos résultats, la variation dans le comportement thermique est liée à une variation dans sa dépendance en fréquence. À partir de 80 Hz, la pente de la courbe n'est plus proportionnelle à ω^{-1} (optiquement transparent et thermiquement opaque) mais bien à $\omega^{-3/2}$ (optiquement transparent et thermiquement transparent) (Rosencwaig A., 1990). Pour une diffusivité thermique de l'époxy de $1.37X10^{-7}$ m^2/s (Dubois M. 1994) et une fréquence de modulation de 80 Hz, la profondeur de pénétration thermique est de 23 µm. Donc, à cette distance, le comportement de l'échantillon change et passe d'un cas thermiquement mince à

thermiquement épais. Nous pouvons donc affirmer que l'épaisseur de la couche d'époxy à la surface de l'échantillon DAS-1-A est de 23 μm. La dépendance en fréquence variant de ω^{-1} à $\omega^{-3/2}$, nous pouvons conclure (Rosencwaig A., 1990) que c'est typiquement le cas d'un échantillon optiquement mince. Donc, à la longueur d'onde du Nd :YAG, l'époxy est complètement transparente. Le carbone-époxy étant opaque, la génération laser-ultrasons se fait donc à l'interface époxy-substrat et est donc caractérisée comme une génération contrainte.

3.4.2.2.2 Mesure par transmission

Le film de peinture blanche de 75 μm d'épaisseur de l'échantillon DAS-1-A a été utilisé pour une mesure en transmission. Pour tenter de déterminer la profondeur de pénétration optique, nous avons obtenu deux spectres : un en transmission et l'autre en réflexion. Le signal transmis variait de 0.5 à 5 % et le signal réfléchi était relativement constant à 2%. La loi de Beer-Lambert, $I = I_o e^{-\beta x}$, peut être utilisée pour déterminer β, le coefficient de pénétration optique. Notons que x représente l'épaisseur de la pellicule de peinture (75 μm). Toutefois, la loi de Beer-Lamber ne tient pas compte des pertes de diffusion. Or, dans le cas d'un polymère auquel des charges ont été ajoutées, il est important de tenir compte de ce phénomène. En effet, ce phénomène modifie l'intensité de la distribution lumineuse dans l'échantillon. Il modifie donc la forme de la source lumineuse dans ce dernier. Des théories nous permettent de tenir compte des effets de diffusions, notamment la théorie classique de Kubelka-Munk qui considère toutefois une illumination parfaitement diffuse, ce qui n'est évidement pas notre cas. Une version modifiée de Ryde se basant sur le formalisme de Kubelka-Munk permettrait d'obtenir des coefficients phénoménologiques exprimés en fonction des effets de diffusion et d'absorption (Monchalin, J.-P. et al. 1984). Toutefois, un tel traitement sort du cadre de cette étude. La figure 3.15 présente le signal transmis pour la peinture blanche. L'allure générale se rapproche d'un comportement dépendant de la diffusion (intensité qui

augmente avec la longueur d'onde). Au fur et à mesure que la longueur d'onde augmente, l'intensité lumineuse que traverse l'échantillon augmente aussi ; il semble y avoir moins de diffusion. On ne peut toutefois pas conclure à propos de la profondeur de pénétration optique. Il semble par contre clair que l'échantillon est quasi-opaque à la longueur d'onde du laser Nd:YAG et donc que la lumière sera, d'une façon ou de l'autre absorbée.

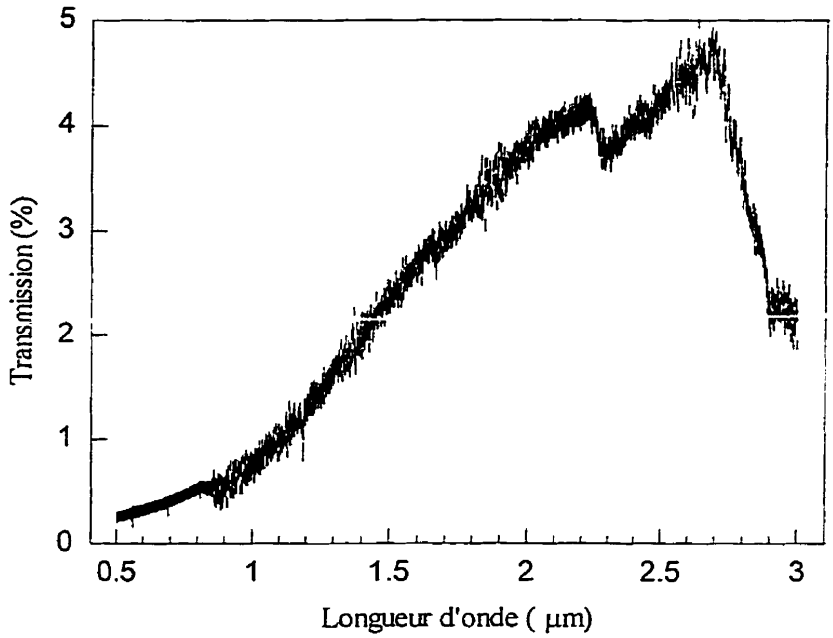


Figure 3.15 Signal en transmission (%) pour la peinture blanche de l'échantillon DAS-1-A.

3.4.2.3 Autres échantillons

Le signal photoacoustique est donné par une expression qui regroupe des paramètres thermique, optique et géométrique de l'échantillon. La connaissance complète des paramètres thermiques et géométriques nous permet de déterminer une valeur absolue de la profondeur de pénétration optique en mesurant la dépendance du signal

photoacoustique sur la fréquence de modulation. Malheureusement pour ces autres échantillons, nous ne connaissons pas tous les paramètres thermique et géométriques nécessaire à la détermination de la profondeur de pénétration optique. Il est toutefois possible du supposer une valeur pour la profondeur de diffusion thermique et déterminer une valeur absolue de la profondeur de pénétration optique.

La surface de l'échantillon 81755-50F-7337 nous permet de déterminer la profondeur de pénétration optique avec et sans peel-ply, car elle est recouverte dans les deux cas d'une couche d'époxy. Nous considérons l'époxy comme étant transparente (Dubois M., 1994) à un faisceau laser Nd:YAG et le carbone-époxy opaque. Donc, les épaisseurs d'époxy en surface, nous permettent de conclure sur le lieu de génération. Pour le 81755-50F-7337 avec peel-ply, à la longueur d'onde du Nd:YAG, la lumière traverse les 50 μm de la couche d'époxy. Pour le 81755-50F-7337 sans peel-ply, à la longueur d'onde du Nd:YAG, la lumière traverse les 25 μm de la couche d'époxy. Dans les deux cas, étant donné que l'interface est composé de carbone-époxy, nous concluons que l'absorption optique se fait sur l'interface.

Dans le cas d'échantillons thermiquement et optiquement opaques, la modulation de pression complexe est définie par l'expression suivante :

$$q = -i\frac{K}{\omega}\frac{\beta\mu}{1+\beta\mu+i}e^{i\omega t} \tag{3.8}$$

où K est une constante liée aux propriétés physiques de l'échantillon et du gaz, ω la fréquence angulaire de modulation, β le coefficient de pénétration optique et μ la profondeur de pénétration thermique liée à la diffusivité thermique par la relation $\mu=(2\alpha/\omega)^{1/2}$.

Les échantillons DREP-CP-1A et IRP-339-a ne sont pas recouverts d'une couche d'époxy. Nous ne pouvons pas conclure directement sur leur profondeur de pénétration optique. Nous déterminons, grâce à des mesures photoacoustiques normalisées avec une référence de poudre noire, le ratio des amplitudes du signal photoacoustique qui est donné, dans le cas de solides thermiquement et optiquement opaques, par l'équation (Enguehard F.et al., 1994) :

$$A = \frac{K}{K_{ref}} \frac{\beta\mu}{\sqrt{(1+\beta\mu)^2 + 1}} \tag{3.9}$$

Ce ratio d'amplitude est fonction de $\beta\mu$ et d'une constante (K/K_{ref}). Il s'agit d'estimer une valeur pour la diffusivité thermique pour déterminer la profondeur de pénétration optique. La gamme de fréquence utilisée pour les mesures photoacoustiques se situe entre 30 et 1KHz. Supposons une diffusivité thermique type pour des polymères de $5X10^{-7}$ m^2/s. En traçant la courbe du ratio des amplitudes du signal photoacoustique et en comparant avec une courbe théorique qui est donnée par l'équation 3.9, nous déterminons le ratio K/K_{ref} et le coefficient β. Pour les échantillons DREP-CP-1A et IRP-339-a nous obtenons respectivement des profondeurs de pénétration optique à la longueur d'onde du laser Nd:YAG de 1μm et 8μm. Notons que la profondeur de pénétration optique à la longueur d'onde du laser Nd:YAG pour l'échantillon DREP est très faible. Saoit la valeur trouvée est exacte soit elle est fausse. Deux possibilités peuvent expliquer une valeur fausse : premièrement, la diffusivité thermique hypothétique est fausse et deuxièmement, nous n'avons pas tenu compte de la diffusion dans la peinture. Ces deux possibilités pourraient expliquer la valeur de 1 μm pour la profondeur de pénétration optique.

3.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons déterminé les profondeurs de pénétration optique à la longueur d'onde des lasers CO_2 et Nd:YAG pour les quatre composites. Pour déterminer la profondeur de pénétration optique de la pellicule de peinture recouvrant l'échantillon DAS-1-A, nous avons tenté d'effectuer une mesure en transmission. La détermination des profondeurs de pénétration optique a été possible à cause de déterminations préalables des diffusivités thermiques. Ces mesures seront très utiles pour correctement simuler le phénomène de génération dans les matériaux. Le tableau 3.1 résume les résultats.

Notons que l'échantillon DREP-1-A provient des Forces armées canadiennes. Des études antérieures ont également été menées sur un échantillon provenant des Forces armées canadienne (Dubois M. et al. 1993 ; Dubois M. et al. 1994 ; Dubois M. 1994). Toutefois, nous ne possédons pas assez d'informations sur la nature des échantillons pour comparer les résultats des deux études. Notons toutefois que pour les échantillons recouverts d'époxy, les spectres de pénétration optique ont des allures semblables et les profondeurs de pénétrations optiques sont comparables aux résultats obtenus lors des études antérieures.

Au chapitre suivant, nous déterminerons les constantes d'élasticité du matériau composite DAS-1-A, ces constantes d'élasticité nous permettront de correctement simuler le phénomène de propagation.

Tableau 3. 1 Profondeurs de pénétration optique aux longueurs d'ondes des lasers Nd:YAG et CO_2.

Échantillon	Profondeur de pénétration optique	
	CO_2 (10.6μm)	Nd:YAG (1.06μm)
DAS		
avec peinture	5 μm	Opaque
sans peinture	12 μm	10mm (époxy transparente) énergie absorbée à ~25 μm
817		
avec peel-ply	12 μm	10mm (époxy transparente) énergie absorbée à ~50 μm
sans peel-ply	12 μm	10mm (époxy transparente) énergie absorbée à ~25 μm
IRP	10 μm	≈8 μm*
DREP	≈10 μm*	≈1 μm*

* pour une diffusivité thermique hypothétique de $5X10^{-7}$ m^2/s

CHAPITRE 4

CARACTÉRISATION MÉCANIQUE

4.1 Introduction

La détermination des propriétés thermique et optique de l'échantillon DAS-1-A nous permet de mieux caractériser le phénomène de génération dans cet échantillon. Pour être en mesure de correctement simuler la propagation d'ultrasons dans ce matériau, nous nous devons de connaître sa densité et ses constantes d'élasticité (donc sa symétrie). La symétrie a été déterminée: l'échantillon est orthotropique. La densité mesurée est de 1535 kg/m^3. Si on est en mesure de bien simuler la génération et la propagation dans un échantillon donné, nous pouvons par la suite comparer ce résultat aux résultats expérimentaux et déterminer si l'échantillon comporte des délaminations ou des défauts pouvant affecter ses propriétés. Ce chapitre est divisé en trois sections principales. Premièrement, nous présentons un tour d'horizon des principales notions à maîtriser pour comprendre l'aspect des signaux ultrasonores recueillis. Cette première section est très brève car des références très complètes sont disponibles pour approfondir le sujet (Royer D., 1992 ; Davies S.J. et al., 1993). Deuxièmement, nous décrivons deux des techniques couramment employées dans la détection d'ultrasons par laser. Ces deux techniques ont été utilisées dans nos manipulations. La première technique repose sur le principe de l'interférométrie à délai de temps (Fabry-Perot) et la deuxième sur l'interférométrie à deux faisceaux avec hétérodynage (Michelson) (J.-P. Monchalin, 1986 ; Monchalin J.P. et al., 1986). Troisièmement, des résultats expérimentaux sont présentés. On étudie dans un premier temps la génération 1D avec un laser CO_2 (10.6 μm) et un laser Nd:YAG (1.06 μm). Ces résultats sont ensuite comparés et analysés. Dans un second temps, nous étudions la propagation des ondes ultrasonores dans l'échantillon DAS-1-A et plus particulièrement, nous cherchons à visualiser l'anisotropie des vitesses de propagation.

Après avoir mesuré les vitesses des ondes longitudinales et transversales, nous déterminons, grâce à une procédure d'inversion, les constantes d'élasticité du matériau. Ces dernières mesures sont éffectuées en régime 2D (source ponctuelle).

4.1.1 *Ondes dans les solides*

Les matériaux étudiés dans ce travail se présentent sous la forme de plaques épaisses. Les ondes élastiques pouvant s'y propager sont de deux différents types (Dieulesaint E., Royer D., 1996) : les modes propres d'interface et de plaque (ondes de Rayleigh et ondes de Lamb) qui ne seront pas étudiés dans ce mémoire et les ondes de volume (ondes longitudinales, transversales et ondes de diffraction : ondes de tête). Notons que l'étude des modes propres pourrait être très utile pour mesurer les caractéristiques de matériaux, notamment lorsqu'une seule interface n'est accessible ou lorsque les matériaux se présentent sous la forme de plaques minces ou de couches minces. Par contre, si l'on veut sonder l'intérieur de matériaux épais pour localiser des défauts, des fissures ou pour déterminer les constantes d'élasticité du matériau, il est judicieux d'étudier la propagation des ondes de volume. Ceci est l'objet de ce chapitre. Une telle étude est présentée pour le matériau composite DAS-1-A.

Avant d'entrer dans le vif du sujet, quelques notions sur les ondes de volumes dans les milieux isotropes et anisotropes sont présentées. Dans les milieux solides, trois ondes de volumes se propagent : une onde longitudinale et deux ondes transversales. Dans un milieu isotrope, les deux ondes transversales possèdent le même vecteur d'onde. C'est pourquoi dans ce cas on considère généralement deux ondes. Les ondes longitudinales (de compression) impliquent une direction de déplacement des particules du milieu donnée par la polarisation qui est colinéaire à la direction de propagation donnée par le vecteur d'onde. Ce déplacement colinéaire produit une succession de compressions et de dilatations qui engendrent des variations de densité dans le milieu. Les ondes

transversales (de cisaillement) n'engendrent aucune variation de pression dans le matériau et sont caractérisées par une direction de déplacement des particules perpendiculaire au vecteur d'onde. La vitesse de propagation des ondes longitudinales est plus importante que celle des ondes transversales.

Dans les milieux anisotropes, que sont les matériaux cristallins et les matériaux composites, les trois vitesses de propagation dans une direction sont en général différentes. De plus, généralement les vecteurs d'ondes et les polarisations ne sont, ni colinéaires, ni orthogonaux. On parle alors d'une onde quasi-longitudinale et de deux ondes quasi-transversales, l'une dite rapide et l'autre dite lente. Notons que cette distinction avec le cas isotrope n'est plus vraie pour les trois ondes lorsque la direction de propagation est une direction principale du matériau ou pour une onde transversale, lorsque la direction de propagation appartient à un plan de symétrie du matériau.

Pour illustrer mathématiquement la nature de ces différentes ondes, présentons l'équation du mouvement obtenue à partir de la loi fondamentale de la dynamique et de la loi de Hooke :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_j \partial x_k} \tag{4.1}$$

où ρ est la densité du matériau, t le temps, $u_i = u_i(x_j,t)$ le déplacement de chaque point matériel de cordonné x_j et C_{ijkl} le tenseur d'élasticité du matériau. Cherchons une solution sous la forme d'une onde plane progressive. La solution générale s'écrit sous la forme :

$$u_i = U_i F(t - \frac{n_j x_j}{V}) \tag{4.2}$$

où U_i est la direction de déplacement des particules (polarisation) et V la vitesse de phase. En considérant les dérivés première et seconde de la fonction F et l'équation du mouvement (4.1), cette dernière se présente sous la forme de l'équation de Christoffel :

$$\rho V^2 U_i = C_{ijkl} n_j n_k U_l \tag{4.3}$$

Il s'agit d'une équation aux valeurs propres (ρV^2) et vecteurs propres (U_i). Les valeurs propres, donnant les vitesses de phase, sont les trois racines de l'équation séculaire :

$$\det\left|\Gamma_{il} - \rho V^2 \delta_{il}\right| = 0 \tag{4.4}$$

où $\Gamma_{il} = C_{ijkl} n_j n_k$ est un tenseur de second ordre et δ_{il} le delta de Kronecker. Les trois vitesses de phases et les trois polarisations sont donc respectivement les valeurs et les vecteurs propres du tenseur $\Gamma_{il} = C_{ijkl} n_j n_k$. Ce tenseur est symétrique, les valeurs propres sont réelles et positives et les vecteurs propres orthogonaux. On considère que l'onde longitudinale est celle dont la polarisation est la plus proche de la direction de propagation.

Nous voyons qu'il existe un lien direct entre la vitesse de phase et les constantes d'élasticité. C'est l'équation de Christoffel. Un tel lien direct n'existe pas pour les vitesses de groupe. Il s'avérera donc nécessaire d'adopter une approche différente, car les signaux expérimentaux recueillis nous donnent uniquement des mesures de vitesses de groupe. Les détails théoriques présentant une relation entre les vitesses de groupe et les constantes seront présentées à la section 4.3.1. Le but de la présente section étant uniquement de ne proposer qu'un très bref aperçu des ondes élastiques dans les solides.

4.1.2 *Générations d'ondes élastiques dans les solides*

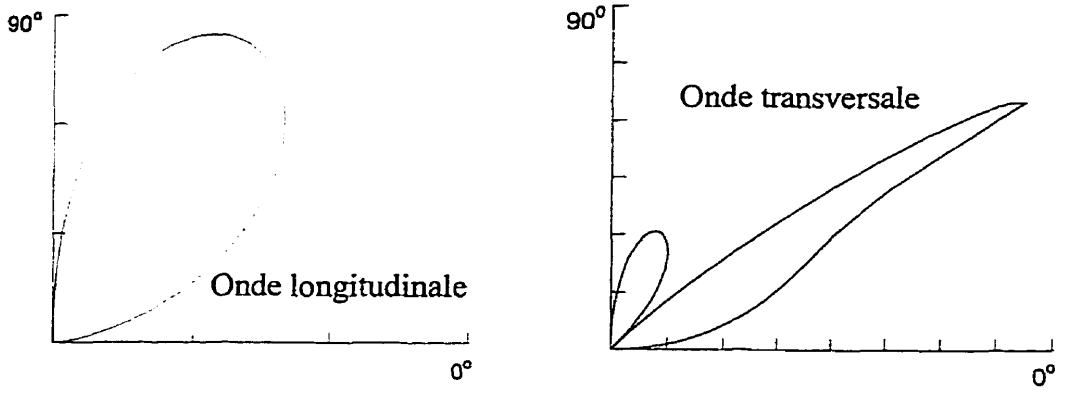
La génération d'ondes élastiques dans les solides par laser dépend de plusieurs facteurs touchant l'impulsion laser et les propriétés du matériau. Parmi la multitude de facteurs reliés à l'impulsion laser, notons la longueur d'onde du laser incident, la durée de l'impulsion laser, l'étendue spatiale du faisceau ainsi que l'énergie incidente et absorbée. Les propriétés du matériau comme sa diffusivité thermique, sa chaleur spécifique, ses constantes d'élasticité, sa masse volumique et son coefficient de dilatation influencent aussi la génération par faisceau laser (Dubois M., 1994). Le but de cette section n'est pas de présenter une étude détaillée de l'influence de ces paramètres -d'autres études l'ont très largement couverte (Dubois M., et al. 1994 ; Enguehard F. et al., 1997 ; Hammoutene A. et al. 1997)- mais d'insister sur les points qui nous intéressent particulièrement.

Les ondes élastiques peuvent être générées selon deux principaux régimes : thermoélastique et ablation. Le régime thermoélastique correspond à une expansion de matière due à un échauffement local suite à l'absorption du faisceau laser incident à la surface ou à l'intérieur d'un solide. Le régime est non-destructif car l'expansion du matériau est élastique. L'amplitude du signal généré est proportionnelle au coefficient de dilatation thermique du milieu et à l'énergie absorbée. Le régime d'ablation est destructeur et repose sur le principe de conservation de la quantité de mouvement. En vaporisant une fine couche de matière à la surface de l'échantillon, on génère une force de recul importante à la surface de ce dernier. Cette force de recul est responsable de l'importante amplitude et de la forme des signaux produits dans le matériau. Il existe deux nuances dans ces régimes. Dans le cas du régime d'ablation, une génération plasma est possible. La force de recul et donc l'amplitude des signaux sont encore plus importantes, car c'est le plasma éjecté par la fusion de la surface de l'échantillon qui produit cette force. Le régime plasma n'a pas été utilisé dans nos manipulations. Dans le cas du régime thermoélastique, il existe une génération dite sous contrainte. En général,

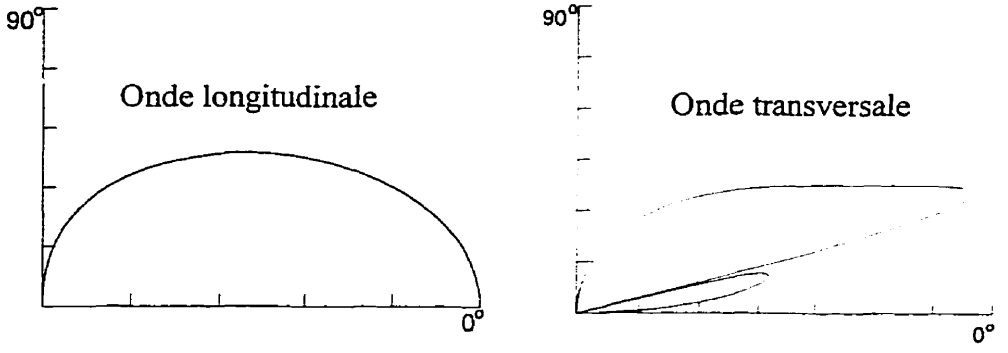
les échantillons doivent être préparés à l'avance pour générer les ondes de cette façon. Il s'agit de recouvrir la surface irradiée par une mince pellicule transparente à la radiation incidente. L'énergie optique sera absorbée sur la surface du substrat (si on le considère opaque à la radiation). Il apparaît alors des contraintes supplémentaires selon la direction normale à l'interface. Les signaux seront différents et leurs amplitudes plus importantes. Notons qu'on est dans une telle condition de génération pour l'échantillon DAS-1-A. En effet, à la longueur d'onde du laser Nd:YAG, l'époxy est transparente et toute l'énergie est déposée à la surface du substrat de carbone-époxy.

Ce dernier point nous pousse à considérer l'effet de la longueur d'onde du laser de génération sur le type de génération. Un exemple pour illustrer cet effet peut-être proposé à partir de nos résultats expérimentaux. Les mesures photoacoustiques ont permis de démontrer que les profondeurs de pénétration optique sont différentes pour le même échantillon en fonction du laser utilisé. Considérons l'échantillon DAS-1-A sans la pellicule de peinture pelable. Sachant que la profondeur de pénétration optique dans l'époxy est d'environ 10 mm avec le laser Nd:YAG (Dubois M., 1994) et est de 12 μm avec le laser CO_2, la génération se produit avec le laser Nd:YAG à l'interface époxy-carbone-époxy puisque l'épaisseur de la couche d'époxy en surface est de 25μm, tandis que la génération avec le CO_2 est uniquement une génération enfouie dans la couche d'époxy. Si la couche d'époxy à la surface était plus épaisse, les différences seraient plus marquées dans l'allure des signaux.

Un autre aspect à considérer est la directivité du rayonnement de l'intensité acoustique émise par une source thermoélastique et une source d'ablation. Dans le cas d'une génération thermoélastique, la source est comparable à des forces dipolaires tangentes à la surface (Rose L.R.F., 1984), tandis que pour une source d'ablation, elle est comparable à une force monopolaire normale à la surface. Les diagrammes de directivité sont donc différents. La figure 4.1 illustre l'influence du type de génération sur les diagrammes de directivité.



a) Diagrammes de directivité d'une source thermoélastique ponctuelle



b) Diagrammes de directivité d'une source ablative ponctuelle.

Figure 4.1 Diagrammes de directivité a) d'une source thermoélastique ponctuelle et b) d'une source ablative ponctuelle.

L'angle de 0° indiqué sur la figure 4.1 représente la normale à la surface de l'échantillon. On constate que dans la génération thermoélastique, si l'on prend l'image symétrique par rapport à 0°, on a deux lobes présents et le rayonnement des ondes longitudinales selon la normale est nul. L'angle du rayonnement maximum dépend du rapport entre les vitesses longitudinales et transversales. Il est important de souligner que dans le cas d'une génération thermoélastique, la profondeur de pénétration optique joue un rôle important dans la directivité des ondes (Dubois M., 1994). Plus la profondeur de

pénétration optique est élevée, plus la génération sera contrainte et l'amplitude du dipôle normal à la surface de l'échantillon important. Par conséquent, on peut s'attendre à voir le diagramme de directivité modifié en fonction de la profondeur de pénétration optique. Le maximum d'amplitude du lobe tend à se diriger vers la normale de la surface de l'échantillon au fur et à mesure que la profondeur de pénétration optique augmente. De plus, dans la génération thermoélastique, l'intensité des ondes transversales émises par une source ponctuelle est plus importante que l'intensité des ondes longitudinales émises. Pour une génération en régime d'ablation, il est important de considérer l'intensité du monopôle ou de la force de recul. En effet, au seuil du régime d'ablation, le régime thermoélastique joue encore un rôle dans la génération. Si on augmente la densité de puissance graduellement, on constate que l'amplitude du déplacement longitudinal augmente tandis que l'amplitude du déplacement transversal diminue. L'amplitude du déplacement longitudinal passe par un maximum avant de redescendre. Ce phénomène est causé par un certain seuil de plasma qui crée un effet d'écran, bloquant une partie du rayonnement laser incident. Notons que le maximum d'énergie pour les ondes longitudinales correspond à la normale à la surface. Cette répartition est symétrique mais non isotrope.

4.2 Signaux 1D face avant (CO_2 et Nd:YAG)

Dans cette section nous présentons les signaux obtenus à partir d'une génération 1D (faisceau de génération étendu) en face avant. Nous débutons la section en insistant sur les deux techniques expérimentales utilisées pour la détection : l'interféromètre optique confocal Fabry-Perot et l'interféromètre hétérodyne Michelson. Avec ces techniques de détection, seront respectivement utilisés pour la génération, les lasers TEA CO_2 et Nd:YAG. L'étude théorique présentée ainsi que la description des montages sont brèves, particulièrement dans le cas du laser TEA CO_2, le lecteur désirant plus d'information pourait consulter la référence proposée (Monchalin J.-P. et al., 1986). Les différences

majeures entre les deux manipulations : type de détection et lasers de génération, influencent grandement l'allure des signaux captés. Nous allons tenter d'expliquer la provenance de ces différences.

4.2.1 *Interféromètre confocal Fabry-Perot*

Les interféromètres Fabry-Perot sont couramment utilisés dans l'industrie et dans les milieux de recherches. Ces interféromètres ont des avantages indéniables par rapport aux interféromètres hétérodynes. Les interféromètres Fabry-Perot sont moins sensibles à l'état de surface que les interféromètres hétérodynes. Cependant, dans le cas de recherches dans les laboratoires, un réglage convenable mais fastidieux de l'interféromètre hétérodyne permet des mesures fiables et absolues du déplacement. Dans des applications industrielles (Monchalin J.-P. et al. 1988), cette technique est difficilement applicable (coûts en temps et réglages compliqués). Les mesures expérimentales avec l'interféromètre confocal Fabry-Perot ont été prises à l'Institut des Matériaux Industriels à Boucherville par M. Christian Néron. Dans nos manipulations, le laser de génération est un TEA CO_2 et le laser sonde un Nd:YAG. La génération et la détection se font sur la même surface. La génération est unidimensionnelle. À cette fin, une lentille divergente est placée sur le parcours du faisceau de génération pour étendre la tâche. La poussée est alors normale à la surface de l'échantillon ainsi que le déplacement qui en résulte. Nous ne présentons dans cette sous-section que les principales caractéristiques d'un interféromètre confocal Fabry-Perot. Le lecteur pourra consulter les références proposées pour plus d'information concernant ce type de sonde (Monchalin J.-P. et al., 1986 ; Shan Q., 1996).

Le fonctionnement de l'interféromètre confocal Fabry-Perot est basé sur les principes de l'interférométrie par délai de temps. Ce principe repose sur le décalage en fréquence imposé au faisceau laser qui est réfléchi par la surface en mouvement de l'échantillon

étudié. Ce décalage en fréquence par effet Doppler est causé par le mouvement extrêmement rapide de la surface étudiée qui réagit à l'arrivée des ondes ultrasonores.

La réponse de l'interféromètre est directement reliée à la fréquence optique. Il s'agit de sélectionner une fréquence optique telle que la réponse de l'interféromètre soit très sensible à une variation de cette fréquence optique (ou vice versa). Comme précédemment indiqué, cette variation dans la fréquence optique sera causée par le déplacement rapide de la surface de l'échantillon. Par effet Doppler, le faisceau réfléchi sera légèrement décalé en fréquence. Ce décalage se traduit par une différence en intensité dans la réponse de l'interféromètre.

La réponse de l'interféromètre dépend principalement de la position des miroirs et de leurs caractéristiques. Dans le cas d'un interféromètre confocal, les foyers des deux miroirs sont confondus au centre de la cavité pour que les faisceaux collectés par le détecteur interfèrent de façon constructive pour maximiser le signal de sortie. Un des avantages de ce dispositif est la possibilité de sélectionner une fréquence optique désirée en faisant varier la réflectivité des miroirs. De la sorte, on peut ajuster le système pour qu'il ait une grande sensibilité autour de la fréquence optique du laser sonde, dans notre cas un Nd:YAG. Notons de plus que l'amplitude du signal à la sortie est indépendante de l'intensité de la lumière reçue par le Fabry-Perot (Monchalin et al. 1986).

4.2.2 *Interféromètre hétérodyne Michelson*

Cette sous-section porte sur l'interféromètre de Michelson avec hétérodynage que nous possédons au Laboratoire Laser-Ultrasons à l'École Polytechnique de Montréal. Nous allons insister sur ce type d'interféromètre, car il s'agit de l'interféromètre avec lequel toutes les manipulations 1D et 2D avec le laser de génération Nd:YAG ont été effectuées. En effet, en plus d'utiliser les résultats 1D obtenus avec cet interféromètre

afin de les comparer avec les résultats obtenus avec le Fabry-Perot, nous analysons à la section 4.3 les résultats 2D pour déterminer les constantes d'élasticité du composite DAS-1-A.

Le principe de l'interféromètre de Michelson consiste à faire interférer une onde réfléchie par la surface de l'échantillon et une onde de référence. Le système est dit hétérodyne car un des deux faisceaux est décalé en fréquence à l'aide d'une cellule de Bragg. Nous utilisons au laboratoire les sondes OP-35-I/O et OP-35-I d'UltraOptec. Ce projet s'intéresse à un montage tout optique caractérisé par trois composantes principales : premièrement, le laser pulsé (Nd:YAG) qui fournit l'énergie nécessaire à la génération d'une source ultrasonore dans le matériau étudié ; deuxièmement, l'appareillage optique, qui englobe le système de focalisation et de translation du faisceau de génération ; en dernier lieu, le système de détection. Le montage pour la génération et la détection est illustré à la figure 4.2. Le laser de génération est donc un laser Nd:YAG. Les systèmes de translation et de focalisation sont employés pour ajuster le montage afin d'obtenir les résultats les plus révélateurs possibles. Le système de détection est composé d'une sonde hétérodyne, d'un démodulateur et d'une photodiode de déclenchement qui synchronise le déclenchement de l'oscilloscope qui enregistre les signaux. Dans les prochaines pages, nous allons présenter en détail chaque composante utilisée dans le montage.

Le laser Nd:YAG disponible au laboratoire est un laser impulsionnel Q-switch *Spectron SI-801* composé d'un oscillateur et d'un amplificateur, ce laser peut être doublé ou quadruplé. Il émet à 1064 nm et la durée de l'impulsion à mi-hauteur est de 15 ns. À l'aide d'un diaphragme circulaire introduit dans la cavité, on peut sélectionner le mode de fonctionnement du laser (mono ou multimode). En monomode, les impulsions peuvent atteindre 100mJ pour des rayons de gaussienne de 0,9 mm. En multimode, l'énergie est supérieure, soit environ 400 mJ, mais la distribution est plus étendue et atteint 6mm. Pour nos mesures, nous utiliserons le mode multimode afin de générer avec plus de

puissance. Dans le cas de nos mesures 1D, le faisceau laser est divergeant et atteint un rayon de 10 mm. Les mesures 2D pour le régime thermoélastique sont prises avec un faisceau de rayon à 1/e de 2 mm pour une énergie de 10 mJ.

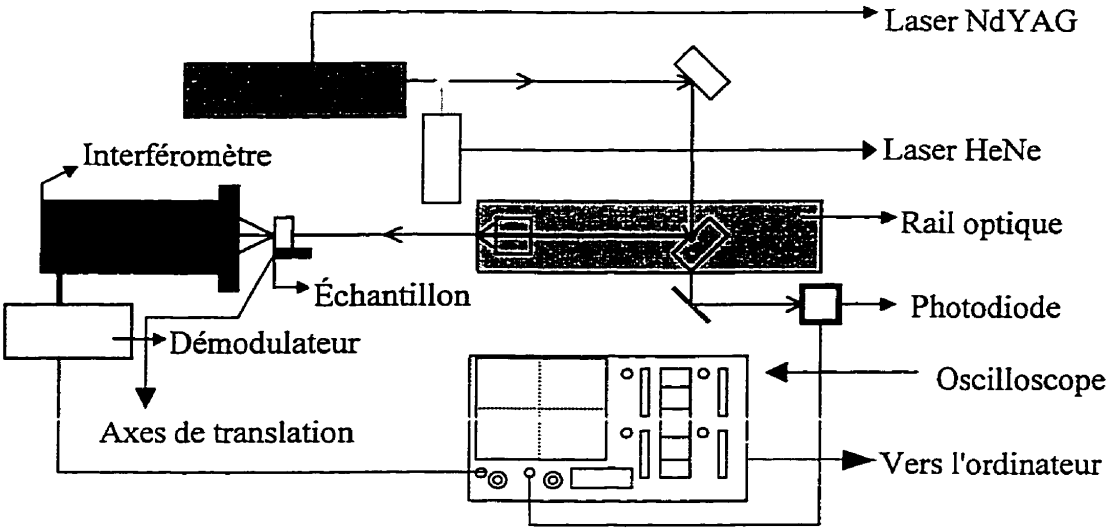


Figure 4.2 Le montage expérimental pour la génération avec le laser Nd:YAG avec la sonde interférométrique hétérodyne.

Pour le régime d'ablation, la surface de l'échantillon est placée au point focal d'une lentille convergente pour une énergie de 15 mJ. L'énergie de l'impulsion est réglée grâce au contrôle du voltage aux bornes de la lampe flash et d'un filtre optique placé sur le parcours du faisceau de génération. Il est important de bien maîtriser l'énergie de l'impulsion, car certains matériaux possèdent des seuils d'endommagement différents. Il est critique de ne pas trop pulvériser notre échantillon. On entend par "trop pulvériser" une génération ablative qui modifie tellement la surface de l'échantillon qu'elle fait varier l'épaisseur de ce dernier de façon telle que les temps de parcourt des ondes à travers cette variation d'épaisseur soient non-négligeables par rapport à notre échantillonnage temporel. En effet, un moyennage est alors impossible si l'épaisseur du matériau varie coup après coup. Il y a par contre une limite minimum acceptable dans le réglage de la puissance incidente du laser. En effet, en régime thermoélastique,

l'amplitude des signaux n'est pas assez importante et on ne peut pas distinguer clairement l'arrivée des ondes. De plus, on constate qu'une baisse de la tension aux bornes de la lampe provoque un étirement de l'impulsion dans le temps. Le profil temporel est modifié et, par conséquent, l'analyse des résultats change aussi. Dans nos expériences en régime d'ablation, on peut estimer que la largeur de l'impulsion est constante.

La fréquence de répétition des impulsions laser est aussi une variable à optimiser. Ce taux de répétition peut varier de 0.1 Hz à 50 Hz par pas de 0.1Hz. Il est important de considérer qu'une augmentation de la fréquence peut venir réchauffer et modifier la réponse thermique de la surface de l'échantillon étudié. On doit sélectionner une fréquence assez basse pour ne pas provoquer des augmentations indésirables de température, mais suffisamment élevée pour ne pas ralentir le procédé de la prise de mesure. Les mesures en régime thermoélastique ont été prises à une fréquence de 6 Hz.

Les deux systèmes de translation sont utilisés pour maximiser le rapport signal/bruit et pour étudier l'anisotropie de notre échantillon (génération 2D). Avant de débuter les prises de mesure, il est nécessaire d'aligner le faisceau du laser Nd:YAG. Pour ce faire, nous avons utilisé un laser HeNe, car le Nd:YAG n'est pas visible. Nous avons donc ajusté le positionnement des différents miroirs pour obtenir une superposition des deux faisceaux. Le premier système de translation nous permet de faire varier la position du point d'incidence du Nd:YAG sur le spécimen. Cette variation est nécessaire pour analyser la propagation des ondes mécaniques dans les matériaux étudiés. En effet, on constate qu'il est possible de tirer des informations très pertinentes en faisant varier le point d'impact et en observant les répercussions de ce changement sur les signaux reçus par la sonde interférométrique. Cette variation du point de génération a servi pour balayer différents angles dans les mesures 2D pour extraire les temps d'arrivée des ondes de volume. De plus, l'échantillon est disposé sur le second système de translation possédant trois axes. Ce système est fort utile pour sélectionner un point que l'on dit

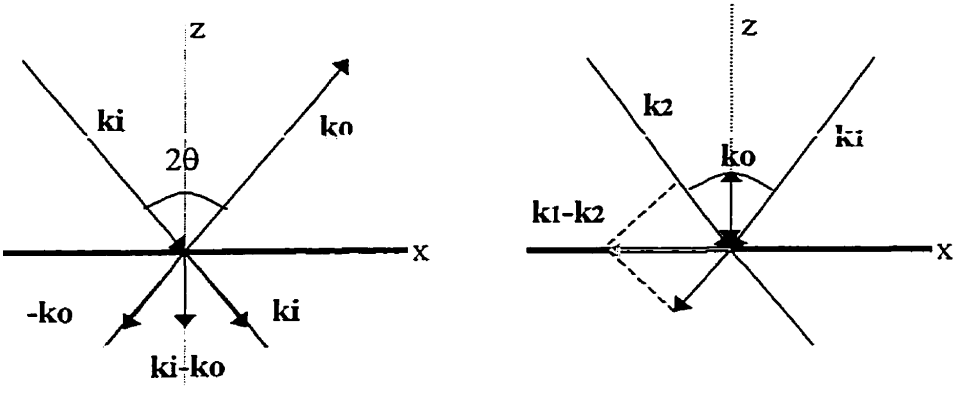
"sympathique" où la qualité du signal est optimisée pour la détection. Notons que le point de détection est fixe une fois le point sympathique localisé.

Basée sur l'interférométrie à deux ondes, la sonde OP-35-I/O utilisée au laboratoire possède deux modes de fonctionnement, un autorisant la mesure des déplacements normaux à la surface de l'échantillon et l'autre autorisant la mesure des déplacements parallèles. La sonde OP-35-O d'UltraOptec a aussi été utilisée mais uniquement dans le cadre de mesures des déplacements normaux. Un circuit de démodulation électronique produit une sortie proportionnelle au déplacement observé. On utilise un laser Nd:YAG doublé (532 nm) pour la détection.

Dans les pages qui suivent, nous allons présenter le mode de fonctionnement de la sonde pour les deux configurations de détection. Ensuite, nous expliquons brièvement le fonctionnement du contrôleur électronique qui traite le signal envoyé par la sonde.

Considérons Δ, une variation de trajet optique entre le faisceau source et référence, causée par un déplacement $\delta\mathbf{r}$ d'une surface. Dans la configuration de mesure des déplacements normaux, l'onde réfléchie selon $\mathbf{k_0}$ (figure 4.3) interfère avec une onde référence qui n'a pas été modifiée par le parcours optique. Dans l'hypothèse des ondes planes, nous avons la relation $\delta\Delta = \mathbf{k_i} \cdot \delta\mathbf{r} - \mathbf{k_0} \cdot \delta\mathbf{r} = (\mathbf{k_i} - \mathbf{k_o})\ \delta\mathbf{r}$ où $\mathbf{k_i}$ est le vecteur-onde incident et $\mathbf{k_o}$ celui de l'onde réfléchie qui interférera avec l'onde de référence. Nous avons donc la relation ; $\delta\Delta = (\mathbf{k_i} - \mathbf{k_o})\ \delta\mathbf{r} = 2k\cos\theta\delta z$. La différence du chemin optique entre les deux faisceaux, réfléchie et de référence, est donc proportionnelle à la composante selon z du déplacement de la surface. Dans cette configuration, le système n'est pas sensible aux déplacements selon x, donc dans le plan de la surface auscultée. En effet, pour les déplacements dans le plan, les vecteurs $\mathbf{k_i}$ et $\mathbf{k_0}$ sont symétriques et par conséquent la différence des composantes selon x des vecteurs $\mathbf{k_i}$ et $\mathbf{k_0}$ est nulle.

Dans la configuration de mesure des déplacements dans le plan, les deux faisceaux qui ont un décalage fréquentiel de 40MHz causé par la cellule de Bragg et une séparation angulaire de 75^0, se rejoignent à la surface de l'échantillon au point de détection. Considérons les deux faisceaux incidents $\mathbf{k}_1$ et $\mathbf{k}_2$ et leur interférence résultant des speckles détectés selon $\mathbf{k}_o$ (figure 4.3). Dans ce cas, nous avons la relation suivante : $\delta\Delta = (\mathbf{k}_1 - \mathbf{k}_o)\,\delta\mathbf{r} - (\mathbf{k}_2 - \mathbf{k}_o)\,\delta\mathbf{r} = (\mathbf{k}_1 - \mathbf{k}_2)\,\delta\mathbf{r} = 2k\sin\theta\delta x$. . La différence du chemin optique est donc proportionnelle à la composante selon x du déplacement de la surface. Cette relation nous démontre l'insensibilité du signal détecté aux déplacements normaux.



a) Mode de déplacements normaux b) Mode de déplacements parallèles

Figure 4.3 Schéma du plan d'incidence.

À l'aide d'un système de démodulation électronique, le déplacement de la surface est déduit de l'intensité mesurée par la photodiode. Ce système est présenté à la figure 4.4. Le mélangeur reçoit un signal amplifié de la sonde interférométrique. Ce signal est combiné au signal généré par le VCO (*Voltage Controlled Oscillator*) à 40 MHz. Par une boucle de rétroaction, la fréquence du VCO est ajustée au signal provenant du détecteur et bloque tout signal continu. Le mélangeur de fréquence, qui est composé d'un amplificateur de gain et d'un atténuateur contrôlant le voltage, collecte deux signaux

d'entrée : le signal amplifié par la sonde interférométrique et le signal généré par le VCO.

Considérons les deux signaux d'entrée de tension vx et vy. En électronique linéaire, la tension de sortie serait égale à vo = Avi, où A représente le gain et vi = vx + vy. Par contre, en électronique non-linéaire, lorsque soumis à des signaux dans le domaine des radiofréquences, la sortie égale vo = Avi + Bvi ^{2}. Nous avons : vo = Avi + Bvi^2 = A(vx+vy) + B(vx +vy)^2 = {Avx+Bvx^2}+ {Avy + Bvy^2} + {2Bvxvy}. On constate une sortie fonction uniquement du signal x et une sortie fonction uniquement du signal y. De plus on observe un phénomène non présent en électronique linéaire : un produit croisé. Il est démontré (Malvino A.P., 1993) que le produit croisé peut être décomposé en fonction des deux composantes, une équivalente à une différence fx-fy et l'autre équivalente à une somme fx+fy.

Les basses fréquences sont éliminées par la boucle de rétroaction. Il reste alors la fondamentale amplifiée et une harmonique. L'addition des fréquences est éliminée à son tour par le filtre passe-bas à 40 MHz. On a alors rejeté l'addition des deux fréquences et on collecte un signal proportionnel au déplacement, c'est-à-dire (fx-fy) (Monchalin J.-P., 1989 ; Royer D. 1992).

Comme dans toute étude expérimentale, des erreurs sont causées par le montage. La résolution de la sonde est de 0.63Å/mV dans le mode normal et 0.82Å/mV dans le mode parallèle. On constate qu'un bruit de quelques mV vient perturber la qualité du signal. Dans le meilleur des cas, le bruit atteint 20 mV dans le mode normal et 40 mV dans le mode parallèle. Par conséquent, le niveau de bruit équivaut à des amplitudes de déplacement de 1.3 nm et de 3.3 nm respectivement dans les modes normal et parallèle. Il est donc nécessaire de traiter le signal. Étant donné la grande reproductibilité des résultats, le moyennage des signaux convient particulièrement.

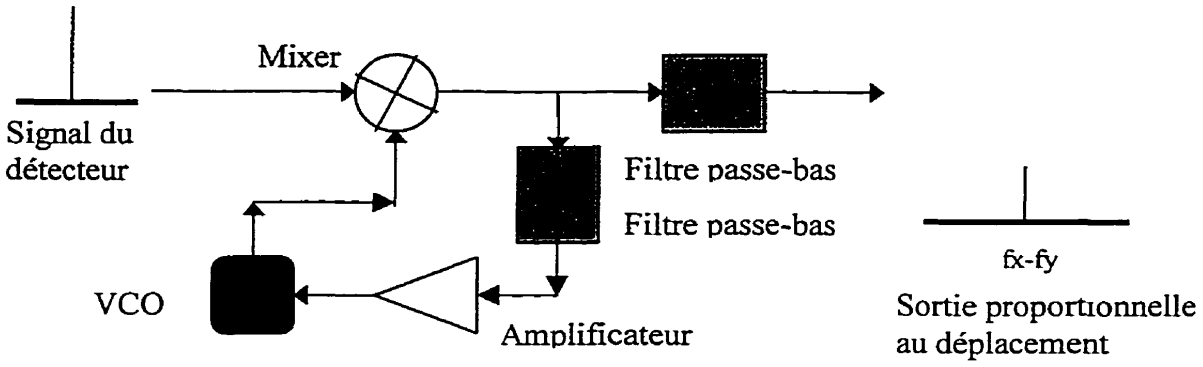


Figure 4.4 Schéma du contrôleur électronique.

Le bruit est diminué d'un facteur $\sqrt{N}$ où N est le nombre de mesures prises. Dans le régime thermoélastique, en mode normal, nous avons échantillonné 500 mesures par analyse, ce qui réduit le bruit par un facteur multiplicatif de 0.045, équivalent à des déplacements d'environ 0.6Å. Dans le mode parallèle, nous avons échantillonné 1000 mesures par analyse, ce qui réduit le bruit par un facteur multiplicatif de 0.032, équivalent à des déplacements d'environ 1.0 Å dans les meilleurs cas. Dans le cas des mesures en régime d'ablation, il a été nécessaire de réduire considérablement le nombre de mesures, car on ne tardait pas à modifier irrémédiablement la surface de l'échantillon. Dans les modes normaux et parallèles, nous avons échantillonné 50 mesures par analyse, ce qui réduit le bruit par un facteur multiplicatif de 0.14, équivalent à des déplacements normaux d'environ 9 Å et 12 Å en déplacements parallèles.

4.2.3 *Présentation et analyse des résultats*

La figure 4.5 (page 89) présente les amplitudes des signaux recueillis avec le Fabry-Perot et le Michelson, suite aux mesures 1D en face avant effectuées sur l'échantillon DAS-1-A avec et sans peinture. Nous pouvons noter que pour les deux types de génération (Nd:YAG et CO_2), les signaux captés sur la face peinturée de l'échantillon

sont moins bruités et possèdent des discontinuités plus importantes. La différence provient-elle de la génération ou de la détection? Cette question est compliquée par le fait que dans les mesures 1D la détection et la génération sont effectuées sur la même surface. Notons que nous avons considéré le fait que le contenu spectral puisse être différent selon le lieu de génération, mais nous avons aussi généré sur le verso de l'échantillon et détecté les déplacements sur la face avant avec et sans peinture. Les mêmes observations ont été déduites, à savoir que les signaux détectés sur la peinture étaient moins bruités et les amplitudes des déplacements plus grandes.

4.2.3.1 Cause de la différence dans la qualité et l'allure des signaux

Il est important, pour être en mesure de répondre à cette question, de considérer les profondeurs de pénétration optique dans la peinture et dans l'époxy aux longueurs d'ondes des lasers Nd:YAG et CO_2. Au chapitre 3, nous avions déterminé des profondeurs de pénétration optique de 5 μm et de 12 μm à la longueur d'onde du laser CO_2 pour respectivement l'échantillon DAS-1-A avec et sans peinture. À la longueur d'onde du laser Nd:YAG, nous avons considéré la peinture blanche du DAS-1-A opaque. La couche d'époxy est complètement transparente. Donc, sans la pellicule de peinture, l'énergie est totalement absorbée à l'interface époxy-carbone-époxy à 25 μm sous la surface. Par conséquent, dans les deux cas (Nd:YAG et CO_2) la profondeur de pénétration optique est plus importante dans l'époxy que dans la peinture. Dans le but de déterminer la cause de la différence dans la qualité des signaux, fondons une analyse sur une question à deux volets : est-ce la qualité de la réflexion lors de la détection, le lieu de génération ou les deux qui influencent la qualité du résultat? Nous allons, à partir des profondeurs de pénétration optique, tenter d'expliquer la différence dans la qualité des signaux pour les deux types de génération.

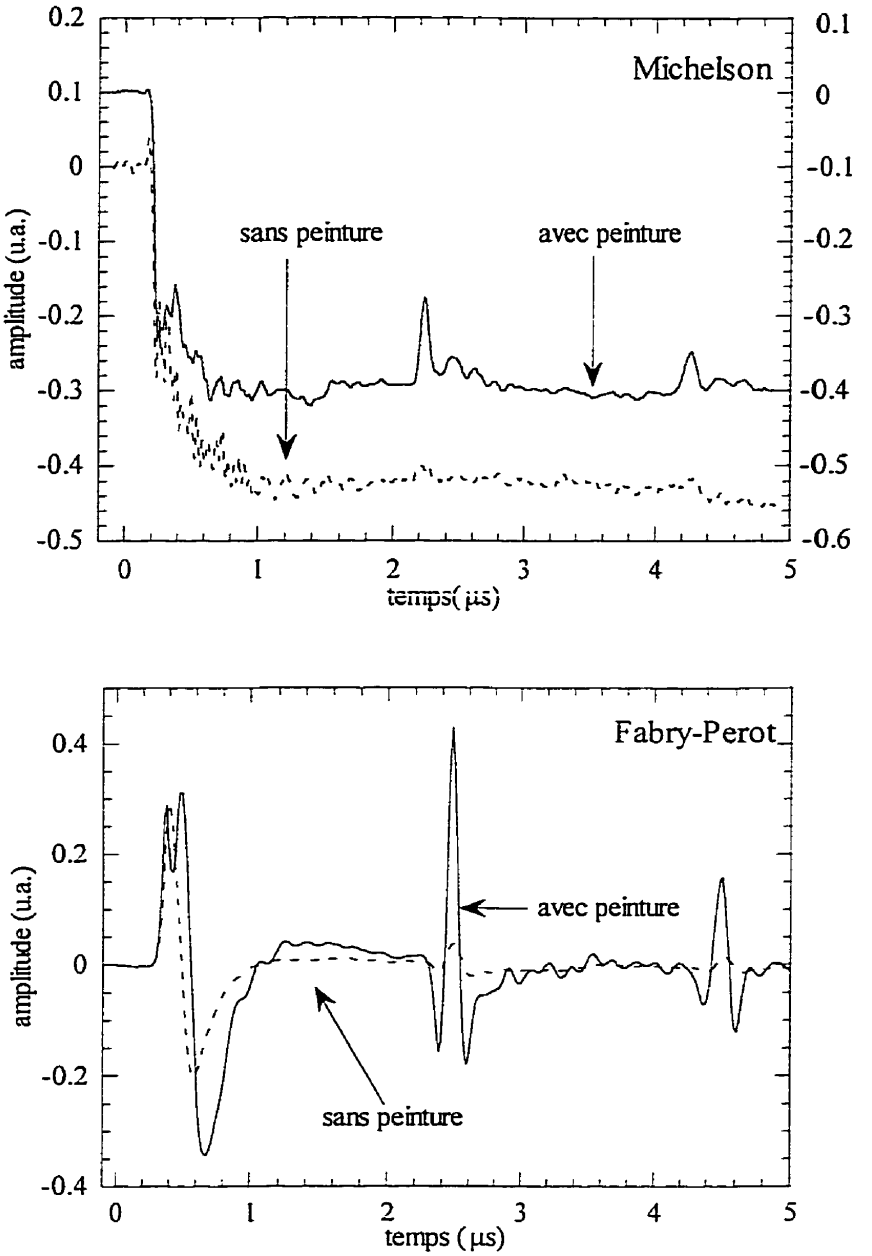


Figure 4.5 Amplitudes des signaux générés avec les lasers TEA CO_2 et Nd:YAG et détectés respectivement avec les sondes Fabry-Perot et Michelson sur l'échantillon DAS-1-A avec et sans la pellicule de peinture. Le signal obtenu avec peinture et détecté avec le Michelson a été décalé de 0.1 u.a. pour plus de clarté.

En premier lieu, considérons la propagation dans les différentes couches. Nous observons que l'échantillon qui possède une couche supplémentaire (pellicule de peinture) offre un signal plus important et clair. Le problème n'est donc pas lié à un phénomène d'atténuation causée par les impédances acoustiques entre les couches. En effet, pour les deux échantillons provenant du même matériau, si le problème était lié à une rupture d'impédance entre la couche de peinture et le composite, les amplitudes dans le signal obtenu avec la couche de peinture auraient été moindres. La propagation est donc écartée pour expliquer la différence entre les deux signaux.

On a indiqué que le lieu de génération était différent selon la présence ou non de la pellicule de peinture. Plus la génération est enfouie, plus elle entraîne des pics de déplacements larges et avec des amplitudes importantes. Notons que le terme enfoui n'est pas synonyme de la profondeur à laquelle se situe la source, mais de l'étendue spatiale dans laquelle se produit l'absorption de chaleur. Ainsi, on considère que la source acoustique générée avec le laser Nd:YAG dans la couche de peinture est plus enfouie que sans la couche de peinture. Dans ce dernier cas, l'absorption de chaleur s'effectue à 25 μm sous la surface dans une étendue spatiale de quelques micromètres dans le carbone-époxy. Dans ces conditions, les amplitudes des pics pour une génération dans la peinture doivent être plus importantes que pour une génération sans la peinture. C'est effectivement ce que semble indiquer la figure 4.5. La même remarque est valable pour le laser CO_2. En conclusion, le lieu de génération explique en partie les différences entre les signaux.

Notons de plus que le coefficient de dilatation thermique de la peinture est probablement bien plus élevé que celui du carbone. Or, la dilatation thermique du matériau est un facteur très important dans la génération d'ultrasons. Étant donné que ce coefficient est très petit (voire même négatif) dans le cas du carbone, on comprend bien pourquoi la génération est plus efficace dans la pellicule de peinture. Lorsqu'on génère sans la

pellicule de peinture, l'énergie est absorbée uniquement par les fibres de carbone à 25 µm sous la surface de l'échantillon. Le carbone étant un corps noir, l'absorption est très importante.

Étant donné que le coefficient de dilatation thermique du carbone est très petit, l'expansion de la fibre ne contribue que très peu à la génération d'ultrasons et c'est principalement l'expansion thermique de l'époxy qui contribue à la génération d'ondes ultrasonores. La résistance thermique d'interface entre les fibres et la matrice d'époxy est élevée, ce qui réduit l'efficacité de la génération.

Un autre point reste à être éclairci, l'influence de la surface sur la détection. À cette fin, nous avons effectué une série de mesures avec le laser de génération Nd:YAG et la sonde interférométrique hétérodyne. Pour ces mesures, le lieu de génération est toujours l'époxy et la détection est effectuée en face arrière sur la couche d'époxy, la pellicule de peinture et une couche mince d'aluminium. Ces résultats sont présentés à la figure 4.6.

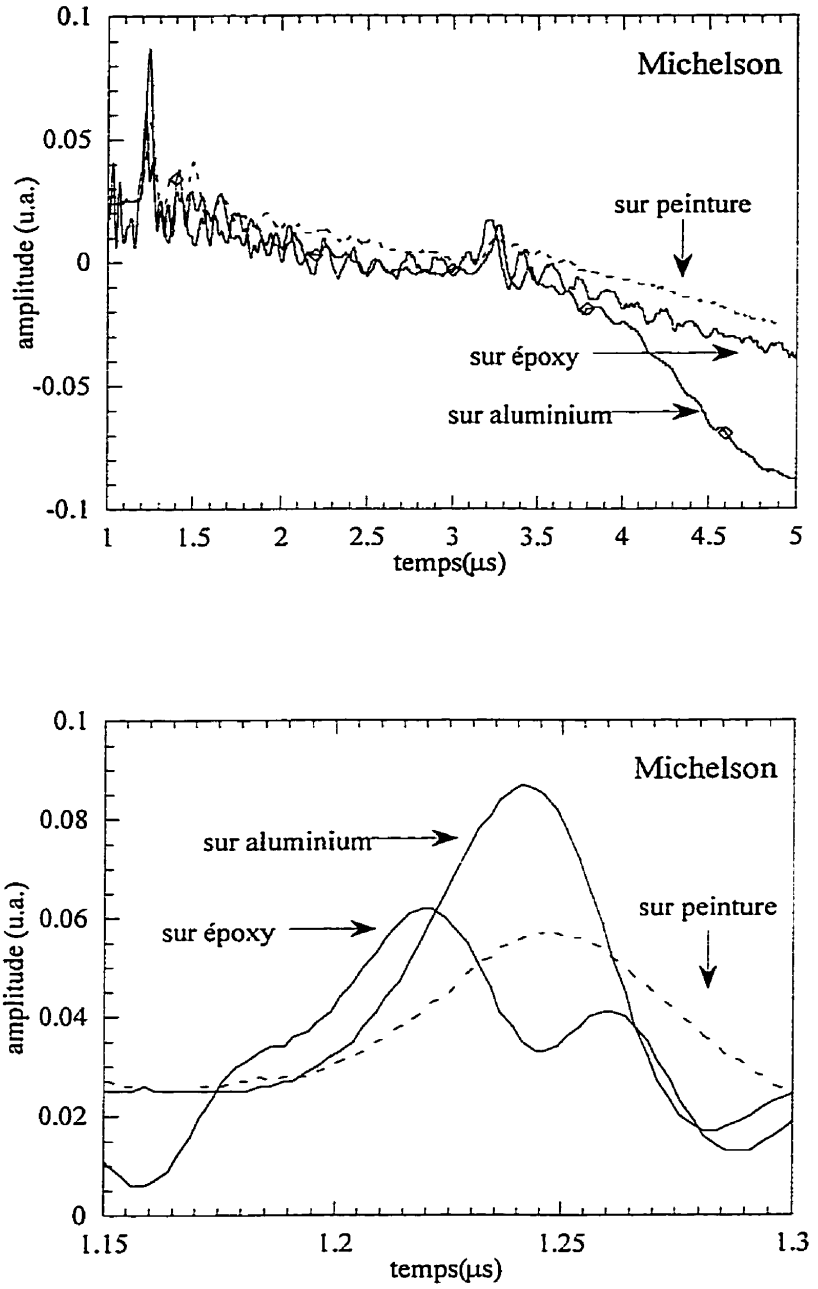


Figure 4.6 Déplacements normaux de la surface obtenus pour une génération sur le carbone-époxy en face opposée et une détection sur une fine couche d'aluminium, sur la pellicule de peinture et sur l'époxy. La seconde figure est un agrandissement de la première autour de l'arrivée du précurseur.

On voit clairement que la qualité des signaux est fonction de la surface sondée. Ainsi les signaux détectés sur la surface d'aluminium sont moins bruités que ceux sur la pellicule de peinture qui eux-mêmes sont moins bruités que ceux sur l'époxy. Ceci est normal car la réflectivité sur ces trois surfaces est différente. On remarque cependant qu'avec cet interféromètre, il est possible de travailler à même la face du composite. On peut soulever une autre question : est-ce que la surface sondée peut influencer les amplitudes des déplacements mesurés.

Théoriquement, dans la zone de calibration, le circuit électronique ne devrait pas donner un résultat différent en amplitude pour un même déplacement de surface en fonction du coefficient de réflexion de cette dernière. Si une surface réfléchie mieux qu'une autre, mais subit un même déplacement, le résultat final à la sortie devrait être semblable. Par contre, un paramètre très important est la phase du signal. C'est la phase du signal réfléchi qui sert à traduire l'amplitude des déplacements. Or, sur l'époxy, une portion du faisceau de détection pénètre la fine couche d'époxy et est réfléchie par l'interface carbone-époxy. Le système capte donc deux réflexions qui sont légèrement déphasées. Sans être en mesure de donner une valeur quantitative aux coefficients de réflexion, il est aisé de concevoir la présence d'une double réflexion. D'ailleurs, dans d'autres manipulations expérimentales effectuées au laboratoire sur des verres déposés sur des substrats d'aluminium, cette double réflexion était présente. Le problème de phase ne survenait pas car, compte tenu de l'épaisseur des verres (quelques millimètres), le faisceau sonde n'était plus focalisé à la deuxième réflexion et ne participait plus au signal. Dans notre cas, l'épaisseur de l'époxy est d'environ 25 μm, assez pour ne pas permettre une défocalisation du faisceau sonde, mais suffisante pour modifier la phase. Le système de détection fait alors interférer deux faisceaux réfléchis légèrement déphasés avec le faisceau référence. Par conséquent, la qualité du signal peut être détériorée. Dans ces conditions, on peut alors se demander si la surface de détection peut influencer l'amplitude des signaux détectés. Sur la figure 4.6 et plus précisément sur

l'agrandissement autour du précurseur, on constate quelques différences d'amplitude selon la surface de détection alors que la génération est identique pour les trois cas présentés. Cependant, à la vue de ce résultat, on ne peut pas tirer de conclusions. En effet, les différences entre les amplitudes sont très minimes et les niveaux de bruits très différents. Ces remarques sont de nature hypothétique et nous n'avons pas été en mesure de les valider expérimentalement. En conclusion, on a vu que le lieu de génération modifie les signaux, que le lieu de détection fait varier le niveau de bruit et qu'il pourrait aussi jouer un rôle sur l'allure des signaux.

4.2.3.2 Description de l'allure des signaux

L'allure des signaux sera maintenant le sujet de l'analyse. En plus de déterminer la constante d'élasticité (C_{11}) pour le substrat de carbone-époxy, nous allons décrire le comportement du matériau suite à l'absorption de l'impulsion laser. Considérons une épaisseur de 3.05 mm et une densité (ρ) de 1535 Kg/m^3. Le temps pris pour l'onde longitudinale pour effectuer un aller-retour est de 2 μs, ce qui correspond à une vitesse (v) de 3050 m/s. Grâce à la relation $\rho v^2=C$, nous sommes en mesure de déterminer la constante C_{11} qui est égale à 14.3 Gpa dans le composite.

Considérons les signaux générés avec le Nd:YAG (figure 4.5). Le faisceau de génération étant absorbé à l'interface carbone-époxy-époxy, soit à une profondeur de 25 μm dans l'échantillon, une poussée importante et localisée est créée à l'interface.

L'expansion thermique de l'échantillon est facilement identifiable par la descente rapide et marquée du signal. Suite à cette descente, on constate la présence d'un bruit important dont la provenance n'a pu être identifiée. De petites oscillations bruitées viennent traduire le caractère inhomogène du composite ainsi que la présence de couches. Les réflexions des ondes longitudinales sur les surfaces externes de l'échantillon sont

difficilement identifiables. Elles sont presque perdues dans les perturbations provenant du caractère inhomogène du composite. Dans le cas du même échantillon avec la pellicule de peinture et avec les mêmes conditions de détection (Michelson, Nd:YAG doublé), la décente rapide de la surface causée par l'expansion thermique est du même ordre de grandeur (figure 4.5). Le bruit est minime et on distingue clairement la présence d'une réflexion à 0.17 µs. Cette réflexion est aussi clairement visible dans le signal obtenu avec le Fabry-Perot et le laser CO_2. Si on considère que ce signal provient de la réflexion de l'onde à l'interface peinture-époxy, la vitesse de cette onde est de 882 m/s, ce qui est relativement petit pour une onde se propageant dans un solide. Cette vitesse n'est pas impossible. On enregistre en effet, des vitesses inférieures à 1000 m/s pour des matériaux mous, comme le plomb. Dans cette peinture, très visqueuse et peu rigide, le son peut très bien se propager à cette vitesse. Malheureusement, étant donné l'épaisseur de la pellicule de peinture et sa viscosité, il a été impossible d'analyser les résultats des mesures laser-ultrasons effectués sur la pellicule de peinture seule. On distingue sur ces résultats uniquement l'effet des modes propres de vibration de membranes. Nous n'avons pas de mesure de célérité dans la peinture. Notons que cette section est principalement qualitative et que les conclusions proposées mériteraient d'être étudiées plus en détail.

4.3 Signaux 2D face arrière (Nd:YAG)

Le but de la section précédente était de déterminer de façon qualitative la raison pour laquelle l'amplitude des signaux est plus importante lors de la détection et de la génération sur la pellicule de peinture pour une génération 1D. Cette section a un but plus quantitatif : déterminer les constantes d'élasticité du composite DAS-1-A. Les constantes d'élasticité de ce matériau impliquent une anisotropie des vitesses de propagation des ondes ultrasonores. Nous cherchons donc à visualiser et mesurer l'anisotropie des vitesses des ondes longitudinales et transversales par laser-ultrasons. Il

sera alors nécessaire d'utiliser une technique d'inversion pour déterminer les constantes d'élasticité du matériau à partir de ces mesures de vitesses.

Nous débutons cette section en présentant les grandes lignes théoriques nécessaires à la compréhension du problème ; ensuite, la méthode expérimentale et les résultats sont présentés et analysés ; l'analyse des résultats nous permettra de déterminer les constantes d'élasticité du matériau. Finalement, une conclusion viendra reprendre les principaux points de l'étude en insistant particulièrement sur les problèmes et difficultés survenues lors des manipulations.

4.3.1 *Méthode expérimentale et théorie*

À la section 4.1.1, nous avons présenté les aspects généraux de la propagation des ondes dans les solides. Dans cette section, nous insistons particulièrement sur les matériaux anisotropes. À cause de l'orientation des fibres dans les plis et à l'orientation de ces derniers dans le composite, les fronts d'ondes générés par impulsion laser sont plus complexes que les fronts d'ondes sphériques observés dans les matériaux isotropes. Grâce aux photographies, nous savons que notre échantillon est un multicouche croisé. On a conclu que le matériau composite était orthotrope. Il possède donc trois directions principales orthogonales entre elles. De plus, elles sont confondues avec les arêtes de l'échantillon qui se présente sous forme de plaque épaisse. À partir des images obtenues par microscopie optique, on en a déduit les deux directions principales, notées 2 et 3, qui sont parallèles à la surface. La troisième, notée 1, est normale à la surface du matériau.

Afin de présenter le problème, on se place dans un référentiel où l'origine est le point de détection. Les axes du référentiel notés 1,2,3, sont confondus avec respectivement les directions principales 1,2,3. L'axe 2 est parallèle aux fibres en surface et l'axe 3 perpendiculaire à ces dernières. Les mesures sont prises, en régime d'ablation et

thermoélastique, sur la face opposée. Afin de visualiser l'anisotropie des vitesses dans les plans principaux P12 et P13 qui sont les plans formés respectivement par les axes 1,2 et 1,3, le point d'impact du faisceau de génération balaie respectivement les axes 2 et 3. On effectue des mesures pour des angles, entre la normale à la surface et les directions d'observation, par incréments de 5° entre 0° à 60° (voir figure 4.7). Les directions d'observation étant les directions point de génération- point de détection.

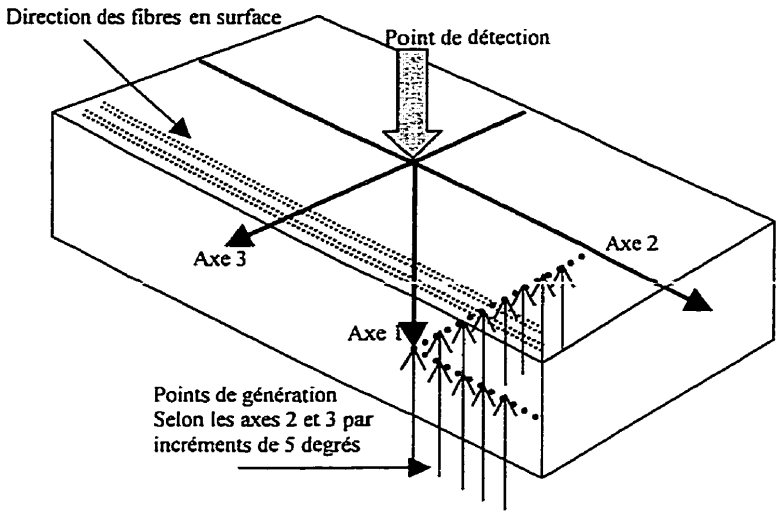


Figure 4.7 Géométrie de l'échantillon et système de cordonnées.

Les mesures des formes d'ondes sont prises en mode normal et parallèle. Il est nécessaire d'acquérir des résultats en mode parallèle, car les arrivées des ondes transverses sont difficilement identifiables lors des mesures en mode normal. Aucune étude, selon nos connaissances, n'a jusqu'à présent déterminé la matrice d'élasticité d'un matériau composite en considérant les temps d'arrivée des ondes longitudinales et transversales avec des résultats obtenus grâce à des mesures de déplacements en mode normal et parallèle. En ce sens, ce travail est innovateur. L'intérêt majeur d'avoir combiné des mesures en mode parallèle aux mesures en mode normal est un apport d'information qui se révèle être précieux pour la chronométrie des arrivées des ondes. Cette procédure est

d'autant plus appropriée que le matériau étudié est complexe, c'est-à-dire anisotrope, diffusant et possédant des inhomogénéités.

Les mesures dans les deux plans nous permettront de déterminer sept des neuf constantes d'élasticité du matériau. Le balayage du plan P12 nous permettra d'obtenir les constantes C_{11}, C_{12}, C_{22}, C_{66} et le balayage du plan P13 nous permettra d'obtenir les constantes C_{11}, C_{13}, C_{33}, C_{55}. Notons que les deux constantes C_{23} et C_{44} pourraient être déterminées à l'aide de mesures prises dans le troisième plan principal P23. Toutefois, l'épaisseur de l'échantillon est telle, qu'il nous est impossible d'effectuer des mesures correctes dans ce plan, cette dernière mesure a donc été écartée. Une autre alternative aurait été de balayer un plan non-principal (Bescond C. et al., à soumettre).

Deux principales difficultés proviennent de la nature expérimentale de l'étude : premièrement, l'identification des temps d'arrivée des ondes est complexe, deuxièmement le signal capté autorise une mesure de vitesse de groupe et non pas de vitesse de phase. Il faut alors résoudre le problème inverse par une méthode appropriée qui est différente de celles couramment employées pour l'inversion à partir de mesures des vitesses de phase et qui repose sur une formulation basée sur l'équation de Christoffel (Rokhlin S.I. et Wang W., 1992).

4.3.1.1 Problèmes expérimentaux liés à l'identification des temps d'arrivée

Différentes difficultés pour la résolution de ce problème apparaissent tant au point de vue de la génération que de la détection. La pellicule de peinture a une très faible tolérance à la chaleur : une génération laser, même légèrement focalisée, la fait immédiatement fondre. Par conséquent, la génération est effectuée sur la surface sans la couche de peinture. La surface du matériau est noire et légèrement rugueuse, rendant l'utilisation de l'interféromètre hétérodyne Michelson en mode normal difficile

(minimisation du bruit, rapport signal/bruit). De plus, la surface n'est pas assez rugueuse pour permettre la détection parallèle. Pour avoir un signal le moins bruité possible, il est nécessaire de détecter sur une fine couche d'aluminium (100 μm) collée avec de l'époxy sur la surface du composite. La couche d'aluminium est polie pour la détection des déplacements normaux et est sablée grossièrement pour la détection parallèle. Les impédances de la colle d'époxy et de l'époxy en surface sont presque identiques et l'épaisseur de la couche d'aluminium très faible. On ne cause donc pas des réflexions indésirées. Si nous avons choisi de travailler avec la couche d'aluminium, c'est pour augmenter le rapport signal sur bruit. Il est cependant possible de travailler à même la surface du composite avec cet interféromètre, comme le montre les signaux présentés précédemment en génération 1D. Un autre problème vient de la quantité d'information contenue dans les signaux. L'échantillon étant inhomogène, le signal, en plus des arrivées des ondes longitudinales et transversales qui ont traversé l'échantillon sans voir les inhomogénéités, contient toutes les multiréflexions sur les interfaces des plis. Il faut donc distinguer l'arrivée d'une onde longitudinale ou transversale de l'arrivée d'une multiréflexion. On entend par solide homogène un composite dont les dimensions d'un pli sont petites devant la longueur d'onde. Puisque le contenu spectral de la source est étendu, le matériau n'est donc inhomogène que pour certaines fréquences. Il est donc possible de mesurer des vitesses d'ondes de volume qui ont vu le matériau comme étant homogène. Dans ce travail, on mesure ces vitesses puisque l'on cherche à déterminer les propriétés du matériau et non des plis. On mesurera donc les propriétés mécaniques moyennes.

Pour la détermination des temps d'arrivée et par conséquent des vitesses de groupe, nous avons choisi de générer les ultrasons en régime d'ablation. Deux principales raisons ont guidé notre choix : tout d'abord afin d'avoir un maximum d'énergie dans le signal et ensuite afin d'utiliser une source quasi-ponctuelle. Si on avait utilisé le régime thermoélastique, une énergie importante dans le signal aurait nécessité une source spatialement étendue. Avec ce type de source, les discontinuités des formes d'ondes

relatives à l'arrivée des fronts d'ondes sont alors moins marquées. Ceci rend donc la chronométrie plus difficile. Pour pouvoir moyenner les signaux, il faut que la génération et la propagation soient reproductibles. On est donc limité à une génération en régime d'ablation faible pour ne pas trop modifier la surface et donc l'épaisseur de l'échantillon.

Pour identifier les temps d'arrivée, le signal analytique complexe a été utilisé (Ville, J., 1946). Le module de ce signal correspond à la densité d'énergie, ou puissance associée au déplacement mesuré. Cette méthode d'identification des temps d'arrivée par la densité d'énergie a été préférée à d'autres techniques telles que la mesure des maxima des signaux ou la mesure des maxima de la dérivée temporelle des signaux. C'est un choix que l'on s'est donné. Il n'est pas établi que cette technique donne une mesure plus précise des temps d'arrivée. En mesurant des maxima et des discontinuités dans la densité d'énergie du signal, nous pensons mesurer des temps associés à l'arrivée des ondes qui se propagent à des vitesses de groupe.

Un point important lié à la chronométrie que nous effectuons est que, contrairement aux mesures conventionnelles en immersion, il n'existe pas de mesure référence. Ainsi, il nous est impossible d'effectuer des corrélations entre un signal expérimental après propagation au sein du matériau et un signal de référence lorsqu'il n'y a pas eu propagation au sein du matériau, pour mesurer un décalage temporel et déterminer les vitesses de propagation pour différentes directions de propagation. Notons cependant que pour la forme d'onde recueillie à l'épicentre, une corrélation entre le signal associé à l'onde longitudinal et celui associé à sa multi-réflexion peut être effectuée afin de mesurer le temps de propagation de l'onde longitudinale dans la direction normale à la surface. Ceci n'autorise que la détermination d'une seule constante. La technique de chronométrie employée ici repose sur la détection de discontinuités qui sont associées à l'arrivée de différentes ondes. Pour effectuer des mesures précises de temps de propagation, il est donc nécessaire de déterminer l'origine du temps. Cette origine est affectée par l'appareillage de détection. De plus, compte tenu que nous cherchons à

détecter le maximum du signal analytique et que la durée de l'impulsion laser est non nulle, nous introduisons un décalage de l'origine. Notre origine du temps est obtenue à l'aide de l'analyse de la forme d'onde à l'épicentre d'un échantillon test ou de l'échantillon ausculté. Cette origine est obtenue en comparant les temps d'arrivée de l'onde longitudinale et de ses multi-réflexions. Ainsi, nous prenons en compte le décalage associé à l'électronique du système de détection et un décalage associé à notre chronométrie compte tenue de la durée d'impulsion. Ce point a été effectué pour notre échantillon avec une génération unidimensionnelle et une génération ponctuelle. De la même manière, une corrélation aurait pu être effectuée. Bien entendu, cette façon de procéder ne donne pas une mesure parfaite des temps d'arrivée. L'erreur introduite est certainement minime et du même ordre de grandeur que celle des erreurs expérimentales (épaisseur, localisation de l'épicentre, précision des angles, parallélisme de la plaque, masse volumique).

4.3.1.2 Problèmes théoriques liés à la détermination des constantes d'élasticité à partir des vitesses de groupes et aspects théoriques de la résolution du problème.

Tel qu'indiqué précédemment, le principal problème pour l'évaluation des constantes d'élasticité en laser-ultrasons est que la vitesse accessible expérimentalement est la vitesse de groupe et non la vitesse de phase. Contrairement aux vitesses de phase, il n'existe pas de relation directe et analytique reliant les vitesses de groupe et les constantes d'élasticité qui puisse être utilisée pour la résolution du problème inverse. Cette relation qui est l'équation de Christoffel est cependant applicable dans des configurations particulières où la vitesse de groupe est identique à la vitesse de phase. La détermination du tenseur d'élasticité par cette technique expérimentale et avec cette relation analytique nécessiterait que l'on mesure les vitesses dans des directions particulières. Cela implique que l'échantillon soit taillé selon ses directions principales (Kriz R.D. et Stinchcomb W.W., 1979). Des travaux ont été réalisés en ce sens au laboratoire Laser-Ultrasons de l'École Polytechnique au cours de la thèse de doctorat de Marc Dubois (Dubois M., 1994) pour caractériser un composite carbone-époxy. Cette

technique n'est pas non-destructive. Nous proposons ici de résoudre le problème inverse à partir de mesures de vitesses de groupe selon des directions principales et non-principales. À cette fin, nous utilisons une formulation analytique reliant les vitesses de groupe dans des directions quelconque aux constantes d'élasticité. Avant de présenter cette formulation et la résolution du problème inverse, quelques notions sur les vitesses de phase et les vitesses de groupe dans les matériaux anisotropes sont exposées.

Considérons la vitesse de groupe, la vitesse d'énergie et la vitesse de phase notées respectivement v_g, v_e et v_p. En l'absence d'atténuation, une hypothèse appliquée à notre cas, la vitesse de groupe égale la vitesse d'énergie. Nous pouvons, à partir des vitesses de phase, déterminer les vitesses de groupe par construction géométrique. La vitesse d'énergie (donc de groupe) est en tout point normale à la surface des lenteurs et la projection de la vitesse d'énergie sur la direction de propagation est égale à la vitesse de phase de l'onde plane : $v_g(\theta_g) = v_p(\theta_p)/\cos(\theta_p-\theta_g)$ (voir figure 4.8). Un phénomène particulier à l'acoustique est l'existence pour un même mode de propagation de plusieurs vitesses d'énergie dans une même direction. Ce phénomène provient du fait que la courbe des lenteurs de phase des ondes quasi-transversales peut posséder des points d'inflexion. Il existe alors plusieurs points de la courbe des lenteurs de phase possédant une même normale. La normale donnant la direction de l'énergie θ_g et puisque θ_p et $v_p(\theta_p)$ sont différents pour ces points de la courbe des lenteurs, il existera dans cette direction différentes valeurs de $v_g(\theta_g)$. Il apparaît alors sur les courbes des vitesses de groupe des ondes quasi-transversales une structure en forme de corne de croissant que l'on appelle communément la corne des vitesses de groupe ou corne des fronts d'ondes.

Ainsi la détermination de la vitesse d'énergie dans une direction nécessite la connaissance de la vitesse de phase pour toutes les directions de propagation dans le milieu anisotrope. La résolution du problème inverse que l'on veut résoudre est donc plus compliquée que celle à partir des mesures des vitesses de phase. En effet, le problème inverse doit tenir compte du lien entre vitesses de phase et vitesses de groupe.

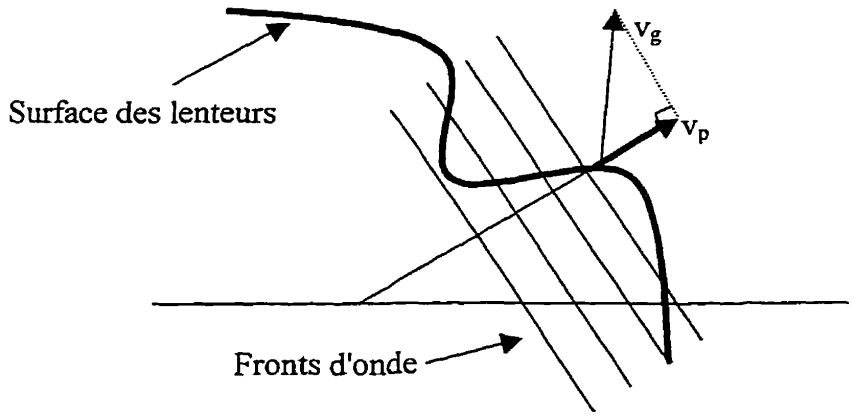


Figure 4.8 Illustration de la surface des lenteurs de phase et des vecteurs vitesses correspondants.

Plusieurs travaux proposent des techniques pour résoudre ce problème inverse (Every A.G. et al., 1990), mais la convergence de leur méthode est faible : il faut sélectionner des constantes d'élasticité initiales proches des valeurs optimales pour éviter la divergence de l'algorithme. De plus, les algorithmes de Every et Sanche ne peuvent pas prendre en considération les vitesses de groupe appartenant aux domaines angulaires de la corne. Or, ces vitesses possèdent énormément d'information sur l'anisotropie, donc sur les constantes d'élasticité. Nous devons alors utiliser une procédure ayant un haut degré de convergence et permettant de tenir compte des mesures dans la corne. La procédure retenue est celle développée par Deschamps et Bescond (Deschamps M., Bescond C., 1995 ; Bescond C., 1997). Nous allons brièvement expliquer cette méthode avant de présenter à la prochaine section, les résultats obtenus suite à son application.

La formulation du problème inverse est basée sur des considérations de la méthode de Cagniard-de Hoop. La réponse élastodynamique d'un demi-espace anisotrope est obtenue grâce à la méthode de Cagniard-de Hoop (de Hoop A.T., 1960), ce demi-espace subit une force provenant d'une source rectiligne. En utilisant le changement de variable

de de Hoop dans l'équation de Christoffel, on obtient une expression polynomiale qui est fonction du temps t, de la projection de lenteur de phase, p, sur la surface, de la matrice d'élasticité **C**, et de la direction d'observation θ_g :

$$F(\theta_g, t, \mathbf{C}, p) = 0 \tag{4.5}$$

Il est démontré (Deschamps M., Bescond C., 1995) qu'il est possible de construire une autre expression polynomiale :

$$\left.\frac{\partial F}{\partial p}\right|_{t_o} = G(\theta_g, t_o, C, p) = 0 \tag{4.6}$$

où t_o correspond à l'arrivée d'une onde acoustique qui s'est propagée à la vitesse de groupe dans la direction d'observation. On obtient alors une relation entre vitesse de groupe et constante d'élasticité qui se présente sous la forme d'un système formé de deux fonctionnelles F et G (équations 4.5 et 4.6). Ces deux fonctionnelles ont pour arguments la vitesse de groupe, l'angle d'observation, les composantes du tenseur d'élasticité et le paramètre p. Cette formulation analytique est décrite avec plus de détails dans les références (Deschamps M., Bescond C., 1995 ; Audoin B. et al., 1996, Bescond C., 1997). Dans ces références, la résolution du problème inverse est aussi présentée. Présentons cette résolution. Elle repose sur l'utilisation de la méthode itérative de Newton afin de minimiser la somme quadratique :

$$\sum_n = F(t_{on}^{\exp}, p_n, \mathbf{C}, \theta_n^{\exp})^2 \tag{4.7}$$

où n est un indice qui se réfère à chacune des mesures de temps d'arrivée $t_{on}^{\exp}$. L'exposant exp signifie qu'il s'agit d'une mesure expérimentale. Cette méthode itérative est appliquée pour rechercher les composantes optimales du tenseur d'élasticité **C**. Dans

cette méthode itérative, p_n est un paramètre qui est calculé à chaque itération et pour chaque point de mesure. Il est obtenu en recherchant le minimum de la somme quadratique :

$$F(t_{on}^{\exp}, p_n, \mathbf{C}, v_n^{\exp})^2 + G(t_{0n}^{\exp}, p_n, \mathbf{C}, v_n^{\exp})^2 \tag{4.8}$$

Ainsi, c'est effectivement le système de deux fonctionnelles qu'on minimise. Cette méthode itérative a une très bonne convergence. Les valeurs initiales de la matrice d'élasticité injectées dans le processus sont presque sans importance.

Cette recherche du paramètre p , revient à déterminer la composante sur la surface de la lenteur de phase de l'onde qui a pour vitesse de groupe $v_g^{\exp}$ dans la direction d'observation. Ceci est vrai pour un jeu de constantes données et donc pour le jeu issu d'une itération. Pour chaque vitesse de groupe, le paramètre p est unique. Ainsi, la prise en considération de mesures dans le domaine de la corne est possible.

4.3.2 *Présentation et analyse des résultats*

Les figures 4.10 et 4.11 présentent respectivement les déplacements normaux et tangentiels, en fonction du temps et de l'angle de collection. La génération est en régime d'ablation faible, la puissance incidente est de 15 mJ. La détection se fait sur la face opposée avec la sonde interférométrique hétérodyne Michelson. Le point de génération est déplacé suivant un axe déterminé (axe 2 ou 3) par incrément de 5 degrés (voir figure 4.9).

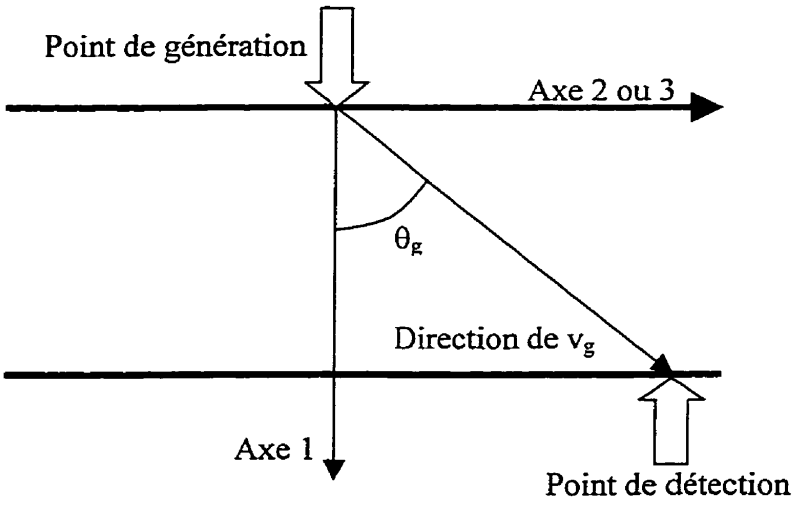


Figure 4.9 Illustration de la géométrie et de la position du point de détection et de génération

Les figures 4.10 et 4.11 sont divisées en deux pour illustrer la différence entre la détection à petits et grands angles. Sur la figure 4.10, qui présente les déplacements normaux à petits angles, on constate que l'arrivée de l'onde longitudinale est facilement identifiable. En effet, son amplitude est importante et son arrivée correspond à une discontinuité franche. Par contre, pour des angles plus élevés (figure 4.11), on constate que la localisation de l'arrivée des ondes longitudinales est moins évidente, l'amplitude du pic étant moins importante et sa forme plus évasée. On réalise toutefois que les arrivées des ondes transverses semblent mieux définies pour des angles plus élevés. Pour 30, 35 et 40 degrés, on constate une variation claire dans le signal aux temps 1.4, 1.5 et 1.6 μs, respectivement. On est en mesure de localiser l'arrivée de perturbations durant cette montée. La localisation de ces perturbations est beaucoup plus facile si on observe la figure 4.11 qui illustre les déplacements tangentiels en fonction du temps et de l'angle de collection.

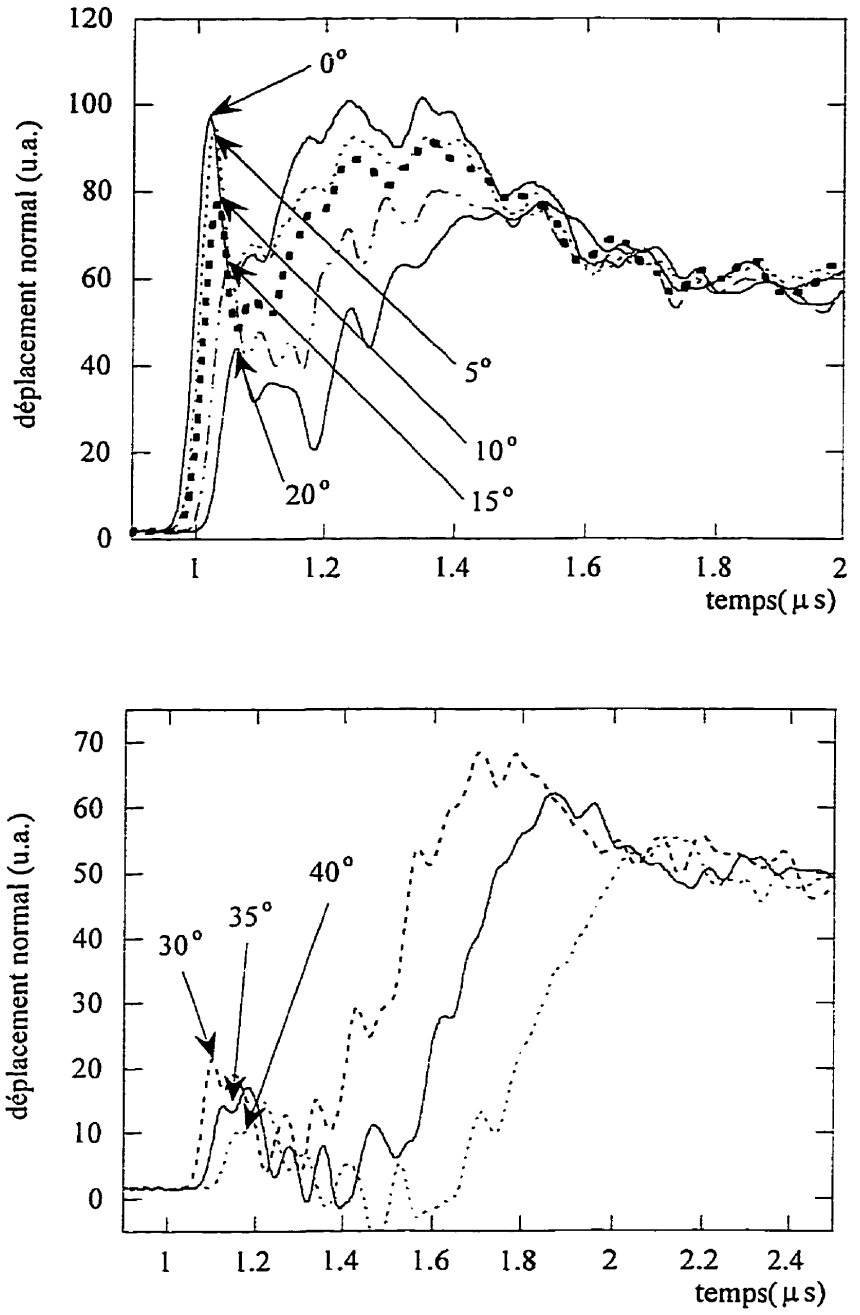
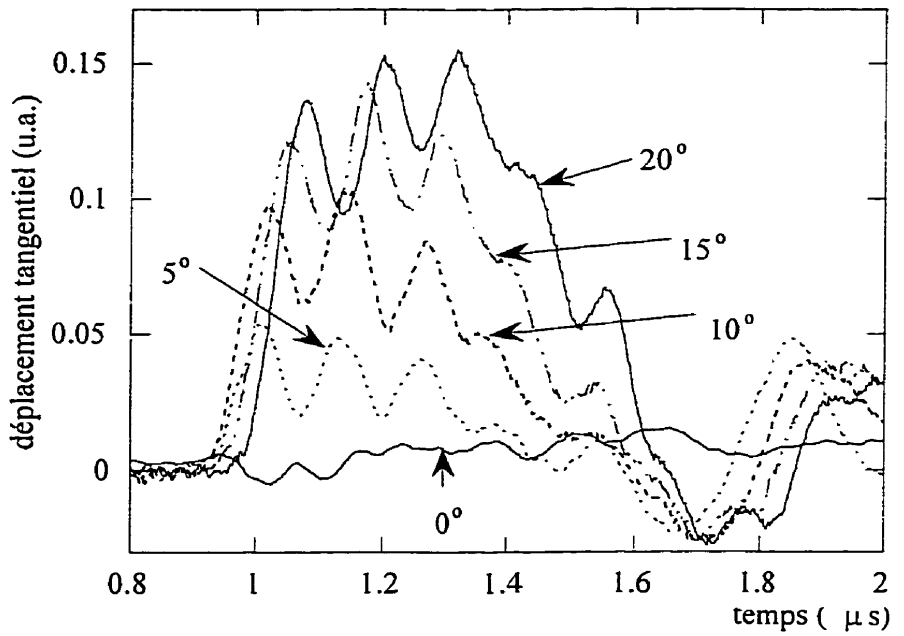


Figure 4.10 Déplacements normaux en fonction du temps selon l'axe 2. Localisation des arrivées des ondes longitudinales en fonction de l'angle d'incidence.



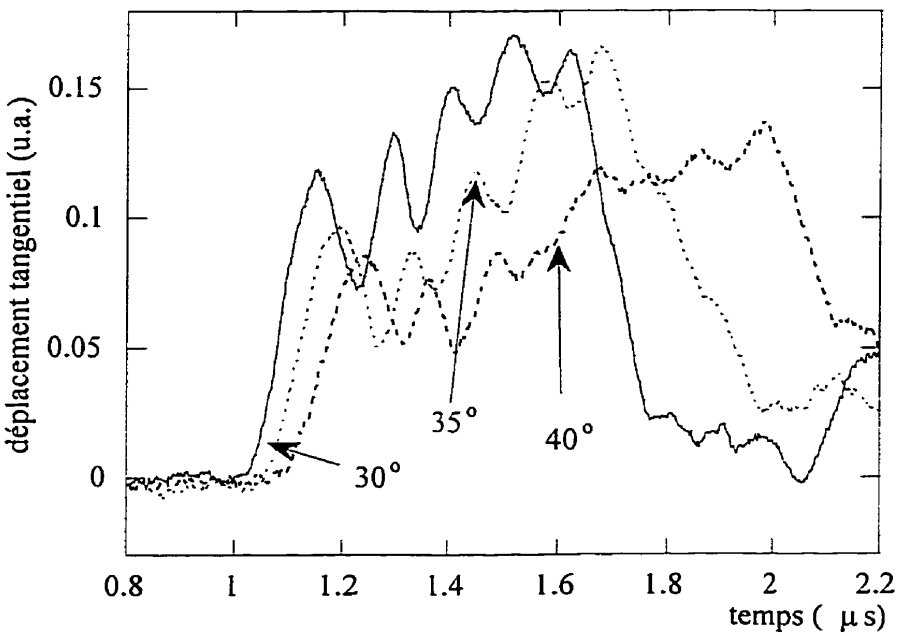


Figure 4. 11 Déplacements tangentiels en fonction du temps selon l'axe 2.

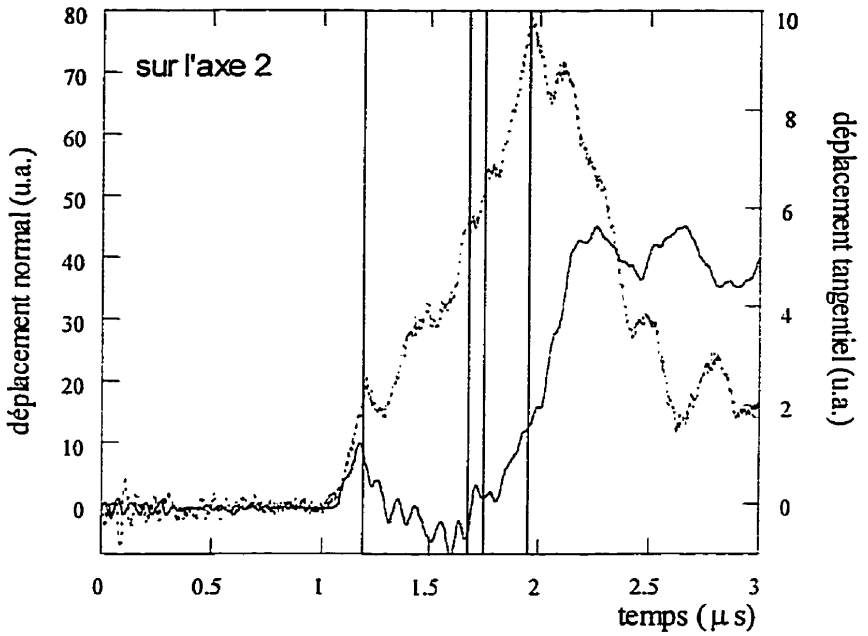
En effet, on constate des perturbations claires dans le signal. Ces perturbations peuvent être associées à des déplacements parallèles de la surface causés par l'arrivée d'ondes transverses qui se sont propagées au sein du matériau sans subir de réflexions sur les interfaces des plis ou à des ondes ayant subi des multiréflexions dans les plis. Une des grandes difficultés dans la détermination des constantes d'élasticité est la localisation des arrivées des ondes.

En général, l'arrivée de l'onde longitudinale est plus visible que celle des ondes transversales sur des courbes de déplacements normaux. Les plus grandes difficultés pour la chronométrie proviennent du fait que l'échantillon est inhomogène. Le signal contient donc toutes les multiréflexions sur les interfaces des plis. Ceci complique d'avantage la chronométrie des ondes transversales sur une courbe de déplacements normaux. On s'est donc intéressé à la détection du déplacement parallèle de la surface pour espérer être en mesure de mieux identifier l'arrivée des ondes transversales. Tel que nous l'avons préalablement indiqué, le signal analytique complexe a été utilisé pour identifier les temps d'arrivée. La figure 4.12 représente les déplacements normaux et tangentiels sur les axes 2 et 3 pour un angle d'observation de 45 degrés. Les lignes verticales représentent les temps d'arrivée des ondes longitudinales et transversales tels que localisés sur le signal analytique complexe. On constate que les arrivées des ondes transversales sont plus facilement identifiables sur une courbe de déplacement parallèle que sur une courbe de déplacement normal. D'ailleurs, la localisation d'une arrivée d'une onde transversale sur une courbe de déplacement parallèle correspond à une perturbation sur la courbe de déplacement normal. Ceci nous confirme qu'il s'agit effectivement d'une perturbation et non d'un signal quelconque. La figure 4.12 nous confirme toutefois que l'arrivée des ondes transverses pour de petit angle de détection n'est pas facilement localisable. En fait, il est presque impossible de localiser convenablement l'arrivée de l'onde. La méthode utilisée pour identifier l'arrivée des ondes transversales sur un signal de déplacements parallèle pour de petits angles, fut de détecter à grands angles des perturbations associées à l'arrivée d'ondes transverses et de les suivre au fur et à mesure

que l'angle de détection diminuait. De la sorte, il nous a été possible en combinant les deux déplacements d'obtenir des mesures de vitesses de groupe des ondes longitudinales et transversales pour une large gamme d'angles d'observation dans les deux plans principaux (voir figure 4.13). Ces mesures de vitesse de groupe des ondes de volume nous ont donc permis à l'aide de la procédure décrite précédemment de déterminer les sept constantes d'élasticité optimales qui interviennent dans la propagation dans les deux plans principaux investis.

Les résultats sont présentés sur les figures 4.13 où les croix représentent les vitesses de groupe mesurées et les traits pleins le calcul des vitesses de groupe à l'aide des constantes provenant des résultats de l'optimisation. Sur ces figures, les vitesses des ondes longitudinales et transversales sont respectivement identifiées par les lettres L et T. De plus, la direction de 45° est indiquée à l'aide d'un trait plein. On voit clairement que cette direction, dans les deux plans, appartient au domaine angulaire de la structure en forme de corne de croissant du front de l'onde transverse. Il nous a donc été possible d'effectuer jusqu'à trois mesures de vitesses de groupe pour le même mode de polarisation, le mode quasi-transverse. Pour cet angle et ces deux plans, la figure 4.12 présente l'identification des temps d'arrivée des ondes quasi-transverses appartenant à la corne ainsi que les ondes longitudinales. Ces temps d'arrivée sont marqués par des traits pleins et les déplacements normaux et transversaux sont présentés.

Notons que l'allure des structures en forme de corne de croissant est différente selon le plan étudié. Cette différence est directement attribuable à l'apériodicité dans l'empilement des plis qui forment le stratifié.



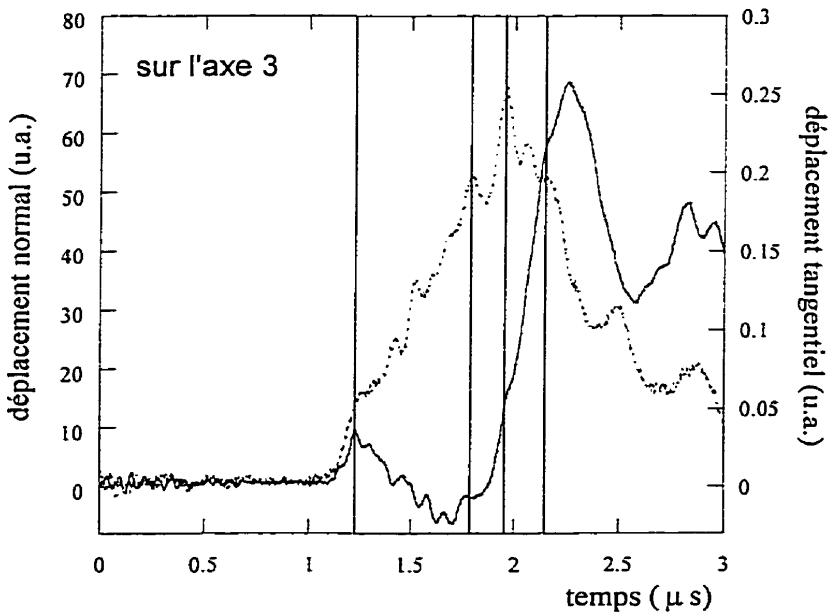
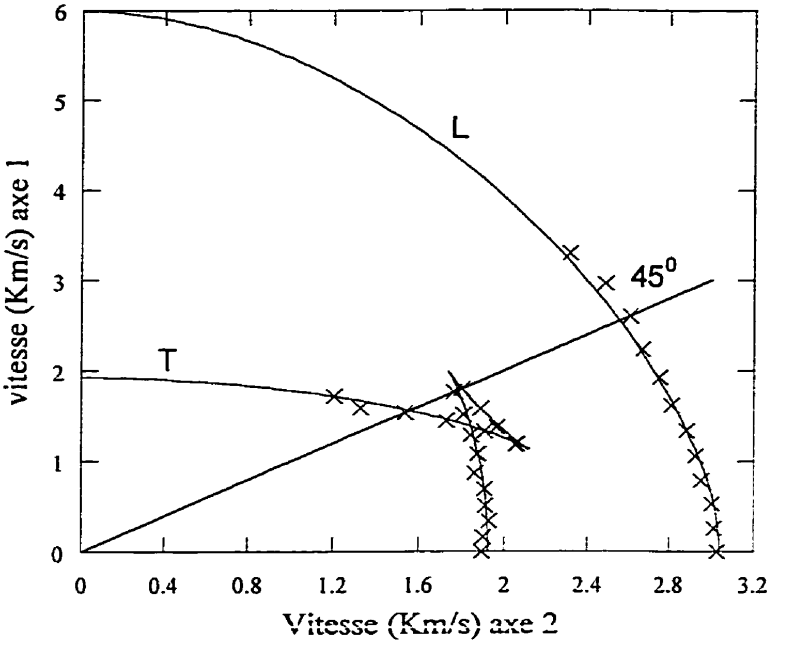


Figure 4.12 Déplacements normaux (—) et tangentiels (----) sur les axes 2 et 3 pour un angle d'observation de 45 degrés. Les lignes verticales représentent les temps d'arrivées des ondes longitudinales et transversales.



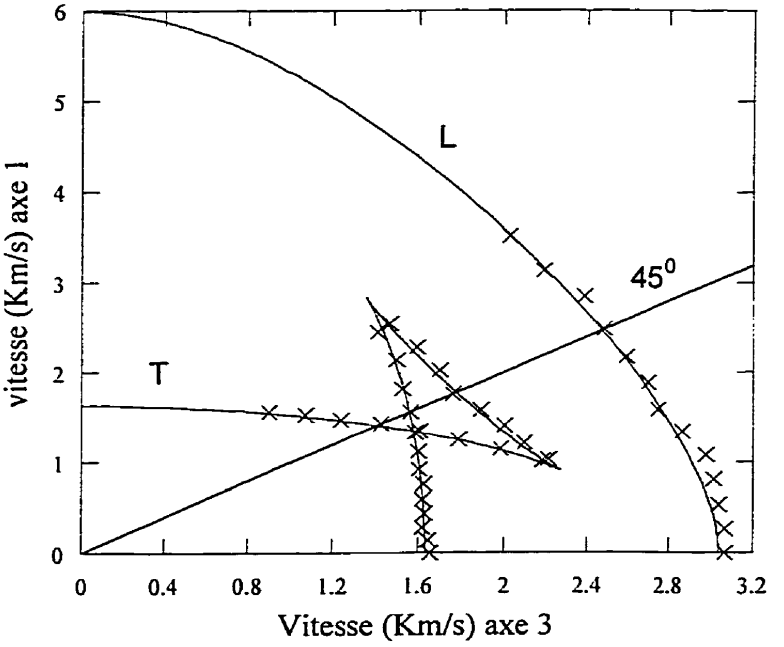


Figure 4.13 Calcul optimisé (—) et mesures expérimentales (X) des vitesses de groupes pour les plans 12 et 13. La droite oblique sert à identifier l'arrivée des ondes à 45°.

Pour en revenir au résultat de l'optimisation, on constate que les courbes issues de ce résultat, sur la figure 4.13, concordent très bien avec les mesures expérimentales. Ceci fournit donc un résultat très satisfaisant. La matrice d'élasticité déterminée est :

$$\mathbf{C} = \begin{pmatrix} 14.6 & 8.0 & 6.8 & & & \\ & 60.3 & \text{N.D.} & & & \\ & & 53.4 & & & \\ & \text{SYM} & & \text{N.D.} & & \\ & & & & 4.1 & \\ & & & & & 5.6 \end{pmatrix}_{(\text{Gpa})} \qquad (4.9)$$

Quelques remarques doivent être apportées à ces résultats. Tout d'abord, la source acoustique de génération est ponctuelle. Or comme nous l'avons précisé précédemment, la formulation du problème inverse repose sur une génération à l'aide d'une source rectiligne. Dans notre problème, compte tenu que nous auscultons deux plans principaux, ce point n'apporte aucune erreur. En effet, dans les plans principaux les vitesses de groupe des ondes ultrasonores, générées par une source rectiligne ou ponctuelle, sont identiques. La seule différence est qu'avec une source ponctuelle, il est possible de générer des ondes quasi-transversales dont les vitesses de groupe appartiendraient au plan principal et qui ne seraient pas générées avec une source rectiligne (Audoin et al. 1996). De plus, avec une source ponctuelle, le mode transverse pur est généré et se propage dans le plan principal. Dans ce travail, on ne s'est pas intéressé à détecter ces différentes ondes. Par contre, lorsqu'un plan non-principal est ausculté, les vitesses de groupe des ondes ultrasonores générées par une source ponctuelle ou rectiligne sont très différentes.

La seconde remarque c'est que pour caractériser complètement les propriétés mécaniques du matériau, il faudrait déterminer les constantes C_{23} et C_{44}. À cette fin il faudrait ausculter un plan non-principal à l'aide d'une génération rectiligne (Bescond C.

et al., à soumettre) ou à l'aide d'une source ponctuelle (Bescond C., 1997). Cette dernière perspective implique une formulation du problème inverse bien plus compliquée et fera l'objet de travaux futurs au laboratoire Laser-Ultrasons. Une autre possibilité aurait été d'effectuer des mesures de vitesses de groupe des ondes transversales pures qui se propagent dans les deux plans principaux auscultés. De telles mesures seraient à priori possibles à l'aide de la sonde en mode de déplacements parallèles. Ces vitesses possèdent de l'information sur les deux constantes qui n'ont pas été déterminées. Ce point est aussi une perspective intéressante pour l'utilisation de notre système de détection.

Une troisième remarque est que les résultats issus de l'optimisation (équation 4.9) ne sont pas présentés avec un calcul d'incertitude. Un tel calcul est difficilement réalisable, compte tenu de la complexité de la procédure d'inversion. Toutefois un calcul d'intervalle de confiance aurait pu être effectué. Un tel calcul représente essentiellement la qualité de la minimisation du système de deux fonctionnelleset non une véritable erreur de mesure.

4.3.3 *Conclusion*

Dans cette section, nous avons déterminé les constantes d'élasticité du matériau DAS-1-A à partir de mesures laser-ultrasons effectuées sur deux axes principaux. Deux difficultés venant compliquer cette détermination des constantes. Premièrement l'identification des temps d'arrivée des ondes transversales n'est pas facile, les multiréflexions viennent alourdir et détériorer le signal. Il a donc été nécessaire de prendre des mesures de déplacement dans le plan pour convenablement identifier l'arrivée des ondes transverses. Deuxièmement, les vitesses mesurées sont les vitesses de groupe pour lesquelles, contrairement aux vitesses de phases, aucune relation directe ne les lie aux constantes d'élasticité. Il a donc été nécessaire d'utiliser une formulation analytique pour résoudre le problème inverse.

Malheureusement, les caractéristiques du matériau étant inconnues, il nous est impossible de comparer ce résultat à d'autres qui pourraient servir de référence. On propose donc de vérifier l'exactitude des mesures thermique, optique et mécanique en injectant les paramètres (diffusivité thermique, profondeur de pénétration optique, densité et constantes d'élasticité) dans une procédure de simulation en régime thermoélastique et de comparer ce résultat à une mesure expérimentale prise dans les mêmes conditions. La figure 4.14 illustre une des comparaisons entre les déplacements normaux calculés et expérimentaux pour un angle d'observation de 30° dans le plan 12. Le signal expérimental a été filtré passe-bas avec un filtre Hamming, afin d'éliminer les effets des multiréflexions sur les 20 plis qui composent le matériau. Les signaux sont comparables, ce qui démontre la validité des mesures effectuées. Les petites différences peuvent être attribuables à la modélisation de la source que nous considérons monomode mais qui est multimode, au caractère inhomogène du matériau et à la précision dans la détermination des constantes d'élasticité.

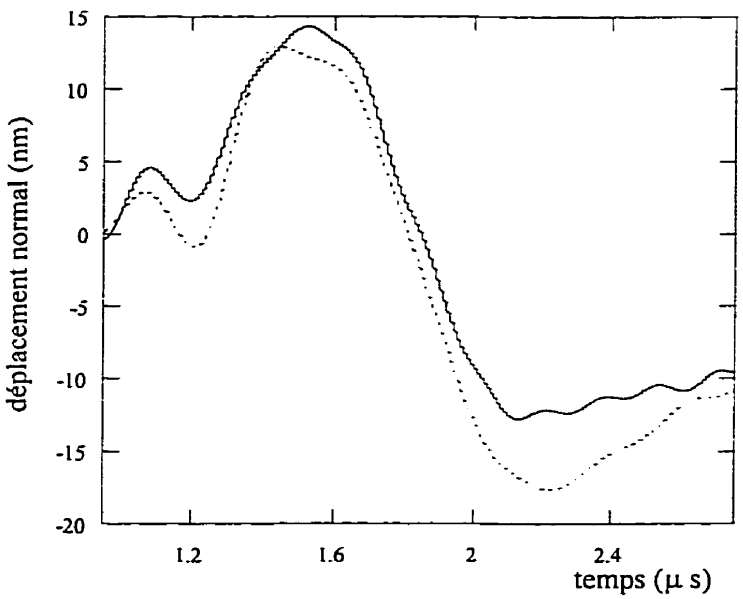


Figure 4.14 Comparaison entre les déplacements normaux calculés (—) et expérimentaux (----) pour un angle d'observation de 30° selon l'axe 2.

4.4 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté les principaux résultats obtenus pour la caractérisation mécanique de l'échantillon. Nous avons débuté l'étude en exposant les aspects généraux de la génération et de la propagation des ondes ultrasonores dans les solides. Dans la deuxième section, il a été question des signaux 1D recueillis grâce à des mesures effectuées à l'IMI et à l'École Polytechnique. Les lasers de génération et de détection, ainsi que les méthodes de détection (sonde interférométrique Michelson ou Fabry-Perot) étant différentes, par conséquent, les signaux obtenus le sont aussi. Nous avons en premier lieu présenté les deux interféromètres et les montages utilisés, pour enchaîner avec l'étude des signaux. Cette étude était qualitative et nous avons cherché à déterminer pourquoi l'amplitude et la qualité (niveau de bruit) des signaux étaient différentes en fonction du lieu de génération et de détection (peinture blanche ou époxy). Les différences dans l'allure des signaux furent principalement attribuées au lieu de génération et possiblement à la surface de détection. Finalement, nous avons étudié l'échantillon DAS-1-A en balayant l'échantillon sur deux axes principaux. Des mesures 2D, avec une génération et une détection en faces opposées pour des angles d'incidence variables sont présentées. Les vitesses de groupe sont déterminées grâce à des mesures des déplacements normaux et tangentiels. Les constantes d'élasticité ont alors été déterminées par la résolution du problème inverse à partir de mesures de vitesses de groupe.

CONCLUSION

Le travail présenté dans ce mémoire est original sous deux aspects. Le premier aspect concerne la caractérisation complète du matériau composite par des méthodes optiques. À cette fin nous avons obtenu la diffusivité thermique, la profondeur de pénétration optique, la symétrie et la densité du matériau. La détermination des propriétés thermique et optique est intéressante pour deux raisons : simplement pour connaître ces propriétés ou bien pour mieux simuler et comprendre les phénomènes de génération des ultrasons dans le matériau par la technique laser-ultrasons.

Le second aspect touche aux modes de détection utilisés. À cause de la nature anisotrope et inhomogène de l'échantillon, les signaux de déplacements de la surface comportaient une grande quantité d'information. En plus des arrivées des ondes longitudinales et transversales, une multitude de réflexions étaient visibles. Pour correctement localiser les arrivées des ondes transversales, il a été nécessaire d'étudier les déplacements parallèles à la surface. De la sorte, il était possible de confirmer les temps d'arrivée des ondes transverses, mesurés sur les déplacements normaux à la surface avec plus de précision. L'utilisation conjointe des mesures des deux déplacements en donnant plus d'information, s'est avérée précieuse pour la chronométrie des ondes qui se propagent dans le volume du matériau et donc pour la caractérisation mécanique du matériau composite. Cet outil qu'est l'utilisation conjointe de ces deux mesures laisse envisager un certain nombre de perspectives concernant la caractérisation de matériaux anisotropes. Notamment, la mesure des vitesses de propagation des modes transversaux purs se propageant dans les plans principaux pourrait être obtenue et s'avérerait utile pour la détermination d'une des deux constantes manquantes, le C_{44}.

Notons que les vitesses mesurées par cette technique sont les vitesses de groupe. Ainsi, pour la résolution du problème inverse, une formulation analytique et judicieuse a été employée et a donné lieu à de bons résultats. Malgré la localisation des temps d'arrivée

des ondes longitudinales et transversales et la qualité des résultats obtenus, notons qu'une étude similaire sur un cristal ou un autre matériau composite dont les propriétés (symétrie, nombre et orientation des plis) seraient connues est souhaitable. Il est en effet difficile, pour une première approche, d'étudier directement des matériaux dont les propriétés sont inconnues et dont la réponse à un impact laser ponctuel est si complexe.

Ce type d'étude, qui est la caractérisation d'un matériau par cette technique est une nouveauté au laboratoire Laser-Ultrasons. Les résultats obtenus ont donné lieu à une participation à la *Xth International Conference on photoacoustics and photothermals phenomena* à Rome cet été. Cette première étude donnera lieu à des travaux futurs au sein du laboratoire.

RÉFÉRENCES

AUDOIN B., BESCOND C., DESCHAMPS M. (1996). Measurement of stiffness coefficent of anisotropic materials from point-like generation and detection of acoustic waves. J. Appl. Phys., Vol.80 (7), 3760-3771.

AUDOIN B., BESCOND C. (1997). Measurement by LASER-generated ultrasound of four stiffness coefficents of an anisotropic material at elevated temperature. J. of Nond. Eval., Vol.16 (2), 91-100.

BALAGEAS D.L., DEOM A, BOSCHER D. (1987). Contrôle non destructif des composites carbone-époxy par méthodes photothermique impulsionelle. Rev. Gen. Therm. Fr. No.301.

BALAGEAS D.L., KRAPEZ J.C., CIELO P. (1986). Pulsed Photothermal Modeling of Layered Materials. J. Appl. Phys., Vol. *59*, No 2.

BESCOND C. (1997). Réponse dynamique d'un demi-espace anisotrope : application à la résolution de problèmes inverses par génération et détection LASER. Thèse de Doctorat, Université de Bordeaux I, France.

BESCOND C., AUDOIN B., DESCHAMPS M., QIAN M., Measurement by laser generated ultrasound of the stiffness tensor of an anisotropic material. À soumettre.

BOUKHILI R. (1996). Notes du cours Design, production et application des matériaux composites. Non publiées.

CALDER C.A., WICOX W.W. (1980). Noncontact material testing using laserenergy deposition and interferometry, Material Evaluation, *38* (1) 86-91

CAPE J.A., LEHMAN G.W. (1963). Temperature and Finite Pulse-Time Effects in the Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity. J. Appl. Phys, Vol *34*, No 7.

CHOQUET M., ROUSSET G., BERTRAND L. (1986). Fourier-transform photoacoustic spectroscopy: a more complete method for quantitative analysis. Can. J. Phys. *64*.

DAVIES S.J., EDWARDS C., TAYLOR G.S., PALMER S.B. (1993). Laser Generated Ultrasound: its Properties, Mechanisms and Multifarious Applications. J. Phys D: Appl. Phys., Review Article, *26*, 329-348.

DE HOOP A.T. (1960). A modification of Cagniard's method for solving seismic pulse problem, Appl. Sci. Res. *B-8*, 349-356.

DESCHAMPS M., BESCOND C. (1995). Numerical method to recover the elastic constants from ultrasound group velocities, Ultrasonics *33*(3). 205-211.

DUBOIS M. (1994). Étude de la génération des ultrasons par laser dans un matériau composite. Thèse de Doctorat, École Polytechnique de Montréal, Canada.

DUBOIS M., ENGUEHARD F., BERTRAND L. (1994). Modeling of laser thermoelastic generation of ultrasound in an orthotropic medium. Appl. Phys. Lett. *64* (5).

DUBOIS M., ENGUEHARD F., BERTRAND L., CHOQUET M., MONCHALIN J.-P. (1994b). Optical penetration depth determination in a graphite-epoxy laminate by photoacoustic F.T.I.R. spectroscopy. Journal de physique IV. Suppl. au J. de Phys. III, Vol.*4*.

DUBOIS M., ENGUEHARD F., BERTRAND L., CHOQUET M., MONCHALIN J-P. (1994). Numerical and experimental studies of the generation of ultrasound by laser. Journal de Physique IV, Colloque C7, Suppl. au J. de Phys. III, Vol.*4*.

DUBOIS M., ENGUEHARD F., CHOQUET M., MONCHALIN J.-P., BERTRAND L. (1994). Photoacoustic spectrometry applied to graphite-epoxy laminates. Review of progress in Quantitative Nondestructive Evaluation. Vol. *13*, D.O. Thompson and D.E. Chimenti Editors, Plenum Press, New York.

ENGUEHARD F., BERTRAND L. (1997). Effects of optical penetration and laser pulse duration on laser generated longitudinal acoustic waves. J. Appl. Phys. *82* (4).

ENGUEHARD F., LAFOND E., SOUCHE D., DUBOIS M., GONTHIER J.-C., BERTRAND L., (1994). Photoacoustics and laser-ultrasonics applied to the characterization of a ZnO ceramic sample. Journal de Physique IV, Colloque C7, supplément au journal de physique III, Vol.*4*.

EVERY A.G., SACHSE W. (1990). Determination of the elastic constantss of an anisotropic solids from acoustic-wave group-velocity measurements, Phys. Rev. B *42*, 8196-8205.

HAMMOUTENE A., ENGUEHARD F., BERTRAND L. (1997). Analysis and correction of the source parametre effects for optimizing the laser ultrasonic mechanical characterization. Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation, Vol. *16*, Plenum Press, New york.

KRIZ R.D., STINCHOMB W.W. (1979). Elastic moduli of transversaly isotropic graphite fibers and their composites. Exp. Mech., 19, 41-49.

LEPOUTRE F. (1987). Mesures thermiques par les méthodes photothermiques. Revue générale de thermique. No 301.

MALLICK P.K. (1993). Fiber-Reinforced composites, materials, manufacturing and design, second edition. Marcel Dekker, Inc, New York.

MALVINO A.P. (1993). Electronic Principles, McGraw-Hill, New York.

MARCHAND H., COURNOYER A., ENGUEHARD F., BERTRAND L. (1997). Phase optimization for quantitative analysis using phase Fourier transform photoacoustic spectroscopy. Opt. Eng. *36* (2) 312-320.

MCDONALD F.A., WETSEL G.C. (1978). Generalized theory of the photoacoustic effect. J. Appl. Phys., *49* (4).

MCDONALD, F.A. (1980). Photoacoustic Cell for Liquids and Solids : Generalization of one-Dimentional Models. J. Opt. Soc. Am., *70* (5) 555-557.

MONCHALIN J.-P., BERTRAND L., ROUSSET G., LEPOUTRE F. (1984). Photoacoustic spectroscopy of thick powdered or porous samples at low frequency. J. Appl. Phys, *56* (1).

MONCHALIN J.-P. (1986). Optical Detection of Ultrasound, IEEE Transaction on Ultrasonics, ferroelectrics and frequency control, vol. UFFC-*33*, No 5.

MONCHALIN J.-P., HÉON R. (1986). Laser Ultrasonic Generation and Optical Detection with a Confocal Fabry-Perot Interferometer. Materials Evaluation, *44*.

MONCHALIN J.-P., AUSSEL J.D., BOUCHARD P., HEON R. (1988). Laser-ultrasonics for industrial applications, Review of progress in QNDE, Plenum Press, New York, Vol. 7B, 1607-1614.

PARKER W.J., JENKINS R.J., BUTLER C.P., ABBOTT G.L. (1961). Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity and Thermal Conductivity. J. Appl. Phy., Vol. *32*, No 9.

PITCHUMANI R., YAO S.C. (1992). Evaluation of transverse thermal diffusivity of unidirectional fiber-reinforced composites., Int. J. Heat Mass Transfer., Vol.*35*, No9,.

ROKHLIN S.I., WANG W. (1979). Double through-transmission bulk surface wave method for ultrasonic phase velocity measurement and determination of elastic constants of composite materials. J. Acoust. Soc. Am., Vol. 91, (6), 3303-3312.

ROSE L.R.F. (1984). Point source representation for laser-generated ultrasound, J.Acoust.Soc.Am., *75* (3).

ROSENCWAIG A. (1990). Photoacoustics and Photoacoustic Spectroscopy. Robert E. Krieger Publishing Company.

ROSENCWAIG A., GERSHO A. (1976). Theory of the photoacoustic effect with solids. J. Appl. Phys., Vol *47*, No1.

ROYER D., DIEULESAINT E. (1996). Ondes élastiques dans les solides, Tome 1 Propagation libre et guidée, Masson et Cie.

ROYER D. (1992). Génération et détection optiques d'ondes élastiques, Techniques de l'ingénieur, traité Électronique. *E 4* 415. Paris.

SCRUBY C.B., DRAIN L.E. (1990). Laser Ultrasonics, Techniques and Applications. Adam Hilger, New York 1990.

SHAN Q., BRADFORD A.S. AND DEWHURST R.J. (1998). New field formulas for the Fabry-Perot interferometer and their application to ultrasound detection. Meas. Sci. Technol. *9*, 24-37.

TENG Y.C., ROYCE B.S.H. (1980). Absolute optical absorption coefficient measurement using photoacoustic spectroscopy amplitude and phase information. J. Opt. Soc. Am., Vol. *70*, No.5.

VILLE J. (1948). Théorie et application de la notion du signal analytique, Câbles et trans. *2*, 61-74.

WETSEL G.C., ROSENCWAIG A. (1977). Photoacoustic determination of absolute optical absorption coefficient. Appl. Phys. Lett., Vol. *30*, No. 5.