

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**  
**Université des Sciences et de la Technologie**  
**Houari Boumediene**

**Faculté de Physique**



**MEMOIRE**

Présenté pour l'obtention du diplôme de **MAGISTER**  
**EN : PHYSIQUE**

Spécialité : Matériaux & Composants

Par :

**M<sup>elle</sup>. TOUMI Souad**

Sujet :

**ETUDE DES PROPRIETES ACOUSTIQUES DU  
BIOMATERIAU PMMA-CARBONE DESTINE AUX  
PROTHESES DENTAIRES**

Soutenu publiquement le 16/12/2008, devant le Jury composé de :

<b>Mr. M. KECHOUANE</b>	<b>Professeur</b>	<b>USTHB</b>	<b>Président</b>
<b>Mr. F. BOUBENIDER</b>	<b>Professeur</b>	<b>USTHB</b>	<b>Directeur de thèse</b>
<b>Mr. T. BOUTKEDJIRT</b>	<b>Maître de Conférences</b>	<b>USTHB</b>	<b>Examineur</b>
<b>Mlle. B. ALILI</b>	<b>Maître de Conférences</b>	<b>USTHB</b>	<b>Examineur</b>
<b>Mr. A. DAHEL</b>	<b>Chargé de Recherche</b>	<b>USTHB</b>	<b>Examineur</b>

Je dédie cette thèse

A

**mes parents**

mes oncles Amar et Ali

mon frère Toufik et sa femme Nadia

Toutes mes sœurs, warda et leurs familles

ma chère amie Fatima

## Remerciements

*Ce travail a été réalisé à l'Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene (Faculté de Physique à l' U.S.T.H.B.), au sein du laboratoire de Physique des Matériaux dans l'équipe « ondes et acoustique ».*

*J'exprime ma profonde gratitude et mes sincères remerciements au Professeur **F. BOUBENIDER** pour m'avoir accueillie au sein de son équipe. Durant ma formation, j'ai pu profiter de sa riche expérience pour approfondir mes connaissances dans tous les domaines de la physique des ultrasons. Je souhaite lui exprimer, en cette occasion, ma profonde reconnaissance pour m'avoir autant apporté scientifiquement, pour tous les conseils avisés, qu'il a bien voulu me donner, pour la confiance qu'il m'a témoignée et pour sa disponibilité.*

*C'est un honneur pour moi que monsieur **M. KECHOUANE**, Professeur à l'U.S.T.H.B., ait accepté d'être président de ce jury. Je l'en remercie vivement.*

*Je remercie vivement monsieur **T. BOUTKEDJIRT**, Maître de Conférences à l'U.S.T.H.B., d'avoir accepté de juger ce travail.*

*Mes remerciements vont aussi à **B. ALLILI**, Maître de conférences à l'U.S.T.H.B., qui a accepté d'examiner ce travail.*

*Je remercie également monsieur **A. DAHEL**, Chargé de recherche à l'U.S.T.H.B., pour m'avoir donné l'idée de ce sujet, pour avoir accepté de juger ce travail et pour les conseils avisés qu'il m'a donné.*

*Je remercie de tout mon cœur ma très chère amie Hiba AZZEDDINE, avec laquelle j'ai partagé des moments inoubliables tout au long de cette expérience et qui m'a toujours soutenue et encouragée.*

*Ce travail n'aurait pas pu être réalisé sans l'aide de nombreuses personnes, que je ne pourrais pas toutes citer, qui m'ont initiée aux techniques dont j'ai eu besoin et qui m'ont fait partager leurs connaissances. Néanmoins, je tiens particulièrement, à témoigner ma gratitude à messieurs les prothésistes Rabeh et REZKALAH, pour l'aide qu'ils m'ont apporté lors de la réalisation de mes échantillons.*

*Je remercie chaleureusement tous mes collègues de l'équipe qui ont su créer l'ambiance favorable à la réalisation de ce travail : Y. ABBAS ; A. ALILOUCHE; M. AIT OUARABI; S. SAIT et H. ZITOUNE, ainsi que N. BELKAHLA, A. KAIBI, O. OULD MOUHAMED, N. ZIBOUCHE et A. TERBOUCHE pour leur soutien et leurs encouragements.*

*Par ailleurs, j'exprime ma profonde reconnaissance à A.BENAMANE, F. HADJ-LARBI, R. SARHANE et I. NOUIOUA pour leurs conseils qui m'ont été très bénéfiques.*

# *SOMMAIRE*

<b>INTRODUCTION GENERALE</b> .....	1
<b>CHAPITRE I : Polymères et matériaux composites : Notions physiques.</b>	
<b>I. 1. Introduction</b> .....	4
<b>I. 2. Les Polymères</b> .....	4
<b>I. 2. 1. Polymérisation</b> .....	4
<b>I. 2. 1a.</b> Polymérisation en chaîne .....	4
<b>I. 2. 1b.</b> Polycondensation .....	5
<b>I. 2. 2. Différents types de polymères dentaires</b> .....	5
<b>I. 2. 2a.</b> Polymères thermoplastiques .....	5
<b>I. 2. 2b.</b> Polymères thermodurcissables.....	5
<b>I. 3. Caractéristiques physiques des polymères dentaires</b> .....	6
<b>I. 3. 1.</b> Le Polychlorure de Vinyle .....	6
<b>I. 3. 2.</b> Le Polyéthylène et dérivés .....	7
<b>I. 3. 3.</b> Le Polyuréthanes.....	8
<b>I. 3. 3a.</b> Les Polyuréthanes malaxables .....	8
<b>I. 3. 3b.</b> Les Polyuréthanes thermoplastiques.....	8
<b>I. 3. 4.</b> Les Silicones .....	9
<b>I. 3. 4a.</b> Les huiles et gommes.....	10
<b>I. 3. 4b.</b> Les résines .....	10
<b>I. 3. 5.</b> Le Polyméthacrylate de méthyle .....	10
<b>I. 3. 5 a.</b> Propriétés du PMMA .....	11
<b>I. 4. Les matériaux composites</b> .....	11
<b>I. 4. 1.</b> Les différentes familles de matrices .....	13
<b>I. 4. 2.</b> Les principaux matériaux de renfort.....	13
<b>I. 5. Matériaux composites utilisées dans le domaine dentaire</b> .....	14

## **CHAPITRE II : Propagation des ondes ultrasonores dans les matériaux composites biphasiques.**

<b>II. 1. Introduction</b> .....	16
<b>II. 2. Viscoélasticités des matériaux composites à base polymères</b> .....	16
<b>II. 2. 1. Viscoélasticité linéaire</b> .....	16
<b>II. 2. 2. Viscoélasticité non linéaire</b> .....	17
<b>II. 2. 3. Viscoplasticité</b> .....	17
<b>II. 3. Comportement mécanique des matériaux solides</b> .....	17
<b>II. 3. 1. Tenseur des déformations</b> .....	17
<b>II. 3. 2. Tenseur des contraintes</b> .....	18
<b>II. 3. 2. Relation Contraintes-Déformations</b> .....	18
<b>II. 3. 1a. Solide anisotrope</b> .....	18
<b>II. 3. 1b. Solide isotrope</b> .....	19
<b>II. 4. Relation entre les vitesses acoustiques et les constantes élastiques</b> .....	20
<b>II. 4. 1. Onde longitudinale</b> .....	20
<b>II. 4. 2. Onde transversale</b> .....	20
<b>II. 4. 3. Module de Young</b> .....	21
<b>II. 4. 4. Module de compressibilité</b> .....	21
<b>II. 4. 5. Module de cisaillement</b> .....	21
<b>II. 4. 6. Coefficient de Poisson</b> .....	22
<b>II. 5. Détermination des paramètres élastiques d'un matériau composite</b> .....	23
<b>II. 5. 1. Diffusion des ondes acoustiques dans un milieu biphasique</b> .....	23
<b>II. 5. 1a. La diffusion de Rayleigh</b> .....	23
<b>II. 5. 1b. Interactions ondes diffuseurs</b> .....	23
<b>II. 5. 2. Approche théoriques</b> .....	24
<b>II. 5. 2a. Modèle de KUSTER-TOKSÔZ</b> .....	25
<b>II. 5. 2b. Modèle de DEVANEY-LEVINE</b> .....	30

## **CHAPITRE III : Résultats expérimentaux et interprétation.**

### **PARTIE A: Elaboration d'échantillons PMMA/poudre de carbone.**

<b>III. A. 1. Introduction</b> .....	33
<b>III. A. 2. Techniques d'élaboration</b> .....	34
<b>III. A. 2a. Mise en Moufle</b> .....	34
<b>III. A. 2b. Préparation de la résine</b> .....	36

### **PARTIE B : Caractérisations des matériaux composites par la technique ultrasonore.**

<b>III. B. 1. Introduction</b> .....	39
<b>III. B. 2. Principe de l'utilisation des ultrasonore</b> .....	39
<b>III. B. 2a. Contrôle par contact</b> .....	39
<b>III. B. 2b. Contrôle par immersion</b> .....	39
<b>III. B. 3. Caractérisation du transducteur</b> .....	40
<b>III. B. 4. Mesure des vitesses ultrasonores sous incidence oblique par méthode d'interférométrie ultrasonore</b> .....	41
<b>III. B. 4. 1. Relation entre la vitesse dans l'échantillon et le temps de retard</b> .....	42
<b>III. B. 4. 2. Mesure du coefficient d'atténuation</b> .....	44
<b>III. B. 4. 2a. Sous incidence normale (lié à l'onde longitudinale)</b> .....	44
<b>III. B. 4. 2b. Sous incidence oblique (lié à l'onde transversale)</b> .....	45
<b>III. B. 4. 3. Mesure du temps de décalage en utilisant la fonction d'intercorrélation</b>	46
<b>III. B. 5. Limites de la technique de l'interférométrie ultrasonore</b> .....	47
<b>III. B. 6. Dispositif expérimental</b> .....	48
<b>III. B. 7. Matériel utilisé</b> .....	49
<b>III. B. 7a. Mesure des vitesses acoustiques</b> .....	49
<b>III. B.7b. Mesure de l'amplitude transmise pour l'onde longitudinale et l'onde transversale, en fonction de la fréquence</b> .....	50
<b>III. B. 7c. Echantillons utilisés</b> .....	50

<b>III. B. 8. Mesure de la masse volumique</b> .....	51
<b>III. B. 9. Résultats expérimentaux</b> .....	52
<b>III. B. 9. 1. Mesure des vitesses acoustiques</b> .....	53
<b>III. B. 9. 1a. Détermination des paramètres élastiques</b> .....	53
<b>III. B. 9. 1b. Evolution du module de Young</b> .....	54
<b>III. B. 9. 2. Mesure du coefficient d'atténuation lié à l'onde longitudinale et l'onde transversale</b> .....	55
<b>III. B. 9. 2a. Mesure à 0%</b> .....	55
<b>III. B. 9. 2b. Mesure à 5%</b> .....	56
<b>II. B. 10. Simulation numérique pour le modèles KT et de DL</b> .....	59
<b>II. 10. 1a. Modèle de KT</b> .....	59
<b>II. 10. 1b. Modèle de DL</b> .....	59
<b>III. B. 11. Validation des modèles théoriques</b> .....	61
<b>CONCLUSIONS GENERALE</b> .....	64
<b>Annexe</b> .....	66
<b>Bibliographie</b> .....	71

## INTRODUCTION GENERALE

Les spécialistes en prothèses dentaires et les chirurgiens dentistes sont confrontés régulièrement, dans leur exercice quotidien, aux problèmes de la résistance à la fatigue et au vieillissement des prothèses dentaires. La plupart des matériaux ne possèdent pas les caractéristiques physiques attendues, il est donc nécessaire de mélanger certains éléments, différents et homogènes, pour avoir un matériau composite unique ayant des qualités spécifiques. Les années 90 ont marqué un tournant dans l'évolution des qualités mécaniques et esthétiques des matériaux dentaires. Les recherches en matière de céramique dentaire portent le plus souvent sur l'élaboration d'un matériau suffisamment résistant. Il semble donc important pour le praticien d'avoir un produit sain et résistant à l'emploi. Le chercheur doit donc connaître les matériaux rentrant dans la composition des prothèses dentaires ainsi que leurs propriétés physiques et mécaniques, afin de maîtriser au mieux leur manipulation.

Le polyméthacrylate de méthyle (PMMA), le polyéthylène (PE) et ses dérivés, les silicones, le polyuréthane, le polychlorure de vinyle (PVC) et ses dérivés sont les polymères (résines) les plus utilisées dans le domaine de la prothèse dentaire. Les polymères sont des composés organiques à masse moléculaire élevée, faits de petites unités fondamentales (monomères) qui se joignent les unes aux autres.

A partir de 1940, le PMMA est devenu la résine la plus utilisée pour les matériaux dentaires. Cette place privilégiée par rapport aux autres résines est due à son esthétique, de plus, il est facile à manier et à réparer en cas de fracture des prothèses dentaires [1].

L'inconvénient majeur de ce genre de résine est leur fragilité à l'usage (mastication, variation de température), il est donc nécessaire de trouver un moyen pour renforcer ces polymères. Depuis plusieurs années, des chercheurs tentent d'améliorer les caractéristiques mécaniques du PMMA en le mélangeant à des fibres d'acier, de verre, de carbone, de nylon etc. [2, 3]. Certains chercheurs confirment [3, 4] que l'amélioration des propriétés mécaniques des résines prothétiques est importante lorsqu'elles sont renforcées par des fibres de carbone et certains auteurs [5] ont obtenu de bons prothétiques renforcés par la fibre de polyéthylène. Mais d'autres, trouvent, à l'instar de CAROLL et COULAUD [6, 7], que les renforts métalliques posent un problème d'adhésion avec les résines. KELLY [8] a constaté une résistance à la fatigue moindre que pour les composites PMMA-fibre de Nylon.

Nous constatons, que les renforts à fibres, ne donnent pas toujours satisfaction. Il est donc utile de trouver d'autres matériaux. Les chercheurs essayent d'améliorer ces prothèses en ayant pour objectif d'obtenir des matériaux harmonisés de qualité, non métalliques et s'adaptant avec précision à la mâchoire. En outre, ces prothèses doivent rester neutres, sans goût métallique et sans réaction thermique douloureuse en bouche.

Une des solutions serait donc d'utiliser, au lieu des fibres, des inclusions sphériques organiques ou autres pour renforcer la matrice de base. A notre connaissance, il n'y a pas eu des travaux expérimentaux utilisant ce genre de matériaux composites. Il existe par contre plusieurs modèles théoriques prenant en compte un certain nombre d'hypothèses de base permettant de déterminer les paramètres élastiques de ces matériaux. Ces modèles sont basés essentiellement sur deux approches différentes. Le modèle de CHERKAOUI citée dans [9, 10], le modèle de BERRYMAN [11, 12] et le modèle de DEVANEY-LEVINE [13] prennent tous comme modèle de base l'approche « **auto-cohérente (self-consistent)** » [14, 15]. Cette approche suppose que chaque inclusion est entourée du matériau matrice, ces nouvelles inclusions forment un milieu qui possède toutes les propriétés du composite. L'autre approche, adoptée par KUSTER-TOKSÖZ [16] et AMENT [17], suppose que toutes les inclusions sont réunies dans une sphère de volume  $V_0$  immergée dans la matrice. Les deux méthodes consistent en fait, à déterminer le comportement d'un matériau hétérogène à l'échelle macroscopique en le remplaçant par un matériau homogène fictif de propriétés équivalentes.

Il est important d'avoir la meilleure connaissance possible de ces matériaux composites en terme de propriétés mécaniques pour une bonne prévision du comportement à l'emploi et pour mieux cibler les applications possibles. C'est le but de notre travail.

Le but de notre travail est double :

1/ réaliser un matériau, plus résistant que le matériau de base, pouvant être utilisé pour les prothèses dentaires (ou pour toute autre application industrielle), répondant aux critères sus-cités. Ces prothèses doivent rester neutres, être sans goût métallique et sans réaction thermique douloureuse dans la bouche, s'adaptant au palais ou voûte de la bouche (voûte palatine) dont le renfort n'est pas en fibres mais en sphères de carbone ou de titane.

2/ vérifier que les modèles de KUSTER-TOKSÖZ et de DEVANEY-LEVINE, simulant les paramètres élastiques du matériau composite en fonction de la concentration volumique du renfort, dans le cas où le renfort est à inclusions sphériques solides, permettent d'obtenir des résultats acceptables. Dans le cas où ces modèles sont en bon accord avec la réalité, ils pourraient servir d'outils pour la conception de composites plus performants.

Le présent travail est exposé de la manière suivante :

Dans le premier chapitre, nous présentons les différentes familles de polymères et les matériaux composites. Nous présentons également les matériaux les plus utilisés dans le domaine dentaire ainsi que les différents types de renforts.

Dans le deuxième chapitre, nous aborderons le comportement mécanique d'un solide homogène et isotrope lorsqu'il est traversé par une onde élastique. Ceci nous permettra d'établir les expressions des paramètres élastiques du matériau en fonction des vitesses longitudinale et transversale. Dans une seconde étape, nous passerons en revue, sur un plan théorique, les matériaux biphasiques en étudiant les modèles de KUSTER-TOKSÖZ et de DEVANEY-LEVINE, qui simulent les paramètres élastiques du matériau composite en fonction de la concentration volumique du renfort (renfort à inclusions sphériques solides).

Le troisième chapitre sera consacré à la technique, s'inspirant de la méthode de fabrication des prothèses dentaires, d'élaboration de nos échantillons à base de matériaux composites et à la caractérisation des propriétés mécaniques de ces derniers à l'état solide, par voie ultrasonore non destructive. Dans cette partie nous exposerons les résultats de l'étude de l'atténuation de l'onde ultrasonore qui est liée à la viscosité du milieu. Nous comparerons ensuite nos résultats expérimentaux à ceux que l'on obtient en utilisant les modèles sus-cités.

Nous terminerons enfin, par une conclusion et par les perspectives qu'ouvre ce travail.

# *Chapitre I*

*Polymères et matériaux composites*

*-Notions physiques-*

## I. 1. Introduction

Il est utile au praticien de connaître les matériaux rentrant dans la composition des matériaux de prothèses dentaires ainsi que leurs propriétés physiques et mécaniques afin de maîtriser au mieux leur manipulation.

Les premiers matériaux composites ont été développés dans l'industrie aérospatiale, soucieuse de mettre au point des matériaux à caractéristiques mécaniques élevées associées à un faible poids. Actuellement, ils sont présent dans tous les secteurs industriels (aérospatial, industrie navale, travaux publics, domaine médical, biomédical, etc.).

L'élaboration de prothèse dentaire bénéficie des retombées des avancées technologiques de l'industrie, comme le développement des composites d'obturation et de réparation dentaire toujours plus performants [18].

Nous introduisons dans ce chapitre les matériaux polymères et composites utilisés dans le domaine dentaire et leurs caractéristiques physiques. Nous poserons la problématique de notre étude et les solutions alternatives possibles.

## I. 2. Les Polymères

Les polymères sont des composés organiques à masse moléculaire élevée, faits de petites unités fondamentales (monomères) qui se joignent les unes aux autres. On passe du monomère au polymère grâce à la *polymérisation* qui est une réaction qui enchaîne les molécules de faible masse moléculaire (monomères) pour en faire des composés de masse moléculaire élevée (macromoléculaires) [19].

### I. 2. 1. Polymérisation

Il existe deux grandes voies de polymérisation : la polymérisation en chaîne et la polycondensation.

**I. 2. 1 a. Polymérisation en chaîne** : il s'agit d'un procédé chimique conduisant, selon un mécanisme radicalaire (voir annexe A) ou ionique, à des macromolécules linéaires ou réticulées à partir de composés vinyliques (ayant une double liaison C=C).

**I. 2. 1 b. Polycondensation :** il s'agit sans doute du plus vieux procédé de fabrication de macromolécules : les monomères sont condensés sous l'effet de la chaleur ou de la pression, et souvent en présence d'un catalyseur.

Les polymères peuvent être classés comme *thermoplastiques* ou *thermodurcissables*, selon leur comportement au froid et à la chaleur. Du point de vue de leur structure, les polymères thermoplastiques sont linéaires ou ramifiés, alors que les polymères thermodurcissables possèdent une structure fortement réticulée [2, 20].

## **I. 2. 2. Différents types de polymères dentaires**

### **I. 2. 2 a. Polymères thermoplastiques**

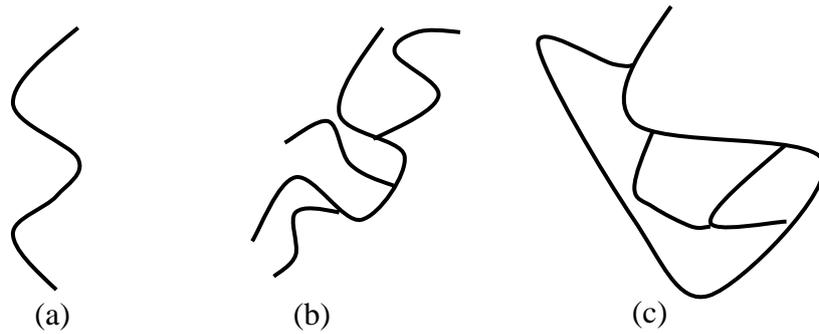
Le terme *thermoplastique* signifie que le matériau devient malléable quand il est chauffé, ce qui facilite sa mise en œuvre. Les thermoplastiques sont des éléments organiques en chaînes linéaires ou ramifiées. Ils sont fusibles et réversibles. Ces matériaux se subdivisent en deux classes : les amorphes (sans ordre moléculaire) et les semi-cristallins (structure partiellement ordonnée).

### **I. 2. 2 b. Polymères thermodurcissables**

Les polymères *thermodurcissables* sont des matériaux qui durcissent sous l'action de la chaleur, ou sous l'effet de la lumière. Les thermodurcissables ont leurs macromolécules orientées dans l'espace, formant un réseau tridimensionnel dans lequel ces chaînes sont fortement réticulées [21]. Ils sont infusibles et irréversibles (non recyclables). En général, les polymères thermodurcissables possèdent une rigidité plus grande que celle des polymères thermoplastiques.

Les propriétés mécaniques des polymères dépendent de plusieurs facteurs parmi lesquels figurent (i) la nature des monomères dans la chaîne macromoléculaire, et (ii) la configuration spatiale des chaînes qui peuvent être linéaires, ramifiées ou réticulaires (voir figure I. 1 ) [21].

Le comportement mécanique de ces matériaux est influencé par la nature des groupes chimiques mis en jeu, mais également par leurs caractéristiques physiques telles que la masse volumique et l'encombrement spatial [21].



**Figure I. 1 :** Différents arrangements d'une macromolécule : (a) linéaire, (b) ramifiée, (c) réticulée.

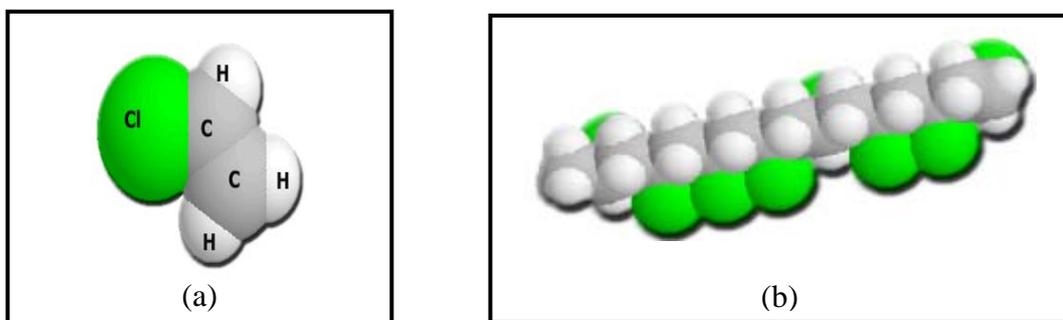
### I. 3. Caractéristiques physiques des polymères dentaires

Les polymères les plus utilisés dans le domaine dentaire sont :

1. Polychlorure de Vinyle et dérivés.
2. Polyéthylène et dérivés.
3. Polyuréthane.
4. Silicones.
5. Polyméthacrylate de Méthyle.

#### I. 3. 1. Le Polychlorure de Vinyle

Le Polychlorure de Vinyle ( $C_2H_3Cl$ )<sub>n</sub> ou (PVC) est une matière thermoplastique obtenue par polymérisation radicalaire, en présence de catalyseurs appropriés de Chlorure de Vinyle (monomère) VCM ou monochloroéthylène. Le PVC est l'une des matières synthétiques modernes qui présente une longue durée de vie. Il joue un rôle très important dans la santé et la sécurité. On peut ajouter des charges, des pigments, des agents de renforcement aux chocs, des stabilisants à la lumière.

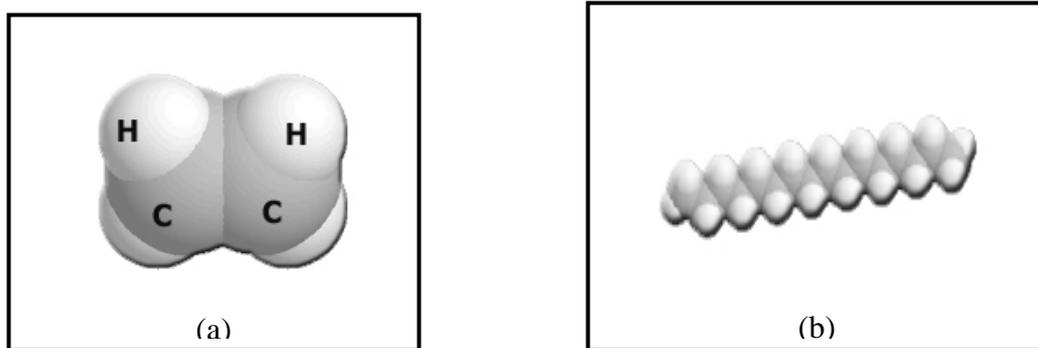


**Figure I. 2 :** (a) Molécule du Chlorure de Vinyle ; (b) Macromolécule du Polychlorure de Vinyle [19].

Le PVC est un matériau dont la masse volumique varie de 1,37 à 1,4 g/cm<sup>3</sup> (2g /cm<sup>3</sup> si on le rajoute des charges), il possède des propriétés physiques remarquables : une bonne rigidité à la température ambiante, sa température de ramollissement est de 75 °C, et il possède une excellente résistance à l'abrasion et au froid. Ses propriétés chimiques sont : la résistance aux acides et aux alcalins à des températures inférieures à 60°C, au chlore, aux huiles et aux graisses.

### I. 3. 2. Polyéthylène et dérivés.

Le Polyéthylène (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>n</sub> est un solide incolore, translucide, souple, insipide (sans goût) et non toxique. La variation de plasticité s'explique par la variabilité à l'équilibre des formes cristallines et amorphes en fonction de la température. La forme cristalline présente un comportement élastique tandis que la forme amorphe est rigide [19].

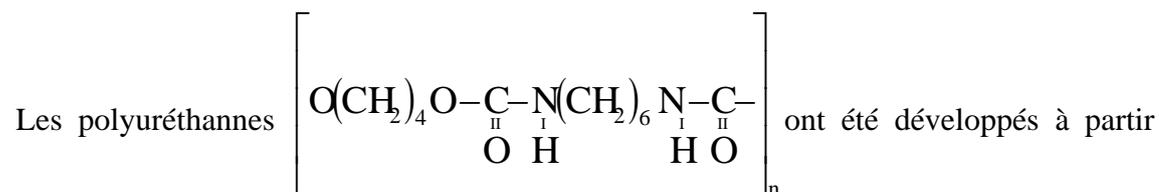


**Figure I. 3** :(a) Molécule d'éthylène ; (b) Macromolécule du Polyéthylène [19].

Selon la configuration des chaînes des polymères, le polyéthylène est classé en deux groupes [22] :

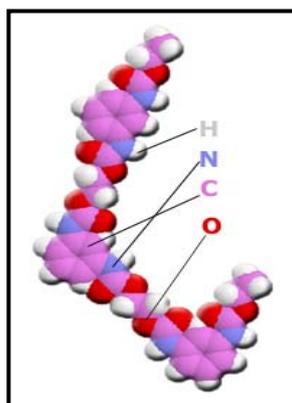
- Le polyéthylène basse densité (PEbd) est produit sous haute pression et il est très ramifié.
- Le polyéthylène haute densité (PEhd) est fabriqué sous une pression inférieure à celle de PEbd, il est dit linéaire car il est peu ramifié.

### I. 3. 3. Les Polyuréthannes



des années 30. Les recherches furent menées en parallèle en Allemagne et aux Etats-Unis pendant la deuxième guerre mondiale, mais les allemands furent les premiers à développer les premières mousses rigides pour la structure des avions et des sous-marins, grâce au Dr. Otto Bayer et ses collaborateurs.

Les polyuréthannes ont suscités, au début des années 50, une somme considérable de recherches en Europe et aux Etats-Unis, pour enfin arriver à développer des mousses souples de polyester-polyuréthannes [19].



**Figure I.4 :** Macromolécule du Polyuréthannes [19].

#### I. 3. 3 a. Polyuréthannes malaxables

Ce sont des polymères linéaires (polyéther ou polyesters polyuréthannes) réticulés par des peroxydes (oxydes qui renferment la plus grande quantité possible d'oxygène) ou du soufre. Leur mise en œuvre se fait par des mélangeurs classiques et leur transformation se fait par compression, injection ou transfert.

#### I. 3. 3 b. Polyuréthannes thermoplastiques

Composés linéaires ou partiellement ramifiés, ils sont obtenus à partir de polyéthers diols. Il est possible de les charger (graphite, sulfure de molybdène) pour améliorer certaines de

leurs propriétés. Ils sont élaborés sur des machines à vis classiques de transformation de thermoplastiques [19].

En général, les polyuréthanes ont une excellente résistance aux chocs, et à la rigidité. Par contre, ils sont sensibles aux phénomènes de fissuration et ont un retrait important au moulage.

### I. 3. 4. Les silicones

La fabrication industrielle des silicones ne date que d'une cinquantaine d'années, mais les recherches ont débuté au siècle dernier. Selon la nature des groupements rattachés au silicium, les polymères permettent d'obtenir des huiles, des gommés, des élastomères ou des résines[23].

Selon la fonctionnalité des chlorosilanes de départ, plusieurs cas sont possibles:

- **Chlorosilane mono fonctionnel (M)** qui est simplement utilisé pour bloquer les chaînes de chlorosilanes polyfonctionnels.
- **Chlorosilane difonctionnel (D)** contenant 2 atomes de chlore hydrolysables.
- **Chlorosilane trifonctionnel (T)** contenant 3 atomes de chlore hydrolysables.
- **Tétrachlorure de silicium (Q)**  $\text{SiCl}_4$  utilisé comme réticulant des chaînes de chlorosilanes difonctionnels ou trifonctionnels.

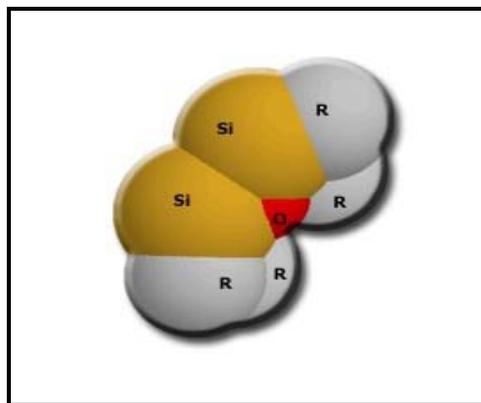


Figure I. 5 : Groupement siloxane [19].

Les quatre types de chlorosilanes précédents (M, D, T, Q) offrent de nombreuses possibilités de formation du groupement siloxane à partir de la nature du groupement R et par leur mélange possible.

**I. 3. 4 a. Les huiles et gommés :** Ils sont des polycondensats linéaires ou peu ramifiés.

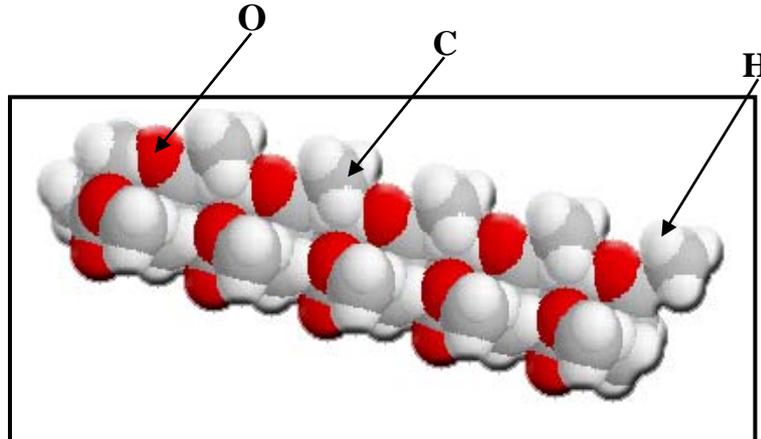
**I. 3. 4 b. Les résines :** Ils sont des polysiloxanes possédant des motifs D, T et des groupements réactifs permettant d'obtenir une structure réticulée thermodurcie.

Les silicones présentent de faibles variations à la température, ne sont pas mouillés par de nombreux produits organiques et présentent une faible valeur de tension superficielle, avec des propriétés mécaniques variables selon la silicone utilisée.

Ces propriétés leur confèrent des avantages très importants : une bonne tenue thermique, d'excellentes propriétés chimiques, une résistance aux agents oxydants et une perméabilité aux gaz. Néanmoins, le procédé de mise en œuvre demeure coûteux.

### **I. 3. 5. Le Polyméthacrylate de méthyle**

Le Polyméthacrylate de méthyle ( $C_5O_2H_8$ )<sub>n</sub>, d'appellation scientifiques PMMA (abrégié de **PolyMethyl MéthAcrylate**, en anglais) a été inventé par Bradel en 1927. Le Polyméthacrylate de méthyle est un thermoplastique transparent dont le monomère est le MéthAcrylate de Méthyle (MAM) (figure I.6). Il se présente sous forme de poudre et de liquide séparés [19].



**Figure I. 6 :** Macromolécule du Polyméthacrylate de méthyle [19].

Le PMMA est un polymère vinylique, fabriqué par polymérisation radicalaire à partir du monomère méthacrylate de méthyle.

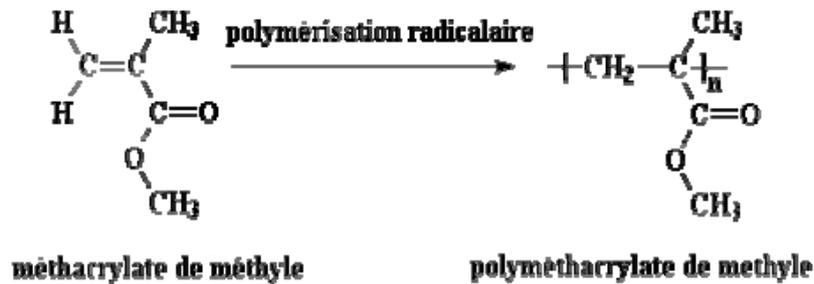


Figure I. 9 : Réaction de polymérisation radicalaire du PMMA.

### I. 3. 5 a. Propriétés du PMMA

Le PMMA est une résine de masse volumique variant entre 1,17 et 1,19 g /cm<sup>3</sup>. Il possède une dureté et une rigidité très élevées, une dureté mécanique élevée, une bonne transparence, une résistance à la déformation thermique élevée, une bonne propriété d'isolation électrique et diélectrique avec une faible absorption d'eau. Il n'est ni allergène ni toxique, il possède une bonne résistance chimique aux fluides buccaux et s'utilise dans la plage de température comprise entre - 40 °C et + 90 °C

Les inconvénients liés à cette résine sont : une tenue thermique limitée, une résistance chimique variable et des problèmes de fissuration sous contraintes.

### I. 4. Les matériaux composites

A partir de 1940, le PMMA devient la résine la plus utilisée dans le domaine dentaire, pour trois raisons principales : son apparence excellente, sa facilité à être manipulé et à être réparer en cas de fracture [1].

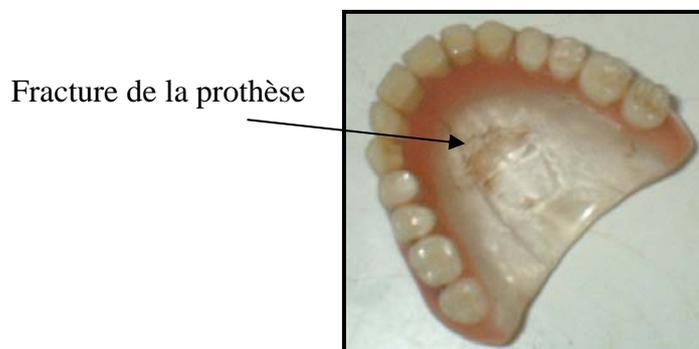


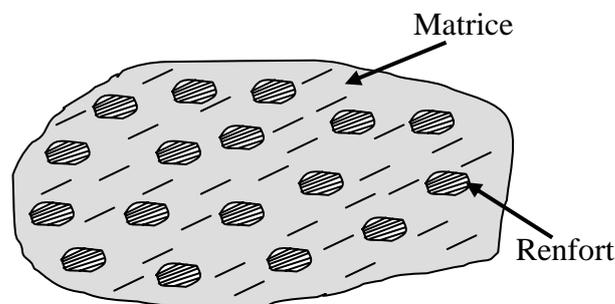
Figure I. 10 : Prothèse dentaire fabriquée et réparée en PMMA.

En 1984, au Royaume-Uni, à l'issue d'une enquête, BOWMAN et MANLY [24] ont rapporté que le coût total des réparations des prothèses adjointes fracturées s'est élevé à plus de 2 millions de livres sterling (près de 226 millions d'euros) [3]. Une autre analyse montre que 68% des prothèses sont fracturées après trois ans d'utilisation [3].

Ces études, citées à titre d'exemple, montrent à quel point les fissures et les fractures des bases prothétiques en résine PMMA représentent un souci majeur pour les praticiens et surtout pour les patients porteurs de prothèses complètes. Ce problème a une grande acuité en Afrique, où la facilité de mise en œuvre et surtout le coût modéré font de ces résines le matériau prothétique de choix.

Il était donc urgent de trouver une alternative au PMMA. Les chercheurs ont fait appel à la technologie des fibres pour renforcer ces résines, afin de permettre de prolonger la durée de vie des prothèses. Ils ont renforcé les prothèses avec différents types de fibres (métalliques, synthétiques, etc.) pour améliorer leurs propriétés mécaniques. Cette association donne un matériau composite.

Un *matériau composite* résulte d'un assemblage intime d'au moins deux corps non miscibles [25] à structure différente dont les qualités individuelles se combinent et se complètent en donnant un matériau hétérogène dont les performances globales sont améliorées. Cette association conduit à un matériau dont les performances sont supérieures à celles d'un matériau à un seul constituant. On appelle « matériau composite » des arrangements de deux phases distinctes : l'une dispersée et constituée d'un matériau résistant appelée *renfort*, tandis que l'autre, contenant ce renfort est caractérisée par une résistance mécanique plus faible qu'on appelle *matrice* (Fig.I.10).



**Figure I. 10 :** Le Matériau composite en général.

En fonction de leur nature, les matériaux composites sont classés en trois grandes gammes :

- Les composites à matrices organiques, qui ne peuvent être utilisés que dans les cas où les températures ne dépassant pas 200 à 300° C.
- Les composites à matrices métalliques qui sont utilisés jusqu'à 600° C.
- Les composites à matrices céramiques qui peuvent être utilisés au-delà de 1000° C.

#### I. 4. 1. Les différentes familles de matrices

Il existe plusieurs types de matrices (figure I. 11) :

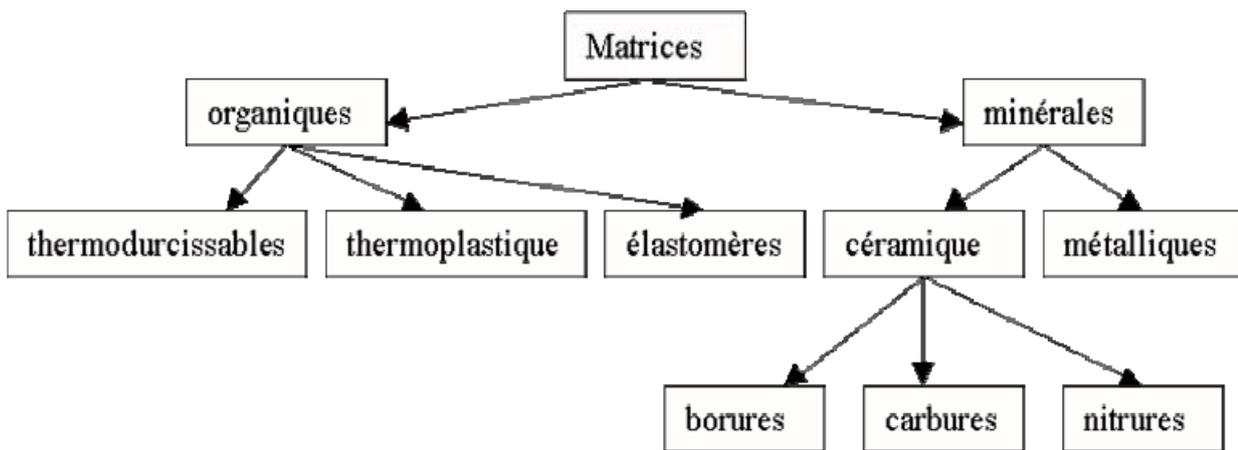


Figure I. 11 : Les différents types de matrices [26].

#### I. 4. 2. Principaux matériaux de renfort

Les différents renforts existants sont présentés ci-dessous:

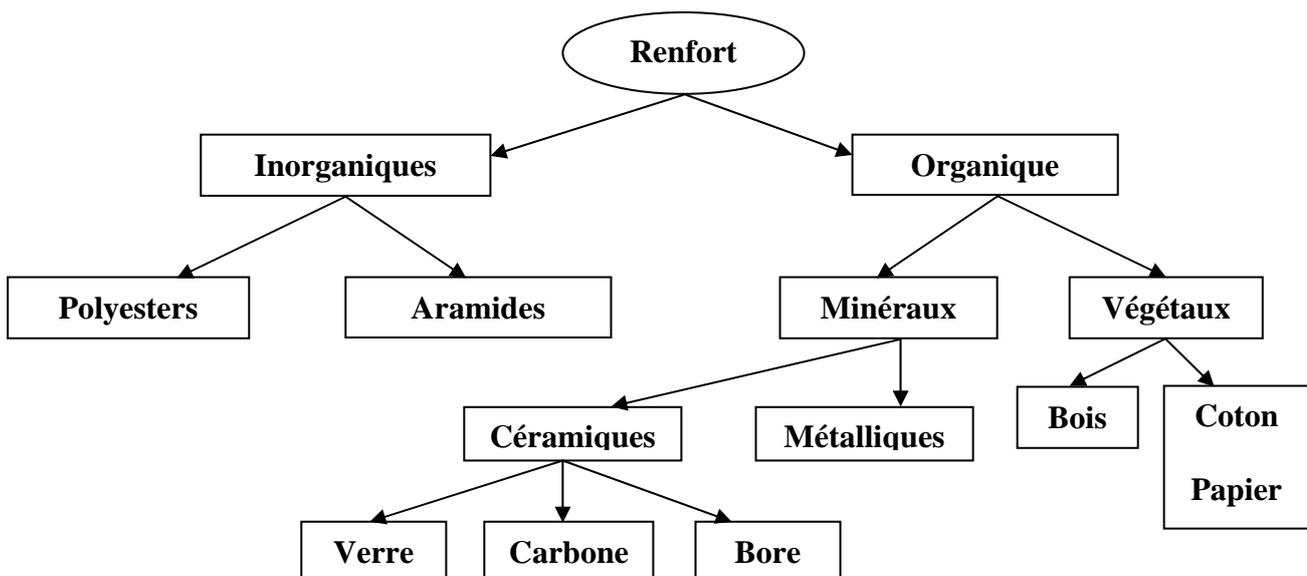


Figure I. 12 : Les différents types de renforts [26].

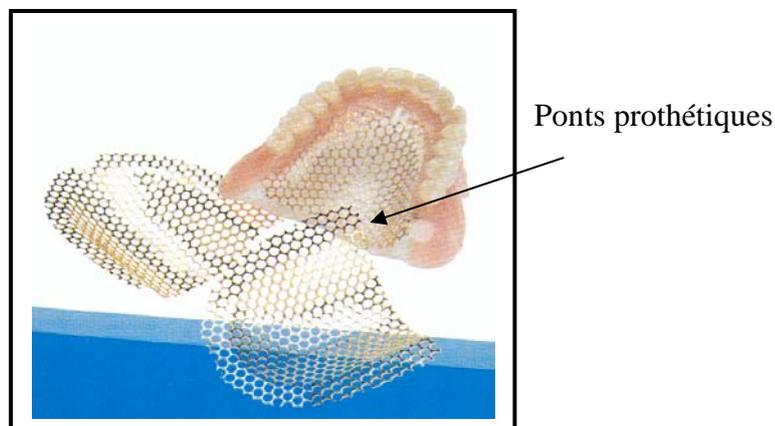
Les renforts sont bien plus qu'une simple phase ajoutée à une autre pour conduire à une somme de propriétés mécaniques spécifiques [27].

Comme nous l'avons déjà cité dans l'introduction, notre intérêt se porte sur les renforcements des matériaux utilisés dans le domaine dentaire. En conséquence, dans ce qui suit, nous allons évoquer ces matériaux spécifiques.

## I. 5. Matériaux composites utilisés dans le domaine dentaire

Les matériaux pour restaurations dentaires doivent présenter des caractéristiques microstructurales et physico-chimiques élevées. Ces propriétés leur permettent de résister aux contraintes masticatoires répétitives dont l'effet d'endommagement dans le temps peut amener le matériau à subir un choc mécanique prématuré. La technique conventionnelle céramo-métallique, communément utilisée pour la fabrication de couronnes (partie visible d'une dent, capsule en métal ou en céramique qui recouvre et protège cette partie en cas de dommage) et ponts prothétiques (fig I. 13), a parfaitement rempli son rôle de fiabilité jusqu'à présent. Toutefois, la technique céramo-métallique de par sa complexité et son coût, demande un équipement sophistiqué et l'usage d'alliages précieux ou semi-précieux [28].

Ces dernières années, la recherche d'une solution alternative, moins complexe et bon marché que la technique céramo-métallique où céramo-céramique, s'est tournée vers l'utilisation des résines composites déjà connues comme produits d'obturation de cavités dentaires. D'autres solutions alternatives ont fait appel à la technologie des fibres pour renforcer ces résines composites afin de permettre leur usage au niveau des reconstructions prothétiques de type petit pont adhésif au design conservateur [28].



**Figure I. 13:** Prothèse dentaire renforcée avec des fibres en acier inoxydable [23].

Les principaux arguments en faveur de l'emploi de résines composites, comme matériaux alternatifs aux systèmes céramo-métallique [28] sont :

1. Leur facilité d'utilisation en laboratoire.
2. Un équipement de laboratoire simplifié.
3. Des coûts de fabrication considérablement diminués (temps de travail réduit).
4. La possibilité de réparation en fauteuil en cas de fracture partielle de la restauration prothétique en composite.

CAROLL et COULAUD [6, 7] ont montré que les renforts métalliques posent un problème d'adhésion avec les résines et donnent une réaction thermique douloureuse en bouche avec un goût métallique. Par contre KELLY [8] a constaté que la résistance à la fatigue diminue, pour les composites PMMA-fibre de Nylon [3]. LADIZESKY [5] ont obtenu de bons prothétiques renforcés avec la fibre de polyéthylène.

Nous constatons que les renforts à fibres ne donnent pas toujours satisfaction. Il est donc utile de trouver d'autres matériaux. Les chercheurs essayent d'améliorer ces prothèses en ayant pour objectif d'obtenir des matériaux harmonisés de qualité, non métalliques et s'adaptant avec précision à la mâchoire. En outre, ces prothèses doivent rester neutres, sans goût métallique et sans réaction thermique douloureuse en bouche.

Une des solutions serait donc d'utiliser, au lieu des fibres, des inclusions sphériques organiques ou autre avec différentes concentrations volumiques de renfort pour renforcer la matrice de base, dans notre cas de la poudre de Carbone (graphite), à défaut du Titane plus discret que la poudre de carbone, mais fort coûteux.

Le chapitre suivant est consacré à l'étude du comportement mécanique et à la détermination des paramètres élastiques du matériau composite biphasique.

## *Chapitre II*

*Propagation des ondes ultrasonores dans les  
matériaux composites biphasiques*

## **II. 1. Introduction**

Les matériaux composites sont composés d'un ensemble d'au moins deux éléments homogènes. Pour déterminer les propriétés mécaniques de ces milieux, nous avons besoin d'étudier la propagation des ondes acoustiques dans ces matériaux. L'onde acoustique est la propagation d'une perturbation produisant sur son passage une variation réversible des propriétés physiques locales. Elle transporte de l'énergie sans transporter de matière.

Dans ce chapitre nous nous intéressons à la caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux composites à l'état solide par voie ultrasonore. Cette technique consiste à calculer les vitesses, longitudinale et transversale, et par ce biais, remonter aux paramètres élastiques. L'étude du comportement mécanique des matériaux composites en statique et en dynamique est importante pour évaluer leur capacité à être utilisés dans certains domaines.

Le comportement mécanique des polymères est soit élastique, soit viscoélastique lorsqu'ils sont peu sollicités. Au delà, ils suivent un comportement plastique et l'endommagement peut intervenir au sein du matériau.

## **II. 2. Viscoélasticité des matériaux composites à base de polymère**

La réponse d'un matériau à une sollicitation mécanique n'est jamais physiquement instantanée. Cette réponse étalée dans le temps, aussi brève soit elle, traduit le caractère viscoélastique d'un milieu. Ainsi, tout matériau est susceptible de présenter un comportement viscoélastique qu'il soit marqué ou non [29]. Ce comportement est mis en évidence, dans le domaine acoustique, par le phénomène de la dispersion (la vitesse de propagation dans le milieu analysé dépend de la fréquence utilisée) et par le phénomène de l'atténuation de l'amplitude de l'onde ultrasonore.

Le comportement viscoélastique du matériau composite à base de polymère est multiple :

### **II. 2. 1. Viscoélasticité linéaire :**

Le comportement d'un matériau composite est dit « viscoélastique linéaire », lorsqu'il satisfait la condition d'homogénéité et au principe de superposition de Boltzmann [30]. Dans ce cas, la déformation est proportionnelle à la contrainte appliquée. Pour des petites déformations, le polymère suit un comportement linéaire décrit par la loi de Hooke :

$T_i = E_{ij}S_j$  ( $T_i$  : est le tenseur des contraintes,  $E_{ij}$  : est le module de Young et  $S_j$  : est le tenseur des déformations). C'est le domaine élastique.

Pour des déformations légèrement supérieures, on entre dans le domaine viscoélastique. La différence entre la viscoélasticité linéaire et l'élasticité se traduit par la prise en compte de la variable temps au sens propre du terme et non pas seulement comme un moyen de classer les événements; en pratique cette condition de linéarité n'est satisfaite que dans le cas des très faibles déformations ( $S_j < 0.01$ ) [30].

## **II. 2. 2. Viscoélasticité non linéaire :**

La viscoélasticité non linéaire, du point de vue physique, est en général attribuée à un étirement irréversible du matériau. Lorsque la contrainte appliquée devient importante, le comportement viscoélastique du polymère change et devient non linéaire. Dans ce cas, le principe de superposition de Boltzmann n'est plus valable, puisque la déformation n'est plus proportionnelle à la contrainte appliquée [30].

## **II. 2. 3. Viscoplasticité :**

La viscoplasticité est une déformation irréversible du matériau. Ce phénomène se traduit par une déformation progressive en réponse à une contrainte supérieure à la limite d'élasticité du matériau.

## **II. 3. Comportement mécanique des matériaux solides :**

Le comportement mécanique des matériaux solides, lors d'une sollicitation en traction ou en pression, s'exprime par des relations entre les contraintes appliquées et les déformations. Le champ acoustique ne peut plus s'exprimer par une simple variable scalaire du déplacement particulière  $u$  [31].

### **II. 3. 1. Tenseur des déformations :**

La déformation locale du solide autour d'un point M, dont la position est repérée par  $x_i$  avant la déformation et  $x'_i$  après la déformation, s'exprime comme la différentielle du vecteur déplacement :  $u_i = x'_i - x_i$ .

Le tenseur des déformations  $S_{ij}$  est donné en fonction des déplacements  $u_i$  par la relation suivante [32, 33] :

$$S_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_k}{\partial x_i} \frac{\partial u_k}{\partial x_j} \right) \quad (\text{II. 1})$$

$i, j = 1, 2, 3$ .

Dans le cas des faibles déformations, on néglige le terme d'ordre deux  $\frac{\partial u_k}{\partial x_i} \frac{\partial u_k}{\partial x_j}$  par rapport au terme du premier ordre dans l'expression (II.1), l'équation du tenseur des déformations en fonction du champ de déplacement devient :

$$S_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (\text{II. 2})$$

La condition de symétrie ( $S_{ij} = S_{ji}$ ) du tenseur de déformation  $S_{ij}$ , permet de réduire ce dernier à six composantes au lieu de neuf.

### II. 3. 2. Tenseur des contraintes

Lorsqu'un solide élastique, supposé continu, est soumis à l'action d'une force extérieure, chaque élément de volume ou de particule matérielle de ce solide est soumis à une force élémentaire donnée par :

$$d\vec{F}^P = \vec{T} dS \quad (\text{II. 3})$$

$d\vec{F}^P$  est la force élémentaire,  $dS$  la surface élémentaire et le vecteur  $\vec{T}$ , qui a la dimension d'une force surfacique, est le tenseur des contraintes.

### II. 3. 3. Relation Contraintes-Déformations

#### II. 3. 1a. Solide anisotrope :

Dans le cas où le matériau est anisotrope, les propriétés physiques sont différentes selon la direction. Le comportement élastique d'un matériau est décrit par la loi de HOOKE

[33], exprimant une application linéaire entre les tenseurs des contraintes et des déformations

par la relation suivante :  $T_{ij} = C_{ijkl} S_{kl}$  (II. 4)

$i, j, k, l = 1, 2, 3$

$C_{ijkl}$  est un tenseur d'ordre quatre appelé tenseur des constantes élastiques, qui possède, dans le cas général  $3^4 = 81$  composantes.

Comme nous l'avons indiqué précédemment, les tenseurs des contraintes et des déformations sont symétriques, ils possèdent six composantes indépendantes, ce qui permet de limiter le nombre de composantes indépendantes pour le tenseur d'élasticité à 36. La loi de HOOKE s'écrit en fonction des déplacements :

$$T_{ij} = C_{ijkl} \frac{\partial U_l}{\partial x_k} \quad (\text{II. 5})$$

En considérant les tenseurs des contraintes et des déformations comme des vecteurs de 6 composantes, reliés par une matrice de dimension 6x6, et en faisant correspondre à chaque paire d'indice  $ij$  et  $kl$  un seul indice selon les relations suivantes :

$$\begin{array}{lll} (11) \leftrightarrow 1 & (22) \leftrightarrow 2 & (33) \leftrightarrow 3 \\ (23) = (32) \leftrightarrow 4 & (31) = (13) \leftrightarrow 5 & (12) = (21) \leftrightarrow 6 \end{array}$$

La relation devient alors :

$$T_{\alpha} = C_{\alpha\beta} S_{\beta} \quad (\text{II. 6})$$

### II. 3. 1b. Solide isotrope

On dit qu'un matériau solide est isotrope dans le cas où ses propriétés physiques sont les mêmes dans toutes les directions. La relation liant le tenseur des contraintes et le tenseur des déformations s'exprime, en fonction des constantes de Lamé, comme suit :

$$T_{ij} = \lambda S_{ll} \delta_{ij} + 2 \mu S_{ij} \quad (\text{II. 7})$$

Où  $\delta_{ij}$  est le symbole de Kronecker,  $\lambda$  et  $\mu$  sont les constantes de Lamé.

On peut écrire la matrice des constantes élastiques dans ce cas sous la forme :

$$C_{\alpha\beta} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{C_{11}-C_{12}}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C_{11}-C_{12}}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C_{11}-C_{12}}{2} \end{pmatrix}$$

$$\text{D'où : } C_{11} = C_{22} = C_{33} = \lambda + 2\mu \quad \text{et} \quad C_{12} = C_{13} = C_{23} = \lambda$$

## II. 4. Relation entre les vitesses acoustiques et les constantes élastiques

On suppose que le milieu de propagation des ondes élastiques est homogène et isotrope, et que nous sommes dans le cas des faibles déformations.

### II. 4. 1. Onde longitudinale

Dans un milieu élastique excité par des ondes ultrasonores, si les éléments du milieu vibrent dans la direction de propagation de l'onde, cette dernière est dite longitudinale de vitesse  $V_L$ .

On peut exprimer la vitesse longitudinale à partir des constantes de Lamé :

$$V_L = \sqrt{\frac{C_{11}}{\rho}} = \sqrt{\frac{\lambda + 2\mu}{\rho}} \quad (\text{II. 8})$$

### II. 4. 2. Onde transversale

Si la matière vibre perpendiculairement à la direction de propagation, l'onde est transversale de vitesse  $V_T$ .

Elle est reliée aux constantes de Lamé par la relation suivante:

$$V_T = \sqrt{\frac{C_{44}}{\rho}} = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \quad (\text{II. 9})$$

A partir des expressions précédentes des vitesses longitudinale et transversale, connaissant  $\rho$ ,  $V_L$  et  $V_T$ , nous pouvons déduire les expressions des coefficients de Lamé.

### II. 4. 3. Module de Young

C'est une constante élastique qui, pour un matériau homogène isotrope, lie la contrainte à la déformation. Dans le système international on l'exprime en MPa. En effet, ce coefficient caractérise la rigidité de la matière. Un matériau ayant un module d'élasticité élevé subira une déformation plus faible qu'un matériau ayant un module d'élasticité petit [34].

Le module de Young (E) est relié aux vitesses  $V_L$  et  $V_T$  par la relation suivante :

$$E = \rho \frac{V_T^2 (3V_L^2 - 4V_T^2)}{V_L^2 - V_T^2} \quad (\text{II. 10})$$

### II. 4. 4. Module de compressibilité

Le Module de compressibilité d'un solide ou d'un fluide, désigne sa résistance à une variation de volume. Il est noté K, Dans le système international on l'exprime en MPa. Il s'écrit en fonction des vitesses acoustiques sous la forme suivante :

$$K = \rho \frac{3V_L^2 - 4V_T^2}{3} \quad (\text{II. 11})$$

### II. 4. 5. Module de cisaillement

Le module de cisaillement d'un solide indique sa résistance à une force de cisaillement appliquée tangentiellement à la surface. Noté  $\mu$ , il s'exprime dans le système international en MPa. Il est lié à la vitesse transversale par la relation suivante :

$$\mu = \rho V_T^2 \quad (\text{II. 12})$$

#### II. 4. 6. Coefficient de poisson

Le coefficient de poisson ( $\nu$ ) permet de caractériser la contraction du milieu perpendiculairement à la direction de l'effort appliqué. Il fait partie des constantes élastiques, il est compris entre -1 et 0,5.

Il est théoriquement égal à 0.25 pour un matériau isotrope et est en réalité très proche de cette valeur. S'il est égal à 0.5, le matériau est incompressible [35].

Il s'écrit en fonction des vitesses de propagation dans le milieu:

$$\nu = \frac{V_L^2 - 2V_T^2}{2(V_L^2 - V_T^2)} \quad (\text{II. 13})$$

Le module d'élasticité, le module de cisaillement et le coefficient de Poisson d'un matériau ne sont pas indépendants les uns des autres, ils sont reliés par la relation suivante :

$$\mu = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad (\text{II. 14})$$

Le module de compressibilité est relié au module de Young et au coefficient de poisson par :

$$K = \frac{E}{3(1 - 2\nu)} \quad (\text{II. 15})$$

A partir des équations (II.14) et (II.15), nous pouvons déduire la relation entre le module de compressibilité, le module de cisaillement et le module de Young.

$$E = \frac{9K}{1 + 3\frac{K}{\mu}} \quad (\text{II. 16})$$

Ces paramètres élastiques permettent de suivre l'évolution du matériau et de caractériser ses propriétés mécaniques.

## **II. 5. Détermination des paramètres élastiques d'un matériau composite**

Dans une démarche de développement de nouveaux matériaux ou d'amélioration des propriétés spécifiques d'un produit existant, il est généralement important d'analyser l'influence d'un constituant sur le comportement du matériau composite. Plusieurs modèles théoriques permettent de déterminer les paramètres élastiques d'un matériau renforcé par des inclusions. Ces modèles sont basés sur le phénomène de la propagation d'une onde qui diffuse dans un milieu.

### **II. 5. 1. Diffusions des ondes acoustiques dans un milieu biphasique**

La diffusion est le phénomène par lequel un faisceau de rayonnement (lumineux, acoustique, etc.) est dévié dans de multiples directions par une interaction avec d'autres objets. La polarisation du rayonnement incident est en général modifiée suite à la diffusion. Ce processus est le plus souvent élastique (il n'y a pas de changement d'énergie entre la radiation avant et après la diffusion). Le phénomène de diffusion peut se produire également, lorsqu'une onde rencontre un obstacle dont la surface n'est pas parfaitement plane. La diffusion dépend du rapport entre la longueur d'onde et les dimensions des obstacles ou des irrégularités du milieu.

#### **II. 5. 1a. La diffusion de Rayleigh**

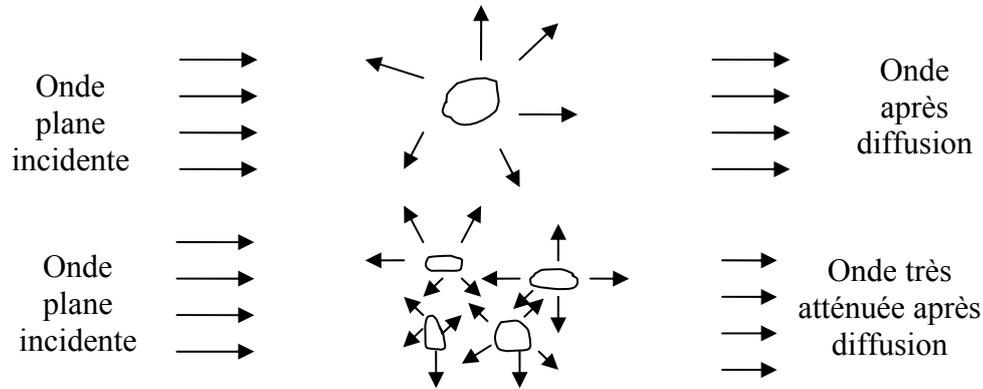
La diffusion de Rayleigh est un mode de diffusion des ondes électromagnétiques ou acoustiques, où la longueur d'onde de l'onde incidente est très grande devant la taille des particules diffusantes, de telle façon à ce que les dimensions des diffuseurs soient inférieures au dixième de la longueur d'onde de l'onde incidente, dans ce cas, la diffusion est élastique et multidirectionnelle.

Lorsque la taille des particules est de l'ordre de la longueur d'onde, la diffusion de Rayleigh n'est plus valable, il faut utiliser d'autres hypothèses.

#### **II. 5. 1b. Interactions ondes diffuseurs**

La longueur d'onde, de l'ordre de quelques millimètres, étant supposée très grande devant la taille des inclusions, de quelques dizaines de micromètres, lorsque la concentration en diffuseurs est faible, si l'espace entre les diffuseurs est grand par rapport à la longueur d'onde de l'onde plane incidente, nous pouvons considérer le milieu comme un milieu

continu : nous sommes dans le cas de la *diffusion simple*. Par contre, si la concentration en diffuseurs est forte et si l'espace entre les diffuseurs est petit devant la longueur d'onde de l'onde plane incidente, ceci implique que nous pouvons considérer le milieu comme un milieu discontinu: nous sommes dans le cas de la *diffusion multiple*.



**Figure II. 1 :** Phénomène de la diffusion multiple.

## II. 5. 2. Approches théoriques

La littérature est très riche en modèles de prédiction du comportement effectif d'un matériau multiphasé à partir de celui de ses constituants. Cela s'explique par le fait qu'actuellement, aucun d'eux n'est universel pour traiter ce genre de problème. Basés sur des approches parfois très différentes, ils laissent pourtant transparaître des préoccupations et des difficultés communes. L'objectif de cette partie n'est pas de fournir une liste exhaustive de l'ensemble des modèles existants, ni de rentrer dans les détails des démonstrations propres à chacun d'eux, mais de répertorier les plus pertinents et les plus simples à mettre en œuvre pour l'expérimentateur.

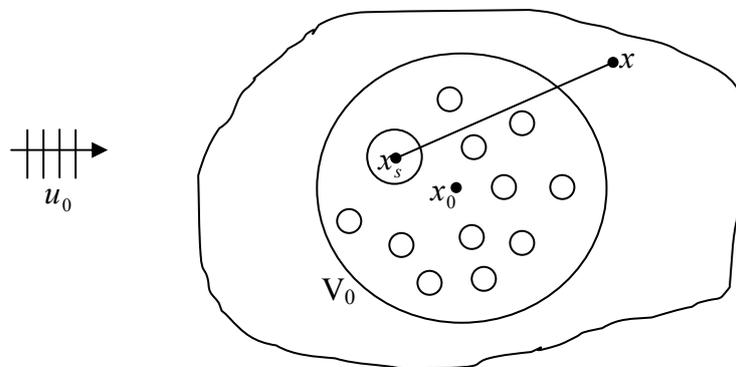
Plusieurs modèles théoriques prenant en compte un certain nombre d'hypothèses de base, permettent de déterminer les paramètres élastiques de ces matériaux. Par exemple, le modèle de CHERKAOUI citée dans [9], basé sur le phénomène de la diffusion multiple des ondes élastiques (les ondes élastiques réfléchies par les inclusions interagissent entre elles), est élaboré pour une matrice solide avec des inclusions sphériques creuses. Un autre modèle du même auteur, [10] a été élaboré pour des inclusions ellipsoïdales creuses immergées dans une matrice viscoélastique. AMENT [17] traite le milieu biphasique d'une matrice liquide visqueuse avec des inclusions sphérique rigides et le Modèle de KUSTER-TOKSÖZ [16] étudie un matériau composite à matrice solide avec deux sortes d'inclusions sphériques

solide et ellipsoïdales solides. Ces modèles sont basés, à l'inverse des modèles précédents, sur la diffusion simple des ondes élastiques. Le modèle de DEVANEY-LEVINE (DL) étudie un matériau composite à matrice solide avec des inclusions sphériques solides, mais à l'inverse du modèle de KT (KUSTER-TOKSÖZ) cette approche est basée sur le phénomène de la diffusion multiple. Tous les modèles précédents prennent comme hypothèse que la longueur d'onde est supérieure à la taille de l'inclusion.

Les échantillons des matériaux composites que nous utiliserons, lors de nos expériences, sont élaborés à partir d'une matrice solide (PMMA) consolidée par des inclusions sphériques solides (graphite). Les modèles de KT et de DL sont les plus proches de nos matériaux. C'est pour cette raison que, dans ce qui suit, nous expliciterons ces deux théories et nous simulerons le comportement du matériau, soumis au passage d'une onde acoustique, pour accéder aux paramètres élastiques (module de compressibilité, module de cisaillement, vitesses acoustiques, masse volumique et module de Young).

### II. 5. 2a. Modèle de KUSTER-TOKSÖZ (KT)

Dans ce modèle, il est considéré une distribution aléatoire de sphères homogènes et isotropes, immergées dans une matrice homogène et isotrope supposée infinie.



**Figure II. 2 :** Modèle de Kuster-Toksöz.

Le champ de déplacement au point  $x$  s'écrit sous la forme suivante :

$$u(x) = u^0(x) + \sum_{s=1}^N u^s(x, x_s) \quad (\text{II. 17})$$

$u^s(x, x_s)$  est le déplacement observé en  $x$ , dû à l'onde diffusée par l'inclusion  $S$  située à  $x_s$ .

$u^0(x)$  est le déplacement dû à l'onde incidente.

Considérons  $N$  sphères immergées dans un volume fini  $V_0$ , d'une matrice supposée infinie. La figure (II. 2) représente un élément du milieu biphasique isolé dans une matrice infinie. En supposant que le milieu est homogène à l'échelle du volume  $V_0$ , nous pouvons définir les propriétés du milieu, qui sont les mêmes que celles d'un milieu homogène, confiné dans un volume  $V_0$  et insoné par la même onde incidente  $u_0$ . Il se produit le même champ de déplacement au point  $x$  que le champ généré par les  $N$  inclusions, nous pouvons écrire alors :

$$u(x) = u^0(x) + u^*(x, x_0) \quad (\text{II. 18})$$

Où  $u^*(x, x_0)$  étant le champ de déplacement observé en  $x$ , dû au volume  $V_0$  et ayant les propriétés du milieu composite.

A partir des deux équations (II. 17) et (II. 18), nous obtenons l'équation fondamentale définissant le milieu :

$$u^*(x, x_0) = \sum_{s=1}^N u^s(x, x_s) \quad (\text{II. 19})$$

Si nous supposons que les deux phases sont isotropes, le matériau composite sera aussi isotrope. La diffusion de l'onde ne dépend pas de l'orientation de  $V_0$ , la sphère de volume  $V_0$ , sera une sphère représentative.

Pour déterminer les propriétés élastiques du milieu, nous résolvons l'équation (II. 19). L'onde diffusée par chaque inclusion est une fonction de l'onde incidente, cette onde incidente dépend de l'emplacement des autres inclusions en raison des effets de diffusion multiples. La position relative de toutes les inclusions doit également être connue pour le calcul de la somme de toutes les ondes diffusées. Ces informations statistiques ne sont pas disponibles pour le milieu biphasique réel. Habituellement, seules les concentrations volumiques relatives des phases sont connues. Pour résoudre l'équation (II. 19), avec les informations limitées dont nous disposons, KT posent deux approximations :

1. le point  $x$  est suffisamment loin de la sphère représentative ce qui permet d'écrire :

$$x_s \approx x_0, \quad s = 1, \dots, N.$$

2. les effets de la diffusion multiple sont négligeables, ce qui permet de prendre un champ incident non perturbé comme champ incident sur chaque inclusion dans la sphère représentative. Cette dernière hypothèse limite la validité de ce modèle au cas des faibles concentrations.

Les expressions des ondes diffusées par la sphère représentative peuvent être écrites comme suit (Annexe B), (le calcul détaillé est donné dans [16]):  $u^*$  représente le déplacement radial par rapport à la sphère représentative et  $v^*$  le déplacement transversal par rapport à la sphère représentative,  $R$ ,  $k_c$  et  $k_s$  sont le rayon de la sphère représentative, les nombres d'onde des ondes de compression et de cisaillement,  $A$  est l'amplitude de l'onde incidente.

$$\begin{aligned} u^* &= -\frac{iA(k_c R)^3}{k_c} \frac{e^{i(k_c r - \omega t)}}{k_c r} \left[ B_{e_0}^* - B_{e_1}^* \cos \theta - \frac{B_{e_2}^*}{4} (3 \cos 2\theta + 1) \right] \\ v^* &= -iA \frac{(k_s R)^3}{k_s} \frac{e^{i(k_s r - \omega t)}}{k_s r} \left[ B_{e_1}^* \sin \theta + \frac{3k_s}{4p} B_{e_2}^* \sin 2\theta \right] \end{aligned} \quad (\text{II. 20})$$

Avec

$$B_{e_0}^* = \frac{K_0 - K^*}{3K^* + 4\mu_0}$$

$$B_{e_1}^* = \frac{\rho_0 - \rho^*}{3\rho_0}$$

$$B_{e_2}^* = \frac{20}{3} \frac{\mu_0(\mu^* - \mu_0)}{6\mu^*(K_0 + 2\mu_0) + \mu_0(9K_0 + 8\mu_0)}$$

La deuxième hypothèse implique que la diffusion multiple est négligée, l'onde incidente sur chaque inclusion est l'onde plane originale. Nous pouvons écrire l'onde diffusée au point d'observation comme la somme des ondes diffusées par les inclusions :

$$\sum_{j=1}^N u^i = -\frac{iA}{k_c} \sum_{j=1}^N (k_c a_j)^3 \frac{e^{i(k_c r - \omega t)}}{k_c r} \left[ B_{e_0} - B_{e_1} \cos \theta - \frac{B_{e_2}}{4} (3 \cos 2\theta + 1) \right] \quad (\text{II. 21})$$

$$\sum_{j=1}^N v^j = -\frac{iA}{k_c} \sum_{j=1}^N (k_s a_j)^3 \frac{e^{i(k_s r - \omega t)}}{sr} \left[ B_{e_1} \sin \theta + \frac{3k_s}{4p} B_{e_2} \sin 2\theta \right]$$

$$B_{e_0} = \frac{K_0 - K'}{3K' + 4\mu_0}$$

$$B_{e_1} = \frac{\rho_0 - \rho'}{3\rho_0}$$

$$B_{e_2} = \frac{20}{3} \frac{\mu_0 (\mu' - \mu_0)}{6\mu' (K_0 + 2\mu_0) + \mu_0 (9K_0 + 8\mu_0)}$$

D'après l'équation (II. 19), et en utilisant les relations (II. 20) et (II. 23), KT, déduisent les paramètres élastiques du matériau composite et la masse volumique comme suit :

$$\frac{K^* - K_0}{3K^* + 4\mu_0} = c \frac{K' - K_0}{3K' + 4\mu_0}$$

(II. 22)

$$\frac{(\mu^* - \mu_0)}{6\mu^* (K_0 + 2\mu_0) + \mu_0 (9K_0 + 8\mu_0)} = \frac{c(\mu' - \mu_0)}{6\mu' (K_0 + 2\mu_0) + \mu_0 (9K_0 + 8\mu_0)}$$

$$\rho^* - \rho_0 = c(\rho' - \rho_0)$$

Où  $c$  est la concentration volumique de l'inclusion donnée par :

$$c = \frac{1}{R^3} \sum_{j=1}^N a_j^3 \quad \text{Où } a \text{ est le rayon de l'inclusion sphérique.}$$

$K_0, \mu_0, \rho_0$  et  $K', \mu', \rho'$  sont respectivement les modules de compressibilité, le module de cisaillement et les masses volumiques de la matrice et du renfort.

$K^*, \mu^*, \rho^*$  sont respectivement le module de compressibilité, le module de cisaillement et la masse volumique du milieu biphasé.

Le matériau composite étant supposé isotrope, les vitesses longitudinale et transversale dans le milieu sont reliées aux paramètres élastiques par les relations suivantes :

$$V_L^* = \left( \frac{K^* + \mu^*}{\rho^*} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II. 23})$$

$$V_T^* = \left( \frac{\mu^*}{\rho^*} \right)^{\frac{1}{2}}$$

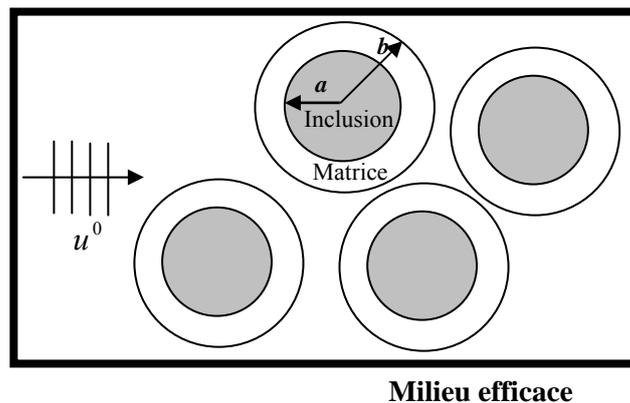
D'où l'expression du module de Young du matériau composite à partir de la relation (II. 16).

$$E = \frac{9 K^*}{1 + 3 \frac{K^*}{\mu^*}} \quad (\text{II. 24})$$

Les paramètres élastiques déterminés théoriquement par le modèle de KT, sont valables pour une matrice solide et des inclusions sphériques. Cette théorie est cependant, limitée en fréquence [36, 37] (la longueur d'ondes de l'onde traversant le composite est supposée grande devant la taille des inclusions) et en concentration (la diffusion multiple est supposée négligeable) [38]. Les limites qu'impose cette approche montrent qu'il est important d'élaborer d'autres modèles donnant les constantes élastiques dans le cas où le matériau de base serait renforcé par des inclusions à haute concentration volumique.

L'étude théorique de la propagation des ondes élastiques par des inclusions sphériques immergées dans une matrice solide, basée sur la diffusion multiple, est traitée de plusieurs façons.

Les différentes théories prennent toutes comme modèle de base l'approche « **auto-cohérente** » [14], cette approche suppose que les inclusions sont noyées dans une couche de la matrice, ces nouvelles inclusions forment un milieu qui possède toutes les propriétés du composite. Elle a été utilisée par plusieurs auteurs dont DL [13].



**Figure II. 3 :** Modèle 'auto-cohérent'.

### II. 5. 2b. Modèle de DEVANEY-LEVINE (DL)

La théorie est développée pour déterminer les propriétés élastiques d'un matériau composite constitué d'une distribution aléatoire de sphères homogènes et isotropes immergées dans une matrice supposée infinie, homogène et isotrope. Ce modèle se base sur la théorie de la diffusion multiple et s'applique lorsque le nombre d'onde  $k$  vérifie la limite de Rayleigh ( $ka \ll 1$ ,  $a$  étant le rayon de l'inclusion), c'est-à-dire lorsque la longueur d'onde est supérieure à la taille de l'inclusion sphérique (faible atténuation aux fréquences utilisées [39]). Ce modèle est applicable dans le cas de métaux liquides et de solides amorphes.

#### Equation de dispersion

Dans ce modèle, une onde plane élastique est envoyée dans un milieu contenant deux phases homogènes et isotropes, le milieu biphasique devient aussi homogène, isotrope et élastique, caractérisé par le module de compressibilité  $K^*$ , le module de cisaillement  $\mu^*$  et la

masse volumique  $\rho^*$ . Dans le milieu se propagent, l'onde longitudinale de nombre d'onde  $k_c$  et l'onde transversale de nombre d'onde  $k_s$ . Les équations de dispersion s'écrivent sous la forme suivante [13] :

$$(K^* + \frac{4}{3}\mu^*)k_c^2 - \omega^2 \rho^* = 0 \quad (\text{II. 25})$$

$$\mu^* k_s^2 - \omega^2 \rho^* = 0 \quad (\text{II. 26})$$

Où  $\omega$  est la fréquence angulaire de l'onde progressive.

Dans le cas où la distribution des inclusions est complètement aléatoire, les équations de dispersion (5. 23) et (5. 24) donnent :

$$(K_0 + \frac{4}{3}\mu_0)k_c^2 - \omega^2 \rho_0 - 4\pi\bar{m}\rho^* \left(\frac{\omega^2}{k_c^2}\right)A(k_c) = 0 \quad (\text{II.27})$$

$$\mu_0 K_s^2 - \omega^2 \rho_0 - 4\pi\bar{m}\rho^* \left(\frac{\omega^2}{k_s^2}\right)B(k_s) = 0 \quad (\text{II.28})$$

Où  $K_0$ ,  $\mu_0$  et  $\rho_0$  sont les constantes élastiques et la masse volumique de la matrice et  $\bar{m}$  est le nombre moyen des inclusions par unité de volume.  $A(k_c)$  et  $B(k_s)$  sont reliées à l'amplitude de l'onde de compression et de cisaillement pour un seul diffuseur.

$$K = K' - K_0 + K^*$$

$$\mu = \mu' - \mu_0 + \mu^*$$

$$\rho = \rho' - \rho_0 + \rho^*$$

$K'$ ,  $\mu'$  et  $\rho'$  sont les constantes élastiques et la masse volumique de l'inclusion.

On utilise les équations (II. 25) et (II. 26) pour déterminer les paramètres élastiques du matériau biphasique.

L'étude théorique de la propagation des ondes élastiques dans un milieu biphasique, avec les hypothèses précédentes, permet de déterminer les constants élastiques et la masse volumique du composite:

$$K^* = K_0 + C \frac{(3K^* + 4\mu^*)\delta K}{3K^* + 4\mu^* + 3\delta K}$$

$$\mu^* = \mu_0 + C \frac{5(3K^* + 4\mu^*)\mu^*\delta\mu}{(15K^* + 20\mu^*)\mu^* + 6(K^* + 2\mu^*)\delta\mu} \quad (\text{II. 29})$$

$$\rho^* - \rho_0 = c(\rho' - \rho_0)$$

$$\text{Où } \delta K = K' - K_0, \quad \delta\mu = \mu' - \mu_0, \quad \delta\rho = \rho' - \rho_0$$

Les résultats obtenus, pour les deux modèles précédents, nous permettent de connaître les évolutions des différents paramètres élastiques en fonction de la concentration volumique du renfort. L'étape suivante est une simulation numérique du comportement mécanique de ces modèles. Elle nous permet de tracer, pour les deux approches, les courbes des constantes élastiques du milieu effectif, des vitesses acoustiques et de la masse volumique, en fonction de la concentration volumique des inclusions. Les résultats obtenus pour les deux théories, seront comparés dans la partie simulation numérique dans le chapitre suivant.

## *Chapitre III*



*Résultats expérimentaux  
et interprétation*

*Partie A*

*Elaboration d'échantillons  
PMMA/poudre de carbone*

## **INTRODUCTION**

Les polymères jouent un rôle très important dans le domaine industriel, le transport, l'aérospatial, etc. Cet intérêt est dû à leurs caractéristiques mécaniques remarquables associées à un faible poids. Ces matériaux sont connus pour leur mauvaise résistance à la fatigue, et donc une durée de vie limitée. Pour augmenter cette durée de vie et améliorer leurs propriétés mécaniques (module de Young), nous ajoutons à ce polymère des inclusions sphériques de carbone (graphite), où le PMMA (plexiglas) est pris comme matériau de base.

Le but est de montrer l'influence des inclusions sphériques sur les propriétés mécaniques du matériau et sur les vitesses, longitudinale et transversale, et tester la validité des deux modèles théoriques cités dans le chapitre précédent. Pour cela, nous élaborons une série d'échantillons de différentes concentrations volumiques du renfort. Le chapitre suivant sera partagé en deux parties: la première sera consacrée à présenter la procédure de fabrication des échantillons et dans la deuxième, nous nous intéressons à la caractérisation expérimentale des propriétés mécaniques des matériaux composites à l'état solide par voie ultrasonore ce qui nous permettra de tester la validité des modèles théoriques.

### III. A. 1. Introduction

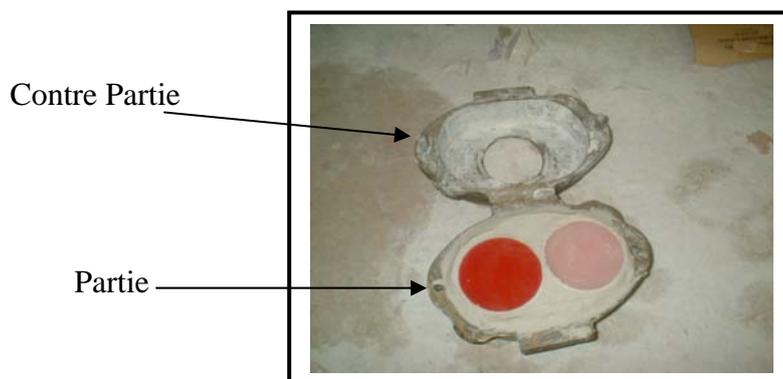
Notre étude expérimentale est essentiellement basée sur les matériaux composites à renfort sphérique et à matrice fragile. Dans cette partie, nous présentons la technique d'élaboration de nos échantillons basée sur la méthode de fabrication des prothèses dentaires. Nos échantillons ont été réalisés, gracieusement, et avec beaucoup de gentillesse dans l'officine de prothèses dentaire du centre médical social des P.T.T place du premier mai et dans l'officine du prothésiste dentaire, monsieur REZKALAH à M'sila.

### III. A. 2. Technique d'élaboration

Il y a deux étapes dans l'élaboration: la mise en moufle et la préparation de la résine.

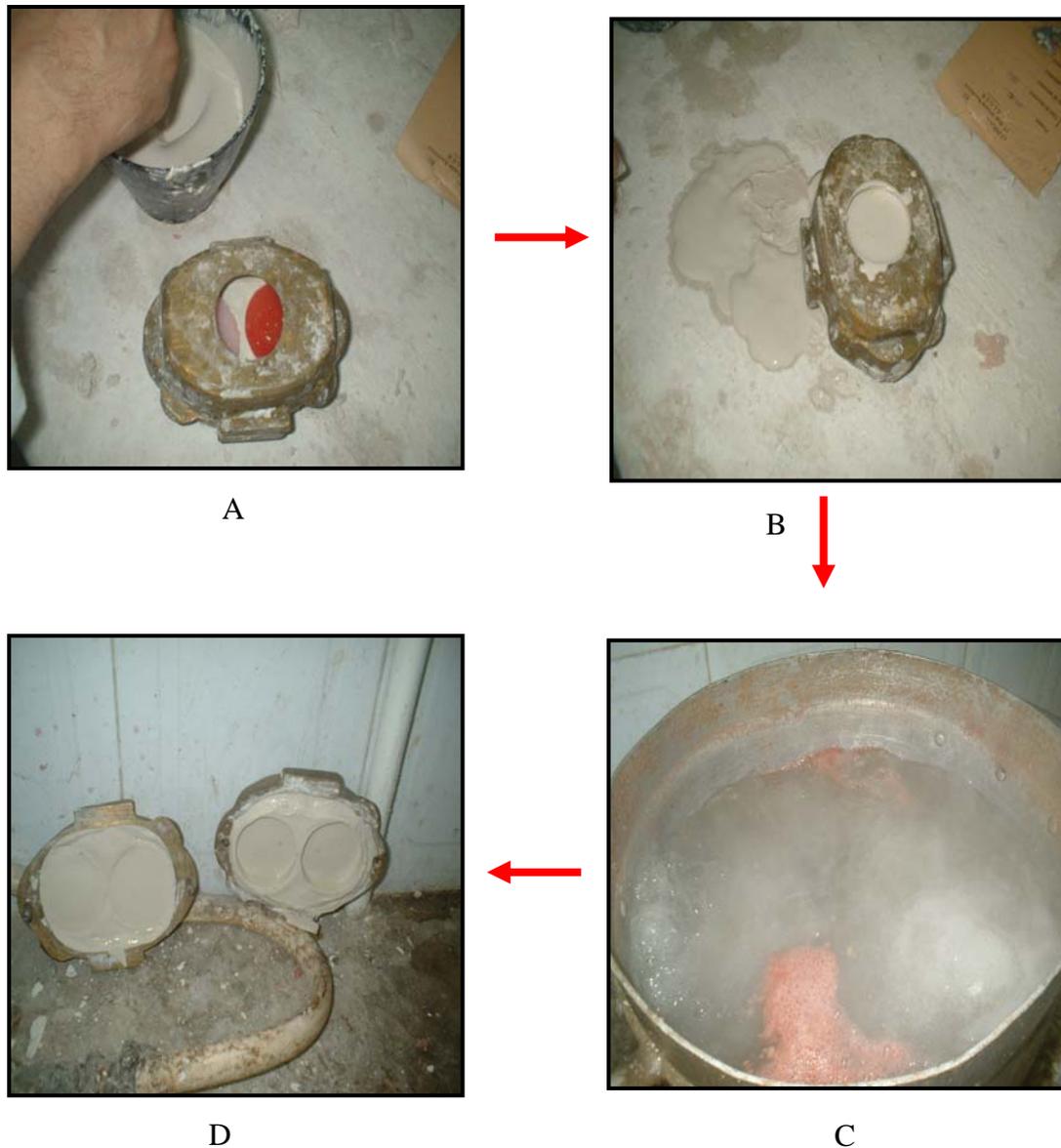
#### III. A. 2 a. Mise en Moufle

Le **Moufle** est une partie réfractaire d'un four dans laquelle sont disposés les produits à traiter pour les protéger soit de l'action direct du chauffage soit de l'action oxydante de l'air.



**Figure III. A. 1:** mise en moufle de l'échantillon en cire.

Le modèle en cire de forme circulaire, est déposé dans un moufle qui contient du plâtre dentaire liquide. Sur le plâtre sec, on verse un liquide qui va servir à isoler les deux parties du moufle. Lorsque l'on versera du plâtre dans la deuxième partie de celui-ci. La forme des deux surfaces de l'échantillon en cire est ainsi imprimée sur le plâtre, après passage du moufle dans un bain-marie à 100°C.



**Figure III. A. 2** : Etapes de préparation du moule.

A : moufle refermé avec échantillons de cire.

B : échantillons de cire noyés dans du plâtre liquide.

C : moufle plongé dans un bain-marie dans le but de faire fondre la cire.

D : moule obtenu pour nos échantillons de matériau composite.

### III. A. 2b. Préparation de la résine

Dans cette partie nous allons expliquer le mode préparatoire pour renforcer la résine, avec de la poudre de carbone.

Le choix du carbone s'impose pour ses hautes caractéristiques mécaniques (sa résistance dépasse celle des meilleurs aciers avec l'avantage d'une masse volumique quatre fois plus faible) [3].

Par contre pour le titane, sa masse volumique est environ de 60 % de celle de l'acier, ses caractéristiques mécaniques restent élevées jusqu'à une température d'environ 600°C, son module de Young est très proche de celui des structures osseuses. Il ne présente aucun risque pour les personnes souffrant d'allergie et il dispose d'une très bonne capacité d'isolation thermique. Dans la bouche, il n'a pas au goût métallique désagréable.

La poudre de titane n'étant pas disponible, car trop coûteuse, nous utiliserons, pour différentes concentrations, de la poudre de carbone (pour nos expériences, nous avons utilisé du graphite).

Pour connaître, exactement, la quantité de carbone ajoutée au PMMA, nous faisons un calcul qui nous permet de préciser cette valeur.

L'échantillon ayant la forme d'un disque, nous pouvons déterminer le volume du matériau composite à partir de la relation  $V^* = (\pi r^2 d)$  (r et d étant respectivement le rayon et l'épaisseur de l'échantillon).

Comme

$$c = \frac{V'}{V^*}$$

$$1 - c = \frac{V_0}{V^*}$$

$$\rho' = \frac{m'}{V'} \rightarrow m' = \rho' c V^*$$

$$\rho_0 = \frac{m_0}{V_0} \rightarrow m_0 = \rho_0 (1 - c) V^*$$

Où  $V^*, V', V_0$  sont respectivement, le volume du composite, le volume du renfort (carbone) et le volume de la matrice (PMMA).

$\rho', \rho_0$ , sont respectivement la masse volumique de renfort et de matrice.

$m', m_0$ , sont respectivement la masse de renfort et de matrice.

$c$ , est la concentration volumique de renfort dans le matériau composite.

La balance utilisée a une précision de  $10^{-3}$  g.

Le tableau suivant présente les masses de PMMA et de carbone en fonction de la concentration volumique du renfort (carbone):

Concentration volumique de renfort (%)	0	2	3	5	7	10	13	15
Masse de carbone $m'$ (g)	0	0.965	1.448	2.414	3.38	4.828	6.28	7.24
Masse de PMMA $m_0$ (g)	30	24.704	24.452	23.947	23.44	22.687	21.93	21.42

**Tableau III. A. 1 :** Tableau présentant les différentes masses de carbone et de PMMA en fonction des concentrations volumiques de carbone.

Ce polymère est présenté sous forme d'une poudre et d'un liquide séparé.

- Le mélange se fait dans un rapport de 20 g de poudre pour 16,5 g de liquide.

Avec une spatule, on mélange la poudre avec le liquide et on laisse reposer jusqu'à ce que le mélange se transforme en pâte. Ensuite, on malaxe la pâte avec la main et on met suffisamment de résine dans la moitié tiède du moufle. On ferme avec précaution et on soumet à une pression de 80 bars dans la presse en la fixant à l'aide de la bride.



(a)



(b)

**Figure III. I. 3:** (a) Préparation de la résine, (b) Moufle sous pression.

La dernière étape consiste à mettre le moufle fermé dans de l'eau froide et à le chauffer jusqu'à  $100^{\circ}\text{C}$ , on laisse ensuite bouillir pendant 45 minutes (résine à 0%).

Pour chaque concentration, le temps de mise en ébullition est différent.

Concentration volumique de renfort (%)	0	2	3	5	7	10	13	15
Temps de mise en ébullition (min)	45	60	61	63	65	65	75	+240

**Tableau III. A. 2** : Les différents temps de polymérisation en fonction de concentration volumique.



**Figure III. A. 4**: La polymérisation de PMMA (Le moufle dans un bain-marie).

Laisser le cylindre au moins 30 min à la température ambiante avant de le refroidir complètement dans l'eau.

Après refroidissement total, nous ouvrons le cylindre et nous retirons le plâtre, nous contrôlons l'occlusion des échantillons puis nous effectuons la finition: pré-polissage et polissage au brillant.



**Figure III. A. 5**: L'échantillon après la polymérisation.

Nos échantillons étant élaborés, il nous faut maintenant les caractériser, Ceci sera l'objet de la partie suivante.

*Partie B*

*Caractérisation des matériaux composites  
par la technique ultrasonore*

### III. B. 1. Introduction

Les techniques ultrasonores sont, de loin, les méthodes les plus utilisées pour le contrôle et l'évaluation non destructifs des propriétés mécaniques des matériaux. Ces techniques présentent l'avantage d'être adaptées à une très large gamme de matériaux. Pour des milieux hétérogènes à l'échelle microscopique comme par exemple, les matériaux composites, cette méthode permet d'estimer les propriétés mécaniques de ces milieux. Les méthodes de caractérisation ultrasonores sont devenues un outil essentiel pour l'identification et l'évaluation du comportement mécanique d'un milieu.

### III. B. 2. Principe de l'utilisation des ultrasons

Les ultrasons sont des ondes acoustiques dont les fréquences sont supérieures à 20 KHz et qui se propagent dans les milieux élastiques. Les ondes ultrasonores possèdent toutes les propriétés des ondes élastiques. Elles transportent de l'énergie sans transporter de la matière.

Le principe de base du contrôle ultrasonore consiste à envoyer une onde élastique par l'intermédiaire d'un transducteur dans le matériau à contrôler et de récupérer les échos ou l'onde transmise, chargés d'informations sur l'intégrité du milieu. Il existe deux techniques principales pour l'utilisation des ultrasons en contrôle non destructif : par contact et par immersion.

**III. B. 2 a. Contrôle par contact** : les transducteurs ultrasonores sont directement placés sur les surfaces de l'échantillon à contrôler, la bonne liaison acoustique est assurée par un agent de couplage, permettant l'adaptation d'impédance, par exemple le gel échographique. Ainsi, l'onde acoustique est générée et réceptionnée au contact direct de l'échantillon. L'épaisseur du couplant est de l'ordre du dixième de millimètre.

**III. B. 2 b. Contrôle par immersion** : les transducteurs sont placés à une certaine distance (quelques cm) de l'échantillon. Le couplage est assuré par un liquide habituellement l'eau.

Cette technique nous permettra, par la mesure des vitesses longitudinale et transversale, de remonter aux constantes élastiques associées à la masse volumique du matériau et d'étudier l'atténuation de l'onde ultrasonore qui est liée à la viscosité du milieu.

### III. B. 3. Caractérisation du transducteur

L'étude expérimentale de la propagation des ondes acoustiques nécessite des dispositifs, appelés transducteurs, capables de détecter ces ondes mécaniques et à les transformer en signal électrique exploitable efficacement.

Le transducteur, appelé aussi sonde ou palpeur, est un résonateur électromécanique amorti, constitué d'un solide piézoélectrique, mis en contact direct avec le milieu de propagation ou par l'intermédiaire d'un liquide [40].

Le matériau piézoélectrique est la partie essentielle d'un transducteur, il transforme le signal électrique en vibrations mécaniques exploitables sous la forme d'une onde de volume, se propageant dans le matériau à analyser, et transforme les ondes mécaniques en un signal électrique.



**Figure III. B. 1 :** Transducteur utilisé

Dans ce travail, nous choisissons des transducteurs dont la fréquence centrale est de 2,25 MHz (Figure.III.1):

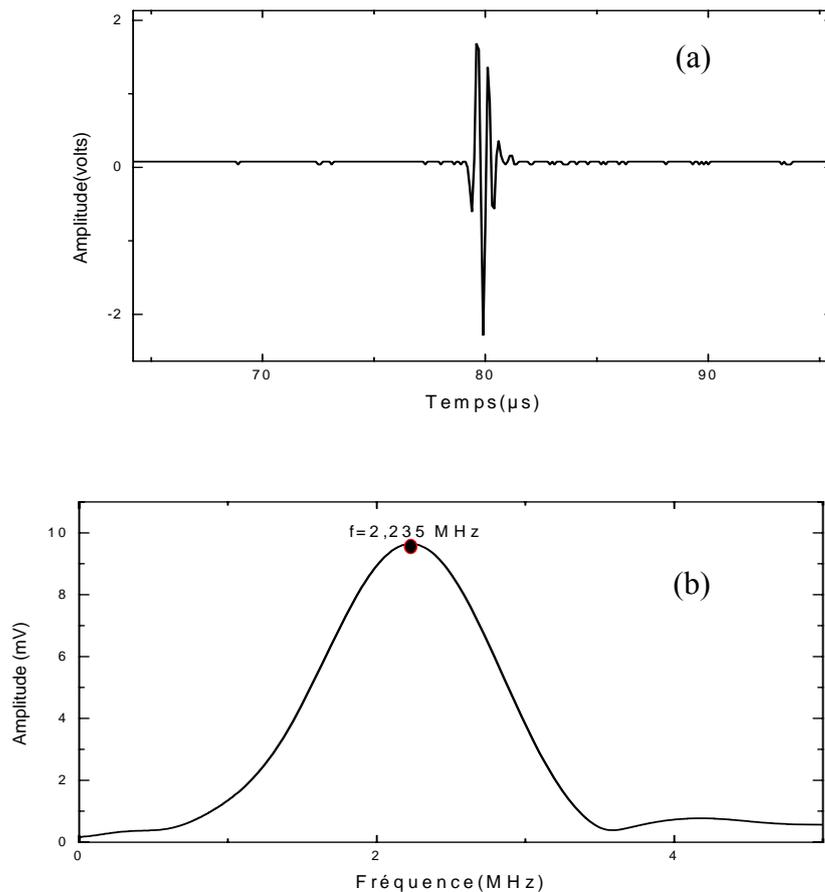


Figure III. B. 2 : (a) : Signal temporel ; (b) : Réponse fréquentielle du transducteur.

### III. B. 4. Mesure des vitesses ultrasonores sous incidence oblique par la méthode de l'interférométrie ultrasonore

- Pour mesurer les vitesses acoustiques, qui nous permettrons de remonter aux constantes élastiques du milieu étudié, sous incidence oblique, nous utilisons la méthode de l'interférométrie ultrasonore.

Le principe de l'interférométrie ultrasonore est basé sur la comparaison entre deux signaux issus d'une même source, le premier est le signal de référence, dont les propriétés sont connues, la réponse impulsionnelle  $h_r(t)$  du système de référence étant connue. L'autre signal est issu d'une réponse impulsionnelle inconnue, noté  $h_y(t)$ , dont on cherche à évaluer les propriétés [29]. Les deux signaux sont décalés d'un temps  $\Delta t$  (Figure IV.3).

Ainsi, après mesure de la masse volumique, connaissant le temps de retard et l'épaisseur de notre échantillon, il est possible de calculer les vitesses de propagation de l'onde dans l'échantillon. Et par ce biais, remonter aux propriétés élastiques du matériau.

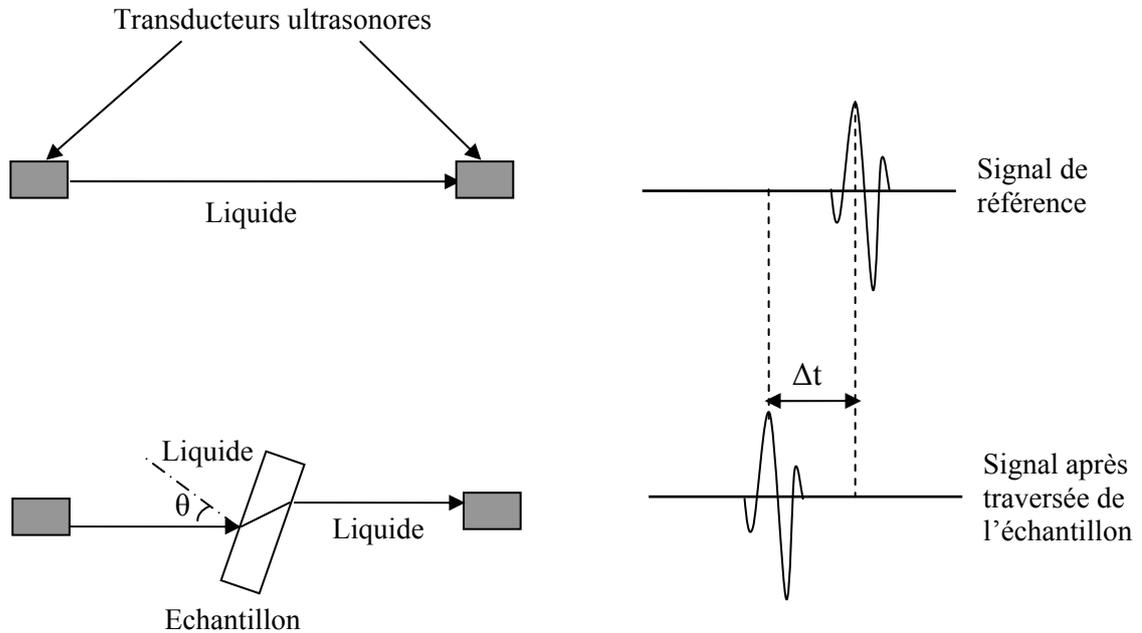


Figure III. B. 3 : Principe de l'interférométrie ultrasonore

### III. B. 4. 1. Relation entre la vitesse dans l'échantillon et le temps de retard

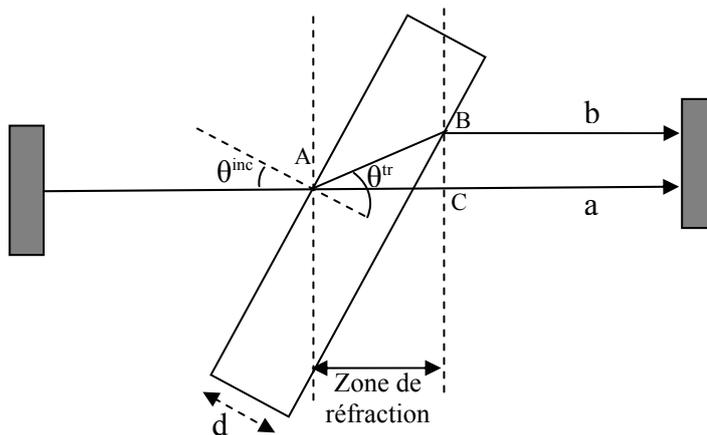


Figure III. B. 4: Propagation des ondes élastiques :(a) sans échantillon, (b) avec échantillon.

A partir des deux signaux, (a) signal de référence et (b) signal traversant l'échantillon, nous pouvons déduire la relation entre la vitesse dans l'échantillon et le temps de transit  $\Delta t$  dans l'échantillon [42].

L'expression du décalage temporel  $\Delta t$  entre le signal de référence et le signal traversant l'échantillon s'écrit :

$$\Delta t = t_{AC} - t_{AB} = \frac{AC}{V_0} - \frac{AB}{V} \quad \text{(III. B. 1)}$$

Le temps de parcours  $t_{AC}$  du point A au point C est fonction de la vitesse de propagation dans le fluide (ici, l'eau)  $V_0$  sans échantillon et de la distance AC, soit:

$$t_{AC} = \frac{AC}{V_0} = \frac{d \cos(\theta^{tr} - \theta^{inc})}{V_0 \cos \theta^{tr}} \quad \text{(III. B. 2)}$$

Le temps de parcours  $t_{AB}$  du point A au point B est fonction de la vitesse dans l'échantillon  $V$  et de la distance de propagation AB, soit:

$$t_{AB} = \frac{AB}{V} = \frac{d}{V \cos \theta^{tr}} \quad \text{(III. B. 3)}$$

En remplaçant (III. B. 2) et (III. B. 3) dans (III. B. 1), nous obtenons :

$$\Delta t = \frac{d}{V_0 \cos \theta^{tr}} \left( \cos(\theta^{tr} - \theta^{inc}) - \frac{V_0}{V} \right) \quad \text{(III. B. 4)}$$

Et en utilisant la loi de Snell-Descartes pour le dioptré liquide-solide :

$$\frac{\sin \theta^{inc}}{V_0} = \frac{\sin \theta^{tr}}{V}$$

Cette loi permet d'éliminer l'angle de réfraction de la relation (III. B. 4), pour obtenir une expression de  $V$ , ne dépendant que de  $\Delta t$ ,  $V_0$ ,  $d$  et  $\theta^{inc}$ :

$$V = V_0 \left( 1 - 2\beta \cos \theta^{inc} + \beta^2 \right)^{-\frac{1}{2}} \quad \text{(III. B. 5)}$$

Avec  $\beta = \frac{V_0}{d} \Delta t$

La relation (III. B. 5) nous permet de calculer l'incertitude liée aux vitesses acoustiques:

$$\Delta V = V \left( \frac{\Delta V_0}{V_0} + \frac{B \sin \theta^{inc} \Delta \theta^{inc} + (\cos \theta^{inc} + B) \Delta B}{1 - 2 \cos \theta^{inc} + B^2} \right) \quad (\text{III. B. 6})$$

### III. B. 4. 2. Mesure du coefficient d'atténuation

#### III. B. 4. 2 a. Sous incidence normale (coefficient d'atténuation lié à l'onde longitudinale)

Si l'amplitude de pression acoustique en un point 0, pris comme origine, est  $A_0$ . L'amplitude du signal de référence, à une distance  $l$  a pour valeur :

$$A_{ref} = A_0 e^{-\alpha' l}$$

Par contre pour l'amplitude du signal après traversée de l'échantillon :

$$A_{ech} = A_0 e^{-\alpha' l'} T_L e^{-\alpha_L d} e^{-\alpha' l''}$$

Où  $\alpha', l', l'', \alpha$  : sont respectivement le coefficient d'atténuation dans l'eau, la distance entre l'émetteur et l'échantillon, la distance entre l'échantillon et le récepteur et  $\alpha$  le coefficient d'atténuation dans l'échantillon (fig. B. 4).  $T_L$  étant le coefficient de transmission, en amplitude, pour l'onde longitudinale entre dioptre eau-échantillon et dioptre échantillon-eau.

Dans le cas où le fluide est supposée non absorbant  $\alpha' = 0$ . Avec le coefficient de transmission et l'épaisseur de l'échantillon, nous pouvons déterminer le coefficient d'atténuation  $\alpha$  grâce à la formule (III. B. 7).

Le  $d$  est en millimètre, le coefficient d'atténuation s'exprime par la relation suivante :

$$\text{En neper/mm} \quad \alpha_L = \frac{\ln \left( T_L \frac{A_0}{A_{ech}} \right)}{d} \quad (\text{III. B. 7})$$

$$\text{En décibel/mm [41]} \quad \alpha_L = \frac{20 \log_{10} \left( T_L \frac{A_0}{A_{ech}} \right)}{d}$$

Où,  $A_0, A_{ech}$  sont respectivement l'amplitude du signal sans échantillon et l'amplitude du signal après traversée de l'échantillon.

$T_L$  est donné par la relation suivante :  $T_L = \frac{4Z_{eau} Z_L}{(Z_{eau} + Z_L)^2}$

$Z_{eau}$  et  $Z_L$  sont respectivement l'impédance caractéristique de l'eau et l'impédance liée à l'onde longitudinale dans l'échantillon.  $Z = \rho V$ ,  $\rho$  étant la masse volumique du milieu.

Il est rare de trouver des travaux expérimentaux traitant de la mesure du coefficient d'atténuation lié à l'onde de cisaillement, c'est pour cette raison que dans la suite, nous avons entrepris de calculer ce coefficient.

### III. B. 4. 2 a. Sous incidence oblique (coefficient d'atténuation lié à l'onde transversale)

Si la direction de propagation de l'onde incidente fait un angle  $\theta^{inc}$ , avec la normale à la surface de l'échantillon, supérieur à l'angle  $\theta^{cr}$  critique pour éliminer l'onde longitudinale, les coefficients de transmission pour l'onde transversale  $T_1$  (représentant le coefficient de transmission dioptrique eau-échantillon, en amplitude, lié à l'onde transversale) et  $T_2$  (représentant le coefficient de transmission, en amplitude, lié à l'onde transversale, dioptrique échantillon-eau) sont tels que :

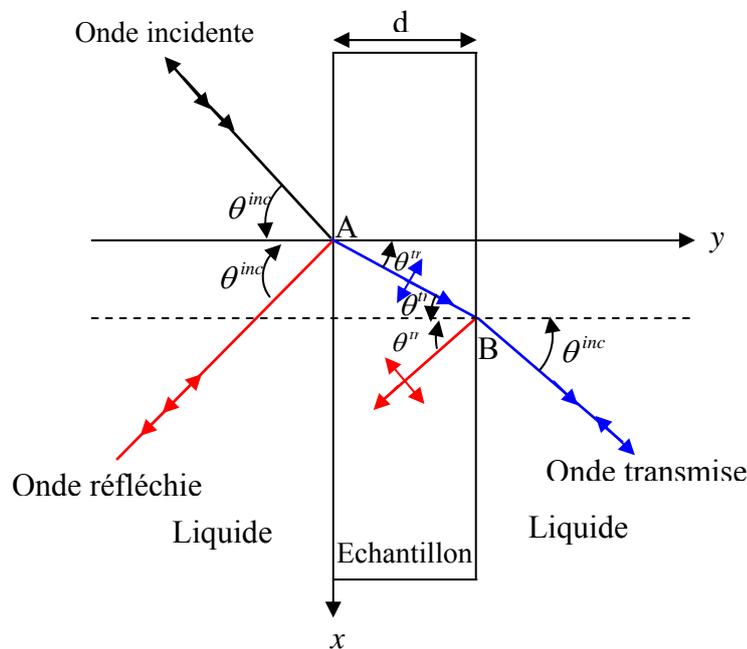


Figure III. B. 5 : Schéma fonctionnel 1.

$$T_1 = \frac{2Z_{eau} \cos \theta^{inc}}{Z_{eau} \sin \theta^{tr} + Z_T \sin 2\theta^{tr} \cos \theta^{inc}}$$

$$T_2 = \frac{2Z_T \sin \theta^{tr} \sin 2\theta^{tr}}{Z_T \cos \theta^{inc} \sin 2\theta^{tr} + Z_{eau} \sin \theta^{tr}}$$

De ces expressions, nous obtenons le coefficient de transmission pour l'onde transversale :

$$T_T = |T_1 T_2|$$

Où ,  $Z_T = \rho V_T$  et  $\theta^{tr}$  sont respectivement, l'impédance caractéristique de l'échantillon « vue » par l'onde transversale et l'angle de réfraction dans l'échantillon, relié à  $\theta^{inc}$  par la loi de Snell-Descartes :

$$\frac{\sin \theta^{inc}}{V_0} = \frac{\sin \theta^{tr}}{V_T}$$

A partir de la figure B. 5, nous pouvons facilement déterminer la relation donnant le coefficient d'atténuation, en neper, pour l'onde transversale après le parcours AB:

$$\alpha_T = \frac{\ln(T_T A_0 / A_{ech})}{AB} = \sqrt{1 - (V_T \sin \theta^{inc} / V_0)^2} \frac{\ln(T_T A_0 / A_{ech})}{d} \quad \text{(III. B. 8)}$$

Pour calculer les vitesses acoustiques, il nous faut connaître le temps de transit de l'onde élastique dans l'échantillon. Pour cela, nous utiliserons la fonction d'intercorrélation :

### III. B. 4. 3. Mesure du temps de décalage en utilisant la fonction d'intercorrélation

C'est une technique classique utilisée pour mesurer le décalage entre deux signaux.

La fonction d'intercorrélation  $\Psi_{xy}$  entre deux signaux réels le signal de référence  $x(t)$ , et le signal après traversée de l'échantillon  $y(t)$ , est définie par :

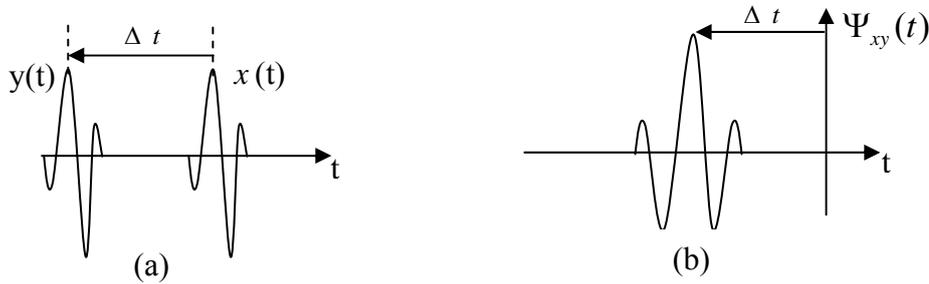
$$\Psi_{xy}(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} x^*(u) y(u+t) du$$

Ou \* désigne le conjugué complexe

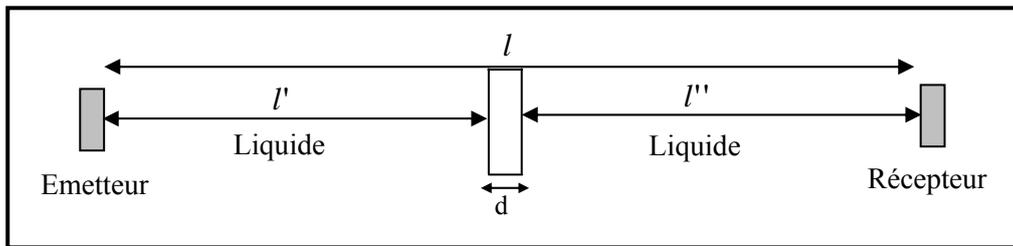
La fonction d'intercorrélation dans le cas d'un retard pur  $\Delta t$  entre deux signaux  $x(t)$  et

$$x(t-\Delta t), \text{ est défini par : } \Psi_{xy}(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} x(u)^* x(u+t-\Delta t) du = \Psi_{xx}(t-\Delta t)$$

La fonction  $\Psi_{xy}$  est maximale pour  $t = \Delta t$ , ce maximum donne une mesure très précise du temps de retard entre les deux signaux [43], (figure III. B. 4).



**Figure B. 6 :** (a) les deux signaux réels  $x(t)$  et  $y(t)$  où  $y(t) = r(t - \Delta t)$ ,  
(b) fonction d'intercorrélation réelle entre les deux signaux.



**Figure III. B. 6 :** Schéma fonctionnel 2.

### III. B. 5. Limites de la technique de l'interférométrie ultrasonore

La technique de l'interférométrie ultrasonore a montré son efficacité pour de nombreux matériaux, elle n'en reste pas moins limitée sous certaines conditions qui dépendent à la fois de la géométrie de l'échantillon, de ses propriétés mécaniques et des caractéristiques du signal de référence [29]. Un échantillon de faible épaisseur et fortement absorbant, présente la configuration typique pour laquelle la technique de l'interférométrie est difficilement applicable. Cette technique considère le milieu étudié comme un milieu homogène à l'échelle des longueurs d'ondes utilisées.

Cette homogénéisation du milieu s'effectue par le choix des modes de volume, en rapport aux fréquences liées à la génération de ces modes dans les cristaux. Dans des matériaux hétérogènes à plus grande échelle (composites), de tels modes, propres à la structure hétérogène du milieu, sont générés pour des fréquences ultrasonores de l'ordre du MégaHertz [29]. Ceci nous permet de supposer que la dispersion est un phénomène négligeable sur la gamme de fréquence utilisée. Des études [44, 45, 46] montrent que pour la

gamme de fréquence comprise entre 1 et 10 MHz, la variation de vitesse en fonction de la fréquence n'est pas importante, ce qui nous permet de supposer que le milieu est peu dispersif, donc que la vitesse de phase est approximativement égale à la vitesse de groupe.

La condition d'homogénéisation oblige alors que la longueur d'onde minimale utilisée doit être aux moins supérieure à la plus grande taille des hétérogénéités.

Les conditions imposées dans les paragraphes précédents limitent notre travail aux basses fréquences, dans ce cas, la longueur d'onde est grande devant le rayon des inclusions sphériques.

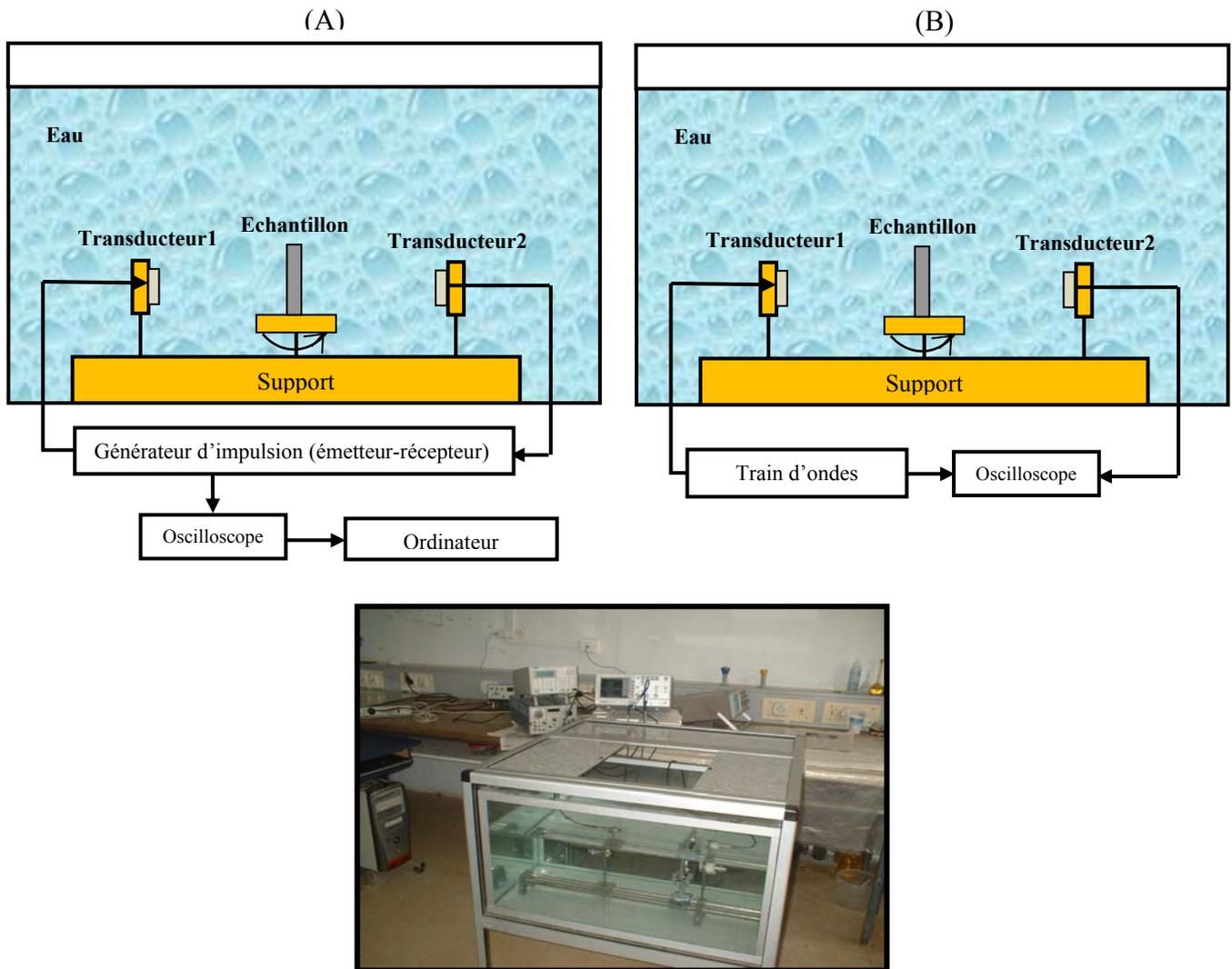
Pour respecter ces conditions, nous confectionnons une série d'échantillons de quelque millimètres d'épaisseur, nous calculons la longueur d'onde minimale de la fréquence utilisée et nous la comparons au rayon des diffuseurs ( $50\mu\text{m}$ ) (donc, la limite de Rayleigh est vérifiée : chapitre II)

### III. B. 6. Dispositif expérimental

La procédure expérimentale consiste à poser au fond d'une cuve à immersion en verre, entre deux transducteurs alignés, le matériau à étudier, sur un porte échantillon muni d'un système de rotation manuel, nous permettant de faire varier l'angle d'incidence (Figure IV.4). Il s'agit d'envoyer une onde plane sur l'échantillon à étudier, pour ce faire, nous devons placer le matériau assez loin de la source émettrice (en champ lointain) : à une distance  $l' = 17\text{ cm}$  et  $l'' = 5\text{ cm}$ .

L'avantage de travailler par immersion, réside dans la facilité de faire varier l'angle d'incidence de l'onde par rapport à la normale à la surface de l'échantillon. Ce procédé nous permet de générer, selon le besoin, l'onde longitudinale ou l'onde transversale.

Pour une bonne précision, nous devons aligner de façon parfaite les deux transducteurs (l'alignement est parfait lorsque l'amplitude du signal est maximale). Les surfaces des échantillons doivent être parallèles, nous vérifions cette étape par mesure de l'épaisseur de nos échantillons en différents points de leur surface avec un pied à coulisse numérique dont la précision est de 0,01 mm.



**Figure III. B. 6:** Dispositif expérimental de mesure, par immersion, (A) des vitesses (B) des amplitudes des ondes longitudinales et transversales.

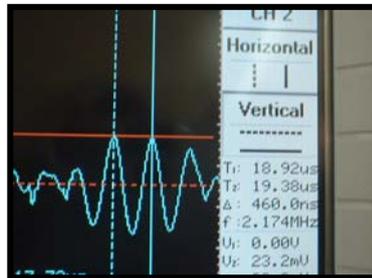
### III. B. 7. Matériel utilisé

#### III. B. 7a. Mesure des vitesses acoustiques

L'expérience de mesure par ultrasons, comprend deux transducteurs de fréquence centrale 2,25 MHz, de diamètre 29 mm, excités par un générateur d'impulsions. Quand on excite l'émetteur, l'onde traverse le fluide, pénètre l'échantillon et est reçue par le transducteur récepteur relié à un oscilloscope, qui nous permet de visualiser le signal reçu. Un ordinateur relié à l'oscilloscope permet de faire l'acquisition numérique des différents signaux reçus avec un échantillonnage de 2048 points.

### III. B. 7b. Mesure de l'amplitude transmise pour l'onde longitudinale et l'onde transversale, en fonction de la fréquence

Dans cette expérience, pour faire un balayage en fréquence, nous allons exciter notre transducteur par un signal harmonique limité dans le temps (train d'onde : burst) ce qui nous permet d'avoir la variation de l'amplitude en fonction de la fréquence utilisée. Nous utilisons deux transducteurs de fréquence centrale 2.25 MHz et un oscilloscope numérique qui nous permet d'afficher directement l'amplitude en fonction de la fréquence utilisée et de lire le décalage entre le signal de référence (sans échantillon) et le signal après traversée de l'échantillon.



**Figure III. B. 8 :** Oscilloscope numérique affichant l'amplitude en fonction de la fréquence.

### III. B. 7c. Echantillons utilisés

Dans le cadre de notre recherche, Nous avons réalisé un matériau composite à base de PMMA renforcé avec différentes concentrations volumiques de poudre de carbone (graphite). L'élaboration de ces composites a été réalisée selon le procédé décrit dans la partie A.

Les échantillons ont une forme circulaire, dont le diamètre est largement supérieur aux diamètres des transducteurs, pour éviter les effets de réflexion sur les bords.



**Figure III. B. 9:** Echantillons utilisés: transparent concentration à 0%, noir concentration à 2%.

### III. B. 8. Mesure de la masse volumique

Pour tout matériau homogène, le rapport de la masse ( $m$ ) correspondant à un volume  $V$  de ce matériau est indépendant de la quantité choisie : c'est une caractéristique du matériau appelée **masse volumique**, notée  $\rho$ , et s'exprimant en  $\text{g/cm}^3$ .

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (\text{III. B. 11})$$

Le volume est calculé selon la formule suivante

$$V = \pi r^2 d \quad (\text{III. B. 12})$$

Où  $r$  : est le rayon du disque,  $d$  : est l'épaisseur de l'échantillon

Pour mesurer la masse de chaque échantillon, nous utilisons une balance dont la précision est de  $\pm 1$  mg.

Le tableau (III. B. 1) donne l'épaisseur, le diamètre et les masses volumiques pour différentes concentrations volumiques de carbone

Concentration volumique du renfort (%)	Rayon $r$ (mm)	Epaisseur $d$ (mm)	Volume $V$ ( $\text{cm}^3$ )	Masse de composite $m$ (g)	masse volumique $\rho$ ( $\text{g/cm}^3$ )
0	24.30	05.80	$10.754 \pm 0.273$	12.679	$1.180 \pm 0.029$
2	24.55	05.00	$09.462 \pm 0.266$	11.389	$1.203 \pm 0.028$
3	24.25	05.82	$10.748 \pm 0.276$	12.992	$1.208 \pm 0.030$
5	23.75	05.77	$10.220 \pm 0.263$	14.505	$1.217 \pm 0.030$
7	22.09	14.92	$22.871 \pm 0.360$	28.610	$1.251 \pm 0.018$
10	24.25	06.40	$11.818 \pm 0.281$	12.836	$1.086 \pm 0.025$
13	22.00	15.83	$24.058 \pm 0.370$	31.350	$1.304 \pm 0.019$
15	21.25	14.00	$19.851 \pm 0.328$	26.270	$1.323 \pm 0.021$

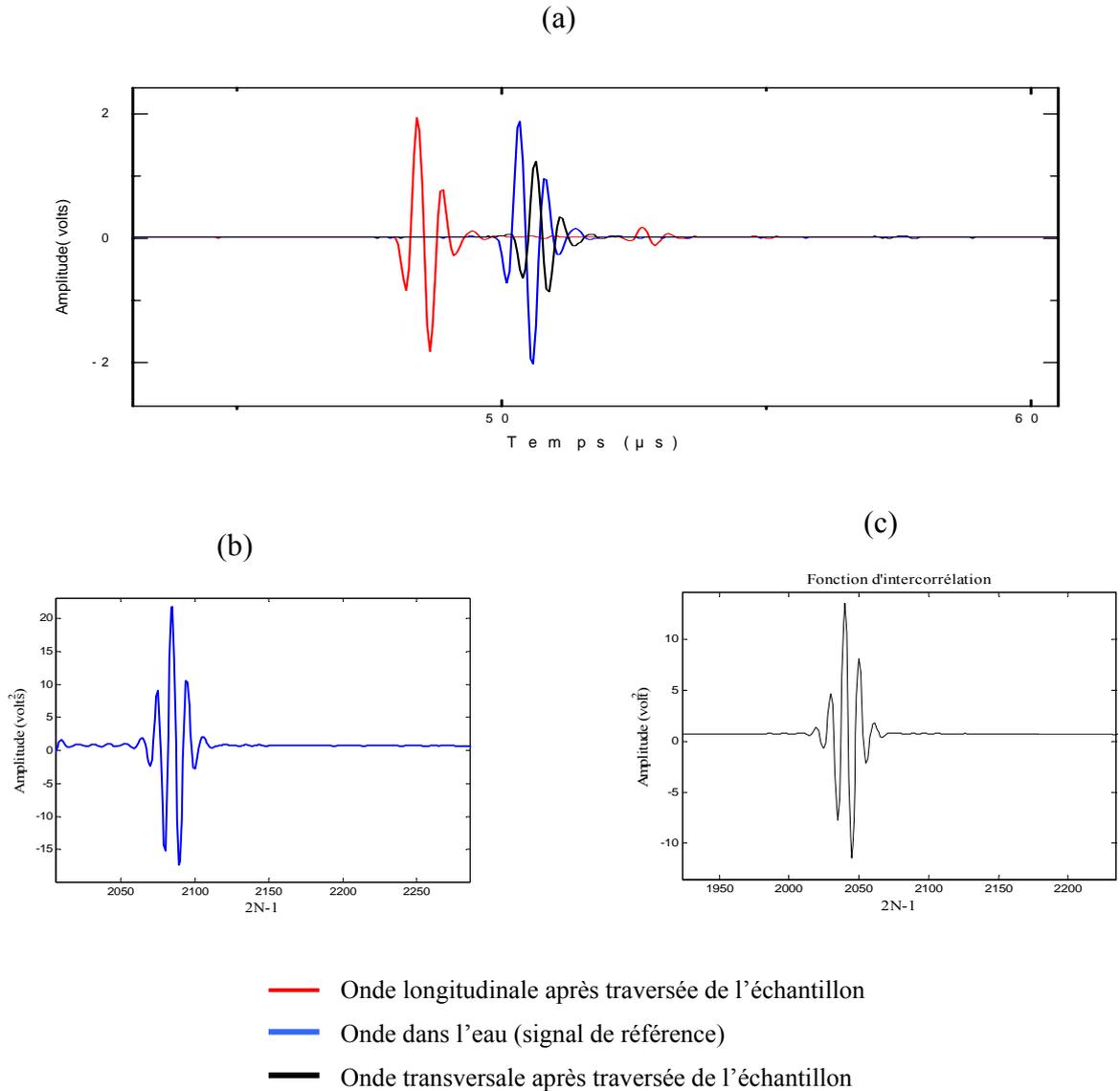
**Tableau III. B. 1:** Masses volumiques en ( $\text{g/cm}^3$ ) pour différentes concentrations.

En observant le tableau précédent, on remarque que, dans l'ensemble, les masses volumiques du matériau composite augmentent, c'est un résultat auquel on s'attendait. Par contre, on remarque que pour une concentration de 10 %, la masse volumique diminue ( $\rho \approx 1,086 \text{ g/cm}^3$ ) par rapport à celle du PMMA, nous pensons que ceci est probablement dû à la porosité du milieu composite.

### III. B. 9. Résultats expérimentaux

#### III. B. 9. 1. Mesure des vitesses acoustiques

##### Concentration 0% en carbone



**Figure III. B. 10 :** (a) signaux pour une concentration 0% de carbone,

(b) fonction d'intercorrélation de l'onde longitudinale en fonction du nombre de point N.

(c) fonction d'intercorrélation de l'onde transversale en fonction du nombre de point N.

Après le calcul du temps de transit dans les échantillons, pour obtenir les vitesses, on utilise la relation III. B. 5. La génération se fait sous incidence normale ( $\theta_{inc}=0$ ) pour les ondes longitudinales ( $V_L$ ) et sous incidence oblique ( $\theta_{inc} > \theta_{cr}$ , tel que  $\sin \theta_{cr} = \frac{V_0}{V_L}$ ), pour les ondes transversales. L'angle d'incidence est déterminé expérimentalement, pour une amplitude maximale du signal reçu.

Nous récapitulons dans le tableau suivant, les vitesses obtenues pour chaque concentration volumique de carbone :

Concentration volumique de renfort (%)	Vitesse longitudinale $V_L$ (m/s)	Vitesse transversale $V_T$ (m/s)	Référence [47]	masse volumique $\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )
0	2699 ± 60	1332 ± 34	$V_L=2680$ m/s $V_T=1338$ m/s	1.180 ± 0.029
2	2697 ± 82	1325 ± 20		1.203 ± 0.028
3	2677 ± 78	1320 ± 30		1.208 ± 0.030
5	3066 ± 89	1317 ± 35		1.217 ± 0.030
7	2594 ± 59	1334 ± 37		1.251 ± 0.018
10	2512 ± 71	1308 ± 33		1.086 ± 0.025
13	2677 ± 60	1363 ± 40		1.304 ± 0.019
15	2769 ± 64	1357 ± 32		1.323 ± 0.021

**Tableau III . B. 2 :** Tableau des vitesses longitudinales et transversales pour différentes concentrations.

D'après le tableau précédent on remarque que, dans l'ensemble, les vitesses longitudinales et transversales diminuent jusqu'à une concentration de 10 % de carbone (diminution importante à 10 %, probablement due à la porosité du milieu composite). Au-delà, nous observons une augmentation.

### III. B. 9. 1a. Détermination des paramètres élastiques

A partir des relations entre les paramètres élastiques, le module de compressibilité, le module de cisaillement et le module de Young, en fonction des vitesses acoustiques et de la

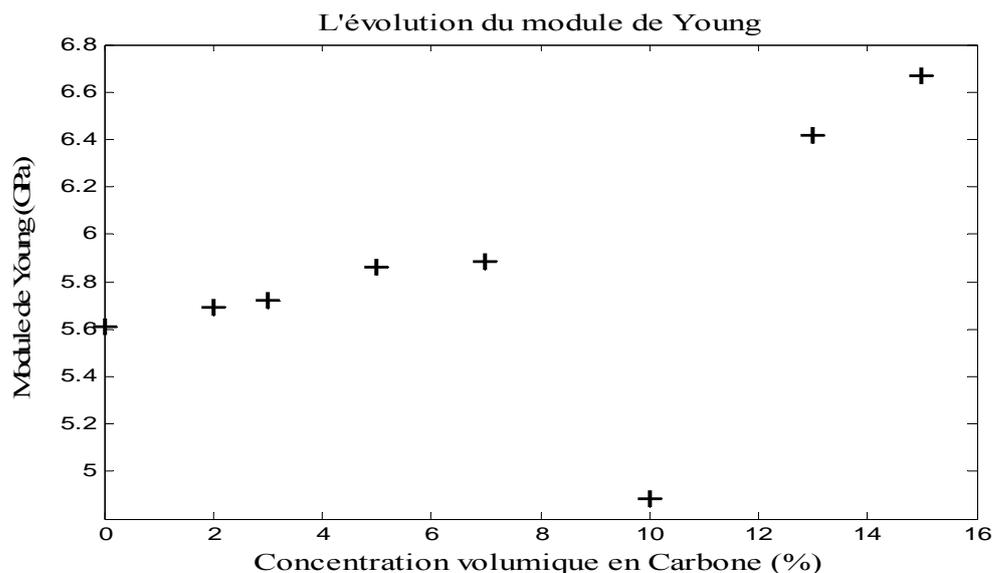
masse volumique du matériau, indiquées dans le chapitre II, (II.10). (II.11). (II.12), nous pouvons calculer les paramètres élastiques, rassemblés dans le tableau B. 3 :

Concentration volumique de renfort (%)	Module de compressibilité $K$ (GPa)	Module de cisaillement $\mu$ (GPa)	Module de Young $E$ (GPa)
0	$5.803 \pm 0.382$	$2.095 \pm 0.158$	$5.608 \pm 0.274$
2	$5.963 \pm 0.588$	$2.122 \pm 0.113$	$5.691 \pm 0.246$
3	$5.875 \pm 0.524$	$2.138 \pm 0.150$	$5.720 \pm 0.283$
5	$8.624 \pm 0.727$	$2.113 \pm 0.164$	$5.859 \pm 0.255$
7	$5.454 \pm 0.297$	$2.227 \pm 0.156$	$5.882 \pm 0.255$
10	$4.376 \pm 0.363$	$1.858 \pm 0.137$	$4.883 \pm 0.261$
13	$6.117 \pm 0.319$	$2.422 \pm 0.178$	$6.419 \pm 0.281$
15	$6.795 \pm 0.419$	$2.496 \pm 0.158$	$6.671 \pm 0.258$

**Tableau III. B. 3:** Tableau présentant les différents paramètres élastiques pour chaque concentration. Pour les incertitudes, voir l'annexe B.

### III. B. 9. 1b. Evolution du module de Young

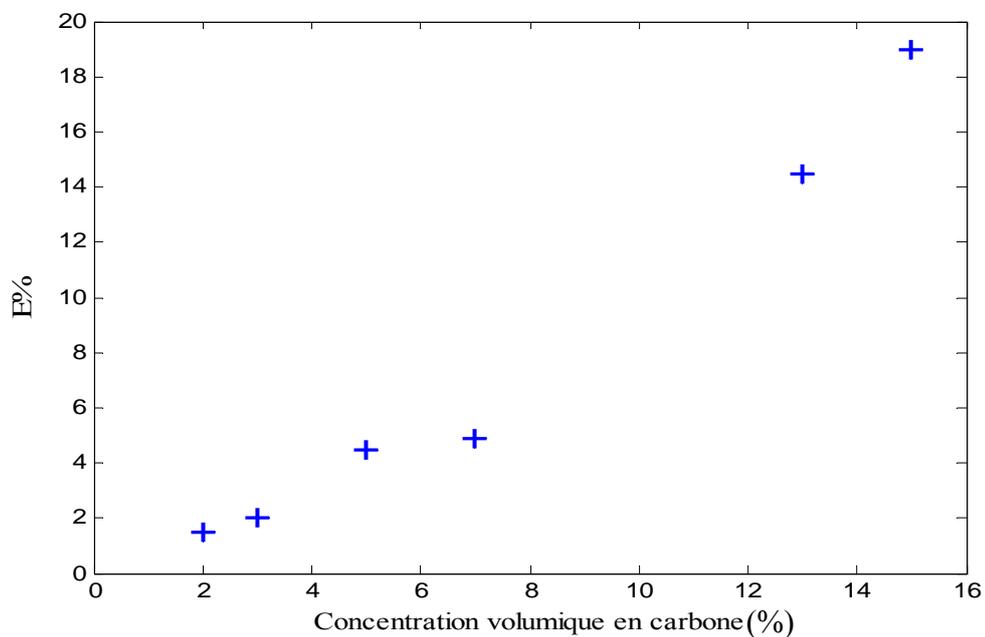
Par ailleurs, la rigidité du matériau composite, exprimée par la valeur du module de Young, est comparée à la rigidité du matériau de base (non renforcé : PMMA).



**Figure III. B. 12 :** L'évolution de module de Young en fonction de la concentration volumique en Carbone.

En observant la courbe précédente, on remarque que, dans l'ensemble, le module de Young augmente progressivement, en fonction de la concentration volumique de carbone, jusqu'à une concentration de 10 % (diminution importante à 10 %, probablement due à la porosité du milieu composite). Au-delà, nous observons une augmentation.

L'amélioration, par rapport à l'échantillon à 0 %, est déterminé par la relation suivante :  $E\% = 100 \frac{E_f - E_i}{E_i}$  ; où  $E_f$  et  $E_i$  sont respectivement les modules de Young pour les concentrations finale et à 0%. La meilleure amélioration obtenue est de l'ordre de 19%.



**Figure III. B.13** : Amélioration de la rigidité du matériau composite en fonction de la concentration volumique de Carbone.

### III. B. 9. 2. Mesure du coefficient d'atténuation lié à l'onde longitudinale et à l'onde transversale.

#### III. B. 9. 2a. Mesure à 0%

Les vitesses dans l'échantillon ont été déterminées pour chaque amplitude exploitable, à partir de l'amplitude maximale  $A_0$  obtenue pour une fréquence de  $(2.183 \pm 0.05)$  MHz, au voisinage de la fréquence nominale du transducteur ( $f = 2.235$  MHz). Le tableau suivant présente les vitesses acoustiques (formule III. B. 5) et le coefficient d'atténuation pour chaque concentration volumique en fonction de la fréquence utilisée. Avec, pour masse

volumique de l'eau ( $1 \pm 0.0001$ ) g/cm<sup>3</sup> [48] et pour vitesse acoustique mesurée dans l'eau  $V_0 = (1470 \pm 41)$  m/s.

Fréquence f (MHz)	Vitesse longitudinale $V_L$ (m/s)	Le rapport d/λ	Coefficient d'atténuation $\alpha_L$ (dB/mm)
2.183	2629 ± 88	4.6	0.348 ± 0.050
2.274	2678 ± 88	4.7	0.393 ± 0.050
2.373	2728 ± 89	4.8	0.411 ± 0.050
2.481	2754 ± 88	5	0.463 ± 0.049
2.6	2781 ± 89	5.2	0.517 ± 0.049

**Tableau III. B. 4:** Vitesse longitudinale et coefficient d'atténuation pour le matériau non renforcé.

Les vitesses transversales sont obtenues pour un angle critique de  $42^\circ \pm 2^\circ$  :

Fréquence f(MHz)	Vitesse transversale $V_T$ (m/s)	Le rapport d/λ	Coefficient d'atténuation $\alpha_T$ (dB/mm)
2.183	1324 ± 60	9.1	1.008
2.274	1329 ± 63	9.5	1.034
2.373	1334 ± 67	9.8	1.072
2.481	1339 ± 70	10.4	1.110
2.6	1349 ± 78	10.7	1.230

**Tableau III. B. 5:** vitesse transversale et coefficient d'atténuation pour le matériau non renforcé.

### III. B. 9. 2b. Mesure à 5 %

Les résultats obtenus pour cet échantillon sont présentés dans le tableau B. 6 qui montre la variation de la vitesse longitudinale avec le coefficient de transmission et le coefficient d'atténuation en fonction de la fréquence utilisée.

Fréquence f(MHz)	Vitesse longitudinale $V_L$ (m/s)	Le rapport d/ $\lambda$	Coefficient d'atténuation $\alpha_L$ (dB/mm)
2,183	3060 $\pm$ 94	3.9	0.412 $\pm$ 0.015
2,274	3093 $\pm$ 94	4.1	0.466 $\pm$ 0.017
2,373	3161 $\pm$ 95	4.2	0.484 $\pm$ 0.015
2,481	3196 $\pm$ 95	4.3	0.568 $\pm$ 0.017
2,6	3232 $\pm$ 96	4.5	0.674 $\pm$ 0.016

**Tableau III. B. 6:** vitesse longitudinale et coefficient d'atténuation pour le matériau composite (5% de Carbone).

Les vitesses transversales ont été déterminées pour chaque fréquence. Le tableau suivant présente les vitesses acoustiques (formule III. B. 5) pour une onde incidente sous un angle de 42° et le coefficient d'atténuation (formule III. B. 8) pour chaque concentration volumique en fonction de la fréquence utilisée :

Fréquence f(MHz)	Vitesse transversale $V_T$ (m/s)	Le rapport d/ $\lambda$	Coefficient d'atténuation $\alpha_T$ (dB / mm)
2,183	1319 $\pm$ 57	9.1	1.212
2,274	1324 $\pm$ 60	9.5	1.254
2,373	1334 $\pm$ 67	9.8	1.390
2,481	1339 $\pm$ 70	10.3	1.438
2,6	1349 $\pm$ 78	10.7	1.542

**Tableau III. B. 7:** Tableau donnant la vitesse transversale et le coefficient d'atténuation en fonction de la fréquence utilisée pour une concentration de 5%.

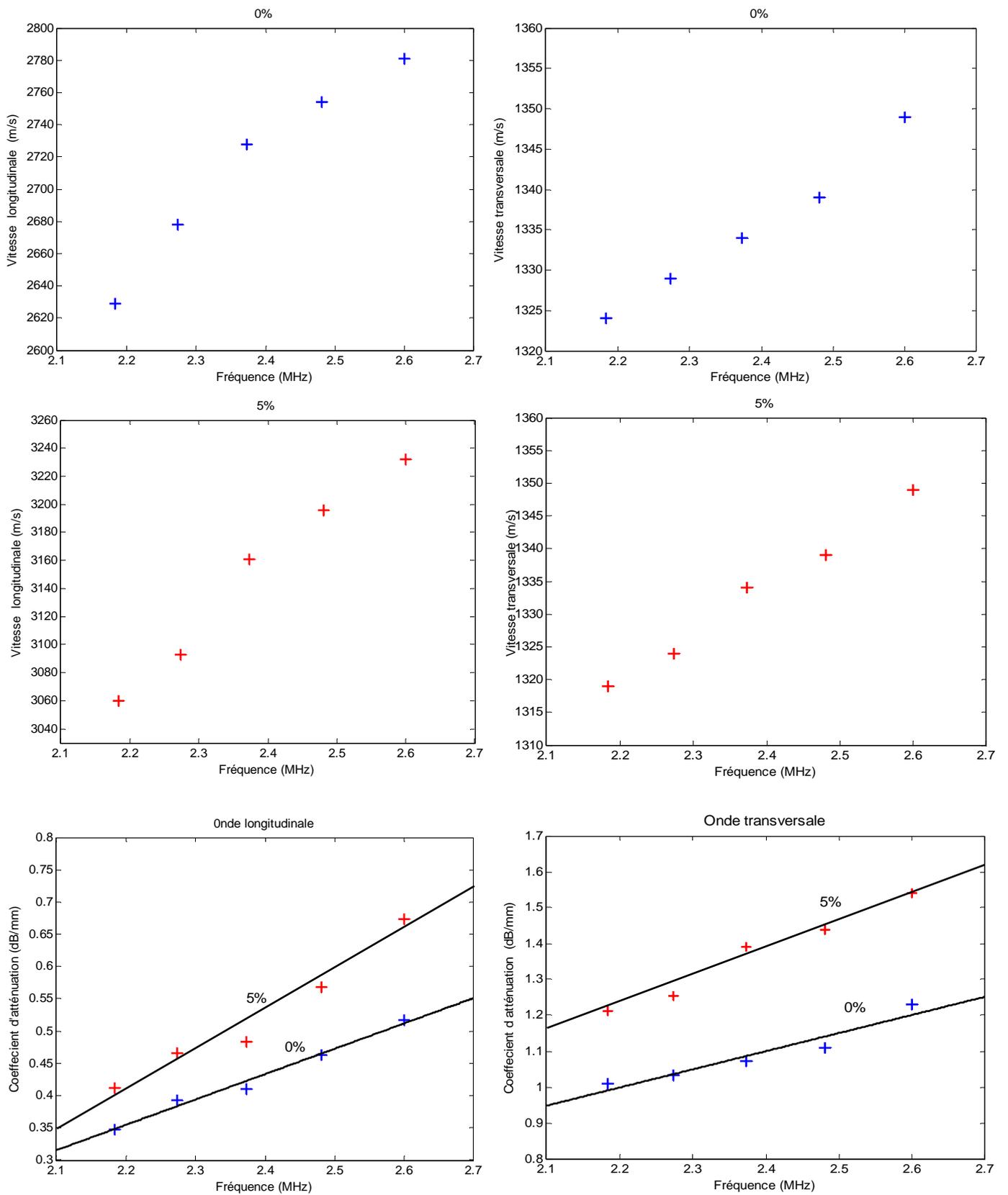


Figure III. B. 14 : Vitesses acoustiques et Coefficients d'atténuation liés à l'onde longitudinale et transversale pour les concentrations de 0% et 5% en fonction de la fréquence.

Les résultats obtenus pour les deux concentrations volumiques de carbone (0% et 5%) montrent, contrairement à la vitesse longitudinale, une légère augmentation de la vitesse transversale en fonction de la fréquence. Ce résultat montre, que dans la bande de fréquence du transducteur utilisé (2.183MHz – 2.6 MHz), que les milieux sont peu dispersifs pour les deux ondes. Par ailleurs, pour les deux échantillons, l'atténuation de l'onde transversale est plus importante que pour l'onde longitudinale lorsque la fréquence augmente, de plus, on observe un comportement linéaire en fonction de la fréquence.

### III. B. 10. Simulation numérique pour les modèles de KT et de DL

Nous devons simplifier les équations pour chaque modèle dans le chapitre II, avant d'écrire le programme permettant leur simulation.

#### III. 10. 1a. Modèle de KT :

A partir du développement du module de compressibilité et du module de cisaillement (II . 22 dans le chapitre II), nous aboutissons aux relations suivantes :

$$K^* = \frac{K_0 (3K' + 4\mu_0) + 4\mu_0 \delta K_c}{(3K' + 4\mu_0) - 3\delta K_c}$$

$$\mu^* = \frac{a\mu_0 + \mu_0 (9K_0 + 8\mu_0) \delta\mu_c}{a - 6(K_0 + 2\mu_0) \delta\mu_c}$$

$$\rho^* = \rho_0 + \delta\rho_c$$

Où

$$\delta K = K' - K_0, \delta\mu = \mu' - \mu_0, \delta\rho = \rho' - \rho_0$$

$$a = 6\mu'(K_0 + 2\mu_0) + \mu_0(9K_0 + 8\mu_0)$$

#### III. 10. 1b. Modèle de DL :

Le développement du module de compressibilité et du module de cisaillement (II. 27), permet d'écrire les relations suivantes :

$$a = 3(\delta K - c\delta K - K_0)$$

$$b = -3k_0\delta K$$

$$d = 4(K_0 + c\delta K)$$

$$f = 12\delta\mu - 20\mu_0 - 20\delta\mu c$$

$$g = 6\delta\mu - 15\mu_0 - 15c\delta\mu$$

$$h = -12\mu_0\delta\mu$$

$$l = -6\mu_0\delta\mu$$

$$a_1 = 180a + 48g + 135d - 36f$$

$$a_2 = 120a^2 + 180b + gfd + 90ad - 24af + 48h - 24gd + 16ag - 64l$$

$$a_3 = 240ab + 20a^3 + 6afd + 15a^2d - 4a^2f + 90bd - 24bf + 3gd^2 - 24hd + 16ah - 8agd + 16gb + 48ld$$

$$a_4 = 60a^2b + 120b^2 + fda^2 + 6fdb + 30abd - 8abf + 3hd^2 + agd^2 - 8ahd + 16bh - 8bgd - 12ld^2$$

$$a_5 = 60ab^2 + 2abfd + 15b^2d - 4b^2f + ahd^2 + bgd^2 - 8bhd + ld^3$$

$$a_6 = 20b^3 + b^2fd + bhd^2$$

$$a_1K^{*5} + a_2K^{*4} + a_3K^{*3} + a_4K^{*2} + a_5K^{*} + a_6 = 0$$

$$20\mu^3 + (15K^{*} + f)\mu^2 + (gK^{*} + h)\mu + lK^{*} = 0$$

$$\rho = \rho_0 + \delta\rho c$$

Nous remarquons que les équations donnant les constantes élastiques du modèle de KT sont linéaires. Par contre, les équations donnant les paramètres élastiques du modèle de DL ne sont pas linéaires, cette non linéarité donne plusieurs solutions pour les paramètres élastiques du milieu effectif. Pour tracer les courbes donnant les évolutions des différents paramètres élastiques en fonction de la concentration volumique du renfort, nous utiliserons les valeurs numériques suivantes [40] : Masse volumique  $\rho = 2,26 \text{ g/cm}^3$ , vitesse longitudinale  $V_L = 3440 \text{ m/s}$  et vitesse transversale  $V_T = 1900 \text{ m/s}$ . Les vitesses ultrasonores et la masse volumique du PMMA sont mesurées expérimentalement dans notre laboratoire :  $\rho = 1,18 \text{ g/cm}^3$ ,  $V_L = 2699 \text{ m/s}$ ,  $V_T = 1332 \text{ m/s}$ . Le rayon de l'inclusion est de l'ordre de  $50 \mu\text{m}$  (valeur relevée sur l'inscription accompagnant la boîte de poudre de carbone).

A notre connaissance, aucun travail expérimental n'a été entrepris pour valider ces différentes simulations [15, 41]. Nous essayerons dans ce qui suit, de combler cette lacune.

## III. B. 11. Validation des modèles théoriques

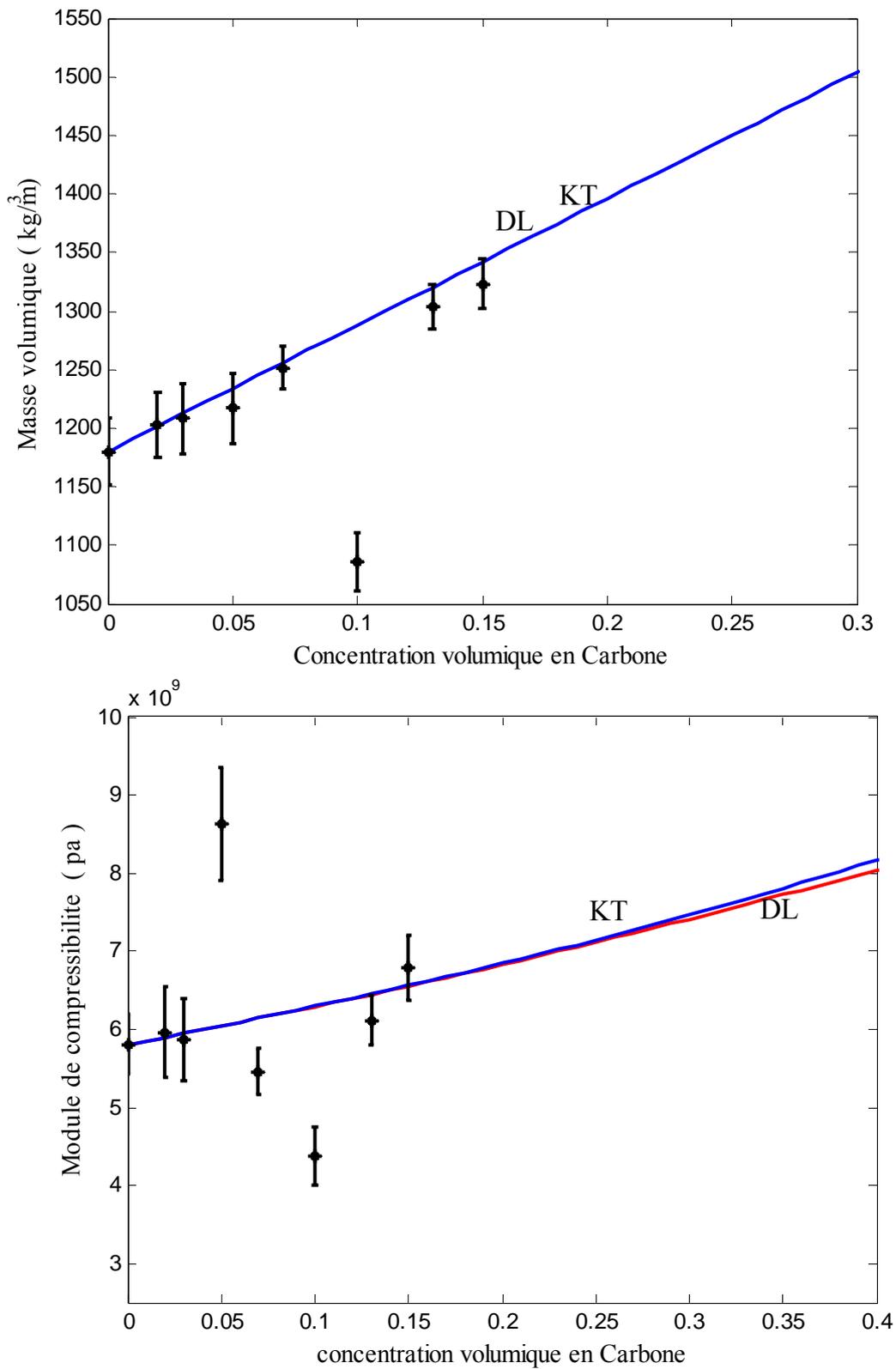


Figure III. B. 15 : la masse volumique et le module de compressibilité en fonction de la concentration volumique de Carbone.

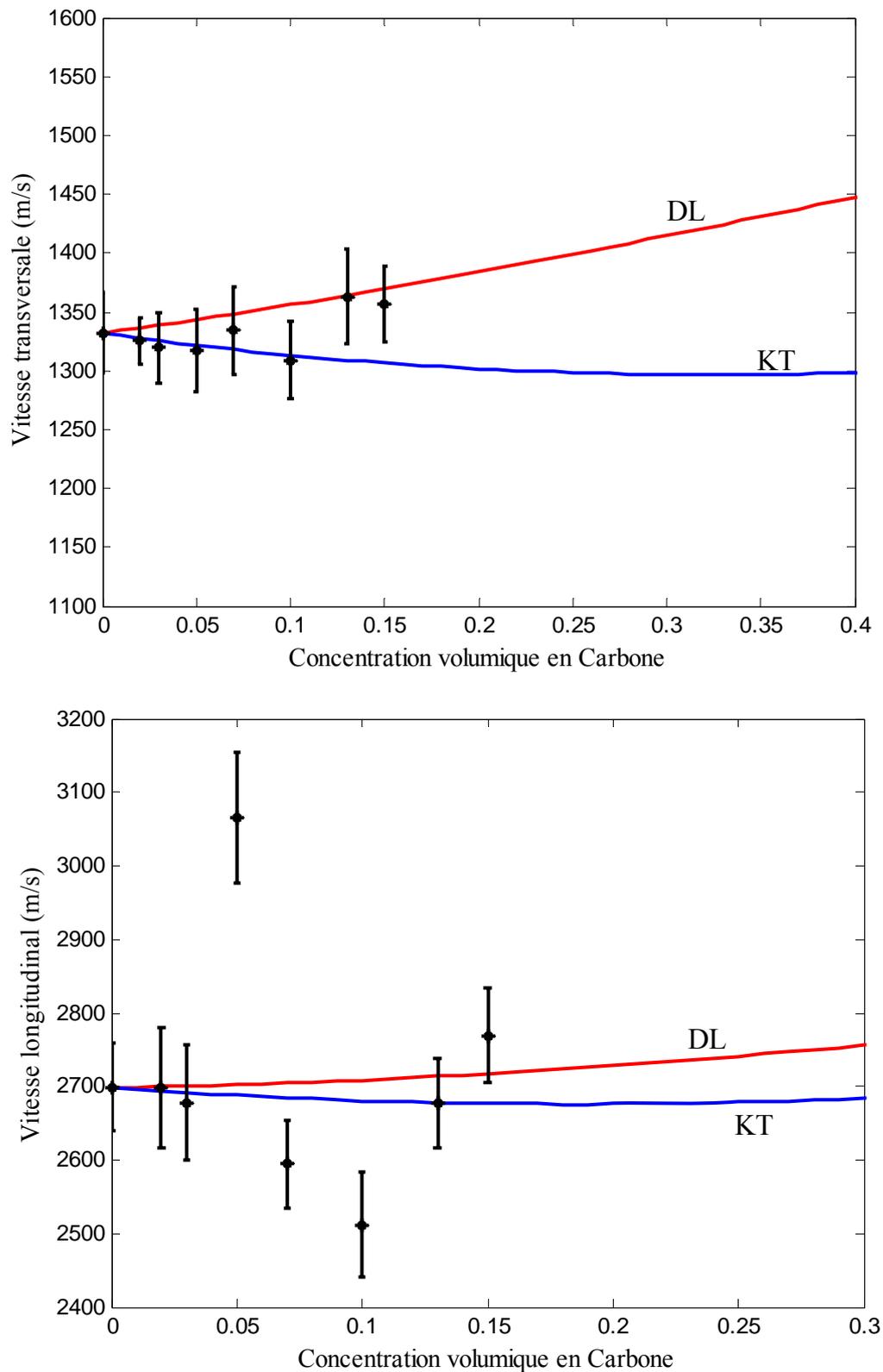
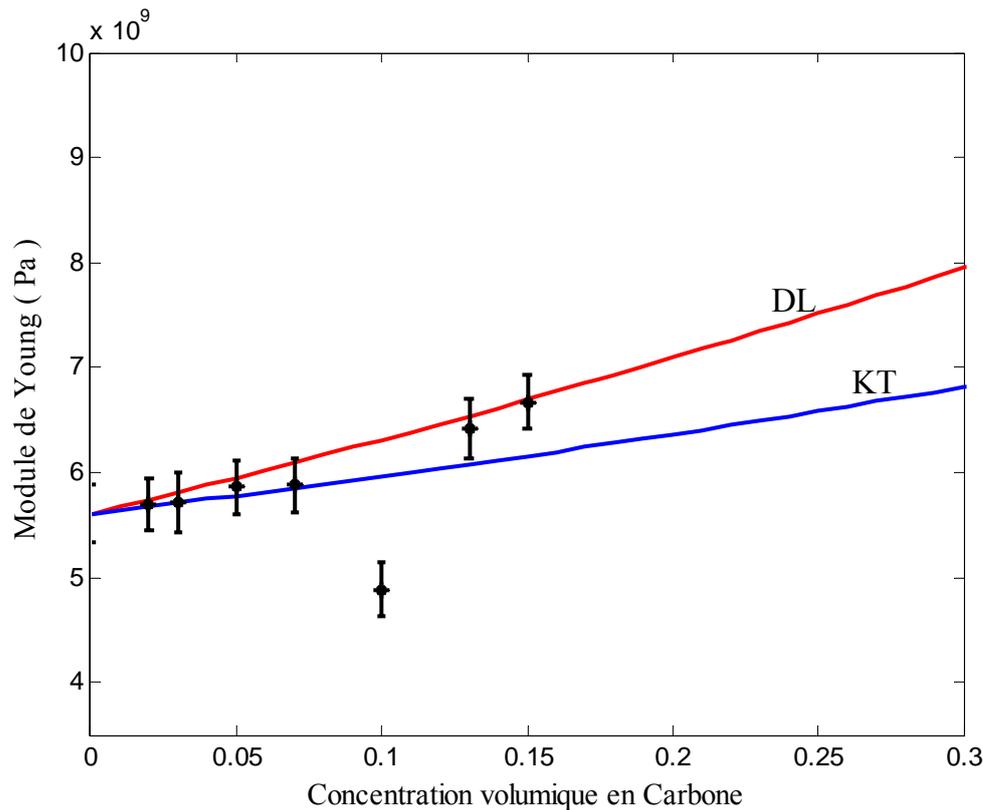


Figure III. B.16 : Vitesse transversale, longitudinale et le module de Young en fonction de la concentration volumique de Carbone.



**Figure III. B. 17:** Le module de Young en fonction de la concentration volumique de Carbone.

Les modèles de KT et de DL donnent des résultats en très bon accord avec les mesures donnant les masses volumiques, en fonction des concentrations en renfort, des différents composites. Pour la vitesse longitudinale, aux basses concentrations, inférieures à 5%, les deux modèles se valent et sont en assez bon accord avec l'expérience. A partir de cette valeur, les deux modèles divergent légèrement, jusqu'à 13% de concentration, le modèle de KT semble correct, mais au-delà c'est le modèle de DL qui s'accorde avec l'expérimental. Pour la vitesse transversale, les modèles divergent très vite, jusqu'à 7% de concentration, le modèle de KT semble meilleur comparativement aux valeurs expérimentales, au-delà de cette concentration le modèle de DL est plus efficace. Les deux modèles se valent, jusqu'à 7% de concentration, pour les valeurs du module de Young, dépassé cette valeur, les modèles divergent mais c'est le modèle de DL qui est plus proche de la réalité. Ces résultats montrent que les deux modèles se complètent.

## CONCLUSION GENERALE

L'objet de ce travail consistait d'une part, à tester d'autres renforts, que les fibres, métalliques et autres (nylon, kevlar etc.), pour l'amélioration des caractéristiques mécaniques d'un matériau de base (PMMA), utilisé dans le domaine dentaire et d'autre part à vérifier que les modèles de KUSTER-TOKSÖZ et de DEVANEY-LEVINE, simulant les paramètres élastiques du matériau composite en fonction de la concentration volumique du renfort (dans le cas où le renfort est à inclusions sphériques solides) sont acceptables. Pour renforcer le PMMA, notre choix s'est porté sur les poudres (sommées de particules sphériques) et en particulier la poudre de carbone (graphite) pour sa disponibilité.

L'élaboration des nouveaux matériaux composites renforcés avec des inclusions sphériques pour différentes concentrations volumiques étant réalisée, nous avons caractérisé ces nouveaux matériaux en utilisant la technique d'interférométrie ultrasonore, basée sur l'étude de la propagation des ondes acoustiques dans le matériau à analyser, pour déterminer les vitesses longitudinale et transversale. A partir de la mesure de ces vitesses, ainsi que de la masse volumique, nous avons déduit les propriétés mécaniques de ces matériaux (Module de compressibilité, Module de cisaillement, Module de Young) qui nous renseignent sur l'amélioration des propriétés de ces derniers par rapport au matériau de base (PMMA).

Les valeurs expérimentales du module de Young, qui montrent la rigidité du matériau composite, ont été comparées aux valeurs du même module pour la matrice (PMMA) sans renfort. L'amélioration obtenue est de l'ordre de 19%, pour 15 % de carbone. En outre, nos résultats expérimentaux ont été comparés aux résultats des valeurs calculées à partir des modèles théoriques de KUSTER-TOKSÖZ et de DEVANEY-LEVINE. Les modèles de KT et de DL donnent des résultats en très bon accord avec les mesures donnant les masses volumiques, en fonction des concentrations en renfort des différents composites. Pour la vitesse longitudinale, aux basses concentrations, inférieures à 5%, les deux modèles se valent et sont en assez bon accord avec l'expérience. A partir de cette valeur, les deux modèles divergent légèrement, jusqu'à 13% de concentration, le modèle de KT semble correct, mais au-delà c'est le modèle de DL qui s'accorde avec l'expérimentation. Pour la vitesse transversale, les modèles divergent très vite, jusqu'à 7% de concentration, le modèle de KT semble meilleur comparativement aux valeurs expérimentales, au-delà de cette concentration le modèle de DL est plus efficace. Les deux modèles se valent, jusqu'à 7% de concentration,

pour les valeurs du module de Young, dépassées cette valeur, les modèles divergent mais c'est le modèle de DL qui est plus proche de la réalité. Ces résultats montrent que les deux modèles se complètent.

Les échantillons que nous avons élaborés, malgré un module de Young supérieur à celui du matériau de base, présente un inconvénient majeur, lié à l'esthétique : leur couleur grise ou franchement noire fait qu'ils ne pourront pas être utilisés, de façon visible, comme support dentaire. Pour pallier à cet inconvénient il faudrait trouver un moyen de camoufler la couleur du carbone, peut être en utilisant un matériau de base couleur chair (le PMMA étant transparent). Néanmoins, ces matériaux composites peuvent être utilisés dans l'industrie.

A l'issue de ce travail, nous pouvons dire que le renfort en poudre de carbone ou autre, est une alternative intéressante pour palier aux inconvénients des renforts à fibres.

Cette étude n'est qu'une étape préliminaire, encourageante, qui ouvre la porte sur de nombreuses perspectives liées à l'amélioration des propriétés physiques des polymères.

En outre, il serait intéressant pour poursuivre ce travail, d'étudier l'effet du vieillissement (mastication, variation de température) sur les propriétés physiques des matériaux composites à base de polymère et de tester d'autres renforts, de couleur neutre.

## Annexe A

La **Polymérisation radicalaire** pour laquelle les centres actifs sont des radicaux qui se fixent sur l'un des atomes de carbone de la double liaison du monomère, le radical se formant sur l'atome de carbone voisin :  $A + CH_2 = CHR \longrightarrow A-CH_2-CHR$

## Annexe B

### DIFFUSION PAR DES INCLUSIONS SPHERIQUES

On considère des sphères homogènes et isotropes à constantes élastique  $\lambda'$  et  $\mu'$  et de masse volumique  $\rho'$  immergées dans une matrice infinie, homogène et isotrope avec des constantes élastique  $\lambda$  et  $\mu$  et de masse volumique  $\rho$ . Soit une onde plane de type P- avec un déplacement  $u_x$  incident selon l'axe x.

$$u_x = \frac{A}{ik} e^{i(kx - \omega t)} \quad (4)$$

Où A l'amplitude,  $k$  le nombre d'onde et  $\omega$  est la fréquence angulaire.

La présence de sphère permet de générer quatre champs de déplacement : un champ scalaire et champ vectoriel dans la matrice, les mêmes pour la sphère. Les équations sont écrites en coordonnées sphériques avec l'origine est le centre de sphère. En raison des symétries du problème nous n'avons pas besoin de considérer la dépendance azimutale. Suivant Yamakawa [49], nous exprimons le déplacement radial et transversal  $u$  et  $v$  correspondant à chaque onde dans une série infinie de fonctions de Bessel sphériques et de polynômes de Legendre.

Ainsi, les composantes de l'onde incidente P sont:

$$u_0 = -\frac{A}{k_c^2} \sum_{n=0}^{\infty} (2n+1) i^n \frac{d}{dr} j_n(k_c r) P_n(\cos \theta)$$
$$v_0 = -\frac{A}{k_c^2} \sum_{n=1}^{\infty} (2n+1) i^n \frac{j_n(k_c r)}{r} \frac{d}{d\theta} P_n(\cos \theta)$$

Les composantes de l'onde L diffusée par la matrice sont:

$$u_1 = -\frac{1}{k_c^2} \sum_{n=0}^{\infty} B_n \frac{d}{dr} h_n^{(1)}(k_c r) P_n(\cos \theta)$$

$$v_1 = -\frac{1}{k_c^2} \sum_{n=1}^{\infty} B_n \frac{h_n^{(1)}(k_c r)}{r} \frac{d}{d\theta} P_n(\cos \theta)$$

Les composantes de l'onde S diffusée sont:

$$u_2 = -\frac{1}{k_s^2} \sum_{n=1}^{\infty} C_n (n+1) \frac{h_n^{(1)}(k_s r)}{r} P_n(\cos \theta)$$

$$v_2 = -\frac{1}{k_s^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{C_n}{r} \frac{d}{dr} [r h_n^{(1)}(k_s r)] \frac{d}{d\theta} P_n(\cos \theta)$$

Les composantes de l'onde P diffusée par la sphère sont:

$$u_3 = -\frac{1}{k_c'^2} \sum_{n=0}^{\infty} D_n \frac{d}{dr} j_n(k_c' r) P_n(\cos \theta)$$

$$v_3 = -\frac{1}{k_c'^2} \sum_{n=1}^{\infty} D_n \frac{j_n(k_c' r)}{r} \frac{d}{d\theta} P_n(\cos \theta)$$

Les composantes de l'onde S diffusée par la sphère est :

$$u_4 = -\frac{1}{k_s'^2} \sum_{n=1}^{\infty} E_n n(n+1) \frac{j_n(k_s' r)}{r} P_n(\cos \theta)$$

$$v_4 = -\frac{1}{k_s'^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{E_n}{r} \frac{d}{dr} [r j_n(k_s' r)] \frac{d}{d\theta} P_n(\cos \theta)$$

L'expression  $e^{-i\omega t}$ , qui caractérise la dépendance en temps, est omise pour une raison de précision, p et s indiquent les nombres d'ondes des ondes  $k_c$  et  $k_s$  respectivement dans la matrice,  $k_c'$  et  $k_s'$  sont les nombres d'ondes dans l'inclusion.  $P_n \cos(\theta)$  est le polynôme de Legendre d'ordre n,  $j_n(z)$  est la fonction de Bessel sphérique également d'ordre n et  $h_n^{(1)}(z)$  représente la fonction sphérique de Hankel du premier type et d'ordre n. Nous devons utiliser  $h_n^{(1)}(z)$  pour les ondes qui se propagent radialement vers l'extérieur parce que nous avons utilisé le terme de dépendance en temps  $e^{-i\omega t}$ . Les coefficients des séries sont déterminés à partir des conditions aux limites sur la surface de la sphère (continuité des déplacements et des contraintes normales à  $r = a$ ). Le calcul détaillé est donné dans Kuster-Toksoz. Dans le

cas qui nous intéressent, où les longueurs d'ondes de toutes les ondes (incidentes : diffusées et transmises) sont largement plus grande que le rayon de la sphère, et le point d'observation  $x$  est pris suffisamment loin de la sphère. Avec ces approximations, les expressions des ondes diffusées par la sphère représentative peuvent être écrites comme suit:

$$\begin{aligned}
u^* &= -\frac{iA(k_c a)^3}{k_c} \frac{e^{i(kr-wt)}}{pr} \left[ B_{e_0} - B_{e_1} \cos \theta - \frac{B_{e_2}}{4} (3 \cos 2\theta + 1) \right] \\
v^* &= -iA \frac{(k_s a)^3}{k_c} \frac{e^{i(kr-wt)}}{k_s r} \left[ B_{e_1} \sin \theta + \frac{3k_s}{4p} B_{e_2} \sin 2\theta \right] \quad (A) \\
B_{e_0}^* &= \frac{K - K^*}{3K^* + 4\mu}, & B_{e_1}^* &= \frac{\rho - \rho^*}{3\rho}, \\
B_{e_2}^* &= \frac{20}{3} \frac{\mu(\mu^* - \mu)}{6\mu^*(K + 2\mu) + \mu(9K + 8\mu)}
\end{aligned}$$

A partir de la deuxième hypothèse, la diffusion multiple est négligée, l'onde incidente sur chaque inclusion est l'onde plane originale. Nous pouvons écrire l'onde diffusée en point d'observation qui est la somme des ondes diffuse par les inclusions :

$$\begin{aligned}
\sum_{j=1}^N u^i &= -\frac{iA}{k_c} \sum_{j=1}^N (k_c a_j)^3 \frac{e^{i(kr-wt)}}{pr} \left[ B_{e_0} - B_{e_1} \cos \theta - \frac{B_{e_2}}{4} (3 \cos 2\theta + 1) \right] \\
\sum_{j=1}^N v^j &= -\frac{iA}{k_c} \sum_{j=1}^N (k_s a_j)^3 \frac{e^{i(kr-wt)}}{k_s r} \left[ B_{e_1} \sin \theta + \frac{3k_s}{4k_c} B_{e_2} \sin 2\theta \right] \quad (B) \\
B_{e_0} &= \frac{K - K'}{3K' + 4\mu}, & B_{e_1} &= \frac{\rho - \rho'}{3\rho} \\
B_{e_2} &= \frac{20}{3} \frac{\mu(\mu' - \mu)}{6\mu'(K + 2\mu) + \mu(9K + 8\mu)}
\end{aligned}$$

D'après l'équation (3), nous obtenons les propriétés du matériau composite par les relations (A) et (B). Nous trouvons des relations pour les constants élastiques de ce type de milieu et la masse volumique comme suite :

$$\frac{K - K^*}{3K^* + 4\mu} = c \frac{K' - K}{3K' + 4\mu}$$

$$\rho^* - \rho = c(\rho' - \rho)$$

$$\frac{(\mu^* - \mu)}{6\mu^*(K + 2\mu) + \mu(9K + 8\mu)} = \frac{c(\mu' - \mu)}{6\mu'(K + 2\mu) + \mu(9K + 8\mu)}$$

Où c est la concentration volumique de l'inclusion qu'est donnée par :

$$c = \frac{1}{R^3} \sum_{j=1}^N a_j^3$$

L'équation de module de Young  $E^*$  de matériau composite correspond au module de compressibilité et le module de cisaillement peut être écrit sous la forme suivante :

$$E^* = \frac{9K^*}{1 + 3 \frac{K^*}{\mu^*}}$$

## Annexe C

Les incertitudes liées aux calculs de paramètres élastiques, des coefficients de transmission pour l'onde longitudinale et transversale et des coefficients d'atténuation pour l'onde longitudinale et transversale sont calculées en utilisant les expressions suivantes :

$$\Delta\mu = \mu\left(\frac{\Delta\rho}{\rho} + 2\frac{\Delta V_T}{V_T}\right)$$

$$\Delta k = k\left(\frac{\Delta\rho}{\rho} + \frac{1}{3V_L^2 - 4V_T^2}(6V_L\Delta V_L - 8V_T\Delta V_T)\right)$$

$$\Delta E = E\left(\frac{\Delta\rho}{\rho} + 2\frac{\Delta V_T}{V_T} + \frac{1}{3V_L^2 - 4V_T^2}(6V_L\Delta V_L - 8V_T\Delta V_T) + \frac{2}{V_L^2 - V_T^2}(V_T\Delta V_T - V_L\Delta V_L)\right)$$

$$\Delta T_L = \frac{T}{Z_{eau}(Z_{eau} + Z_L)}(Z_L\Delta Z_{eau} + Z_{eau}\Delta Z_L)$$

$$\Delta\alpha_L = -\frac{\alpha_L}{\ln\left(\frac{A_0}{A_{ech}}\right)}\left(\frac{\Delta T}{T} + \frac{\Delta A_0}{A_0} + \frac{\Delta A_{ech}}{A_{ech}}\right) + \alpha_L \frac{\Delta d}{d}$$

$$\Delta\alpha_T = \frac{\alpha_T}{2\left(1 - \left(\frac{V_T}{V_0}\sin\theta^{inc}\right)^2\right)}\left(\frac{V_0\Delta V_T - V_T\Delta V_0}{V_0^2} + 2\cos\theta^{inc}\Delta\theta^{inc}\right) + \frac{\alpha_T}{\ln\left(\frac{A_0}{A_{ech}}\right)}\left(\frac{\Delta T}{T} + \frac{\Delta A_0}{A_0} + \frac{\Delta A_{ech}}{A_{ech}}\right) + \alpha_T \frac{\Delta d}{d}$$

$$\text{Où } \frac{\Delta T_T}{T_T} = \left|\frac{\Delta T_1}{T_1} + \frac{\Delta T_2}{T_2}\right|,$$

$$a = \frac{\Delta Z_{eau}}{Z_{eau}} + \frac{\Delta Z_T}{Z_T} + (\text{tg}\theta^{inc} + \cot g\theta^{tr} + 2\cot g(2\theta^{tr}))\Delta\theta$$

$$b = \sin\theta^{tr}\Delta Z_{eau} + \sin(2\theta^{tr})\cos\theta^{inc}\Delta Z_T$$

$$e = (Z_{eau}\cos\theta^{tr} + 2Z_T\cos 2\theta^{tr}\cos\theta^{inc} + Z_T\sin 2\theta^{tr}\sin\theta^{inc})\Delta\theta$$

$$f = Z_{eau}\sin\theta^{tr} + Z_T\sin 2\theta^{tr}\cos\theta^{inc}$$

$$\frac{\Delta T_T}{T_T} = a + 2\frac{b+e}{f}$$

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] G. Uzun, Phd, Nurhersek, DDS, Phd, Teoman Tincer, Phd, « Effect the five woven fibre reinforcement on the impact and transverse strength of denture base resin », the journal of prothetic dentistry, Vol 81, N°5, 2004.
- [2] S. Etienne, L. David, « Introduction à la physique des polymères », Dunod, 2002.
- [3] C. N'Dindin A, J. Bittym, S. N'guessan k, R. Amani s, H. Toure s, M. Morenas, « Pour une résine plus résistante, plus adaptée aux contextes des pays du sud », Odonto-Stomatologie Tropicale, N°92, p : 26-31, 2000.
- [4] C. N'Dindin A, B. N'Dindin G, R. Amani S, M. Morenas, “ Les matériaux composites, fibre de carbone-resine: une solution au problème du vieillissement des bases de prothèse adjointe”, Odonto-Stomatologie Tropicale, N°92, p : 13-17, 2000.
- [5] H. Ladizesky N, F. Leist C, W. Chow T, “reinforcement of complete denture bases with continuous high performance polyethylene fibres”, J. Prost. Dent, 68, p:25-31, 1992.
- [6] E. Carroll C, A. Von fraunhofer J, « Wire, reinforcement of acrylic resin prothses », J. Prost. Dent, 52, 5: p: 639-641, 1984.
- [7] H. Couloud, J. Lussac, V. Dupuis, « prévention des fractures des plaques de résine acrylique des prothèses complètes maxillaires », Rev. Odonto. Stomalol, Midi Fr, 43, 2, p: 83-87, 1985.
- [8] E. Kelly, « Fatigue fracture in denture base polymers », J. Prost. Dent, p: 21-257, 1969.
- [9] M. Heberman, Y. Berthelot, J. Jarzynski, “Micromechanical modelling of viscoelastic voided composites on the low-frequency approximation”, J. Acoust. Soc. Am, Vol 112, N° 5, p: 1937-1943, 2002.

- [10] M. Haberman, Y. Berthlot, M. Cherkaoui, “Transmission loss of viscoelastic materials containing oriented ellipsoidal coated microinclusions”, *J. Acoust. Soc. Am*, Vol 118, N°5, p: 2984-1942, 2005.
- [11] J. Berryman, “Long-wavelength propagation in composite elastic media II. Ellipsoidal inclusions”, *J. Acoust. Soc. Am*, Vol 68, N° 6, p: 1820-1831, 1980.
- [12] J. Berryman, “Long-wavelength propagation in composite elastic media II. spherical inclusions”, *J. Acoust. Soc. Am*, Vol 68, N° 6, p: 1809-1818, 1980.
- [13] A. Devaney, H. Levine, “Effective elastic parameters of random composites”, *Appl Phys. Lett.* Vol 37, N° 4, p: 377-379, 1980.
- [14] J. Kim, “ On general self-consistent model for elastic wave propagation in composite materials”, *International journal of solides and structures*, Vol 41, p: 4349-4360, 2004.
- [15] J. Wu, C. Layman, S. Murthy, R. Yang, “Determine mechanical properties of particulate composite using ultrasound spectroscopy”, *Ultrasonics*, Vol 44, p: 793-800, 2006.
- [16] T. Kuster, M. Toksöz, « Velocity and attenuation of seismic waves in two-phase media: part I. Theoretical formulations”, *Geophysics*, p:587-606, 1974.
- [17] W. Ament, “Sound propagation in gross mixtures”, *J. Acoust. Soc. Am*, Vol 25, N° 4, p: 638-641, 1953.
- [18] Snowpost, « Mythe et réalité », <http://www.snowpost.com/fr/thesrealites.htm>, 16/03/2004.
- [19] Les protection dento-maxillaires, « les matériaux utilisés », <http://perso.orange.fr/protege-dents/les%20materiaux.htm>, 06/05/2007.
- [20] N. Maghlaoui, « Etude théorique et expérimentale de la propagation des ondes ultrasonores dans les solides polymères », thèse de magister, Université des science et de technologie Hourri Boumadiene (U. S. H. T. B/ Alger), 2006.

- [21] D. Locif, “Evaluation simultanée des vitesses de propagation et d’atténuation des Ultrasons dans des matériaux composites et polymères », thèse de magister, Université M’hamed BOUGARA de Boumerdes, 2007.
- [22] G. Taradieu, « Apport des mesures de luminescence à la compréhension du piégeage et du transport dans les isolants synthétiques », thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, 2003.
- [23] Bredent, « Produits pour le laboratoire de prothèse dentaire », Français, 2007-2008.
- [24] J. Bowman A, «the elimination of breakages in upper dentures by reinforcement with carbon fibre”, Br. Dent. J, 156, p : 87-89, 1984.
- [25] K. Krishan Chawla, “composites materials” , science and engineering , second edition, 1998.
- [26] N. Bahlouli, “Cours composites”, Du Dess, 2006.
- [27] E. Reynaud, “Etude des relations structure-proprietes mécaniques renforcées par des Particules inorganiques nanoscopiques », thèse de doctorat, institut national des sciences appliquées de Lyon, 2000.
- [28] V. Coto hunziker, « Résistance à la fatigue en rotation et résistance en flexion de huit matériaux résineux, composites et acetlas », thèse de doctorat, université de Genève, 2002.
- [29] N. Leymarie, « Analyse du comportement viscoélastique de matériaux anisotropes par reconstruction de formes d’ondes », thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 2002.
- [30] N. Hanane, « Evaluation de l’endommagement et de la rupture de matériaux hétérogène par ultrasons et émission acoustique : Estimation de la durée de vie restante », thèse de doctorat, Ecole doctorale : Matériaux de Lyon, 2004.
- [31] M. Bruneau, C. Potel, « Matériaux et acoustique 1, propagation des ondes acoustiques 1 », Mécanique et ingénierie des Matériaux, 2006.

- [32] M. Bruneau, C. Potel, « Matériaux et acoustique 1, propagation des ondes acoustiques 1 », Mécanique et ingénierie des Matériaux, 2006.
- [33] E. Dieulesiant, D. Royer, « Ondes élastiques dans les solides », p399, 1974.
- [34] N. Tessier-Doyen, “ Etude expérimental et numérique du comportement thermomécanique de matériaux réfractaires modèles », thèse de doctorat, Université de Limoges, 2003.
- [35] F. Coulloudon, A. Mac Namara, “Module expérimental composites rapport final, caractérisation du comportement des composites et théorie du collage ”, Ecole Polytechnique, 2006.
- [36] O. Coussy, “propagation des ondes dans les composites élastiques fissures, défaut et inclusion”, traitement du signal, Vol 2, N°5, p : 419-423, 1985.
- [37] J. Kim, “Extinction of elastic wave energy due to scattering in a viscoelastic medium”, International journal of solides and structures, Vol 40, p:4319-4329, 2003.
- [38] K. Varadan, Y. Ma, V. Varadan, «A multiple scattering theory for elastic wave propagation in discrete random media », J. Acoust. Soc. Am, Vol 77, N°2, p: 375-385, 1985.
- [39] J. Sessarego, J.Sageloli, R. Guillermin, H. Überall, “Scattering by an elastic sphere embedded in an elastic isotropic medium”, J. Acoust. Soc. Am, Vol 104, N°5, p: 2836-2844, 1998.
- [40] M. Bruneau, C. Potel, « Matériaux et acoustique 2, propagation des ondes acoustiques 2 », Mécanique et ingénierie des Matériaux, 2006.
- [41] D. Royer, E. Dieulesaint, “ ondes élastiques dans les solides, Tome1, propagation libre et guidée », Masson. p : 37-39, 1996.

- [42] C. Potel, M.Bruneau, « Acoustique générale : équations différentielles et intégrales, solutions en milieux fluides et solides, applications », édition ellipses, p343, 2006.
- [43] F. Peter, L. Petit, “ Abroad band spectroscopy method for ultrasound wave velocity and attenuation measured in dispersive media”, Ultrasonics, Vol 41, p: 357-363, 2003.
- [44] R. Kline, “Measurement of attenuation and dispersion using an ultrasonic spectroscopy technique”, J. Acoust. Soc. Am, Vol 76, N° 2, p: 498-504, 1984.
- [45] J. Wu, “Determing of velocity and attenuation of shear waves using ultrasonic spectroscopy”, J. Acoust. Soc. Am, Vol 99, N° 5, p: 2871-2875, 1996.
- [46] T. Szabo, “a model longitudinal and shear wave propagation in viscoelastic media”, J. Acoust. Soc. Am, Vol 107, N° 5, p: 2437-2446, 2000.
- [47] Cast, « contrôle non destructif par ultrasons », niveau III, centre d’actualisation scientifique et technique, documentation de stage, formation continue INSA de Lyon, 1978.
- [48] A. Dahel, « Etude théorique et expérimentale d’un transducteur ultrasonore a faisceau focalise (sonde d’échographie) », thèse de magistère, université des science et de la technologie Hourri Boumediene (U. S.T. H. B/ Alger), 1991.
- [49] Yamakawa, “ Scattering and attenuation of elastic wave”, Geophysical Magazine, Tokyo, Vol 31, p: 63-103, 1962.