

Développement de capteurs piézoélectriques interdigités flexibles pour la caractérisation ultrasonore des revêtements

Rafatou Takpara

► To cite this version:

Rafatou Takpara. Développement de capteurs piézoélectriques interdigités flexibles pour la caractérisation ultrasonore des revêtements. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2015. Français. NNT: 2015VALE0041. tel-03461069

HAL Id: tel-03461069 https://theses.hal.science/tel-03461069

Submitted on 1 Dec 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Thèse de doctorat

Pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de

VALENCIENNES ET DU HAINAUT-CAMBRESIS

Discipline, spécialité selon la liste des spécialités pour lesquelles l'Ecole Doctorale est accréditée : Optique et Lasers, Physico-Chimie, Atmosphère

Présentée et soutenue par Rafatou, TAKPARA.

le 04/12/2015, à Valenciennes

Ecole doctorale :

Sciences de la Matière, du Rayonnement et de l'Environnement (SMRE)

Equipe de recherche, Laboratoire :

- Institut d'Electronique, de Micro-Electronique et de Nanotechnologie Département d'Opto-Acousto-Electronique (IEMN/DOAE)
- Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés (LMCPA)

Développement de capteurs piézoélectriques interdigités flexibles

pour la caractérisation ultrasonore des revêtements

JURY

Président du jury

- Poorteman, Marc. Docteur, chercheur à l'université de Mons Belgique

Rapporteurs

- Dominique, Certon. Maître de Conférences à l'Université de Tours.
- Marchet, Pascal. Maître de Conférences à l'Université de Limoges.

Examinateurs

- Poorteman, Marc. Docteur, chercheur à l'université de Mons Belgique

Co-directeur de thèse : Duquennoy, Marc. Professeur à l'Université de Valenciennes. **Co-directeur de thèse** : Courtois, Christian. Professeur à l'Université de Valenciennes. **Co-encadrant** : Ouaftouh, Mohammadi. Professeur à l'Université de Valenciennes.

Membre invité

- Rguiti, Mohamed. Maître de Conférences à l'Université de Valenciennes.

«Tout obstacle renforce la détermination.

Celui qui s'est fixé un but n'en change pas.»

Léonard De Vinci

A la mémoire de ma grand-mère

A mes parents

A mes sœurs

Remerciement

Cette thèse a été effectuée à l'université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis (UVHC) ; au sein du département d'Opto-Acousto-Electronique de l'Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie – UMR CNRS 8520 (IEMN/DOAE), et du Laboratoire des matériaux céramiques EA 2443 (LMCPA).

Je remercie Monsieur Jamal Assaad, professeur à l'UVHC, Directeur de l'IEMN/DOAE, pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire en tant que doctorant. Je remercie également Madame Anne Leriche, Professeur à l'UVHC, Directrice du LMCPA, pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire pour l'élaboration de mes essais effectués dans le cadre de cette thèse.

Je remercie sincèrement mes deux directeurs de thèse Monsieur Marc Duquennoy et Monsieur Christian Courtois, Professeurs à l'UVHC d'avoir accepté de diriger cette thèse et de m'avoir accompagné et conseillé au cours de ce travail. Je remercie également mon co-encadrant Monsieur Mohammadi Ouaftouh professeur à l'UVHC, pour son appui et son investissement pendant ces travaux de thèse. Ils m'ont tous trois accordé beaucoup de leur temps afin que je mène à bien ce projet et je les en remercie.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur Mohamed Rguiti, Maître de Conférences à l'Université de Valenciennes, basé au LMCPA, pour l'ensemble des travaux que nous avons menés dans cette collaboration, pour sa disponibilité et son efficacité.

Je souhaite très sincèrement remercier Monsieur Pascal Marchet, Maître de Conférences à l'Université de Limoges et Monsieur Dominique Certon, Maître de Conférences à l'Université de Tours, pour m'avoir fait l'honneur de rapporter cette thèse.

Mes remerciements vont également à Monsieur Marc Poorteman, Docteur et Coordinateur adjoint du Centre de Recherche en Ingénierie des Matériaux à l'Université de Mons qui a accepté de faire partie de mon Jury en tant qu'examinateur.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers les différents membres du personnel des deux laboratoires qui ont contribué à l'enrichissement et au bon déroulement de ces travaux. Je citerai notamment monsieur Lucie Benmeddour et Frederic Rivart.

J'exprime ensuite ma plus vive reconnaissance à Monsieur Grégory Martic docteur au BCRC, Laurent Seronveaux Ingénieur au SIRRIS et Maurice Gonon Professeur à l'UMONS, pour leurs aides, leurs disponibilités et leurs participations dans la réalisation des électrodes interdigitées. J'aimerai remercier tous les gens qui m'ont aidé et soutenu pendant ces trois ans. J'aimerai donc remercier mes parents Meminetou et Khoura Takpara; mes sœurs Rachidatou et Roukeyatou; et Mousbah pour tout le soutient qu'ils ont pu me donner, ainsi que mes copines Fally, Ginette, Mila et Diyole.

Enfin, que l'ensemble des thésards et membres du Laboratoire IEMN/DOAE trouvent ici l'expression de ma reconnaissance. Que tous ceux dont je n'ai pas cité les noms et qui ont contribué à ce travail trouvent ici un témoignage de ma sympathie.

Table des matières

Glossaire	1
Introduction générale	4

Chapitre 1 : Synthèse sur les capteurs ultrasonores et leurs applications au CND

Introduction
1.1 Les ondes Ultrasonores
1.1.1 Rappel sur les principales ondes élastiques guidées
1.1.2 Equations de mouvement des ondes ultrasonores11
1.1.2.1 Cas d'un solide anisotrope non-piézoélectrique11
1.1.2.2 Cas d'un solide isotrope13
1.1.2.3 Cas d'un solide piézoélectrique
1.2 La méthode ultrasonores pour la caractérisation des structures à partir des SAW : intérêt des capteurs IDT
1.3 Les capteurs IDT 23
1.3.1 Historique des capteurs interdigités à ondes de surface 23
3.3.1 Principe de fonctionnement
1.4 Les capteurs ultrasonores souples 25
Conclusion

<u>Chapitre 2 : Réalisation et caractérisation piézoélectrique et mécanique des lames piézoélectriques</u> <u>composites</u>

Introductio	on	34
2.1 Gé	néralités sur la piézoélectricité et les matériaux piézoélectriques	34
2.1.1	La piézoélectricité	34
2.1.2	Les équations piézoélectriques	35
2.1.3	Les matériaux piézoélectriques	36
2.2 Gé	néralité sur les matériaux composites piézoélectriques	42
2.3 Cor	mposites BaTiO $_3$ /résine : composite de connectivité 3-3	44
2.3.1	Modélisation des propriétés mécaniques, piézoélectriques et diélectriques des	
compos	ites 3-3 : état de l'art	44
2.3.1.	1 Propriétés diélectriques	45

	2.3.1.2	Propriétés piézoélectriques	49
	2.3.1.3	Propriétés élastiques	54
2	.3.2	Procédé de fabrication des matériaux poreux	56
2	.3.3	Caractéristiques des mousses céramiques 3-3	57
2	.3.4	Conclusion sur les composites 3-3 en BaTiO ₃	60
2.4	Com	posites à base de matrice polymère : composites de connectivité 3-0	61
2 C	.4.1 omposit	Modélisation des propriétés mécaniques, piézoélectriques et diélectriques des ses 3-0 : état de l'art	62
	2.4.1.1	Propriétés diélectriques : la permittivité	62
	2.4.1.2	Propriétés piézoélectriques	66
	2.4.1.3	Propriétés élastiques	69
2	.4.2	Composites piézoélectriques PU/PZT	72
	2.4.2.1	Pourquoi le PU ?	72
	2.4.2.2	Protocole expérimental et réalisation	72
	2.4.2.3 balaya	Observation de la dispersion des particules de PZT au microscope électronique à ge (MEB)	74
	2.4.2.4	Caractérisation diélectrique	75
	2.4.2.5	Caractérisation piézoélectrique	76
	2.4.2.6	Caractérisation mécanique	79
	2.4.2.7 piézoé	 Estimation des matrices diélectriques, piézoélectriques et élastiques des composites lectriuqes PU/PZT 	s 80
2	.4.3	Elaboration des composites piézoélectriques PI/PZT	83
	2.4.3.1	le Polyimide	83
	2.4.3.2	Protocole expérimental et réalisation	84
	2.4.3.2 balaya	Observation de la dispersion des particules de PZT au microscope électronique à ge (MEB)	88
	2.4.3.3	Caractérisation diélectrique et estimation de la matrice des constantes diélectrique	s89
	2.4.3.4 piézoé	Caractérisation piézoélectrique et estimation des constantes de la matrice lectrique	90
	2.4.3.5	Caractérisation mécanique et estimation de la matrice des constantes élastiques	91
2	.4.4	Comparaison des différentes compositions (PU/PZT-PI/PZT)	92
2.5	Con	clusion	93

Chapitre 3 : Optimisation des capteurs IDT- Modélisation

Introduc	tion
3.1 A	ptitude des différents matériaux piézoélectriques pour la génération des SAW
3.1.1	Modélisation
3.1.2	Les différents matériaux piézoélectriques étudiés
3.1.3	Estimation de la vitesse 100
3.1.4	Estimation des déplacements104
3.1.5	Etude de l'énergie rayonnée dans la lame piézoélectrique
3.1.6 de l'or	Etude de l'influence de chaque propriété sur l'amplitude des déplacements et la vitesse nde générée
3.2 E un subst	tude des conditions optimales à remplir pour les capteurs IDT afin de générer des SAW sur rat
3.2.1	Modèle pour la simulation
3.2.2	Simulations pour le couple de matériau Pz29/Aluminium116
3.2.	2.1 Influence de l'épaisseur de la lame piézoélectrique
3.2.	2.2 Influence de la longueur de la lame piézoélectrique
3.2.	2.3 Influence d'une contre électrode
3.2.3	Simulation pour le couple de matériaux LiNbO $_3$ /Aluminium131
3.2.4 collée	Simulation d'un capteur IDT composée de différentes natures de lames piézoélectriques s sur différentes substrats
3.2.5 surfac	Etude de l'énergie rayonnée par les capteurs IDT conçu pour générer les ondes de e sur un substrat134
3.3 C	onclusion

Chapitre 4 : Réalisation et caractérisation des capteurs IDT

Introdu	uctio	n1	140
4.1	Gén	éralité et procédés de fabrication des capteurs IDT	140
4.1.2	1	La lithographie 1	140
4.1.2	2	L'ablation par laser	142
4.1.3	3	L'impression par jet d'encre aérosolisé	143
4.2	Cara	actérisation des capteurs IDT avec des électrodes déposées directement sur la lame	
piézoé	lectri	ique1	144
4.2.2	1	Caractérisation électrique	146
4.	.2.1.1	Mesures à l'analyseur de réseau	146
4.	.2.1.2	2 Influence de la fréquence et de la périodicité (Adéquation périodicité/fréquence)	147

4.2.2	Caractérisation acoustique	149
4.3 C	aractérisation des capteurs IDT avec des électrodes déposées sur une lame épo	xy 155
4.3.1	Caractérisation électrique	157
4.3.2	Caractérisation acoustique	157
4.3.3	Comparaison des résultats obtenus pour des électrodes déposées directeme	ent sur une
lame p	piézoélectrique ou indirectement sur une lame époxy	158
4.3.	3.1 Mesures électriques	159
4.3.	3.2 Mesures acoustiques	159
4.4 C	aractérisation des capteurs IDT en contact avec un substrat d'aluminium	160
4.4.1	Caractérisation électrique	161
4.4.2	Caractérisation acoustique	162
4.5 C	apteurs IDT flexibles	172
4.5.1	Réalisation des électrodes sur les lames piézoélectriques flexibles	172
a.	Capteurs IDT en BaTiO ₃ /résine	172
b.	Les capteurs IDT en PU/PZT et PI/PZT	174
с.	Capteurs IDT en PVDF	175
4.5.2	Caractérisation électrique	176
4.5.3	Caractérisation acoustique	176
4.5.	2.1 Mesures transmission avec un capteur à coin	176
4.5.	2.2 Mesures entre deux capteurs IDT	
4.5.4	Mesures acoustiques après repolarisation entre électrodes	186
4.5.5	Caractérisation des capteurs IDT flexibles avec des électrodes déposées sur	une lame
époxy		
4.6 N	1esure sur un substrat non plat	189
Conclusio	on	191
Conclusio	on générale	192
Référenc	e	195

<u>Annexes</u>

Annexe A		204
Annexes B.		207
4.2.1	Annexe B1 : Caractérisation électrique des capteurs IDT	207
4.2.2	Annexe B2 : Caractérisation acoustique des capteurs IDT	209

4.2.3 interdigit	Annexe B3 : Caractérisation électrique des capteurs IDT, lorsque les électrodes ées sont déposées sur une lame époxy	210
4.2.4 interdigit	Annexe B4 : Caractérisation acoustique des capteurs IDT, lorsque les électrodes ées sont déposées sur une lame époxy	210
4.2.5 substrat	Annexe B5 : Caractérisation électriques des capteurs IDT rigides en contact avec le	211
4.2.6 substrat	Annexe B6 : Caractérisation acoustique des capteurs IDT rigides en contact avec le2	212
4.2.7 substrat	Annexe B7 : Caractérisation acoustiques des capteurs IDT flexibles en contact avec le2	217
4.2.8 substrat,	Annexe B8 : Caractérisation acoustiques des capteurs IDT souples, en contact avec le lorsque les électrodes déposés sur une lame époxy	228

Glossaire

Symbole	Définition	Unité
uI	Déplacement suivant l'axe I (I=x, y, z)	m
TIJ	Tenseur de contraintes	N/m ²
Cijkl	Matrice des constantes élastiques	N/m ²
S _{IJKL}	Compliance ou susceptibilité élastique	m²/N
ρ	Masse volumique	Kg/m ³
ν	Coefficient de poisson	
μ	Module de cisaillement	Pa
λ	Premier coefficient de Lamé	Ра
Y	Module d'Young	Ра
F	Vecteur des forces appliquées	N
VT	Vitesse de l'onde transversale	m/s
V _{T-LAME}	Vitesse de l'onde transversale dans la lame piézoélectrique	m/s
V _{T-SUB}	Vitesse de l'onde transversale dans le substrat	m/s
VL	Vitesse de l'onde longitudinale	m/s
V _{L-LAME}	Vitesse de l'onde longitudinale dans la lame piézoélectrique	m/s
V _{L-SUB}	Vitesse de l'onde longitudinale dans le substrat	m/s
V _R	Vitesse de l'onde de Rayleigh	m/s
VR-LAME	Vitesse de l'onde de Rayleigh dans la lame piézoélectrique	m/s
V _{R-SUB}	Vitesse de l'onde de Rayleigh dans le substrat	m/s
V _{TH}	Vitesse de l'onde de Rayleigh obtenue par calcul théorique	m/s
V _{MO}	Vitesse de l'onde de Rayleigh obtenue par modélisation par éléments finis	m/s
\vec{D}	Vecteur de déplacement électrique (de l'induction électrique)	C/m ²
Ē	Vecteur de champ électrique	V/m

Φ	Potentiel scalaire électrique	V
€ _{KL}	Matrice de déformation	m/m
e _{IJ}	Matrice de constantes piézoélectriques qui traduit la proportionnalité entre la charge et la déformation à champ constant ou nul	C/m² ou N/V∙m
dı	Matrice de constantes piézoélectriques qui traduit la proportionnalité entre la charge et la contrainte à champ constant ou nul	C/N ou m/V
gIJ	Matrice des constantes piézoélectriques qui traduit la proportionnalité entre la contrainte et le champ résultant à l'induction constant ou nul	V·m/N ou m²/C
h _{IJ}	Matrice des constantes piézoélectriques qui traduit la proportionnalité entre la déformation et le champ résultant à l'induction constant ou nul	V/m ou N/C
ε _{IJ}	Matrice de permittivité diélectrique	F/m
V	Vitesse de phase des ondes acoustiques	m/s
Γ_{IL}	Tenseur de Christoffel	N/m ²
λ_R	Longueur d'onde de l'onde de surface (onde de Rayleigh)	m
λ_{R-LAME}	Longueur d'onde de l'onde de surface (onde de Rayleigh) dans la lame piézoélectrique	m
λ _{R-SUB}	Longueur d'onde de l'onde de surface (onde de Rayleigh) dans le substrat	m
λ_{T}	Longueur d'onde de l'onde transversale	m
$\lambda_{ m L}$	Longueur d'onde de l'onde longitudinale	m
a	Largeur des électrodes interdigitées	m
a, b,l ₁ , l ₂ , L	Pour les modèles de Banno[banno89 et 93] et Bowen[bowen01] largeurs adimensionnées des phases piézoélectriques et non piézoélectriques dans les composites 3-0 et 3-3	
alame	Largeur des électrodes interdigitées définie à partir de V _{R-LAME}	m
a _{sub}	Largeur des électrodes interdigitées définie à partir de V _{R-SUB}	m
b	Espacement entre les électrodes	m
р	Périodicité des électrodes (a+b)	m
W	Largeur de recouvrement des électrodes interdigitées	m
f_0	Fréquence de résonance des capteurs ITD	Hz
f _{th.}	Fréquence de résonance théorique des capteurs IDT	Hz

f _{exp.}	Fréquence de résonance expérimentale des capteurs IDT	Hz
βij	Matrice des constantes d'imperméabilité diélectrique	m/F
k _{ij}	Matrice des coefficients de couplage électromécanique	1
K ²	coefficient de couplage électromécanique	1
Q	Facteur de qualité mécanique	
Т	Période	S
Тс	Le temps complet de calcul de simulation numérique par COMSOL	S
e	Epaisseur de la lame piézoélectrique	m
e'	Epaisseur du substrat	m
P1 et P2	Points ou sont relevés les déplacements normaux sur la lame piézoélectrique	
P3	Point ou sont relevés les déplacements normaux sur le substrat	
PMMA	Polymère : polyméthacrylate de méthyle	
PU	Polymère : polyuréthane	
PI	Polymère : polyimide	
PVDF	Polymère : fluorure de polyvinylidène	
THF	Solvant : tétrahydrofurane	
PZT-5H	Ceramique PZT de Morgan ®	
f	Taux de porosité des mousses	%
f _{incl}	Fraction volumique des particules PZT des composites 3-0	%
f _m	Fraction volumique de la matrice des composites 3-0	%
P191	Poudre de PZT utilisée pour la réalisation des composites 3-0 (Saint Gobain ®)	
PU/44% PZT (≈10μm)	Composites à base de matrice Polyuréthane, chargé à 44% en volume de particules de PZT dont le diamètre moyen est égal à 10µm	
PI/44% PZT (≈10μm)	Composites à base de matrice Polyimide, chargé à 44% en volume de particules de PZT dont le diamètre moyen est égal à 10µm	
PU/44% PZT (≤80μm)	Composites à base de matrice polyuréthane, chargé à 44% en volume de particules de PZT dont le diamètre est inférieur ou égal à 80µm	

PI/44% PZT (≤80μm)	Composites à base de matrice Polyimide, chargé à 44% en volume de particules de PZT dont le diamètre est inférieur ou égal à 80µm	
Burst	Signal électrique constitué de plusieurs sinusoïdes	

Introduction générale

Le contrôle non destructif des matériaux et des structures est une demande récurrente dans de nombreuses applications technologiques pour lesquelles on cherche à détecter de plus en plus finement et de plus en plus précisément des défauts ou des évolutions mécaniques de structures. Pour cela une des approches est de multiplier des techniques et/ou des procédés de détection non destructifs. L'autre approche est d'améliorer des procédés déjà existants. De plus, on peut améliorer la procédure de traitement des informations reçues de façon à toujours en améliorer la puissance de détection. Parallèlement, le contrôle non destructif doit être si possible embarqué et peu cher pour pouvoir réaliser une maintenance prédictive en continu des structures en cours d'utilisation.

Les ondes acoustiques de surface ont la capacité d'être très sensibles aux caractéristiques physiques de surface des matériaux. Elles peuvent donc être très efficaces pour la détection de l'évolution de ces surfaces, de leur dégradation, de leur vieillissement, de leur corrosion, bref de tout phénomène qui engendre une évolution des caractéristiques physiques de ces surfaces. Les ondes peuvent être générées par des capteurs interdigités basés sur des supports piézoélectriques. Le rendement, la qualité de génération d'onde par ces capteurs dépendent de facteurs multiples qui font intervenir à la fois les caractéristiques propres du capteur mais aussi la surface à analyser. L'optimisation de ces capteurs est ainsi fortement couplée à la surface qu'il doit caractériser. Plus précisément, le capteur doit être un bon transducteur piézoélectrique mais pas seulement. L'architecture des électrodes, les constantes élastiques du capteur et la surface à caractériser, ont une forte influence sur le rendement d'émission d'ondes de surface. C'est dans ce cadre que s'inscrit cette recherche.

Ce travail porte sur la réalisation de capteurs interdigités (IDT pour InterDigital Transducer) à partir de différents supports piézoélectriques. L'enjeu de cette étude est double. Il s'agit premièrement de disposer de capteurs efficaces pour générer des ondes acoustiques de surface (SAW pour Surface Acoustic Wave) afin de caractériser la qualité des revêtements et les surfaces des structures. Le deuxième objectif de cette étude est de rendre les capteurs flexibles afin qu'ils puissent s'adapter non seulement à différentes géométries mais aussi qu'ils soient capables de supporter les déformations des structures au cours de leur utilisation. Les meilleurs matériaux piézoélectriques sont des monocristaux ou des céramiques, matériaux fragiles et très rigides qui présentent une déformation élastique très limitée. Ceci les empêche d'avoir une conformabilité suffisante pour la caractérisation de structures non planes ou plus simplement de supporter toute déformation de ces structures en cours d'usage. Les polymères piézoélectriques sont bien plus souples mais sont significativement moins piézoélectriques. Cependant, le caractère piézoélectrique n'est pas le seul critère de choix pour un bon capteur flexible à onde de surface. Un capteur souple peu rigide et moins bon piézoélectrique peut avoir un bon

comportement à l'émission d'ondes de Rayleigh dans la mesure où le critère de qualité fait intervenir des caractéristiques piézoélectriques mais aussi élastiques et diélectriques.

Dans ce contexte nous avons choisi d'utiliser des matériaux dont les critères sont situés entre d'un côté des céramiques, rigides peu conformables et fortement piézoélectriques et le PVDF, polymère piézoélectrique de référence, très conformable et moins bon piézoélectrique. Il s'agit d'une approche pluridisciplinaire. Pour cela une double approche a été considérée :

- La réalisation et l'étude de mousses céramiques piézoélectriques pour exciter des SAW : l'introduction d'une porosité dans les matériaux céramiques, provoque une diminution du module d'Young du matériau selon une loi de mélange classique. Ensuite, ces mousses seront imprégnées de résine pour plus de flexibilité, formant ainsi un composite piézoélectrique (nous l'appellerons composite 3-3).
- La réalisation et l'étude de composites 3-0 (matrices polymères chargées d'une poudre de céramique piézoélectrique). Les matrices polymères apporteront la flexibilité et la dispersion de poudre assurera le caractère piézoélectrique.

Nous espérons avec ces composites dépasser les performances piézoélectriques du PVDF. Le développement de ces architectures nous permettra de jouer à la fois sur le caractère piézoélectrique du capteur mais aussi sur ses constantes élastiques. Nous réaliserons une modélisation spécifique de ces capteurs qui permettra de définir la meilleure architecture pour chaque capteur piézoélectrique (design des électrodes, optimisation de l'épaisseur) pour un meilleur rendement d'émission d'ondes. Nous nous attacherons à mesurer leur capacité à générer les ondes de surface sur un substrat, en les déposant directement sur ce dernier. Enfin, nous privilégierons des technologies relativement bon marché pour développer ces capteurs afin d'envisager par la suite un contrôle continu des structures en intégrant ces capteurs à demeure sur ces dernières. Le cadre de ce travail a pour support un partenariat France-Wallonie, soutenu par l'Europe dans un projet INTERREG IV intitulé PRISTIFLEX.

PRISTIFLEX signifie Partenariat en Recherches, Innovations et Supports Techniques Interrégionaux pour la caractérisation des revêtements par capteurs interdigités FLEXibles. Le projet de recherche PRISTIFLEX réunit 9 partenaires (dont trois associés) à savoir : le SIRRIS (Centre de recherche de l'Industrie technologique - Belgique), UVHC(Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis - France), UPJV (Université de Picardie Jules Verne – IUT de l'Aisne - France), CRIBC (Centre de Recherche de l'Industrie Belge de la Céramique - Belgique), UMONS (Faculté Polytechnique de Mons - Belgique), INISMa (Institut Interuniversitaire des Silicates, sols et Matériaux - Belgique), CRITT MDTS (Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie, spécialisé dans les Matériaux, les Dépôts et les Traitements de surface - France) et le Pôle de compétitivité I-TRANS.

Une étude préalable de la propagation des ondes acoustiques de surface est nécessaire avant l'étude et la réalisation des capteurs IDT. Ainsi, dans le premier chapitre nous ferons une brève présentation des

~ 6 ~

principaux types d'ondes élastiques ainsi que leurs propriétés. Ensuite, un rappel sur les équations de propagation des ondes ultrasonores dans différents types de matériaux sera donné. Enfin les capteurs IDT seront évoqués. Par la même occasion nous citerons les différentes réalisations, surtout les capteurs IDT flexibles existants dans la littérature et qui sont utilisés pour le CND.

Dans le deuxième chapitre, nous ferons une brève présentation des diverses familles de composites piézoélectriques, qui diffèrent par leurs compositions ou encore leurs connectivités. Les deux types de connectivités qui seront utilisés dans le cadre de cette thèse sont : 3-3 et 3-0. La méthode d'élaboration des composites, ainsi que la caractérisation de ceux-ci seront présentées dans ce chapitre. Les différents modèles seront appliqués aux compositions ainsi réalisés, et une estimation des différentes propriétés (diélectrique, piézoélectrique et mécanique) des composites sera faite. Pour finir nous aborderons une discussion sur les propriétés des différents matériaux composites réalisés.

Le troisième chapitre sera consacré à la modélisation par éléments finis des capteurs interdigités, à l'aide du logiciel commercial COMSOL Multiphysics ®. Cette étude par modélisation, permettra dans un premier temps de tester la capacité de certains matériaux piézoélectriques à générer les ondes de surface. Ensuite, le design du capteur IDT à adopter sera étudié afin d'atteindre nos objectifs c'està-dire générer les ondes de surface sur un substrat avec des amplitudes les plus importantes possibles en vue du CND.

Dans le quatrième chapitre, nous présenterons les résultats des mesures expérimentales réalisées à partir des divers capteurs interdigités réalisés en se basant sur les résultats de la modélisation. Les capteurs réalisés à partir des matériaux composites présentés dans le chapitre 2, mais aussi à partir d'autres matériaux rigides (PZT, LiNbO₃) et souples (PVDF) disponibles sur le marché seront également présentés. Ces capteurs rigides ont été réalisés dans le but de servir de référence. Le substrat qui sera utilisé expérimentalement sera en aluminium. Une comparaison des performances des différents capteurs flexibles sera faite. Enfin, des mesures effectuées sur une surface non plane (un cylindre) seront présentées.

Enfin dans une conclusion générale, nous reprendrons l'ensemble des résultats obtenus en comparant les différentes capacités de ces capteurs IDT à générer les ondes de surface relativement à leur formulation. Des perspectives d'améliorations et de développements futurs seront proposées.

INTRODUCTION GENERALE

Chapitre 1

Synthèse sur les capteurs ultrasonores et leurs applications au CND

Sommaire

Introduction	8
1.1 Les ondes Ultrasonores	8
1.1.1 Rappel sur les principales ondes élastiques guidées	8
1.1.2 Equations de mouvement des ondes ultrasonores 1	11
1.1.2.1 Cas d'un solide anisotrope non-piézoélectrique 1	11
1.1.2.2 Cas d'un solide isotrope1	13
1.1.2.3 Cas d'un solide piézoélectrique1	13
1.2 Contrôle non destructif à partir des ondes de surface : intérêt des capteurs IDT 1	16
1.3 Les capteurs IDT	23
1.3.1 Historique des capteurs interdigités à ondes de surface 2	23
1.3.2 Généralités et principe de fonctionnement 2	24
1.4 Les capteurs ultrasonores flexibles 2	25
onclusion	

Introduction

Le CND est un ensemble de méthodes qui permet de caractériser l'état d'intégrité de structures ou de matériaux, sans les dégrader ; soit pendant la production, en cours d'utilisation, ou lors de la maintenance. Le CND est utilisé pour plusieurs types de caractérisations. Le choix de la technique CND est guidé par la caractérisation envisagée. Dans le cadre de cette thèse, l'objectif est de développer des capteurs adaptés à la caractérisation des surfaces. Ainsi les défauts comme les fissures débouchantes, des rayures à la surface d'une structure, l'état d'un revêtement, etc... peuvent être détectés.

La méthode ultrasonore et en particulier l'utilisation des ondes de surface est choisie car l'énergie véhiculée par ces ondes est localisée à la surface de la structure, permettant ainsi de caractériser facilement les surfaces ou des revêtements car nous pouvons maîtriser la zone d'inspection en modifiant la fréquence propre du capteur.

Pour la génération de l'onde de surface, les capteurs interdigités (capteurs IDT) seront privilégiés car ils permettent a priori premièrement de générer efficacement les ondes de surface, et deuxièmement ils peuvent être relativement bon marché et ainsi être mis à demeure sur des structures (Contrôle santé). Enfin nous étudierons la possibilité de les rendre flexibles afin de s'adapter aux surfaces non planes ou aux déformations liées aux vibrations des structures en service.

Dans ce chapitre, nous commencerons par un rappel sur les différents types d'ondes élastiques pouvant se propager dans les structures. Après ce rappel, les équations de propagation des ondes dans différents types de matériaux seront présentées. Ensuite, une synthèse sur les capteurs IDT à onde de surface réalisés et déjà existants dans la littérature sera faite. Pour finir une bibliographie sur les capteurs ultrasonores souples sera donnée.

1.1 Les ondes Ultrasonores

1.1.1 Rappel sur les principales ondes élastiques guidées

Les ondes élastiques résultent de déplacements de particules vibrant dans un milieu matériel. Il existe une grande variété d'ondes ; cependant il n'existe que deux types d'ondes fondamentales qui se propagent dans des milieux solides isotropes et illimités :

- Les ondes longitudinales (ondes de compression) :

C'est le type d'onde qui pendant sa propagation dans un milieu provoque la déformation de celui-ci dans la même direction que la propagation. Le déplacement des particules de la matière s'effectue alors parallèlement au vecteur d'onde. Lorsqu'une onde longitudinale plane se propage dans un solide, elle apparait telle une succession de compressions et de dilatations si bien que le volume occupé par un nombre de particules donné n'est plus constant.

- Les ondes transversales (ondes de cisaillement) :

Pour ce type d'onde, la déformation du milieu est perpendiculaire à la direction de propagation de l'onde. Le déplacement des points du milieu de propagation s'effectue perpendiculairement au vecteur d'onde. Le volume des particules reste constant malgré le glissement des plans parallèles contenant ces particules, compte-tenu du fait qu'ils glissent les uns par rapport aux autres sans variations de distance (figure 1-1).



Figure 1-1 : Direction et sens de propagation des ondes élastiques dans un milieu solide, isotrope et illimité

Cependant lorsque le milieu n'est pas isotrope, trois modes de propagation (ondes planes) peuvent exister simultanément pour une même direction de propagation avec des vitesses différentes et des polarisations orthogonales.

- une onde quasi-longitudinale dont la polarisation est la plus proche de la direction de propagation
- deux autres ondes quasi-transversales dont les vitesses sont habituellement plus faibles que celle de l'onde quasi-longitudinale.

Ces trois ondes couplées ne deviennent purement longitudinales ou transversales que pour certaines directions particulières, appelées directions de modes pures. Ces directions sont liées à la symétrie cristalline du milieu [Royer 96].

Les ondes de surface résultent de l'interaction des ondes transversales et des ondes longitudinales. Elles sont guidées par la surface, se propagent moins vite que les ondes de volume, mais ont généralement une plus forte amplitude. Les ondes de surface représentent les perturbations élastiques, se propageant près de la surface libre d'un milieu et sur une profondeur donnée. Le déplacement des particules engendré par ces ondes devient négligeable au-delà de $1.6 \cdot \lambda_R$ (Figure 1-2).



<u>Figure 1-2 : (a) Plan sagittal d'un matériau avant la propagation des ondes de surface, (b) Plan</u> <u>sagittal d'un matériau pendant la propagation des ondes de surface (c) Décroissance des</u> <u>composantes longitudinale (U_R) et transversale (W_R) du déplacement dans un solide isotrope pour</u> <u>deux valeurs du coefficient de poisson données (0,25 pour les traits en pointillé et 034 pour les traits</u> <u>plein) [Viktorov 67]</u>

Avec un milieu solide homogène, semi-infini et piézoélectrique, il est possible de provoquer la propagation d'une onde de surface transversale (onde STW1). Cette onde est connue sous le nom d'onde de Bleustein-Gulayev. Sa polarisation purement transversale est parallèle à la surface du matériau piézoélectrique. Contrairement aux ondes de surface, cette onde possède une profondeur de pénétration nettement plus grande (plusieurs dizaines de λ) (Figure 1-3). Lors de la propagation de ces ondes dans le solide, la surface reste plane.



Figure 1-3 : Onde de surface à polarisation purement transversale (onde de Bleustein-Gulyaev) [Royer 96]

CHAPITRE 1 : SYNTHESE SUR LES CAPTEURS ULTRASONORES ET LEURS APPLICATIONS AU CND

Dans le cas d'un milieu solide homogène limité par deux surfaces libres parallèles, l'épaisseur étant fixe, l'onde générée dépend de cette épaisseur. Si l'épaisseur est grande devant la longueur d'onde, des ondes de Rayleigh peuvent se propager sur chacun des plans délimitant le milieu. Lorsque cette épaisseur est de l'ordre de la longueur d'onde, nous obtenons des ondes guidées dites également ondes de plaque qui se propagent suite à des réflexions successives d'ondes de volume sur les faces de la structure. Si le milieu est isotrope, ces ondes guidées se séparent en deux familles ou modes : les modes guidés à polarisation horizontale (déplacement perpendiculaire au plan sagittal) dits modes TH (Transverse Horizontal) et les modes guidés dont la polarisation est sagittale, dits aussi modes de Lamb (figure 1-4). Ces modes de Lamb se répartissent en deux catégories : les ondes symétriques et les ondes antisymétriques.



Figure 1- 4 : Profil de déplacement des ondes de Lamb antisymétriques (a) et symétriques (b) [Beboucg 12].

1.1.2 Equations de mouvement des ondes ultrasonores

1.1.2.1 Cas d'un solide anisotrope non-piézoélectrique

Considérons un solide de volume v qui est localement en mouvement. L'équation élastodynamique (la relation fondamentale de la dynamique) en négligeant les forces s'exerçant sur le volume s'écrit :

$$\rho \frac{\partial^2 u_I}{\partial t^2} = \frac{\partial T_{IJ}}{\partial x_I}.$$
 Eq 1.1

En y introduisant la loi de Hooke $(T_{IJ} = C_{IJKL} \frac{\partial \overline{u}_L}{\partial x_K})$, on obtient l'équation de mouvement :

$$\rho \frac{\partial^2 u_I}{\partial t^2} = C_{IJKL} \frac{\partial^2 u_L}{\partial x_I \partial x_K}.$$
 Eq 1.2

~ 11 ~

La solution de ces équations est sous la forme d'une onde plane progressive se propageant dans la direction définie par le vecteur unitaire $\vec{n}(n_1, n_2, n_3)$ perpendiculaire aux plans d'onde $\vec{x}(x, y, z)$ d'équation $\vec{n} \cdot \vec{x} = cte$ et s'écrit : $u_I = u_I^\circ F\left(t - \frac{\vec{n} \cdot \vec{x}}{V}\right)$, où u_I° est la polarisation de l'onde et V et la vitesse de phase de l'onde. L'équation (Eq 1.2) devient :

$$\rho V^2 u_I^\circ = C_{IJKL} n_J n_K u_L^\circ.$$
 Eq 1.3

Cette équation est appelée : équation de Christoffel.

En introduisant le tenseur de Christoffel du second ordre : $\Gamma_{IL} = C_{IJKL}n_Jn_K$, nous obtenons :

$$\Gamma_{IL}u_L^\circ = \rho V^2 u_I^\circ.$$
 Eq 1.4

Ainsi les vitesses et les polarisations des ondes planes pouvant se propager suivant une direction \vec{n} , s'obtiennent en cherchant les valeurs et les vecteurs propres du tenseur Γ_{IL} .

Par exemple, pour un système cubique, et si la propagation s'effectue dans le plan (001) avec φ l'angle entre l'axe *x* et la direction de propagation, l'équation de Christoffel devient :

$$\Gamma_{(001)}u_{L}^{\circ} = \rho V^{2}u_{I}^{\circ} \Longrightarrow \begin{pmatrix} \Gamma_{11} & \Gamma_{12} & 0\\ \Gamma_{12} & \Gamma_{22} & 0\\ 0 & 0 & \Gamma_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u_{x}\\ u_{y}\\ u_{z} \end{pmatrix} = \rho V^{2} \begin{pmatrix} u_{x}\\ u_{y}\\ u_{z} \end{pmatrix}, \quad \text{Eq1.5}$$

avec

ec
$$\begin{cases} \Gamma_{11} = c_{11}\cos^2\varphi + c_{44}\sin^2\varphi, & \Gamma_{12} = (c_{11} + c_{44})\cos\varphi\sin\varphi, \\ \Gamma_{22} = c_{11}\sin^2\varphi + c_{44}\cos^2\varphi, & \Gamma_{33} = c_{44} \end{cases}$$

Cette équation admet 3 solutions donnant les vitesses de propagation :

En premier lieu : $\Gamma_{33}u_z = \rho V^2 u_z \Longrightarrow c_{44} = \rho V^2 \Longrightarrow V_z = V_T = \sqrt{c_{44}/\rho}.$

Il existe donc, une onde transversale polarisée suivant (oz) et de vitesse $\sqrt{c_{44}/\rho}$ indépendante de l'angle φ .

Les deux autres solutions sont des ondes dont la vitesse dépend de l'angle φ et peuvent s'écrire de la manière suivante :

$$(c_{11}\cos^2\varphi + c_{44}\sin^2\varphi)u_1 + (c_{12} + c_{14})\cos\varphi\sin\varphi u_2 = \rho V^2 u_1, \qquad \text{Eq 1.6}$$

$$(c_{12} + c_{44})\cos\varphi\sin\varphi u_1 + (c_{11}\sin^2\varphi + c_{44}\cos^2\varphi)u_2 = \rho V^2 u_2, \qquad \text{Eq 1.7}$$

$$\Rightarrow \begin{cases} 2\rho V_1^2 = c_{11} + c_{44} + \sqrt{(c_{11} - c_{14})^2 \cos^2 2\varphi + (c_{12} + c_{44})^2 \sin^2 2\varphi} \\ 2\rho V_2^2 = c_{11} + c_{44} - \sqrt{(c_{11} - c_{14})^2 \cos^2 2\varphi + (c_{12} + c_{44})^2 \sin^2 2\varphi} \end{cases}.$$
 Eq 1.8

La polarisation de ces ondes n'est ni longitudinale ni transversale. Lorsque $\varphi = 0$ ou $\pi/2$, la vitesse $V_1 = \sqrt{c_{11}/\rho}$ correspond à une onde longitudinale et $V_2 = \sqrt{c_{44}/\rho}$ à une onde transversale. Dans les autres directions, V_1 et V_2 donnent les vitesses des ondes quasi-longitudinale et quasi-transversale.

1.1.2.2 Cas d'un solide isotrope

Pour les solides isotropes, le tenseur de Christoffel est indépendant de la direction de propagation. Le tenseur de Christoffel pour un système isotrope s'écrit:

$$\Gamma = \begin{pmatrix} c_{44} & 0 & 0\\ 0 & c_{44} & 0\\ 0 & 0 & c_{11} \end{pmatrix}, \qquad pour \,\vec{n}(0,0,1). \qquad \text{Eq 1.9}$$

La résolution de l'équation de Christoffel montre que les vitesses V_T de l'onde transversale et V_L de l'onde longitudinale sont indépendantes de la direction de propagation:

$$V_T = \sqrt{\frac{c_{44}}{\rho}}$$
, $V_L = \sqrt{\frac{c_{11}}{\rho}}$. Eq 1.10

1.1.2.3 Cas d'un solide piézoélectrique

Considérons un substrat piézoélectrique, le couplage entre le champ élastique et le champ électromagnétique fait intervenir les termes électriques dans le développement de l'équation de la dynamique (Newton) et des termes mécaniques dans le développement des équations de Maxwell. La solution analytique traduisant la propagation des ondes dans ce substrat ne peut en principe être traitée qu'en résolvant simultanément ces équations couplées [Royer 96].

Dans le cas quasi-statique, les équations de Maxwell sont données par [Campbell 98] :

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{D} = 0, \qquad \qquad \text{Eq 1.11}$$

$$\vec{E} = -\vec{\nabla} \Phi. \qquad \qquad \text{Eq 1.12}$$

Où Φ est le potentiel scalaire électrique. En considérant que la densité de charge réelle en surface est égale à 0, l'équation de mouvement de Newton est :

$$\frac{\partial T_{IJ}}{\partial x_J} - \rho \frac{\partial^2 u_I}{\partial t^2} = 0.$$
 Eq 1.13

Le tenseur des contraintes et le déplacement électrique s'écrivent :

$$D_J = e_{JKL} \epsilon_{KL} + \varepsilon_{JK}^e E_K.$$
 Eq 1.15

Les déformations sont définies par :

$$\epsilon_{KL} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_L}{\partial x_K} + \frac{\partial u_K}{\partial x_L} \right).$$
 Eq 1.16

Les équations (Eq 1.12) et (Eq 1.16) injectées dans (Eq 1.14) et (Eq 1.15) donnent :

$$T_{IJ} = C_{IJKL}^{E} \frac{\partial u_{L}}{\partial x_{K}} + e_{KIJ} \frac{\partial \Phi}{\partial x_{K}}, \qquad \text{Eq 1.17}$$

$$D_J = e_{JKL} \frac{\partial u_L}{\partial x_K} - \varepsilon_{JK}^e \frac{\partial \Phi}{\partial x_K}.$$
 Eq 1.18

En réinjectant la nouvelle expression de la contrainte (Eq 1.17) dans l'équation de Newton (Eq 1.13) nous obtenons :

$$\rho \frac{\partial^2 u_I}{\partial t^2} = e_{KIJ} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial x_J \partial x_K} + C_{IJKL}^E \frac{\partial^2 u_L}{\partial x_J \partial x_K}.$$
 Eq 1.19

De plus, \vec{D} doit satisfaire l'équation de Poisson pour un corps isolant :

$$div\vec{D} = 0$$
, soit $\frac{\partial D_I}{\partial x_I} = 0$. Eq 1.20

L'équation (Eq 1.18) et l'équation (Eq 1.20) donnent :

~ 14 ~

$$\varepsilon_{JK}^{e} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial x_J \partial x_K} - e_{JKL} \frac{\partial^2 u_L}{\partial x_J \partial x_K} = 0.$$
 Eq 1.21

Les équations (Eq 1.19) et (Eq 1.21) donnent 4 équations qui relient les quantités u_x , u_y , u_z et ϕ . Le mouvement de l'onde est déterminé si les conditions aux limites appropriées sont spécifiées.

Dans le cas du solide piézoélectrique, les solutions de ces équations sont complexes, elles sont généralement résolues numériquement.

Cas d'une onde plane dans un milieu infini :

Pour les matériaux piézoélectriques, les équations de mouvement sont données par les équations (Eq 1.19) et (Eq 1.21) en fonction des déplacements u_i et du potentiel électrique Φ

On cherche les solutions sous la forme d'ondes planes progressives qui se propagent à la vitesse de phase V selon la direction définie par le vecteur unitaire \vec{n} (n_x, n_y, n_z) . L'expression de la solution particulière est donc de la forme :

$$\begin{cases} u_I = u_I^0 F\left(t - \frac{n_J x_J}{V}\right) \\ \Phi = \Phi_0 F\left(t - \frac{n_J x_J}{V}\right) \end{cases}, \quad \text{Eq 1.22}$$

En substituant l'expression (Eq 1.22) dans les équations (Eq 1.19) et (Eq 1.21), on obtient les équations suivantes :

$$\rho V^2 u_I^0 = C_{IJKL}^E n_J n_K u_L^0 + e_{KIJ} n_K n_J \Phi_0, \qquad \text{Eq 1.23}$$

En éliminant le potentiel électrique, il s'en suit :

avec $\Gamma_{IL} = C^{E}_{IJKL} n_{J} n_{K}$ la composante du tenseur dit de Christoffel, $\gamma_{I} = e_{KIJ} n_{K} n_{J}$ et $\varepsilon = \varepsilon^{e}_{JK} n_{J} n_{K}$. En régime d'ondes planes, les solutions de l'équation de propagation ont pour vitesse de phase (respectivement polarisation) les valeurs propres (respectivement vecteurs propres) du tenseur $(\overline{\Gamma_{IL}} = \Gamma_{IL} + \frac{\gamma_I \gamma_L}{\epsilon}).$

1.2 Contrôle non destructif à partir des ondes de surface : intérêt des capteurs IDT

La technique CND s'utilise dans plusieurs secteurs industriels à savoir : l'industrie pétrolière, l'industrie navale, l'aéronautique, l'aérospatiale et l'armée, l'industrie automobile, la sidérurgie, la chaudronnerie, l'industrie de l'énergie, le ferroviaire, l'inspection alimentaire, le génie civil et le bâtiment, etc. Tous ces secteurs utilisent les méthodes de CND en général pour contrôler des pièces à coût de production élevé et en quantité faible, ou des pièces dont la fiabilité de fonctionnement est critique.

Comme méthode de CND nous avons par exemple : la technique de rayon X (RX), l'émission acoustique (AT), les courants de Foucault (ET), l'étanchéité (LT), la magnétoscopie (MT), le ressuage (PT), Radiographie (RT), Ultrasons (UT), Examen visuel (VT), Thermographie (IRT). La méthode ultrasonore et en particulier l'utilisation des ondes de surface est celle qui nous intéresse dans le cadre de cette thèse. Plusieurs techniques ultrasonores existent pour caractériser les matériaux à partir des ondes de surface. Dans la suite de ce chapitre, nous allons citer les principales d'entre elles.

La signature acoustique ou technique V(z)

La signature acoustique permet deux approches qui sont complémentaires, soit un balayage en xy de l'échantillon qui constitue le mode imagerie, soit des mesures locales qui donnent des informations quantitatives sur les propriétés mécaniques au moyen d'une méthode acoustique appelée V(z) [Kuchibiki 85]. La figure 1-5 présente le principe de la méthode V(z). Le microscope acoustique, est constitué d'un capteur piézoélectrique et d'une lentille acoustique. Le capteur piézoélectrique permet la génération des ondes acoustiques et la lentille permet leur focalisation en un point de l'échantillon. Il est nécessaire d'avoir un milieu de couplage (l'eau en général) entre la lentille et l'échantillon testé afin de réaliser la transmission des ondes acoustiques.



Figure 1- 5 : Schéma de principe de la méthode V(z) : (1) Interférences entre les ondes acoustiquesréfléchies en incidence normale (II) les ondes de surface couplées aux modes de volume sepropageant sous l'incidence critique θ_R

La méthode V(z) consiste à enregistrer la tension électrique V aux bornes du capteur en fonction de la profondeur de délocalisation z du faisceau acoustique dans l'échantillon. Le signal V(z) est la tension de sortie du capteur piézoélectrique dont l'évolution dépend des propriétés élastiques du matériau sondé. Le signal V(z) est encore appelé signature acoustique du matériau, et rend possible la caractérisation du matériau. Ainsi les propriétés comme la vitesse de l'onde de Rayleigh, la vitesse longitudinale, la vitesse transversale, le module d'Young, le module de cisaillement, le module de compressibilité et le coefficient de poisson peuvent être déterminer avec cette méthode [Attal]. Cette méthode nécessite de travailler dans l'eau et avec un dispositif identique à la microscopie acoustique. Elle ne peut donc pas être retenue pour du contrôle santé embarqué.

Ultrasons-laser

Avec cette technique, les ondes sont engendrées par le laser et détectées par un interféromètre laser. L'intérêt de la méthode réside dans le fait de travailler sans contact direct avec la structure analysée et donc sans utilisation de couplant, ce qui rend attractive cette méthode pour l'inspection des pièces à haute température et à géométrie complexe. Par ailleurs, cette technique est une technique large bande qui permet la génération d'ondes de différentes natures aussi bien les ondes de volume que les ondes de surface et guidées. La caractérisation de structures de type couche sur substrat, mais également la détection de défauts de surface ou situés sous la surface, peuvent être effectuées grâce à cette méthode. Cependant en fonction de la nature des matériaux, l'aptitude de cette technique de génération varie en fonction de la profondeur de pénétration des radiations lumineuses et/ou de la fragilité du matériau à

analyser. En particulier, il est possible de rencontrer certaines difficultés avec cette méthode pour l'étude de matériaux transparents tels que le verre.

Pulse-écho

Il est possible d'exploiter la méthode ultrasons laser en "pulse écho". Dans ce cas, la méthode nécessite l'utilisation de deux lasers. Le premier est un laser impulsionnel qui, une fois focalisé sur la surface de la structure à étudier (l'échantillon sur la figure 1-6) permet, suite à l'irradiation de ce dernier d'exciter les ondes acoustiques. Le second laser est en général un laser continu intégré dans un système d'interféromètre. Ce deuxième laser permet de détecter le passage d'onde acoustique au point de la surface de l'échantillon ou il est focalisé. Le principe de cette méthode est donné à la figure 1-6 [Lefèvre 10].



Figure 1-6: Schéma de principe de la méthode Pulse-Echo [Lefèbvre 10]

L'avantage avec cette méthode est de pouvoir travailler sans contact avec la structure à caractériser. Cependant, le cout et l'encombrement du laser sont des handicaps pour cette méthode.

Pompe-sonde

Il est également possible d'exploiter la méthode ultrasons laser en " Pompe-sonde ". Dans ce cas, la méthode est bien adaptée à la caractérisation des couches minces car les fréquences acoustiques des ondes générées sont très hautes fréquences (jusqu'à plusieurs GHz). Elle consiste à exciter des ondes acoustiques de volume par le biais d'une impulsion laser de très courte durée appelée "pompe" [Profunser 04]. Les ondes acoustiques sont ainsi générées directement dans la couche mince, avec des longueurs d'onde très inférieures à l'épaisseur de couche. Une partie de ces ondes est réfléchie à l'interface couche-substrat pour ensuite être détectée à la surface de l'échantillon par une seconde impulsion laser, appelée "sonde", moins énergétique que la première. Le retard observé entre le faisceau de l'impulsion laser ou pompe et le faisceau de la sonde permet de déterminer le temps de vol

des ondes de volume à travers l'épaisseur de la couche, et donc de remonter à certaines caractéristiques de cette dernière.



Figure 1-7: Schéma du principe de la méthode Pompe-sonde [Profunser 04]

Comme l'indique la figure 1-7 les faisceaux pompe et sonde proviennent d'une même impulsion laser. Un cube séparateur est utilisé afin de séparer en deux parties le faisceau d'origine. Les impulsions sont de très courtes durées. Ainsi l'utilisation de lasers femtosecondes est souvent privilégiée. Le faisceau pompe est focalisé sur la surface de l'échantillon à l'aide d'une lentille, alors que le faisceau sonde passe par une ligne à retard, en général composée de tables de déplacement. De cette manière, le retard appliqué au faisceau sonde est totalement maîtrisé. L'intensité du faisceau sonde réfléchi est finalement mesuré par un photodétecteur, pour différentes valeurs de retard entre les faisceaux pompe et sonde. Cette méthode a l'avantage d'être sans contact et non destructive. Cependant elle nécessite la connaissance au préalable de certaines caractéristiques du matériau à étudier comme par exemple la vitesse des ondes longitudinale dans le matériau. En plus elle est efficace lorsque la durée de mesure est très courte, mais la durée d'acquisition et la complexité de mesures augmente considérablement lorsque le temps est plus long. Enfín le coût et l'encombrement du laser impulsionnel Femtoseconde sont aussi un handicap pour cette méthode.

Capteurs à coin et capteur à peigne

Pour générer les ondes de surface, il est également possible d'utiliser des capteurs à coin ou à peigne. Les capteurs à coin et les peignes sont souvent utilisés pour la génération des ondes de surface pour des applications de contrôle non destructif mais sont limités à 10MHz [Viktorov 67] (Figure 1-8).



Figure 1-8 : Méthodes de génération de l'onde de Rayleigh à l'aide de capteurs à coins (a) et à peigne (b) [Na 08]

Dans les deux cas, les ondes de Rayleigh sont produites par la conversion des ondes de compression en ondes de Rayleigh. Dans le cas du capteur à coin, l'angle d'inclinaison doit satisfaire l'angle critique de Rayleigh du matériau dans lequel l'onde de surface doit se propager [Viktorov 67]. Avec cette méthode, il faut avoir un ensemble de coins avec des angles d'inclinaison différents adaptés à chaque matériau. Pour les matériaux communs tels que l'aluminium, le titane ou l'acier, les angles critiques de Rayleigh sont connus, ce qui simplifie l'utilisation des capteurs à coin. Cependant, lorsque les propriétés élastiques du matériau sont inconnues, il est nécessaire de mesurer l'angle de Rayleigh critique en utilisant un bloc à angle variable plus ou moins encombrant (3-5cm).

Le capteur en forme de peigne, est constitué d'une plaque métallique avec une alternance de dents et de rainures. L'espacement de la rainure doit être égal à la longueur d'onde des ondes de Rayleigh dans le matériau en forme de peigne [Viktorov 67]. Encore une fois, cette méthode nécessite plusieurs peignes si diverses fréquences de fonctionnement sont nécessaires. Lorsque la fréquence augmente et qu'on approche les 10 MHz voir au-delà, l'usinage de rainures n'est pas évident en raison des petites dimensions. Des rainures présentant des mauvaises dimensions peuvent conduire au décalage de la fréquence de résonance ou à la réduction de l'efficacité du peigne. Généralement, les ondes de Rayleigh générées par un capteur en peigne peuvent être soit bidirectionnelles ou omnidirectionnel en fonction de la forme de la lame piézoélectrique et du peigne, tandis que les ondes de Rayleigh générées par un transducteur de coin sont unidirectionnelles.

Ces deux types de capteurs (coin et peigne) sont trop onéreux pour envisager de les laisser à demeure sur une structure et sont assez difficiles à adapter sur des surfaces non planes.

Capteurs IDT

Un autre type de dispositif à onde acoustique de surface est le capteur interdigité (capteur IDT). Ce dispositif est constitué d'une lame piézoélectrique sur laquelle un motif d'électrodes est déposé. Ces dispositifs ont été essentiellement développés pour les systèmes électroniques en tant que filtre électronique de traitement du signal [Morgan 91]. Les capteurs IDT peuvent exciter efficacement les

ondes de Rayleigh. Cependant, il y a une différence importante dans l'utilisation des IDT pour les filtres et pour les capteurs car dans les filtres les ondes de Rayleigh générés se propagent sur la surface du substrat piézoélectrique entre les électrodes de l'émetteur et celles du récepteur. Pour le capteur, les ondes doivent être transférées sur la structure à caractériser en tant que telle. Dans la plupart des cas, le capteur est déposé sur la structure mais dans les travaux de Deboucq [Deboucq 12] la surface en contact avec l'échantillon étudié est celle sur laquelle ont été déposées les électrodes du capteur. Le schéma du montage est présenté à la figure1-9.



Figure 1-9 : Génération des ondes acoustiques de surface avec un capteur interdigité et détection à l'aide d'un interféromètre laser

Dans ce cas les ondes de surface sont d'abord générées sur la lame piézoélectrique du capteur, puis transmises à l'échantillon étudié [Deboucq 12]. La réception des ondes est effectuée à l'aide d'un interféromètre laser constitué de la sonde interférométrique hétérodyne SH-140. Cette sonde n'est sensible qu'au déplacement normal à la surface de l'échantillon. D'autres détails sur le fonctionnement de l'interféromètre hétérodyne sont donnés au chapitre 3. Afin de transmettre le maximum d'énergie acoustique dans l'échantillon, le couplage mécanique est réalisé avec un couplant au niveau de la surface de contact entre l'IDT et l'échantillon. En faisant des mesures sur plusieurs points, la vitesse de propagation de l'onde dans l'échantillon peut être déterminée. A partir de cette valeur les différentes propriétés de l'échantillon étudié peuvent être estimées. Cette technique est très efficace surtout pour la caractérisation des structures de type couche sur substrat. Deboucq dans ses travaux a utilisé un monocristal (niobate de lithium) et ses fréquences variaient entre 5 et 45MHz. Cette méthode a permis de caractériser des films métalliques minces [Deboucq 11], et des champs de contraintes surfaciques [Duquennoy 13, Duquennoy 12]. Cependant le mode de contact ainsi que le mode de détection des ondes (interféromètre) ne permettent pas de laisser un capteur à demeure sur une structure en service.

Par ailleurs Bellan a aussi utilisé un capteur IDT pour la génération des ondes guidées. Deux capteurs IDT en PVDF (donc flexibles) sont intégrés à la structure à caractériser (un comme émetteur et l'autre comme récepteur) comme l'indique la figure 1-10.



Figure 1- 10 : Dessin schématique d'une paire de capteurs IDT intégrés dans un échantillon de CFRP unidirectionnel [Bellan 05]

CFRP : Carbon Fiber Reinforced Polymer

L'auteur a ainsi développé un *matériau intelligent* et a réussi à générer des ondes de Lamb pour une caractérisation en épaisseur. Même si le capteur utilisé est flexible, l'application visée diffère de la nôtre puisque notre objectif est de générer les ondes de surface.

Enfin toujours en utilisant les capteurs IDT, d'autres auteurs ont proposé une autre manière de mettre en contact le capteur et la structure à étudier. Ici la face de la lame piézoélectrique qui est en contact avec la structure à étudier est la face inferieure du capteur comme l'indique la figure 1-11. Le capteur peut être collé ou mis en contact via un couplant.



Figure 1-11 : Génération des ondes acoustiques de surface avec un capteur interdigité et détection à l'aide d'un interféromètre laser

L'onde est alors excitée par un capteur IDT et détectée à l'aide d'un interféromètre laser. La méthode d'excitation des ondes et leur détection reste la même que celle utilisé par Deboucq [Deboucq 12]. Certains auteurs ont cherché à exciter les ondes de surface. C'est le cas de Na [Na 08, Na 10] qui a utilisé des capteurs IDT en PZT ayant une fréquence de résonance de 3,1MHz. D'autres auteurs comme Jin [Jin 04] ont cherché avec la même configuration à exciter les ondes de Lamb (entre 0,2 et

0,7 MHz). Ces études ont montré les potentialités de cette technique pour la génération des ondes guidées. Cependant même si cette technique permet de laisser le capteur à demeure, ces auteurs ont utilisés des capteurs rigides limitant ainsi leur utilisation sur des surfaces planes.

1.3 Les capteurs IDT

Les capteurs interdigités à ondes acoustiques de surface sont principalement conçus à partir d'une technologie planaire. Cette technologie consiste à développer des capteurs à électrodes interdigitées. Ces dernières sont déposées sur la surface d'un substrat piézoélectrique. La réalisation de ces capteurs nécessite le recours aux procédés technologiques de la microélectronique tels que la photolithographie, la gravure, mais aussi les techniques comme le dépôt par jet d'encre et l'ablation par laser qui seront principalement utilisés dans le cadre de cette thèse.

1.3.1 Historique des capteurs interdigités à ondes de surface

Le développement des dispositifs interdigités à ondes acoustiques de surface de type SAW est lié au développement des techniques ultrasonores. Ce développement commence à la fin du dix-neuvième siècle avec les frères Curie lorsqu'ils découvrirent l'effet piézoélectrique en observant certains cristaux se polariser électriquement lorsqu'ils sont soumis à une pression mécanique. Parallèlement, Lord Rayleigh démontre la possibilité de faire propager des ondes acoustiques de surface dans les solides. Ces ondes de surface ont pour principale caractéristique d'avoir leur énergie confinée à la surface des matériaux, généralement sur une profondeur correspondant à une longueur d'onde λ_R environ. La découverte de ces ondes de surface fut très intéressante car elle permit entre autre de savoir d'où provenaient les ondes les plus lentes générées lors de séismes. Ces ondes sont en effet les plus destructrices puisque leur énergie est confinée à proximité de la surface [Royer 96].

Dans le cadre du développement des radars, différentes études ont montré l'intérêt des ultrasons pour obtenir des lignes à retard. En effet, ces lignes sont nécessaires pour améliorer la résolution spatiale des radars lorsque les cibles sont proches et que les échos retours se recouvrent. Dès le début des années soixante, l'utilisation de la technologie des systèmes d'analyse ultrasonores, et plus particulièrement de leur propriété de ligne à retard, permit de résoudre ces problèmes technologiques de forts retards, en réduisant l'encombrement du système. A titre d'exemple, un fil conducteur de plusieurs centaines de mètres est nécessaire pour avoir un retard d'une microseconde, ce qui est naturellement très encombrant et inapproprié. Puisque la vitesse des ondes acoustiques dans un matériau solide est typiquement 10⁵ fois plus faible que la vitesse des ondes électromagnétiques, il devient possible de retarder des signaux de plusieurs microsecondes à l'aide d'un volume de matière
très petit (quelques millimètres). Par exemple, pour un acier ayant une vitesse des ondes acoustiques de 6000 m/s, 6 mm suffiront à ralentir un signal d'une microseconde.

1.3.2 Généralités et principe de fonctionnement

La découverte des ondes acoustiques de surface par Lord Rayleigh en 1885 [Rayleigh 85] et le début des recherches à grande échelle en 1965, avec la réalisation du premier dispositif à ondes acoustiques de surface marquent le développement de la technologie des capteurs IDT. Cette réalisation est issue du besoin de comprimer les impulsions de radar pour améliorer les performances des radars existants. Aujourd'hui, des dispositifs SAW sont employés dans des applications variées comme les radars, les télévisions, les téléphones mobiles et toutes sortes de capteurs (sismologiques, acousto-optiques, etc.).

Suite aux travaux de Lord Rayleigh qui a démontré la possibilité de faire propager des ondes acoustiques de surface dans les solides, d'autres géophysiciens, ayant des intérêts dans le domaine de la sismologie, se sont intéressés de plus près à ses travaux. Puis les études et les applications des SAW se sont diversifiées à d'autres domaines et la gamme de fréquence s'est étendue jusqu'au GHz.



Figure 1- 12 : (1) Schéma des électrodes interdigitées déposées sur la surface d'une lame piézoélectrique, (2) notation des paramètres.

Un capteur IDT (Interdigital Transducer) est constitué de deux électrodes métalliques, en forme de peignes (souvent en or ou en argent), composées de doigts imbriqués, déposées sur un substrat piézoélectrique (Figure 1-12). Lorsqu'une tension électrique est appliquée entre les deux électrodes, le champ créé engendre des compressions et des dilatations, au voisinage de la surface de la lame piézoélectrique, donnant naissance aux ondes de surface. Ces ondes sont émises de chaque côté du capteur avec un front d'onde parallèle aux électrodes du capteur IDT [Royer 99, Morgan 91].

La fréquence f_0 qui correspond à l'effet cumulatif est appelée fréquence de synchronisme ou fréquence de résonance définie par :

CHAPITRE 1 : SYNTHESE SUR LES CAPTEURS ULTRASONORES ET LEURS APPLICATIONS AU CND

$$f_0 = \frac{V_R}{\lambda_R} = \frac{V_R}{2 \cdot p}$$
 Eq 1.26

où V_R : Vitesse de l'onde de surface

Tout au long de cette thèse, nous allons considérer et réaliser des capteurs IDT dits basiques ou bidirectionnels. Ainsi, les électrodes de ces capteurs IDT seront espacées de la moitié de la longueur d'onde, qui correspond à la fréquence centrale de fonctionnement. D'autre part, la largeur des électrodes sera égale au quart de la longueur d'onde.

1.4 Les capteurs ultrasonores flexibles

Afin de pouvoir caractériser les surfaces planes et non planes et aussi résister aux déformations des structures à caractériser (structure en service), les capteurs Interdigités doivent être souples : d'où la nécessité d'avoir des lame piézoélectriques flexibles. Aussi, en raison de leurs capacités à s'adapter à toute surface, les capteurs flexibles peuvent épouser parfaitement une surface, permettant ainsi de maximiser l'énergie ultrasonore transmise. Dans cette partie nous allons présenter les différents types de capteurs flexibles présentés dans la littérature.

Le PVDF ou le fluorure de polyvinylidène est un polymère piézoélectrique. Il est plus utilisé pour sa flexibilité et est disponible dans des épaisseurs très fines (jusqu'à moins de 30µm). Ses propriétés et caractéristiques sont présentées au chapitre 2. Ce matériau a été utilisé par plusieurs auteurs pour la réalisation des capteurs dans le cadre du contrôle non destructif [Huh 11], [Rathod 10], [Maiolo 12], [Thomas 02]. Il est le plus souvent utilisé pour générer des ondes de Lamb. En 1997 Monkhouse [Monkhouse 97] a réalisé des capteurs à base de film de PVDF. Afin d'augmenter la bande passante de son capteur, l'auteur a fait varier la largeur des électrodes (l'appodisation) (figure 1-3. Ainsi il a pu obtenir un capteur dont la bande de fréquences comprise entre 0.5-4MHz.



Figure 1-13 : Electrodes des capteurs IDT (a) ordinaire (b) après appodisation

Castaings [Castaings 99] a aussi par la suite travaillé avec ce matériau sans pour autant gagner en fréquence. Cependant en utilisant les mêmes types d'électrodes que Monkhouse (c'est-à-dire avec appodisation), il a joué sur la largeur de recouvrement ce qui permet de faire converger l'onde générée (figure 1-14). Il apporte ainsi une amélioration certaine.



Figure 1- 14 : Electrodes des capteurs IDT (a) ordinaire avec appodisation (b) électrodes convergentes avec appodisation

Pour obtenir un capteur flexible, Zampetti a utilisé des fibres de PVDF (d'environ 500nm de diamètre) déposé sur un film flexible de PI (figure 1-15).



Figure 1- 15 : (a) L'image microscopique d'une seule nanofibre de PVDF (b) microphotographie optique de nanofibres de PVDF sur un film flexible de PI [Zampetti 14]

Les fibres de PVDF sont obtenues par électrofilature, une technique qui permet de développer des nanofibres à partir d'une petite quantité de solution de polymère. Cette technique est donc avantageuse dans la mesure où elle permet d'avoir des films piézoélectriques flexibles moins chers. Cependant le film piézoélectrique PVDF/PI obtenu présente des propriétés piézoélectriques moins importantes que le film de PVDF seul, pouvant conduire à des réponses acoustiques moins importantes.

Les travaux de Martin et al. [Martin 12] comparent des capteurs IDT sur PZT ou PVDF pour des applications acoustiques sous eau. La pression fournie par les capteurs en PZT lorsque ceux-ci sont excités électriquement est plus importante que celle fournie par les capteurs en PVDF (figure 1-16).



Figure 1- 16 : Réponses d'ondes de pression en fonction de la fréquence du PZT à une seule couche (axe de gauche), quatre couches de PVDF (axe de gauche) et du PVDF à une seule couche (axe de droite)[Martin 12]

Le pic obtenu sur le PZT à 400kHz est lié à la géométrie spécifique du montage utilisé et est donc un artéfact. Il est montré que l'utilisation du PZT permet d'obtenir de fortes pressions mais la structure de 4 couches de PVDF bien qu'elle ne permet pas d'émettre de telle pressions ultrasonores présente une large bande passante et une plus faible consommation d'énergie, ce qui correspond aux applications visées dans ce travail (les communication sous eau par ultrasons de fréquence jusqu'à 1MHz pour des distances de communication jusqu'à 100 m). Enfin d'après ces résultats il serait préférable d'utiliser par exemple un film de PVDF multicouche (4*28 μ m) au lieu d'une seule couche (110 μ m). Cette constatation s'explique par le fait que le PVDF multicouche présente des caractéristiques mécaniques différentes du PVDF à une seule couche puisque chaque couche de PVDF est séparée par une très fine couche de résine époxy.

Bowen et al., pour l'obtention d'une lame piézoélectrique flexible, ont travaillé avec des supports à base de fibres épaisses de PZT piézoélectriques [Bowen 08]. D'abord des fibres cylindriques de PZT (PZT 5A) de diamètres 800µm sont rectifiées pour obtenir deux faces rectangulaires opposées de manière à obtenir une épaisseur de 420µm. Un dépôt des électrodes d'or est nécessaire sur les fibres en PZT. Enfin, ces fibres sont liées par une cire (figure 1-17).



Figure 1- 17 : Fabrication du capteur (a) un film de Kapton après la gravure de l'électrode de cuivre (b) zoom sur la zone des fibres (c) dispositif achevé avec la direction des fibres indiquée [Bowen 08]

Les limites de cette étude résident dans le fait que la flexibilité n'est obtenue que dans une seule direction. Aussi ce capteur a été utilisé en tant que récepteur pour les applications de type pulse-écho, et a permis de détecter les ondes longitudinales, contrairement à nous qui cherchons à travailler avec les ondes de surface.

Chen a utilisé des nanofibres de PZT sur un film de résine époxy. Des capteurs IDT flexibles sont ainsi obtenus à partir des composites à base de PZT/époxy (figure 1-18).



Figure 1-18 : Capteurs flexibles à base de fibre de PZT [Chen 13]

L'utilisation de ces films fins permet d'obtenir une grande flexibilité comparativement aux fibres épaisses de Bowen.

Kobayashi a développé d'autres capteurs flexibles. A partir de la technique sol-gel, il a élaboré de très fins films piézoélectriques. Ces films sont obtenus à partir d'une solution de PZT et de la poudre de PZT, de LiNbO₃ ou du titanate de bismuth (BIT) [Kobayashi 06]. Les composites obtenus (PZT/PZT, LiNbO₃/PZT, BIT/PZT) ont une épaisseur variant entre 150-400 µm. En déposant une couche métallique sur le film piézoélectrique ainsi formé, il obtient un capteur qui épouse parfaitement une

surface donnée. Le capteur peut être réalisé directement sur la pièce à caractériser. L'avantage est qu'aucun couplant n'est nécessaire entre le capteur et la structure à caractériser (figure 1-19).



<u>Figure 1- 19 : Sept Capteurs ultrasoniques déposés directement par sol gel sur un tube cylindrique en</u> <u>acier [Kobayashi 06]</u>

Ces capteurs ont été utilisés en pulse-écho pour la détection des ondes longitudinales. Même si le contact entre le capteur et la structure à caractériser est parfait, cette configuration limite le capteur à son utilisation à un seul endroit de la structure. De plus, la souplesse est obtenue par l'introduction d'un gel qui n'est pas ceramisé donc non piézoélectrique. Ainsi seul la poudre apporte la piézoélectricité au composite. Ceci ressemble plus à un des matériaux composites élaborés dans le cadre de cette thèse, qui sera présenté dans le chapitre 2, dont la matrice est un polymère.

Il est aussi possible de faire le dépôt sol gel sur une fine couche métallique (75μ m). Le capteur est ainsi indépendant de la structure à caractériser, et peut être collé, soudé ou maintenu mécaniquement sur des surfaces cylindriques pour les mesures ultrasonores (Figure 1-20).





Figure 1- 20 : Capteurs ultrasoniques déposés sur une fine couche métallique, le tout recouvert par du Polyimide [Kobayashi 06]

Le seul souci avec ces capteurs reste la présence de cette membrane métallique puisque avant d'être transmise à la structure à caractériser, l'énergie passe d'abord par un autre milieu. Ce milieu intermédiaire provoque des pertes d'énergie.

CHAPITRE 1 : SYNTHESE SUR LES CAPTEURS ULTRASONORES ET LEURS APPLICATIONS AU CND

D'autres capteurs flexibles (capteur de gaz) à base de ZnO ont été aussi développés [Xuan 15], [Acuautla 14], [Luo 15]. Par exemple, Xuan, dans ses travaux, a réalisé ses capteurs en déposant des électrodes interdigitées sur un film de PI sur lequel est déposée par pulvérisation une fine couche de ZnO (\approx 4µm) (figure 1-21). Le capteur ainsi obtenu est flexible mais pour notre application, l'introduction d'un film intermédiaire en PI est problématique puisqu'il limiterait considérablement la transmission ultrasonore vers le substrat.



Figure 1-21 : Image optique des capteurs flexibles, à base de ZnO [Xuan 15]

Au vu des avantages et inconvénients de tous ces travaux déjà réalisés, nous avons choisi de travailler avec des capteurs IDT flexibles, réalisés sur des supports composites piézoélectriques flexibles. Les composites piézoélectriques qui seront élaborés spécialement pour cette thèse et qui seront utilisés, seront présentés dans le chapitre 2. Les différents paramètres de ces capteurs IDT flexibles seront étudiés dans le chapitre 3. Enfin, les mesures expérimentales réalisées à partir de ces capteurs seront présentés au chapitre 4.

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons fait un rappel sur les ondes ultrasonores et les équations qui régissent leur propagation. Ensuite nous avons présenté les méthodes de CND. L'historique des capteurs IDT et les différents capteurs déjà réalisé et présents dans la littérature ont été abordés. Différentes configurations réalisées afin d'obtenir des capteurs flexibles pour le CND ont été présentées.

Il existe ainsi des capteurs IDT qui ont déjà fait leurs preuves dans la génération des ondes de surface et dans la caractérisation des matériaux. Cependant ces capteurs sont rigides. Les capteurs IDT flexibles ont été développé mais seulement pour des applications à ondes de volumes ou ondes de plaque (onde de Lamb).

Différents capteurs piézoélectriques flexibles ont été testés. Ces capteurs sont à base de : polymère seul (PVDF), composites à fibres longues de PZT, composites à fibres PVDF et films composites sol-

CHAPITRE 1 : SYNTHESE SUR LES CAPTEURS ULTRASONORES ET LEURS APPLICATIONS AU CND

gel (PZT/PZT, LiNbO₃/PZT, BIT/PZT). Ces matériaux présentent des flexibilités variables : omnidirectionnelle pour le PVDF et les films sol-gel puis unidirectionnelle pour les composites à fibres. Les techniques d'élaboration de ces matériaux sont onéreuses et les caractéristiques piézoélectriques sont moyennes.

Ainsi nous avons choisi d'élaborer des matériaux piézoélectriques souples a priori meilleurs piézoélectriques que le PVDF et flexibles dans toutes les directions c'est-à-dire soit en utilisant les mousses piézocéramiques, soit en développant les composites 3-0 polymères/PZT.

Chapitre 2

Réalisation et caractérisation piézoélectrique et mécanique des lames piézoélectriques composites

Sommaire

Intro	oductio	n	
2.1	Gén	éralités sur la piézoélectricité et les matériaux piézoélectriques	
2.	1.1	La piézoélectricité	
2.	1.2	Les équations piézoélectriques	
2.	1.3	Les matériaux piézoélectriques	
2.2	Gén	éralité sur les matériaux composites piézoélectriques	
2.3	Com	nposites BaTiO₃ /résine : composite de connectivité 3-3	
2. co	.3.1 omposit	Modélisation des propriétés mécaniques, piézoélectriques et tes 3-3: état de l'art	diélectriques des 43
	2.3.1.1	Propriétés diélectriques	
	2.3.1.2	Propriétés piézoélectriques	
	2.3.1.3	B Propriétés élastiques	53
2.	3.2	Procédé de fabrication des matériaux poreux	55
2.	3.3	Caractéristiques des mousses céramiques 3-3	
2.	3.4	Conclusion sur les composites 3-3 en BaTiO ₃	58
2.4	Con	posites à base de matrice polymère : composites de connectivité 3-0	59
2. co	.4.1 omposit	Modélisation des propriétés mécaniques, piézoélectriques et tes 3-0: état de l'art	diélectriques des 60
	2.4.1.1	Propriétés diélectriques : la permittivité	60
	2.4.1.2	Propriétés piézoélectriques	64
	2.4.1.3	Propriétés élastiques	

2	.4.2	Composites piézoélectriques PU/PZT69	9
	2.4.2.1	Pourquoi le PU ?69	9
	2.4.2.2	Protocole expérimental et réalisation69	9
	2.4.2.3 balayag	Observation de la dispersion des particules de PZT au microscope électronique à e (MEB)	0
	2.4.2.4	Caractérisation diélectrique72	2
	2.4.2.5	Caractérisation piézoélectrique72	2
	2.4.2.6	Caractérisation mécanique7	5
	2.4.2.7 piézoéle	Estimation des matrices diélectriques, piézoélectriques et élastiques des composites ectriques PU/PZT	6
2	.4.3	Elaboration des composites piézoélectriques PI/PZT	9
	2.4.3.1	le Polyimide	0
	2.4.3.2	Protocole expérimental et réalisation80	0
	2.4.3.3 balayag	Observation de la dispersion des particules de PZT au microscope électronique à e (MEB)	4
	2.4.3.4	Caractérisation diélectrique et estimation de la matrice des constantes diélectriques8	5
	2.4.3.5 constan	Caractérisation piézoélectrique et estimation des constantes de la matrice des ites piézoélectriques	6
	2.4.3.6	Caractérisation mécanique et estimation de la matrice des constantes élastiques 8	7
2	.4.4	Comparaison des différentes compositions (PU/PZT-PI/PZT)88	8
2.5	Conc	lusion	9

Introduction

Les composites piézoélectriques, composés d'une phase polymérique (piézoélectrique ou non) et d'une phase piézoélectrique, présentent plusieurs avantages dont deux qui nous intéressent dans le cadre de cette thèse : il s'agit de leur flexibilité et de leur capacité à présenter des propriétés piézoélectriques après polarisation.

Dans le cadre de cette thèse deux types de composites piézoélectriques ont été étudiés et utilisés : il s'agit des composites à base de mousse de titanate de baryum imprégnée par une résine, et des composites à base de matrices polymères chargées de poudre de PZT.

Dans ce chapitre, nous allons faire une brève présentation de la piézoélectricité et des équations fondamentales de la piézoélectricité. Cette présentation sera suivie d'un rappel sur les différents matériaux piézoélectriques. Ensuite, nous allons présenter les diverses familles de composites piézoélectriques qui diffèrent par leurs compositions ou encore leurs connectivités.

Pour chacun des deux types de connectivité utilisé dans le cadre de cette thèse (3-3 et 3-0), dans un premier temps, l'état de l'art ainsi que les modèles permettant de prédire les propriétés de ces composites à partir des propriétés des différentes phases seront présentés. Ensuite, nous présenterons les différents matériaux composites déjà réalisés dans la littérature et les propriétés obtenues par les auteurs.

La méthode d'élaboration des composites, ainsi que la caractérisation de ceux-ci seront présentées dans ce chapitre. Différents modèles seront appliqués aux compositions ainsi réalisées, et une estimation de leurs propriétés (diélectrique, piézoélectrique et mécanique) sera effectuée. Pour finir, nous aborderons une discussion sur les propriétés des différents matériaux composites réalisés.

2.1 Généralités sur la piézoélectricité et les matériaux piézoélectriques

2.1.1 La piézoélectricité

La piézoélectricité est l'aptitude de certains matériaux à produire une charge électrique proportionnelle à la contrainte mécanique appliquée.

Nous devons la découverte de l'effet piézoélectrique aux frères Jacques et Pierre Curie. En effet, ces derniers ont observé une particularité du cristal de Quartz : il s'agit de sa capacité à développer une différence de potentiel électrique entre deux de ses faces lorsqu'une contrainte mécanique lui est appliquée ; c'est l'effet direct de la piézoélectricité. Les deux frères parviennent aussi à démontrer l'effet inverse : les cristaux peuvent être déformés lorsqu'ils sont soumis à un champ électrique (Figure 2-1). Les matériaux piézoélectriques sont très nombreux. Le plus connu est sans doute le quartz, toujours utilisé aujourd'hui dans les montres pour créer des impulsions d'horloge.



Figure 2- 1 : Effets piézoélectriques pour un cylindre de céramique piézoélectrique polarisé suivant l'axe vertical : (a) effet direct et (b) effet inverse [Lam 08]

2.1.2 Les équations piézoélectriques

La piézoélectricité est un phénomène de couplage entre des grandeurs électriques et mécaniques se produisant dans certains cristaux ou solides anisotropes. Les équations piézoélectriques sont déduites de considérations thermodynamiques qui montrent qu'une variable mécanique (la déformation S ou la contrainte T) est reliée à une variable électrique (induction D ou champ E). Soit G le potentiel thermodynamique de Gibbs, les quatre grandeurs (S, T, D, E) peuvent être décrites comme dérivées partielles de celui-ci [Bailon 00]:

$$G = U - S_{ii}T_{ii} - E_k D_k$$
 Eq 2. 1

Où U est l'énergie interne, T la contrainte mécanique, S la déformation, E le champ électrique et D l'induction électrique. Les constantes mécaniques et électriques et piézoélectriques sont reliées par les relations suivantes [Hizebry 07]:

$$D = \varepsilon^T \cdot E + d \cdot T \qquad \qquad \text{Eq } 2 \cdot 2$$

$$E = \beta^T . D - g . T Eq 2.3$$

$$D = \varepsilon^s. E + e.S \qquad \qquad \text{Eq 2. 4}$$

$$E = \beta^s. D - h. S Eq 2.5$$

$$S = \epsilon^E . T + d_t . E$$
 Eq 2. 6

$$S = \epsilon^D . T + g_t . D$$
 Eq 2. 7

$$T = C^{D} \cdot \epsilon - h_{t} \cdot D \qquad \qquad \text{Eq } 2.9$$

Où l'indice t indique la transposée ; les exposants T, S, D et E indiquent que la grandeur est mesurée respectivement à contrainte constante, à déformation constante, à déplacement électrique constant ou à champ électrique constant. Les équations Eq 2.2-2.5 concernent les grandeurs électriques tandis que les équations 2.6-2.9 concernent les grandeurs mécaniques. La nomenclature utilisée dans les équations piézoélectriques est donnée dans le glossaire.

Le couplage élasto-électrique est caractérisé par des tenseurs. Cependant en pratique on utilise plutôt un paramètre scalaire que l'on appelle coefficient de couplage. Il définit l'aptitude du matériau piézoélectrique à transformer l'énergie électrique U_D en énergie mécanique U_m (ou inversement) :

$$k = \frac{U_m}{\sqrt{U_E U_D}}$$
 Eq 2. 10

Où U_E est l'énergie élastique.

Le coefficient de couplage est obtenu à partir d'une étude thermodynamique du système, considéré comme linéaire, en négligeant les effets thermiques. Ainsi, on peut quantitativement écrire :

$$k^{2} = \frac{\acute{energie transformée}}{energie fournie}$$
 Eq 2. 11

Le facteur de qualité mécanique appelé aussi coefficient de surtension mécanique, traduit les pertes mécaniques et diélectriques dans les matériaux piézoélectriques. Ce facteur est défini de la façon suivante :

$$Q = \frac{\acute{e}nergie\ maximale\ emmagasin\acute{e}\ pendant\ une\ p\acute{e}riode}{\acute{e}nergie\ dissip\acute{e}\ pendant\ une\ p\acute{e}riode}$$
 Eq 2. 12

2.1.3 Les matériaux piézoélectriques

L'effet piézoélectrique est observé pour de nombreux matériaux cristallisés. Parmi les 32 classes cristallines (figure 2-2) 20 sont piézoélectriques.



Figure 2-2 : Organigrammes des différentes classes cristallines [Dolay 13]

En utilisant la notation d'Hermann-Mauguin [Haussonne 02], on peut qualifier chaque classe par rapport aux éléments de symétrie qui la composent comme le montre le Tableau 2-1.

Axes optiques	Système cristallin	Classes de symétries centrosymétriques		Classes de symétrie non centrosymétriques				
				Pola	ires	N	on polair	es
2 axes	Triclinique	ī		1		Aucune classe		
	Monoclinique	2	/m	2	m	Au	cune clas	sse
	Orthorhombique	mmm		2mm		222		
1 axe	Quadratique	4 /m	4 /mmm	4	4mm	<u>4</u>	$\overline{42}m$	422
	Rhomboédrique	3	$\overline{3}m$	3	3m		32	
	Hexagonal	6 /m	6 /mmm	6	6mm	6	<u>6</u> m2	622
Isotrope optiquement	Cubique	m3	m3m	Aucune	e classe	432	<u>m</u> 3	23
Nombre to	tal de groupes	11 g	roupes	10 gr	oupes	1	1 groupe	S

Tableau 2-1 : Les 32 classes de symétrie

Nous disposons aujourd'hui de plusieurs matériaux piézoélectriques, qui différent de part leurs différentes propriétés électriques (permittivité relative, facteur de dissipation diélectrique, température de Curie...), électromécaniques, piézoélectriques (facteur de couplage, les coefficients piézoélectrique...) et mécaniques (la densité, constantes d'élasticité, le coefficient de Poisson...).

Les matériaux piézoélectriques peuvent être rassemblés en trois groupes : les cristaux, les polymères et les céramiques.

Les cristaux

Les cristaux sont des matériaux solides dont les constituants (qui peuvent être des atomes, des molécules ou des ions) sont assemblés de manière régulière. Certains matériaux piézoélectriques ne sont pas ou très difficilement réalisables de la forme de monocristaux. Les principaux cristaux utilisés à ce jour sont le quartz et le niobate de lithium. Par rapport au polycristaux, ces matériaux présentent des constantes piézoélectriques relativement faibles. Pour ce mémoire, nous serons amenés à utiliser pour comparaison, des monocristaux de niobate de lithium. Nous allons donc présenter ci-après brièvement ses principales propriétés.

Le niobate de lithium de formule générale LiNbO₃, un composé chimique de niobium, de lithium et d'oxygène peut être tiré en monocristal. Ce matériau est à la fois ferroélectrique, pyroélectrique et piézoélectrique ; il est utilisé pour une grande variété d'applications. Depuis de nombreuses années, le niobate de lithium a été d'un grand intérêt pour les sciences fondamentales et appliquées à cause de la richesse inhabituelle de ses propriétés physiques. Il est de structure cristalline rhomboédrique (maille cristalline présentée à la figure 2-3), et peut être dopé par l'oxyde de magnésium pour améliorer ses qualités optiques. Les dopants, tels que Fe, Mn, Cu, Cr, sont utilisés dans le but d'augmenter ses propriétés photo-réfractives ou de modifier ses indices de réfraction [Mamoun 13].



Figure 2-3 : (a) Maille primitive rhomboédrique (b) Maille conventionnelle hexagonale du niobate de lithium [Mamoun 13]

Les monocristaux de LiNbO₃ sont obtenus par tirage lent, par la technique de Czochralski à partir de l'oxyde binaire liquide à une température légèrement supérieure à la température de fusion du niobate de lithium (1257°C). Ces monocristaux sont largement utilisés dans le marché des télécommunications comme les téléphones mobiles et les modulateurs optiques de type Mach-Zehnder. Une autre application envisagée est le stockage holographique, basée sur l'endommagement optique réversible ou non du niobate de lithium, permettant ainsi de réaliser des mémoires holographiques de grande capacité.

Les matériaux céramiques :

Les céramiques sont des matériaux polycristallins et présentent une microstructure complexe constituée de grains et de joint de grains. On s'est rapidement aperçu que ces matériaux, si ils sont ferroélectriques, et bien qu'ils ne présentent pas de caractère piézoélectrique macroscopique pouvaient développer un caractère polaire (donc piézoélectrique) macroscopique si on leur appliquait un champ électrique suffisamment élevé. Ils peuvent présenter alors des caractéristiques piézoélectriques très élevées.

Les principaux piézoélectriques céramiques sont des oxydes souvent basés sur une structure pérovskite déformée.

Le plus connu est le titanate de baryum BaTiO₃. Il s'agit d'un empilement ABO₃ de structure pérovskite. Il est quadratique à température ambiante et donc piézoélectrique. Sa température de Curie est de 120°C et correspond à une transformation polymorphique quadratique/cubique (non centrosymétrique/centrosymétrique) donc ferroélectrique/paraélectrique.

Découvert à la fin des années 1940, il est le premier oxyde ferroélectrique simple connu et reste aujourd'hui un matériau modèle pour l'étude de la ferroélectricité.

Les titano zirconates de plomb (PZT) sont des oxydes mixtes. Ils forment une solution solide totale étendue entre le zirconate de plomb et le titanate de plomb. Le plomb est en site A dans la structure ABO₃, le zirconium et le titane en site B. La formule générale est Pb (Zr_x , Ti_{1-x})O₃. Selon la présence plus ou moins importante de titane (ou de zirconium), les propriétés du PZT (mécanique, couplage, diélectrique...) évoluent considérablement.

En dessous de la température de curie, la distorsion de la maille cristalline engendre la déformation des octaèdres $(ZrO_6 \text{ ou } TiO_6)$ et crée une séparation entre les barycentres des ions positifs et des ions négatifs. Ces centres de masse ne coïncidant plus créent un dipôle électrique élémentaire dans chaque maille cristalline. Les ions n'occupent plus respectivement le centre et les sommets de la maille, ils sont décalés dans l'une des directions principales du réseau cristallin ; il en résulte alors une polarisation spontanée à l'échelle de la maille.

Les PZT présentent en particulier des caractéristiques piézoélectriques exacerbées au voisinage de la zone morphotropique ($x\approx0,54$) [Jaffe 71] pour laquelle le composé hésite entre au moins deux formes cristallines de même composition et toutes deux piézoélectriques.

L'énergie libre est alors maximale ainsi que ses propriétés associées (en particulier piézoélectriques). Au-dessus de la température de curie, le matériau est paraélectrique et présente une symétrie cristalline centrosymétrique. Un des autres intérêts des PZT est leur grande malléabilité en termes de caractéristiques, en particulier piézoélectriques, par l'ajout de dopants.

Les propriétés diélectriques et piézoélectriques peuvent être considérablement modifiées par l'ajout d'un ou plusieurs cations étrangers qui vont se substituer au Pb^{2+} de la structure pérovskite ($PbZrO_3$ / $PbTiO_3$) ou au couple (Zr^{4+}/Ti^{4+}) et parfois des anions en remplacement de l'oxygène (Figure 2-4).



Figure 2- 4 : Structure pérovskite de la maille du PZT [Hizebry 2007]

Les PZT doux sont caractérisés par une température de curie élevée, un facteur mécanique Qm faible et une résistivité électrique élevée à de fortes températures (par exemple. Pz23, le Pz27 et le Pz29 de FERROPERM®). Les PZT durs sont plutôt caractérisés par un facteur Q_m élevé, de faibles pertes diélectriques (par exemple Pz24, Pz26, Pz8 de FERROPERM®).

On rencontre les PZT dans les moteurs piézoélectriques, les transducteurs pour filtres ou ligne à retard, les claviers à touches, les oscillateurs, les transducteurs pour sonars, les applications électro-optiques, le CND....

Les polymères

Pour qu'un polymère soit piézoélectrique, il doit être intrinsèquement polaire et donc présenter des liaisons fortement polaires. Le caractère piézoélectrique est essentiellement attribué à la partie cristallisée du polymère. Les polymères les plus polaires et les mieux cristallisés seront les plus piézoélectriques.

Le polymère piézoélectrique le plus connu et le plus performant est le PVDF. Son nom anglais est « PolyVinyliDene Fluoride », ce qui explique son code ISO : PVDF. Il est préparé par la polymérisation du 1,1-vinylidene difluorure et présente une structure comme indiquer à la figure 2-5.



Figure 2-5: Structure du PVDF

A partir de sa structure cristalline, cinq polymorphes différents sont observés et sont nommés α , β , δ , γ et ε . Les phases β et γ sont polaires. Les deux premiers (α et β) sont les structures cristallines les plus courantes et les plus observées dans le PVDF (Figure 2-6).



Figure 2-6 : *Structures* α (à gauche) et β (à droite) du PVDF [Esterly 02]

Thermoplastique de la famille des fluorés, le fluorure de polyvinylidène est utilisé principalement dans l'automobile, le médical, la câblerie électrique et le génie chimique pour son inertie chimique et ses bonnes caractéristiques diélectriques. Doté de bonnes propriétés mécaniques, il a une stabilité dimensionnelle moyenne et est facile à mettre en œuvre dans les techniques classiques de transformations. Cependant, le PVDF à un coût assez élevé.

Le PVDF a une structure de type semi-cristalline et présente aussi des propriétés diélectriques, piézoélectriques, pyroélectriques et ferroélectriques. Ces caractéristiques le rendent utile pour fabriquer des sondes et batteries.

L'un des plus grands avantage du PVDF est sa flexibilité, rendant donc possible l'utilisation de celui-ci sur des surfaces non planes. Les caractéristiques mécaniques des PVDF sont très variables et dépendent de nombreux paramètres en particuliers ceux lié à la mise en forme. Parallèlement, ces paramètres de mise en forme modifient aussi l'état de cristallisation du PVDF (taux de cristallisation et nature des phases cristallisées). A titre d'exemple, on donne des valeurs de module d'Young comprises entre 350 et 1100 MPa, des allongements à la rupture compris entre 200 et 750 %, et les résistances à la rupture comprises entre 15 et 35 MPa. Pour nos travaux, nous prendrons comme données d'entrées celles de Dong [Dong 07] soit : $\rho = 1,8 \cdot 10^3$ kg/m³, $c_{11} = 1,63$ GPa, $c_{22} = 3,61$ GPa, $c_{12} = 1,42$ GPa, $c_{23} = 1,61$ GPa, $c_{33} = 3,13$ GPa, $c_{13} = 1,31$ GPa, $c_{44} = 0,69$ GPa, $c_{55} = 0,55$ GPa, $c_{66} = 0,59$ GPa; $e_{12} = 32,075 \cdot 10^{-3}$ C/m², $e_{13} = -4,07 \cdot 10^{-3}$ C/m², $e_{11} = -21,19 \cdot 10^{-3}$ C/m², $e_{26} = -15,93 \cdot 10^{-3}$ C/m², $e_{35} = -12,65 \cdot 10^{-3}$ C/m²; $\varepsilon_{11} = 52,295 \cdot 10^{-12}$ F/m, $\varepsilon_{22} = 53,985 \cdot 10^{-12}$ F/m, $\varepsilon_{33} = 66,375$ 10⁻¹² F/m

Pour notre étude, nous souhaitons réaliser des capteurs à base de matériaux flexibles, moins coûteux, ayant une bonne tenue en température (pour une bonne réalisation des électrodes interdigitées) et potentiellement plus performants pour l'excitation des SAW que le PVDF. Nous avons ainsi développé des composites piézoélectriques constitués soit d'un polymère chargé par une dispersion de grains céramiques piézoélectriques, soit constitué d'une mousse céramique piézoélectrique dont la porosité est comblée par un polymère.

2.2 Généralité sur les matériaux composites piézoélectriques

Un matériau composite est une association d'au moins deux matériaux afin de développer un matériau ayant de nouvelles propriétés. Il s'agit donc d'un matériau polyphasé et l'échelle de mélange des phases peut être très variable (millimétrique, micrométrique, nanométrique). Dans un composite, on cherche souvent à créer une association synergique de chaque phase, i.e. chaque phase apporte ses propriétés particulières. Les composites

développent alors un ensemble de propriétés que chaque phase ne pourrait avoir à elle seule et souvent, on observe l'apparition de propriétés spécifiques associées à la structure composite.

Un matériau composite piézoélectrique est composé d'au moins un matériau piézoélectrique et d'une ou plusieurs phases non piézoélectriques. Il peut être caractérisé par le terme de "connectivité". L'étude sur la connectivité a été proposée par Newnham et al. [Newnham 78a]. Pour un composite diphasé (système composé de deux phases), la notion de connectivité décrit la façon dont les deux phases sont connectées dans les trois directions de l'espace. L'écriture de cette connectivité dépend du choix que l'on fait dans l'écriture du composite. Le premier chiffre se réfère à la phase 1 et le deuxième chiffre à la phase 2. Ainsi selon les auteurs ont peut avoir différentes écritures que l'on prenne la phase piézoélectrique comme la phase 1 ou comme la phase 2. Dans la thèse, un composite PU/PZT de connectivité du PU (3 : dans les trois directions de l'espace), et le deuxième à la connectivité des grains de PZT (0 : aucune liaison entre les grains). Ainsi pour chaque phase on donne un chiffre représentant le nombre de connexions assurées. Tous les types de connectivités sont représentés à la figure 2-7.



Figure 2-7: Différents types de connectivités pour un composite diphasé [Newnham 78b]

En se basant sur cette connectivité, plusieurs configurations de composites céramiques/polymères ont été réalisées et étudiées. En effet un grand intérêt est porté, depuis quelques années, à des matériaux souples à base de polymères, intrinsèquement piézoélectriques ou non, et avec des propriétés électroactives générées ou encore améliorées par l'ajout de charges céramiques piézoélectriques. Ces polymères ou composites présentent plusieurs avantages : la facilitée de fabrication, la flexibilité et la possibilité d'avoir des dimensions modulables. Ces avantages leur confèrent la capacité de s'adapter aux structures de différentes formes.



La figure 2-8 présente ici différentes configurations réalisées d'après la littérature.

Figure 2-8 : Principales configurations de composites piézoélectriques réalisées [Janas 95]

Parmi toutes ces configurations, celles qui nous intéressent et qui ont été utilisées pour nos réalisations dans le cadre de cette thèse sont : les composites de connectivité 3-0 et ceux de connectivité 3-3. Dans le cadre de cette thèse nous allons spécialement parler des composites constitués de deux phases (diphasique): une phase piézoélectrique et une phase non piézoélectrique.

La présence d'une ou plusieurs phases non piézoélectriques conduit naturellement à un matériau composite avec des propriétés piézoélectriques moyennes (par rapport aux propriétés du matériau représentant la phase piézoélectrique). Cependant les composites piézoélectriques peuvent présenter d'autres propriétés intéressantes dont la flexibilité qui nous intéresse dans le cadre de cette thèse.

2.3 Composites BaTiO₃ /résine : composite de connectivité 3-3

2.3.1 Modélisation des propriétés mécaniques, piézoélectriques et diélectriques des composites 3-3: état de l'art

Il s'agit d'un composite de connectivité 3-3 : chaque phase est interconnectée dans 3 dimensions. Pour obtenir ce composite, une mousse céramique de type BaTiO₃ a été imprégnée par une résine époxydique.

Dans la littérature, plusieurs travaux portant sur la modélisation des matériaux composites 3-0 ou encore 1-3 ont été réalisés. Cependant, très peu de modèles analytiques existent pour les composites de connectivité 3-3.

2.3.1.1 Propriétés diélectriques

Modélisation analytique

Le modèle proposé par Banno est présenté comme une cellule unitaire (Figure 2-9 (1)) qui peut être divisée en quatre parties en effectuant un glissement suivant les directions X, Y et Z comme l'indique la figure 2-9 (2).



Figure 2-9: Schéma représentatif des deux phases du composite de connectivité 3-3[Banno 93]

Pour ses travaux, Banno a considéré des mousses céramiques à pores ouverts. Il considère ainsi, que la deuxième phase a pour permittivité diélectrique ε_0 (la permittivité du vide). a et b sont les dimensions normalisées (sans unité) des deux phases. A partir des équations théoriques des modèles série/parallèle [Newnham 78 a], il obtient la relation suivante pour la permittivité diélectrique du composite (ε_{33}) [Banno 93]:

$$\varepsilon_{33} = {}^*\varepsilon_{33}(1-a)^2$$
 Eq 2. 13

Où le symbole * est utilisé en référence au matériau dense.

En 2001, Bowen [Bowen 01] propose d'intégrer un polymère (non piézoélectrique) dans la porosité. Il y a donc un léger transfert de charge entre la mousse et la phase polymérique. Son modèle est similaire à celui utilisé par Banno, constitué de trois blocs rectangulaires piézoélectriques intégrés dans une matrice polymère (Figure 2-10).



Figure 2-10 : Schéma représentatif du composite de connectivité 3-3[Bowen 01]

Bowen propose l'équation suivante :

$$\varepsilon_{33}^{T.Composite} = \varepsilon_{33}^{T.PZT} \cdot v^{\varepsilon_{33}PZT}$$
 Eq 2. 14

Où $\varepsilon_{33}^{T.Composite}$ et $\varepsilon_{33}^{T.PZT}$ représentent les permittivités effectives, mesurées à contrainte constante du composite et de la phase piézoélectrique respectivement et $v^{\varepsilon^{33PZT}} = [L/(L+l_2)]^2$ la fraction volumique de la phase piézoélectrique (où L, l₂ et l sont des dimensions normalisés).

L'équation proposée par Bowen est donc très similaire à celle de Banno, mais tient compte du transfert de charge.

Modélisations phénoménologiques et quelques résultats expérimentaux

Les modèles de Banno et Bowen sont très simplifiés en termes d'architecture des phases. D'autres auteurs se sont intéressés à mesurer expérimentalement sur les mousses réelles, l'effet de la porosité sur les propriétés électriques et mécaniques.

Sur les matériaux PZT poreux, Roncari et al [Roncari 01] ont étudié l'influence de la porosité sur la permittivité diélectrique. Leurs résultats sont présentés à la figure 2-11.



Figure 2-11 : Effet du taux de porosité sur la permittivité diélectrique et la compliance des PZT poreux [Roncari 01]

Ils ont travaillé dans une large gamme de porosité (entre 1 et 55%). Effectivement, l'effet de la porosité sur la permittivité diélectrique et la compliance n'est pas linéaire.

Zeng et al. ont aussi élaboré et étudié les propriétés des PZT poreux, pour une gamme de porosité plus resserrée (0-40%) [Zeng 07] (Figure 2-12), en utilisant deux types de porogènes (dextrine ou PMMA).



Figure 2-12 : Effet de taux de porosité sur la permittivité diélectrique [Zeng 07]

Ils confirment les tendances observées précédemment (figure 2-13).



Figure 2-13 : Effet de la densité sur la permittivité diélectrique des mousses PZT-5H obtenues avec différents porogènes [Bowen 04]

Bowen a développé des mousses de PZT-5H (Morgan ®), par une voie céramique avec différents porogènes. On observe les mêmes tendances. La nature du porogène doit modifier la structure de la mousse, ce qui explique que sur la figure 2-14, les constantes diélectriques observées dépendent légèrement de la nature du porogène. Finalement, pour un taux de porosité donné, l'ensemble de ces résultats est assez comparable.

Banno a effectué la comparaison entre les valeurs de la littérature et la courbe théorique de son modèle figure 2-14 [Banno 93].



Figure 2- 14 : Comparaison entre la courbe théorique du modèle de Banno et les valeursexpérimentales de différents auteurs (avec g_{33} et d_{33} des constantes piézoélectriques ; ε_{33} une constantediélectrique)

Les valeurs expérimentales sont assez proches de la courbe théorique obtenue à partir du modèle de Banno.

Estimation des constantes piézoélectriques des mousses de BaTiO₃ à 60% de taux de porosité, imprégnées ou non

La modélisation et les mesures de valeurs expérimentales n'ont pas été réalisées dans la littérature sur BaTiO₃. Mais il semble légitime de pouvoir utiliser ce modèle sur BaTiO₃, matériau très voisin du PZT.

Constantes élastiques (GPa)	Constantes piézoélectriques (C/m ²)	Constantes diélectriques (nF/m)
$C_{11} = 150,4$	$e_{15} = 11,4$	ε ₁₁ =10,8
$C_{12} = 65,63$	$e_{31} = -4,32$	ε ₃₃ =13,1
$C_{13} = 65,94$	$e_{33} = 17,4$	
$C_{33} = 145,5$		
$C_{44} = 43,86$		

Les caractéristiques de BaTiO₃ sont données dans le tableau 2-2 :

Tableau 2-2 : Propriétés élastiques, piézoélectriques et diélectriques BaTIO₃ [Anil 09]

Ainsi en utilisant les modèles de Banno ou Bowen, nous obtenons pour les mousses (ou les composites) à 60% de porosité:

$$\varepsilon_{11} = 1,65 \text{ nF/m et } \varepsilon_{33} = 2,0089 \text{ nF/m ou encore } \varepsilon_{11}^r = 186,4 \text{ et } \varepsilon_{33}^r = 227$$

Ces valeurs seront utilisées dans le chapitre 3 pour la modélisation des capteurs IDT à base de mousses de BaTiO₃.

2.3.1.2 Propriétés piézoélectriques

Modélisation analytique

Pour les propriétés piézoélectriques, Banno propose à partir du même modèle que précédemment les équations suivantes (Figure 2-9) [Banno 93]:

$$d_{33} = {}^*d_{33}$$
 Eq 2. 15

$$k_{33} = {}^*k_{33}$$
 Eq 2. 16

$$d_{31} = * d_{31} \cdot (1 - a)$$
 Eq 2. 17

$$k_{31} = k_{31} \cdot (1-a)$$
 Eq 2. 18

Avec d_{ij} et k_{ij} (i,j=1,3) sont les constantes piézoélectriques du composites ; et les constantes * d_{ij} et * k_{ij} (i,j=1,3) celles des matériaux denses et a comme défini au paragraphe 2.3.1.1).

Pour ces composites 3-3 idéaux, en mode de caractérisation d_{33} , le champ électrique local est le champ appliqué. Ce qui explique que le d_{33} soit conservé. Par contre en mode de caractérisation d_{31} , le champ électrique local est affecté par la porosité donc celui-ci n'est plus conservé.

Le modèle de Bowen est beaucoup plus général car il fait l'hypothèse que la porosité de la mousse piézoélectrique est remplacée par un polymère non piézoélectrique de constantes mécaniques différentes de celle de l'air.

On obtient [Bowen 01] :

$$d_{33}^{Composite} = d_{33}^{PZT} \cdot \frac{L^2}{S_{33}^{PZT}} \cdot \left[\frac{L^2}{S_{33}^{PZT}} + \frac{l_2 \cdot l_2}{S_{33}^{Polymer}} + \frac{2 \cdot L \cdot l_2 \cdot (L+l_1)}{L \cdot S_{33}^{PZT} + l_1 \cdot S_{33}^{Polymer}}\right]^{-1}$$
 Eq 2. 19

$$d_{31}^{Composite} = d_{31}^{PZT} \cdot \frac{L}{(L+l_2)} \cdot \left[\frac{L \cdot l_1 \cdot (L+l_2)}{L \cdot S_{11}^{PZT} + l_2 \cdot S_{11}^{Polymer}} + \frac{L^2}{S_{11}^{PZT}} \right] \\ \cdot \left[\frac{l_1 \cdot l_2}{S_{11}^{Polymer}} + \frac{L \cdot (l_1 + l_2) \cdot (L+l_2)}{L \cdot S_{11}^{PZT} + l_2 \cdot S_{11}^{Polymer}} + \frac{L^2}{S_{11}^{PZT}} \right]^{-1}$$
 Eq 2. 20

Les longueurs L, l_1 et l_2 sont présentés sur son modèle (Figure 2-10)

Contrairement au modèle de Banno, la fraction volumique ainsi que le module élastique de la phase polymère interviennent dans les propriétés piézoélectriques du composite 3-3.

Modélisations phénoménologiques et quelques valeurs expérimentales

Roncari et Al [Roncari 01] ont étudié l'influence des pores (taille des pores et taux de porosité) sur les propriétés piézoélectriques. Ils ont montré que d_{33} et d_{31} diminuent avec le taux de porosité. Ils ont constaté aussi que d_{31} peut être fortement influencé par la taille des pores. Avec le PZT et pour un taux de porosité de 45%, le d_{31} est de -46,2pC/N lorsque la taille moyenne des pores est de 0,3µm et -29pC/N pour 0,7µm (Figure 2-15).

De son côté Zeng [Zeng 07] a réalisé et étudié des mousses 3-3 PZT avec différentes natures de porogènes ce qui lui a permis de faire varier à la fois le taux de porosité et la taille des pores.



Figure 2- 15 : Effet du taux de porosité sur le coefficient piézoélectrique d₃₃ des mousses de PZT obtenues avec différents porogènes [Zeng 07]

Les deux porogènes utilisés diffèrent par leurs tailles et Zeng observe très nettement l'influence de ce paramètre sur les caractéristiques piézoélectriques du composite.

Les mêmes constats sont faits par Bowen. La constante piézoélectrique chute lorsque le taux de porosité augmente et elle est très dépendante de la nature des porogènes utilisés et de la façon dont la mousse est réalisée. Par exemple pour un taux de porosité de 60% (notre cas), le coefficient piézoélectrique d_{31} peut varier de - 25pC/N à des valeurs proches de 0 (Figure 2-16) [Bowen 04].



*Figure 2- 16 : Effet du taux de porosité sur le coefficient piézoélectrique d*₃₁ *des mousses de PZT* obtenues avec différents porogènes [Boween 04]

En conclusion, si nous reprenons l'ensemble des résultats des caractérisations piézoélectriques des mousses 3-3, on observe une influence notable de la façon dont les mousses sont réalisées et donc de la structure de la porosité. En première estimation les grandes tendances sont observées : le d_{33} correspond à celui de la phase céramique et le d_{31} diminue lorsque le taux de porosité augmente. Ce qui valide quelque part les modèles. Cependant, si l'on observe la figure 2-14, on constate que pour les taux de porosité supérieurs à 50% le d_{33} est très variable et peut présenter des valeurs supérieures à celle de la phase céramique seule! Parallèlement, le d_{31} varie énormément d'un échantillon à l'autre lorsque le taux de porosité est très élevé. Comme nous avons pu l'observer expérimentalement, la mesure des coefficients piézoélectriques sur ces mousses très poreuses est problématique (car la mesure de charges sur ce genre de matériau n'est pas évidente). Il est alors probable que les résultats précédents, vu leurs incohérences, puissent être en partie expliqués par des problèmes de mesure. Enfin, ces architectures mousseuses sont très particulières et surement très éloignées des modélisations 3-3 classiques. Il faudrait probablement développer des modèles beaucoup plus microscopiques qui tiennent compte de la complexité des structures poreuses réalisées et parallèlement caractériser très finement l'architecture poreuse (tomographie X). Les modèles analytiques sont donc très approximatifs mais sont les seuls disponibles.

Estimation des constantes piézoélectriques des mousses de BaTiO₃ à 60% de taux de porosité, imprégnées ou non

En tenant compte des remarques précédentes les modèles de Banno et Bowen ont été utilisés.

Pour BaTiO₃ ; les constantes élastiques C_{ijkl} et les constantes piézoélectriques e_{ijk} sont connues [Anil 09]. Les d₃₃ et d₃₁ sont obtenus à partir de celles-ci en utilisant la relation 2.21.

$$d = e \cdot S = e \cdot C^{-1}$$
 Eq 2. 21

Compliances (pm²/N)	Constantes piézoélectriques (pC/N)	Constantes diélectriques (nF/m)
$S_{11} = S_{22} = 9,1$	$d_{15} = 259,9$	ε ₁₁ =10,8
S ₂₁ =- 2,71	$d_{31} = -78$	ε ₃₃ =13,1
$S_{31} = S_{32} = S_{13} = S_{23} = -2,9$	$d_{33} = 190, 1$	
$S_{12} = -2,7$		
S ₃₃ = 9,5		
$S_{44} = S_{55} = 2,3$		
S ₆₆ =23,6		

Les résultats sont donnés dans le tableau 2-3.

Tableau 2-3 : Propriétés élastiques, piézoélectriques et diélectriques du BaTIO₃ dense

Pour le polymère (résine de type époxy nom commercial épofix©) les données d'entrée sont Y \approx 3500 MPa, v \approx 0,4, p \approx 1,1g/cm³ et $\epsilon\approx$ 30,5 nF/m.

Pour un milieu isotrope, les relations entre le module d'Young (Y) et les constantes élastiques sont données par les relations 2.22 à 2.26 suivant [Royer 99] :

$$C_{44} = C_{55} = C_{66} = \mu = \frac{C_{11} - C_{12}}{2}$$
 Eq 2. 22

$$\mu = \frac{Y}{2(1+\nu)}$$
 Eq 2.23

$$\lambda = \frac{Y\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)}$$
 Eq 2.24

$$C_{11} = C_{22} = C_{33} = \lambda + 2\mu$$
 Eq 2. 25

$$C_{12} = C_{23} = C_{13} = \lambda$$
 Eq 2. 26

On obtient alors pour la résine les valeurs suivantes : C_{11} =7500MPa, C_{12} =5000 MPa, C_{44} = 1250 MPa: On peut alors calculer toutes les constantes élastiques (Tableau 2-4).

Compliances (pm²/N)	Constantes diélectriques (pC/Vm)
$S_{11} = S_{22} = S_{33} = 290$	$\epsilon_{11} = \epsilon_{33} = 30,5$
$S_{21} = S_{12} = S_{31} = S_{13} = S_{23} = S_{32} = -110$	
$S_{44} = S_{55} = S_{66} = 800$	

Tableau 2-4 : Propriétés élastiques et diélectriques du polymère d'imprégnation

On obtient alors avec 60% de porosité :

Pour les mousses

d₃₁= -47,45 pC/N

d₃₃= 190,1 pC/N

Pour les mousses imprégnées

 $d_{31} = -27,44 \text{ pC/N}$

d₃₃ =153,97 pC/N

L'influence de la phase polymérique est donc peu significative sur le d_{33} (parallèle) et plus significative sur d_{31} (série). Les propriétés piézoélectriques des mousses ne sont pas très détériorées.

2.3.1.3 Propriétés élastiques

Modélisation analytique

Concernant les propriétés élastiques des composites à connectivité 3-3, seul Banno a proposé des équations [Banno 93] :

$$\frac{1}{S_{33}} = Y_{33} = {}^{*}Y_{33}(1-a)^2 = (1/*s_{33})(1-a)^2$$
 Eq 2. 27

$$\frac{1}{S_{11}} = Y_{11} = {}^{*}Y_{11}(1-a)^2 = (1/{*} S_{11})(1-a)^2$$
 Eq 2.28

$$\sigma_{12} = {}^*\sigma_{12}(1-a)^2$$
 Eq 2. 29

Les constantes sans le symbole '*' en exposant sont propres au composites et ceux avec ce symbole sont caractéristiques du matériau dense.

Modélisations phénoménologiques et quelques résultats expérimentaux

Ici encore, la structure de la porosité a un impact significatif sur les propriétés élastiques observées. La figure 2-17 présente les résultats observés par Roncari et Al [Roncari 01].



Figure 2-17 : Propriétés élastiques des matériaux poreux en fonction du taux de porosité

On observe macroscopiquement ce qui est prédit par le modèle : plus le taux de porosité est élevé plus la compliance s_{ij} augmente. Les valeurs relevées sont très variables d'un échantillon à l'autre à porosité constante. La figure 2-18 présente les résultats obtenus par Banno [Banno 93].



Figure 2- 18 : Effet du taux de porosité sur les propriétés élastiques des matériaux poreux (g₃₃ est une constante piézoélectrique et Y₃₃ une constante élastique)

Banno a comparé les valeurs théoriques, aux valeurs expérimentales. Les valeurs théoriques sont obtenues en utilisant son modèle 3-3. Evidemment, pour les taux de porosités inférieurs à 40%, puisque la porosité n'est pas majoritairement interconnectée, le modèle 3-0 est au plus près des valeurs observées. Pour des porosités intermédiaires entre 40 et 50%, le modèle 3-3 semble s'appliquer. Par contre pour des porosités supérieures, même si l'influence de la porosité suit celle proposée par le modèle 3-3, les valeurs observées sont nettement plus basses et correspondent à peu près à la moitié des valeurs prédites par le modèle (Figure 2-18).

Estimation des constantes élastiques des mousses

En appliquant le modèle 3-3 de Banno pour les mousses de BaTiO₃ nous avons :

 $1/S_{11} = 40,67$ GPa

 $1/S_{33} = 38,9$ GPa

Ensuite pour le ¹/₂ modèle 3-3 nous obtenons :

 $1/S_{11}$ ' = 20,33 GPa

1/S₃₃' = 19,45 Gpa

2.3.2 Procédé de fabrication des matériaux poreux

Cette réalisation a été essentiellement menée à l'université de Mons dans le cadre du projet PRISTIFLEX. Cette étude, cette section permet de présenter ce type de matériau, qui sera ensuite utilisé pour la réalisation des capteurs. Ces capteurs IDT flexibles sont caractérisés et les résultats sont présentés au chapitre 4.

Il existe plusieurs méthodes pour élaborer des matériaux poreux. Le choix de la méthode à utiliser pour l'élaboration de ces derniers est guidé par le résultat visé. Les principales méthodes utilisées pour réaliser des mousses sont : la technique du réplica, la méthode sacrificielle et la méthode des mousses stabilisées. Cette dernière méthode est celle qui est utilisée dans le cadre de ces travaux elle permet d'obtenir des céramiques poreuses dont les pores ont des dimensions comprises entre 10µm et 300 µm et le taux de porosité varie entre 40% et 95% [Gonzenbach 07].

La méthode des mousses stabilisées (Figure 2-19) consiste à incorporer du gaz dans une suspension de particules céramiques. Le gaz peut être incorporé dans la suspension, par agitation ou par réaction chimique avec dégagement gazeux. L'étape délicate consiste à stabiliser la mousse.



Figure 2-19 : Schéma de la méthode des mousses stabilisées [Studart 06]

La stabilisation de la mousse se fait par l'introduction de molécules amphiphiles (par exemple, l'acide butyrique). Celles-ci comportent une tête hydrophile et une queue hydrophobe (Figure 2-20). Le pH est ajusté de manière à ce que la molécule amphiphile s'adsorbe, via sa partie polaire, à la surface des particules de BaTiO₃. L'objectif est de rendre les particules de BaTiO₃ suffisamment hydrophobes pour conduire à leur ségrégation à l'interface air/eau.



Figure 2-20 : Stabilisation des mousses par des particules

Après la mise en forme et séchage, les mousses stables sont frittées à haute température. Cette méthode permet d'obtenir des céramiques poreuses dont les pores ont des dimensions comprises entre 10µm et 300 µm et le taux de porosité variant entre 40% et 95% [Gonzenbach 07].

2.3.3 Caractéristiques des mousses céramiques 3-3

En jouant sur la concentration de l'acide butyrique, on arrive à faire varier deux paramètres : le taux de porosité et la taille des pores. Plus la concentration en acide est élevée, plus la taille des pores diminue. La vitesse d'agitation au cours de l'incorporation du gaz permet aussi de jouer sur la taille des pores. Plus la vitesse est grande, plus les pores sont petits.

Aujourd'hui, des mousses avec des taux de porosité allant de 50 à 90%, avec une taille de pores variant entre 50 μ m et 80 μ m sont élaborées à l'université de Mons. Les mousses ainsi élaborées ont montrés de bonnes propriétés piézoélectriques notamment le d₃₃ allant jusqu'au-delà de 100pC/N (d₃₃=33pC/N pour le PVDF). Cependant, les propriétés mécaniques (en termes de flexibilité) des mousses deviennent faibles. Pour ces matériaux poreux le module d'Young apparent diminue avec le taux de porosité. De nombreuses lois peuvent être utilisées pour décrire ce comportement. Les approches de Pabst [Pabst 14] ont permis de mettre en place un ensemble d'équations dépendant du taux de porosité.

Pour des matériaux à plus de 70% de porosité, l'équation suivante semble la plus adéquate [Pabst 14]:

$$Y_{r} = \frac{Y_{app}}{Y_{th}} = (1 - f)^{2} \text{ où } \Phi \text{ est le taux de porosité, } Y_{app} \text{ le module d'Young}$$
Eq 2. 30 apparent de la mousse et Y_{th} le module d'Young du matériau dense

D'où
$$Y_{app} = Y_{th}(1-f)^2$$
 Eq 2. 31

La flexibilité de cette mousse peut ainsi être interprétée comme un matériau à module d'Young plus faible lequel accepte donc une flèche plus importante.

Cependant ces matériaux restent fragiles. Nous avons ainsi proposé d'imprégner cette mousse céramique par une phase polymérique. Le transfert de charge entre les deux phases ne sera pas significatif compte tenu de la différence entre les modules d'Young relatifs à la phase céramique et à la phase polymérique. Cependant, on peut espérer que l'introduction de la phase polymérique stabilise dans une certaine mesure les microfissures de surface de la mousse céramique. Si ces microfissures sont à l'origine de la rupture catastrophique du matériau, cela devrait se traduire par une augmentation légère de la ténacité et donc une diminution de la fragilité de la mousse.

La limite élastique devrait être ainsi légèrement augmentée. Pour ce composite, lorsque l'on dépassera cette limite, on entrera dans un domaine pseudo-plastique qui s'expliquera par la fissuration de la mousse céramique puis la déformation élastique de la phase polymérique. Dans ce domaine la phase céramique ne sera plus

interconnectée, ce qui se traduira par une modification de la connectivité (0-3) et donc une chute des propriétés piézoélectriques.

Les polymères d'infiltration rencontrés dans la littérature sont le poly ε -caprolactone, un élastomère uréeuréthane et une résine époxyl vinyl ester. Dans notre cas, il a été choisi une résine d'imprégnation de type époxy (nom commercial épofix).

La figure 2-21 montre le comportement mécanique de la mousse seule et de la mousse imprégnée (flexion 3 points). La mousse imprégnée se déforme plus avant la rupture mais sa grande déformation est obtenue au détriment de la microfissuration de la phase céramique. On augmente significativement les performances d'un point de vu de la flexibilité même si les déformations possibles restent modestes.



Figure 2-21 : Essais de flexion 3 points sur une mousse et le composite correspondant

Quelques caractérisations piézoélectriques ont été réalisées par nos partenaires sur quelques composites. Pour les composites non imprégnés, les valeurs (environ 100pC/N) de d₃₃ sont plus faibles que celles obtenues par la modélisation précédente. Probablement y-a-t-il un effet de l'architecture poreuse. Pour les composites imprégnés dont nous avons pu obtenir les caractéristiques, les valeurs mesurées de d₃₃ sont un peu plus basses (entre 15 et 50pC/N). Il a été proposé que le protocole d'imprégnation par la résine n'était pas parfaitement optimisé et qu'il se produisait au cours de cette étape une fissuration de la mousse et donc une perte de la connectivité 3-3. Ce qui pourrait expliquer les valeurs observées.

Le tableau 2-5 présente les valeurs caractéristiques de ces essais de flexion 3 points et, pour information, les valeurs de d_{33} mesurées.

Matériaux	Contrainte rupture (MPa)	Allongement rupture (%)	Module de Young (GPa)	d ₃₃ (pC/N)
Poreux	2,8	0,13	2,2	100
Composite	31	0,96	3,2	50

Tableau 2-5 : Comparaison des propriétés mécaniques des matériaux poreux et composites

Les modules d'Young à faible déformation sont très proches ce qui est logique puisque le transfert de charge est très faible. La limite élastique du composite est apparemment très grande. Cependant elle se fait probablement par fissuration de la mousse au-delà de la limite élastique propre de la phase céramique soit environ 3MPa. Donc le composite est plus flexible mais si on lui impose une contrainte supérieure à 3MPa on fissure la mousse et on perd en connectivité. On doit faire chuter les caractéristiques piézoélectriques.

2.3.4 Conclusion sur les composites 3-3 en BaTiO₃

Modélisation des caractéristiques élastiques, piézoélectriques et diélectriques

Les différentes modélisations ne reflètent que très partiellement les résultats obtenus. En fonction du taux de porosité, la connectivité change et selon la méthode de préparation, l'architecture poreuse évolue aussi. Il est donc difficile de proposer des modèles cohérents sans tenir compte de ces problèmes, de ces informations interdépendantes et complexes. En ce qui concerne les matériaux composites réalisés, nous n'avons pas les constantes diélectriques. Nous les approximons par les modèles de Banno et de Bowen.

Pour les composites non imprégnés, les caractéristiques piézoélectriques obtenues sont deux fois plus faibles. Nous prendrons donc en compte ce ratio. Pour le composite imprégné, il semble que l'introduction de la phase polymérique provoque une perte de connectivité et donc un abaissement significatif des constantes piézoélectriques correspondant à un facteur 3. Nous appliquerons donc ce facteur 3 pour nos échantillons.

En ce qui concerne les constantes élastiques, pour les mousses non imprégnées, les caractérisations montrent que les valeurs sont proches de celles proposées par Banno c'est-à-dire la moitié des valeurs du modèle 3-3. On confirme ainsi ses résultats expérimentaux. Pour les composites imprégnés, les valeurs observées sont encore plus faibles, soit 1,45 fois en dessous des valeurs expérimentales de Banno (qui sont elles-mêmes deux fois plus faibles que celles du modèle 3-3) (fissuration de la matrice ? Perte de la connectivité ?). Nous appliquerons alors un facteur correcteur de 2 pour les mousses non imprégnées et de 2*1,45 pour les mousses imprégnées. Les constantes obtenues sont données dans le tableau 2-6 pour les mousses non imprégnées et dans le tableau 2-7 pour les mousses imprégnées.

Compliances (pm²/N)	Constantes piézoélectriques (pC/N)	Constantes diélectriques (nF/m)	
S ₁₁ = 49,2	$d_{31} = -23,7$	ε ₁₁ =0,82	
S ₂₂ =51,4	$d_{33} = 95,05$	ε ₃₃ =1	

 Tableau 2- 6 : Propriétés mécaniques, piézoélectriques et diélectriques des BaTiO₃ poreux (60% de porosité)
Compliances (pm²/N)	Constantes piézoélectriques (pC/N)	Constantes diélectriques (nF/m)
$S_{11} = 33,9$	$d_{31} = -9$	ε ₁₁ =0,82
S ₂₂ =35,5	$d_{33} = 51$	ε ₃₃ =1

Tableau 2- 7 : Propriétés mécaniques, piézoélectriques et diélectriques des mousses de BaTiO₃ (60% de porosité) imprégnées

2.4 Composites à base de matrice polymère : composites de connectivité 3-0

Compte tenu des résultats précédents où nous avons obtenu des lames piézoélectriques avec d'assez bonnes performances piézoélectriques mais avec des niveaux de souplesses assez faibles, nous avons testé d'autres configurations. Nous avons donc élaboré des composites à base d'une matrice polymère chargée par des particules de PZT.

Les méthodes d'élaboration des composites polymères sont toutes basées sur une première étape de dispersion des particules dans un liquide (polymère seul ou polymère + solvant). Elles diffèrent toutefois par le type de phase organique et par le traitement à effectuer à la fin : traitement thermique, élimination du solvant [Houf 11].

- **polymérisation in Situ :** cette méthode consiste à disperser des particules dans des solutions adaptées de monomères puis à effectuer une polymérisation classique afin d'obtenir des composites. Les travaux réalisés par HOUF par exemple [HOUF 11] portaient sur cette méthode, pour la préparation des films nanocomposites. Ces films ont été fabriqués à base de PMMA (Polyméthacrylate de méthyle) renforcé par du PTMPTA (triacrylate de triméthylolpropane). Les nanoparticules utilisées pour charger cette matrice sont en Fe(IO₃)₃. Les films piézoélectrique ainsi formés ont des propriétés diélectriques et piézoélectriques plus ou moins importantes (d₃₃=7pC/N, V_T=1600m/s, V_L=3100m/s) pour une faction volumique de la phase piézoélectrique d'environ 10%. Cependant le problème rencontré au cours de ces travaux est la formation d'agrégats de poudre dans la matrice polymère. La non homogénéité du composite conduit alors à la détérioration des propriétés piézoélectriques et mécaniques. L'auteur en conclut que cette voie de synthèse est relativement difficile à optimiser en termes de qualité de la dispersion des phases.
- Voie fondue : une des techniques classiques pour préparer des composites polymères consiste à disperser des particules dans un polymère, généralement un thermoplastique, à l'état fondu [HOUF 11]. La dispersion des particules est améliorée si elles sont fonctionnalisées par des molécules organiques dont la nature chimique est compatible avec celle du polymère. Cette méthode est la plus utilisée dans le domaine industriel. Cependant ce procédé est assez limité dans le choix des particules pouvant être utilisées, car il ne s'applique qu'aux polymères

thermofusibles donc qui ont très souvent des caractéristiques thermiques et mécaniques insuffisantes pour nos applications.

Voie solvant : cette méthode consiste à disperser des particules dans une solution polymère à l'aide d'un solvant adéquat, puis à évaporer ce solvant pour former des films composites. La solubilité du polymère et la dispersion des particules dans le solvant sont cruciales pour obtenir un matériau homogène.

Méthode	Avantages	Inconvénients
Voie solvant	-faible viscosité -possibilité d'avoir une concentration élevée des charges -bonne dispersion	-interaction possible entre charges et solvant
Voie fondue	-intéressante économiquement et couramment utilisée dans l'industrie	-mauvaise dispersion -teneur limitée à cause de l'augmentation de la viscosité
Polymérisation in situ	utilisable avec tout type de polymère	-dispersion difficilement contrôlable

Tableau 2-8: Méthodes d'élaborations des composites polymères

En conclusion, en tenant compte du tableau des avantages et inconvénients, nous avons ainsi choisi d'utiliser la méthode par voie solvant pour réaliser nos composites 3-0 (Tableau 2-8).

Afin d'effectuer une modélisation acoustique des capteurs réalisés avec ces composites, nous devons disposer des propriétés suivantes : la permittivité diélectrique (ϵ_{ij}), les constantes mécaniques (c_{ijkl} ou s_{ijkl}) et les constantes piézoélectriques (d_{ijk} ou e_{ijk}). N'étant pas en mesure d'obtenir rapidement toutes ces valeurs par expérimentation, nous allons les estimer en nous appuyant sur différents modèles.

2.4.1 Modélisation des propriétés mécaniques, piézoélectriques et diélectriques des composites 3-0: état de l'art

2.4.1.1 Propriétés diélectriques : la permittivité

Modélisation analytique

Plusieurs modèles de simulation pour la prédiction de la permittivité relative des composites 3-0 ont été proposés dans la littérature. Dans la plupart des cas, le modèle est constitué de deux phases : une matrice polymère dans laquelle sont reparties de manière aléatoire les charges céramiques. Lichtenecker et Rother ont proposé un modèle en 1938 [Ahmad 09]. Celui-ci n'est utilisable que pour des mélanges aléatoires et homogènes. La relation permettant le calcul de la permittivité diélectrique est la suivante:

Chapitre 2 : Réalisation et caractérisation piézoélectrique et mécanique des lames piézoélectriques composites

$$\varepsilon_{eff} = \exp(\Sigma f_i \ln \varepsilon_i)$$
 Eq 2. 32

Où les ε_i représentent les permittivités relatives des différents matériaux constituant le composite, et les f_i leurs fractions volumiques.

Cette équation fut améliorée en prenant en compte la forme des particules [Ahmad 09] :

$$\varepsilon_{eff} = \exp[\ln \varepsilon_m + f_{incl}(1 - k) \ln(\varepsilon_m / \varepsilon_{incl})]$$
Eq 2. 33

Où f_2 est la fraction volumique des charges, ε_{eff} , ε_m et ε_{incl} sont respectivement les permittivités relatives effectives du composite, de la matrice et des charges.

Webman propose quelques années plus tard (1977), une autre équation, supposant un système intégrant des inclusions de forme sphérique, reparties de manière aléatoire dans la matrice supposée homogène [Ahmad 09] :

$$\varepsilon_{eff} = \varepsilon_{\rm m} \frac{1 + 2f_{\rm incl}\{(\varepsilon_{\rm incl} - \varepsilon_{\rm m})/(\varepsilon_{\rm incl} + 2\varepsilon_{\rm m})\}}{1 - f_{\rm m}\{(\varepsilon_{\rm incl} - \varepsilon_{\rm m})/(\varepsilon_{\rm incl} + 2\varepsilon_{\rm m})}$$
Eq 2.34

Où les constantes avec "incl" en indices sont dédiées aux inclusions et celles avec l'indice "m" à la matrice.

Le modèle de Furukawa [Capsal 08] consiste en des particules dispersées dans une matrice, le tout recouvert par un milieu homogène ayant les propriétés moyennes du composite (Figure 2-22). La dispersion est piézoélectrique mais le polymère ne l'est pas.



Figure 2-22 : Représentation du système composite du modèle de Furukawa

A partir de ce modèle, l'auteur obtient l'équation suivante qui permet de calculer les propriétés diélectriques du composite en fonction de la fraction volumique d'inclusions et des propriétés intrinsèques de la matrice et des particules :

$$\varepsilon_{eff} = \frac{2\varepsilon_m + \varepsilon_{incl} - 2f_{incl}(\varepsilon_m - \varepsilon_{incl})}{2\varepsilon_m + \varepsilon_{incl} + f_{incl}(\varepsilon_m - \varepsilon_{incl})}\varepsilon_m$$
 Eq 2.35

Où f_{incl} est la fraction volumique des inclusions, ε_{eff} la permittivité relative effective du composite, ε_m la permittivité relative de la matrice et ε_{incl} la permittivité relative des inclusions.

Avec les mêmes hypothèses que Webman, Maxwell et Wagner propose une autre équation [WONGTIMNOI 11]:

$$\varepsilon_{eff} = \varepsilon_{\rm m} \frac{\varepsilon_{\rm incl} + 2\varepsilon_{\rm m} + 2f(\varepsilon_{\rm incl} - \varepsilon_{\rm m})}{\varepsilon_{\rm incl} + 2\varepsilon_{\rm m} - f(\varepsilon_{\rm incl} - \varepsilon_{\rm m})}$$
Eq 2.36

Pour des inclusions sphériques ou cubiques, Knott propose pour la permittivité diélectrique du composite l'équation suivante [Marchi 14]:

$$\varepsilon_{eff} = \varepsilon_{\rm inc} \left[1 - \{ (\varepsilon_{\rm incl} - \varepsilon_{\rm m})(1 - f) \} / \{ \varepsilon_{\rm m} + (\varepsilon_{\rm incl} - \varepsilon_{\rm m})(1 - f)^{1/3} \} \right]$$
Eq 2. 37

Avec f la fraction volumique des inclusions, ε_{eff} la permittivité relative effective du composite, les indices 1 et 2 font références respectivement à la permittivité relative de la matrice et des inclusions.

Skipetrov a aussi proposé une équation pour la permittivité relative des composites piézoélectriques. L'originalité de ces travaux se trouve dans le fait que ce modèle est utilisable même pour un grand contraste entre les constantes diélectriques ($\varepsilon_m/\varepsilon_{incl}$) et une large fraction volumique f_{incl} . L'équation de Skipetrov est la suivante [Ahmad 09] :

$$\varepsilon_{eff} = \varepsilon_{\rm m} \frac{1 + \{3f_{incl}(\varepsilon_{\rm incl} - \varepsilon_{\rm m})\}}{\varepsilon_{\rm m}(2 + f_{incl}) + \varepsilon_{\rm incl}(1 - f_{incl})}$$
Eq 2.38

Enfin Yamada propose d'ajouter un facteur correctif de forme en partant de l'hypothèse que les particules sont des ellipsoïdes mais qu'elles peuvent s'écarter de cette forme [Yamada 82] :

$$\varepsilon = \varepsilon_{\rm m} \left(1 + \frac{n f_{incl} (\varepsilon_{incl} - \varepsilon_m)}{n \varepsilon_m + (\varepsilon_{incl} - \varepsilon_m)(1 - f_{incl})} \right)$$
 Eq 2.39

Ou ε , ε_1 et ε_2 représentent respectivement la constante diélectrique du composite, de la matrice et des inclusions, f_{incl} la fraction volumique ; n facteur correctif dépendant de la forme des grains. En se basant sur ses résultats expérimentaux, il observe qu'il faut attribuer une valeur de 8,5 à n pour que son modèle prédise les valeurs observées. Cela revient, à attribuer un facteur de forme sur la dispersion ellipsoïdale de 2,8 et, de plus, faire l'hypothèse que le grand axe de l'ellipsoïde est perpendiculaire à la surface de la bande. Cette valeur laisse Yamada perplexe, car il a plutôt utilisé des grains relativement sphériques, donc de facteur de forme proche de 1 et dont l'orientation dans la bande est aléatoire. Il en conclut, que pour observer de telles valeurs, il faudrait plutôt imaginer que les grains de PZT soient empilés d'une façon très serrée et en contact étroit perpendiculairement à la bande. Il en résulterait alors des grains apparemment très allongés et orientés perpendiculairement à la surface.

Quelques résultats expérimentaux

Des travaux expérimentaux ont été aussi réalisés postérieurement à ceux de Yamada.

Le tableau 2-9 présente un récapitulatif des valeurs de la permittivité diélectrique, mesurée sur différents composites réalisés par différents auteurs, en fonction du type de particule, de la fraction volumique et du type de matrice utilisé.

composites	Fraction* volumique	Taille des particules (nm)	Permittivité diélectrique ε'	Auteurs
BaTiO ₃ /Polyimide	90	240	125	Devaraju
Polyimide/BaTiO ₃	50	100	35	Xie
Poly(epoxy)/BaTiO ₃	50	650	37	Ramajo
BaTiO ₃ /Poly(époxy)	67	400	65	Cho
PVDF/BaTiO ₃	40	700	75	Hsiang
COC/BST	32,5	< 200	10	Hu
P(VDFTrFE)/PCLT	15	200	20	Zhang
P(VDF- TrFE)/(BiNa)BaTiO ₃	30	<1000	30	Lam

Tableau 2- 9 : Permittivité diélectrique de composites céramique/polymère en fonction de la fraction

 volumique et de la taille des particules [Capsal 08]

*La fraction volumique est celle de la phase apparaissant dans la deuxième position de l'intitulé du composite.

Les résultats sont très variables. La difficulté majeure vient du fait que les dispersions ont sûrement des permittivités diélectriques très différentes (par exemple pour $BaTiO_3$ il est connu que la permittivité diélectrique est dépendante de la taille des grains), sans parler de la sensibilité de la permittivité diélectriques aux impuretés, aux dopants, à la stœchiométrie.

Capsal [Capsal 08] pendant ses travaux de thèse a aussi étudié l'influence de la fraction volumique sur la permittivité relative. En chargeant les particules de BaTiO₃ de taille 700nm dans une matrice de Pa11, la permittivité relative est de 2,5, 3, 4, et 10 pour les fractions volumiques de 0%, 3%, 12%, et 45% respectivement. Capsal a aussi essayé une autre matrice polymère qui est la PV(DF-TrFE). Cette fois ci la permittivité relative est de 8, 18,3, 27, et 136 pour les fractions volumiques de 0%, 23%, 41%, et 61% respectivement.

En conclusion il existe de nombreux modèles lesquels peuvent tenir compte de paramètres plus ou moins nombreux. Le modèle de Yamada semble le plus abouti dans la mesure où il tient compte d'un facteur de forme. Cependant il parait douteux d'attribuer la valeur de la constante diélectrique du monocristal ou de la céramique à la poudre. Il faudra toujours qualifier le modèle en réalisant une comparaison avec une mesure expérimentale sur le composite. En ce sens le facteur n de Yamada intègre probablement plus que l'effet de la forme des grains.

2.4.1.2 Propriétés piézoélectriques

Modélisation analytique

Tout comme pour les constantes diélectriques, quelques équations pour la détermination des constantes piézoélectriques existent dans la littérature.

Banno a étudié le comportement théorique des composites 0-3 à partir d'un model cubique (Figure 2-23).



Figure 2- 23 : Schéma d'un (1) Volume élémentaire représentatif d'une cellule de composite diphasé de connectivité 0-3 et 3-0, divisé en deux parties suivant (2) la direction X, (3) la direction Y et (4) la direction Z [Banno 89]

Ainsi d'après son modèle, pour obtenir les coefficients piézoélectriques des composites, il faut utiliser les relations suivantes [Banno 89] :

$$e^{ff}d_{33} = A_2/B_2$$
 Eq 2. 40

Avec :

$$\begin{aligned} A_{2} &= a^{2} \cdot [a + (1 - a)n]^{2} \cdot {}^{incl}S_{33} \{ a \cdot {}^{m}d_{33} \cdot {}^{incl}\varepsilon_{33} + (1 - a)n \cdot {}^{incl}d_{33} \cdot {}^{m}\varepsilon_{33} \} \\ &+ \{ 1 - a^{2}[a + (1 - a)n] \} \{ a \cdot {}^{m}S_{33} + (1 - a)n \cdot {}^{incl}S_{33} \} \times \{ a \\ \cdot {}^{incl}\varepsilon_{33} + (1 - a)n \cdot {}^{incl}\varepsilon_{33} \} \cdot {}^{incl}d_{33} \end{aligned}$$

$$B_{2} = a^{2} \cdot [a + (1 - a)n]^{2} \cdot {}^{incl}S_{33} \cdot \{a \cdot {}^{incl}\varepsilon_{33} + (1 - a)n \cdot {}^{m}\varepsilon_{33}\} + \{1 - a^{2}[a - a]n] \{a \cdot {}^{m}S_{33} + (1 - a)n \cdot {}^{incl}S_{33}\} \times \{a \cdot {}^{incl}\varepsilon_{33} + (1 - a)n \cdot {}^{m}\varepsilon_{33}\}$$

$$Eq 2.42$$

$$\overline{d_{31}} = A_3 + B_3 + C_3$$
 Eq 2. 43

Avec

$$A_{3} = \{a^{2} \cdot [a + (1 - a)n] / [a \cdot {}^{incl}\varepsilon_{33} + (1 - a)n \cdot {}^{m}\varepsilon_{33}]\} \times \{a \cdot {}^{m}d_{31} \cdot {}^{incl}\varepsilon_{33}[a + (1 - a)l] / [a ({}^{m}S_{11} / {}^{eff}S_{11}) + (1 - a)l \cdot ({}^{m}S_{11} / {}^{eff}S_{11})] + (1 - a)n \cdot {}^{incl}d_{31} \cdot {}^{m}\varepsilon_{33} / ({}^{incl}S_{11} / {}^{eff}S_{11})\}$$
 Eq 2. 44

$$B_{3} = a^{2} \cdot (1-a)l \cdot [a + (1-a)l] \cdot {}^{incl}d_{31}/\{a({}^{m}S_{11}/{}^{eff}S_{11}) + (1-a)l$$
 Eq 2.45
 $\cdot ({}^{m}S_{11}/{}^{eff}S_{11})\}$

$$C_{3} = \{(1-a)m/[a+(1-a)m] + a(1-a)l \cdot (1-a)n\}$$
 Eq 2. 46
 $\cdot {}^{incl}d_{31}({}^{m}S_{11}/{}^{eff}S_{11})\}$

Ou ${}^{eff}d_{ij}$ et ${}^{eff}S_{ij}$ représentent respectivement les constantes piézoélectriques et élastiques du composite, ${}^{m}d_{ij}$ et ${}^{incl}d_{ij}$ les contantes piézoélectriques de la matrice et des charges respectivement, ${}^{m}S_{ij}$ et ${}^{incl}S_{ij}$ les contantes élastiques de la matrice et des charges respectivement, ${}^{m}\varepsilon_{ij}$ et ${}^{incl}\varepsilon_{ij}$ les contantes diélectriques de la matrice et des charges respectivement, ${}^{m}\varepsilon_{ij}$ et ${}^{incl}\varepsilon_{ij}$ les contantes diélectriques de la matrice et des charges respectivement, ${}^{m}\varepsilon_{ij}$ et ${}^{incl}\varepsilon_{ij}$ les contantes diélectriques de la matrice et des charges respectivement, ${}^{m}\varepsilon_{ij}$ et ${}^{incl}\varepsilon_{ij}$ les contantes diélectriques de la matrice et des charges respectivement; (i,j)=(1,2,3).

Pour obtenir les constantes ${}^{eff}d_{32}$ il faut remplacer (dans les equations 2.44, 2.45 et 2.46) d_{31} par d_{32} , S_{11} par S_{22} , m par l puis l par m. Ce modèle est général car non seulement il prend en compte toutes les direction (x, y, z) mais aussi la taille des particules. Cependant il ne tient pas compte de la dispersion de taille de grains ou de l'étendue granulaire.

L'équation proposée par Furukawa [Ahmad 09] pour prédire les coefficients piézoélectriques, relie à la fois les constantes électriques et mécaniques des matériaux souches, aux constantes piézoélectriques du matériau composite.

$$d_{eff} = \left[\frac{5c_{\text{incl}}f_{\text{incl}}}{(1 - f_{\text{incl}})c_{\text{m}} + (2 + 3f_{\text{incl}})c_{\text{incl}}}\right] \left[\frac{3c_{\text{m}}d_{\text{incl}}}{(2 + f_{\text{incl}})\varepsilon_{\text{m}} + (1 - f_{\text{incl}})\varepsilon_{\text{incl}}}\right] \qquad \text{Eq 2.47}$$

Où f est la fraction volumique en céramiques, c_m et c_{incl} correspondent au module élastique (ou module d'Young) des deux phases, ε_m et ε_{incl} constantes diélectriques de la matrice et des inclusions respectivement et d_{incl} la constante piézoélectrique des charges de la céramique.

Il parait évident que l'état de polarisation des grains dans le composite n'est pas égal à celui de la céramique dense équivalente. Yamada introduit ainsi dans sa modélisation le degré de polarisation (α). L'équation permettant d'avoir la constante piézoélectrique 'd' du composite est la suivante [Yamada 82] :

$$d_{\rm eff} = f_{\rm incl} \cdot \alpha \cdot G \cdot d_{\rm incl}$$
 Eq 2. 48

Où f_{incl} est la fraction volumique des particules piézoélectriques, G le coefficient de champ local et d_{incl} la constante piézoélectrique des particules piézoélectriques G peut être obtenue par :

$$G = \frac{n\{\varepsilon_{incl}/\varepsilon_m - 1 + n + (n-1)(\varepsilon_{incl}/\varepsilon_m - 1)f_{incl}\}}{(\varepsilon_{incl}/\varepsilon_m - 1 + n)^2 + (\varepsilon_{incl}/\varepsilon_m - 1)\{(n-1)^2 - \varepsilon_{incl}/\varepsilon_m\}f_{incl}}$$
Eq 2.49

n est défini de la même manière que lors de son approche sur la constante diélectrique de ces composites.

Quelques résultats expérimentaux

Pour des composites en P(VDF-TrFE)-BaTiO₃ et PA11-BaTiO₃ Capsal a étudié l'influence de la fraction volumique sur le d₃₃. Pour sa gamme d'échantillon il observe une augmentation approximativement linéaire des coefficients piézoélectriques avec le taux de charge.



Figure 2- 24 : Coefficient piézoélectrique en fonction de la fraction volumique des particules de BaTiO₃ (de taille 700 nm) (1) pour les composites P(VDF-TrFE)-BaTiO₃, (1) pour les composites PA11-BaTiO₃ [Capsal 08]

Sakamoto a étudié les composite PU/PZT [Sakamoto 02]. Pour les grains dont la taille est comprise entre 3 et 10 μ m, il a obtenu un d₃₃ de 9pC/N pour un pourcentage volumique de 50%. L'auteur a montré que cette valeur augmente de 30% lorsqu'il ajoute au mélange du carbone. La présence du carbone facilite la polarisation des grains de PZT, ce qui conduit à l'augmentation du d₃₃. Chen et Al ont montré la capacité de multiplier jusqu'à 5 fois le coefficient d₃₃ du PVDF en le chargeant à 55% de PZT (3 μ m), puis en le traitant à l'aide d'un solvant (le N-dimethylacetamide par exemple)[Chen 98]. Il arrive donc à avoir des d₃₃ allant jusqu'à 130 pC/N. Il explique l'effet du solvant par le fait que ses composites non traités ont surement un volume de polymère plus important, et donc un état de compaction de la phase dispersée plus faible. Le traitement permettrait de diminuer le volume de cette phase polymérique et rapprocherait les particules de PZT. Le composite initialement 0-3 deviendrait alors à connectivité 1-3. Ce qui expliquerait la forte valeur de coefficient piézoélectrique observée. Enfin pour un composite de PVC/PZT, Fries et al ont pu relever un d₃₃ de 30pC/N avec une fraction volumique de 60% en PZT de taille 2,5 μ m [Fries 94].

2.4.1.3 Propriétés élastiques

Modélisation analytique

Avec le même modèle de phase développé pour la recherche des constantes piézoélectriques et diélectriques, pour un système diphasé et des particules sphériques Furukawa propose l'équation suivante [Ahmad 09]:

$$E_{eff} = E_1 \{ 3E_1 + 2E_2 - 3f(E_1 - E_2) \} / \{ 3E_1 + 2E_2 + 2f(E_1 - E_2) \}$$
 Eq 2. 50

Yamada et Al [Yamada 82], sur la base du même modèle pour les constantes diélectriques et piézoélectriques propose :

$$(E_{eff} - E_1)/\{E_1 + n'(E_{eff} - E_1)\} = (f(E_2 - E_1))/\{E_1 + n'(E_2 - E_1)\}$$
Eq 2. 51

Ou E représente le module d'Young, avec les indices '1', '2' et 'eff' respectivement pour la phase polymère, la phase céramique et le composite. f est fraction volumique des charges céramiques.

Pour des particules elliptiques n' est tel que :

$$n' = (1/3)[(1+\sigma)/(1-\sigma)]$$
 Eq 2. 52

Ou σ est le coefficient de poisson de la matrice.

Ainsi nous obtenons :

$$E_{eff} = E_1[1 + \{f(E_2 - E_1)\}/\{E_1 + n'(E_2 - E_1)(1 - f)\}]$$
 Eq 2. 53

Quelques résultats expérimentaux

L'effet à faible taux de nanopoudre de carbone ou de nano argile sur les propriétés mécaniques du polymère sont connus. A titre d'exemple voici quelques valeurs (Tableau 2-10).

Fraction volumique (%v) dans une matrice de PU88A	Module d'Young Y (MPa)		
	Poudre en CB	Poudre en CNTC	
0	33	33	
0,5	39	38	
1,0	41	42	
1,5	44	44	
2,0	49	45	

Tableau 2- 10 : Effet de la fraction volumique sur les propriétés élastiques du matériau composite[Wongtimnoi 11] (CB : Noir de carbone ; CNTC : Nanotubes de carbones multi-paroisfonctionnalisées avec des groupements carboxyliques ; PU88A : PU commercialisé par Lubrizol Inc

Cet effet provient de l'interaction très intime entre la nano phase et la phase polymère. De manière générale, le module d'Young des composites est supérieur à celui de la matrice polymère. Par exemple, en chargeant le PU à 2% en volume de CNTC le module d'Young passe de 33MPa à 49MPa (Tableau 2-10) [Wongtimnoi 11].

Avec 1% de CNT on modifie les propriétés intrinsèques du polymère. Le module d'Young est légèrement augmenté ainsi que la résistance à la rupture. Lorsqu'on passe à des taux de charges très supérieurs (12-24%) on modifie les propriétés de la phase du polymère et on diminue aussi la quantité du polymère ; sans compter que les nanotubes peuvent aussi s'interconnecter, ce qui modifie complètement les propriétés mécaniques. Ainsi à 24% le composite est purement élastique et présente une résistante à la rupture beaucoup plus faible.

Suivant les mêmes tendances, Capsal a montré l'influence de la fraction volumique des charges en BaTiO₃ sur les propriétés élastiques des composites Pa11/ BaTIO₃ (Figure 2-25) [Capsal 08].



Figure 2- 25 : Effet de la fraction volumique sur les propriétés élastiques du matériau composite [*Capsal 08*]

Avec une fraction volumique de 24%, la contrainte maximale à la rupture en essai de traction diminue (il passe de 36 MPa à 25MPa) ainsi que la déformation à la rupture (qui passe de 175% à 2,49%) [Capsal 08].

L'effet des nanocharges par interaction intime avec le polymère ne peut être observé que si la nanodispersion est très bien réalisée. Au-delà de quelques %, il est probable que cette dispersion ne soit pas aussi bien réalisée. Les charges se retrouvent sous forme de cluster et le mélange ne peut plus être vu comme un polymère modifié mais comme un composite grossier 0-3. On explique ainsi le comportement radicalement différent pour les forts taux de charges.

Pour nos composites le taux de charge sont encore supérieurs au taux de Capsal. De plus nos charges ne sont pas nanométriques. Les propriétés mécaniques seront ainsi la résultante d'un mélange d'une phase polymérique peu modifié et d'une dispersion grossière de grains céramiques.

2.4.2 Composites piézoélectriques PU/PZT

2.4.2.1 Pourquoi le PU ?

En fonction des monomères utilisés et des substances ajoutées pendant sa réalisation, le polyuréthane existe sous différentes formes : mousses, élastomères, fibres... Le polyuréthane utilisé dans le cadre de nos travaux est "Estane 58887 NAT 037/038", fourni par Lubrizol. Celui-ci se présente sous forme de granules transparents. Il s'agit du polyuréthane thermoplastique, présentant des caractéristiques avantageuses comme :

- une très bonne flexibilité : il présente un module d'Young bas (de quelques MPa à plusieurs centaines de MPa) et une grande déformabilité (plus de 5% en déformabilité purement élastique). Ce sont des qualités très attirantes pour nous car l'objectif premier de cette thèse est de développer des capteurs flexibles,
- bonne résistance à l'usure et à l'abrasion, ainsi qu'une très bonne stabilité dimensionnelle à la chaleur. Ces avantages sont indispensables pour notre étude dans la mesure où notre objectif est de réaliser les capteurs qui pourront être laissés à demeure sur les ouvrages afin d'envisager un contrôle continu des structures.

Bien que ce matériau soit relativement sensible à la température, car au-delà de 100°C ses propriétés évoluent fortement ; il résiste plus que le PVDF dont la limite imposée est aux alentours de 80°C. Cette différence est très importante dans le cadre de la réalisation des électrodes. En effet, la technique par impression impose un frittage aux alentours de 100°C. Nous devons donc nous attendre à rencontrer certaines difficultés, lors de l'élaboration des électrodes qui peut provoquer des échauffements locaux.

2.4.2.2 Protocole expérimental et réalisation

La méthode utilisée est la voie solvant. Dans un premier temps, les granules de PU sont dissous dans un solvant. Le solvant utilisé est le Tétrahydrofurane (THF) de *SIGMA-ALDRICH*®. Celui-ci étant toxique, les manipulations sont donc faites obligatoirement sous une hotte aspirante. Afin de permettre la dissolution de tous les granules de PU, le mélange est soumis à une agitation jusqu'à dissolution totale (environs 2 heures). Cette opération est réalisée en boite fermée de façon à limiter l'évaporation du solvant.

Les poudres de PZT (P191 de saint gobain ®) sont ensuite ajoutées et le mélange laissé sous agitation pendant environ un quart d'heure. Le pourcentage volumique du PZT est de 44%. En fin de mélange, un traitement à homogénéisateur à ultrasons est réalisé de façon à s'assurer de la parfaite qualité de dispersion/désaglomération de la poudre PZT (figure 2-26).



Figure 2- 26 : Protocole du mélange pour la préparation des composés PU/PZT

Le mélange est ensuite étalé par coulage en bande pour obtenir des films composites (figure 2-27). Les conditions de coulage sont optimisées pour viser des épaisseurs après séchage de l'ordre de 50µm et plus.



Figure 2-27 : Dispositif du coulage en bande et exemple de bande PU/PZT

Après coulage, la bande sèche à l'air ambiant, à plat, pendant environ 3h afin de permettre une évaporation complète du solvant (le THF).

Avec cette technique, en fonction de la taille des grains des particules de PZT, nous avons réalisé des échantillons avec des épaisseurs variant entre 50 et 300µm.

Deux granulométries de poudre PZT ont étés utilisées : une première avec des grains d'environs $10\mu m$ et une deuxième dont la taille des grains est inférieure ou égal à $80\mu m$ ($\leq 80\mu m$).

2.4.2.3 Observation de la dispersion des particules de PZT au microscope électronique à balayage (MEB)

L'observation au MEB est un moyen qui permet d'étudier l'état de dispersion des particules de PZT dans la matrice polymère. L'observation de la répartition des grains dans nos composites peut se faire à la surface du

film, mais aussi en épaisseur de ce dernier. Avant le passage au MEB, un léger dépôt d'une couche métallique (l'argent dans notre cas) est nécessaire.

• Vue de surface :

Sur la figure 2-28, se trouve la vue microscopique de la surface du film composite, à base de PU/PZT. Les grains de PZT utilisés pour ce coulage ont une taille inférieure à 80μ m, et le composite est chargé à 44% en volume de PZT.



Figure 2- 28 : Image MEB de la vue de surface des films composites PU/PZT avec un grossissement de (1) 100 et (2) 2000

La poudre de PZT est répartie de façon homogène. Le PZT est rassemblé sous forme de nodules. Le PU est présent entre les nodules et dans les nodules. Le même constat est fait lorsque la taille des grains est de 10µm.

• Vue en épaisseur

Le film composite est fracturé après trempe dans l'azote liquide ce qui permet d'obtenir un faciès de rupture fragile. Un exemple typique de ce faciès est présenté figure 2-29.



<u>Figure 2- 29 : Image MEB de la vue en épaisseur des films composites PU/PZT (≈10µm) avec un</u> <u>grossissement de 2000</u>

La bande est homogène en épaisseur sans ségrégation et sédimentation de la poudre.

En conclusion, ce protocole nous permet d'obtenir des composites PU-PZT 3-0 homogènes, avec une fraction volumique de charge de 44% et pour deux classes de granulométrie.

2.4.2.4 Caractérisation diélectrique

Afin de prévoir les propriétés des matériaux composites que nous avons réalisés, il a été nécessaire de connaître les propriétés intrinsèques des deux matériaux qui constituent ce composite. Pour le PZT, nous avons retenu les valeurs de constante diélectrique de la littérature (ε_r =3400). Contrairement au PZT, la constante diélectrique du PU dépend fortement de ses conditions d'élaboration. Nous avons réalisé cette mesure sur le PU seul, élaboré dans les mêmes conditions que les composites.

Le tableau 2-11 présente les valeurs de constantes diélectriques mesurées sur le PU seul et sur les deux composites.

Matériau	٤r
PU	3,2
PU/44% PZT (10μm)	22,7
PU/44%PZT (≤80μm)	21,9

Tableau 2-11 : Propriétés du PU ainsi que des composites réalisés

2.4.2.5 Caractérisation piézoélectrique

a. Polarisation

Le titanozirconate est un ferroélectrique. Brut de synthèse, la structuration en domaines du PZT est telle que les polarisations de chaque domaine s'annulent. Pour qu'il puisse développer une piézoélectricité macroscopique, il doit être préalablement polarisé (Figure 2-30.a).

Lorsque ce matériau sera soumis à un champ électrique (Figure 2-30.b), il aura tendance à réaligner ses différents domaines dans la direction d'application du champ. Le matériau est alors macroscopiquement polarisé (polarisation Ps). Cet effet de polarisation est "rémanent", c'est à-dire que lorsque que l'on supprime le champ électrique tous les domaines ne retournent pas dans un état d'orientation aléatoire et il existe alors un état de polarisation macroscopique rémanent (Pr) du matériau (Figure 1-30.c) [Parent 08].



Figure 2-30 : Schéma de la polarisation des domaines : avant polarisation (a), pendant polarisation (b) et après polarisation (c)

Pour réaliser cette polarisation, une électrode très fine (20nm de Cr et 90nm Or) est déposée sur chaque surface de l'échantillon par évaporation sous vide (Figure 2-31).



Figure 2- 31 : Lame composite PU/PZT métallisée

La polarisation est faite dans un bain d'huile de silicone pour éviter un claquage à des tensions électriques trop faibles. L'huile de silicone est chauffée et maintenue à 60°C, de façon à faciliter le mouvement des parois de domaine. Nous appliquons un champ d'environ 15 kV/mm pendant 30min (figure 2-32).



Figure 2-32 : Dispositif de polarisation sous champ dans l'huile de silicone

L'échantillon est placé dans le dispositif de polarisation de telle sorte que une des faces (ou encore une des électrodes) soit reliée à la borne positif du générateur, et l'autre à la masse.

Pour certains échantillons, nous nous sommes aperçus que parfois certaines électrodes ne supportaient pas le cycle de polarisation dans le bain d'huile à 60°C (cela a été observé surtout pour les composites avec gros grains de PZT). Pour remédier à ce problème, ces composites ont été polarisés sans électrodes rapportées par métallisation : les électrodes sont alors de simples plaques d'aluminium plaquées mécaniquement de part et d'autre du film. Après cette polarisation, les électrodes finales sont réalisées par évaporation sous vide. Cette étape ne provoque pas la dépolarisation du composite.

Les électrodes interdigitées ont été obtenues par ablation laser sélective de ces électrodes. Ces électrodes accrochaient très peu et prenaient parfois une couleur verdâtre (Figure 2-33).



Figure 2- 33 : Electrodes en or déposées sur les films PU/PZT (<80µm)

Il s'agit peut-être d'une réaction entre la couche métallique (chrome et or) et les quelques traces restantes de l'huile de silicone encore présentes sur le film.

a. Mesures de d₃₃

Pour mesurer le coefficient piézoélectrique d_{33} , nous avons utilisé un piézomètre de *Piezotest Ltd* © (Figure 2-34).



Figure 2- 34 : Dispositif de Mesure du d₃₃ (Piézomètre)

L'échantillon est serré entre deux bras et soumis à une vibration de basse fréquence (110 Hz). A partir des signaux électriques générés par l'échantillon, le d_{33} est immédiatement fourni par le système.

Les composites PU/PZT réalisés dans le cadre de cette thèse ont des d_{33} variant entre 7 et 34 pC/N (Tableau 2-12).

Coulage n°	Composition	Epaisseur (µm)	d ₃₃ (pC/N)
1	PU/44% PZT (≈10µm)	50	6-7
2	PU/44% PZT (≤80µm)	100	16-25
3	PU/44% PZT (≤80µm)	200	34

Tableau 2-12 : Caractéristiques des composites réalisés

Les coefficients piézoélectriques observés dépendent à la fois de la granumétrie des poudres mais aussi de l'épaisseur des bandes. En ce qui concerne l'influence de la granumétrie des poudres de PZT, cela s'explique par la qualité de polarisation des grains. Des grains grossiers seront plus facilement polarisables car les épinglages des parois de domaines sont plus faibles. En ce qui concerne l'influence de l'épaisseur de la bande (à granulométrie constante), cela semble plus difficile à expliquer. Il est probable que pour les bandes plus épaisses, l'état de compactage est plus élevée et cela conduit à l'obtention d'un coefficient piézoélectrique plus élevé.

2.4.2.6 Caractérisation mécanique

Des essais de traction ont étés réalisés sur le polymère (PU) seul, ainsi que sur les composites (Figure 2-35(a)). Les échantillons de forme rectangulaires sont placés entre les mâchoires d'une machine de traction, qui tirent sur l'échantillon jusqu'à sa rupture. Un exemple typique d'une courbe de traction d'un composite est présenté figure 2-34(b).



Figure 2- 35 : Essai de traction réalisé sur un échantillon PU/PZT (10µm)(a) dispositif de mesure (b)exemple de courbe obtenue

Les valeurs de module d'Young obtenues sont présentées dans le tableau 2-13.

Matériau	Module d'Young (MPa) ¹
Film de PU seul	2,58
PU/44% PZT (10μm)	3,6
PU/ 44% PZT (80μm)	10,01



Nous constatons donc que les composites ont un module d'Young supérieur à celui du PU vierge. Plus la taille des grains est grande et plus le module d'Young devient grand.

2.4.2.7 Estimation des matrices diélectriques, piézoélectriques et élastiques des composites piézoélectriques PU/PZT

Permittivité diélectrique

La permittivité relative des composites PU/PZT ne dépend que des fractions relatives de chaque phase et de leurs constantes diélectriques propres. Effectivement, nous avons observé qu'à taux de charge constant, cette permittivité ne dépend pas de la taille des grains de PZT. La fraction volumique en PZT de nos composites est de 44%. Le PU est supposé isotrope et nous allons utiliser la valeur de permittivité diélectrique mesurée sur le PU

¹ Essai de traction statique réalisé avec une vitesse de tirage fixe de 50 mm/min sur des films minces d'épaisseur environ 50 µm

seul pour ces calculs. Pour les charges P191 (poudre céramique de saint gobain ®), nous utiliserons les valeurs théoriques (chapitre 3-tableau 3-2).

Modèle	Permittivité relative
Lichtenecker	68,66
Webman	15,34
Furukawa	10,70
Yamada (pour n=8,5)	24,3
Maxwell - Wagner	10,70
Knott	10,70
Skipetnov	7,5

Le tableau 2-14 présente les résultats de calcul des constantes diélectriques en utilisant différents modèles.

 Tableau 2- 14 : Valeurs théoriques de la permittivité diélectrique pour chaque modèle, à une fraction

 volumique de 44%, pour le PU/PZT

Les mesures expérimentales de ε^{r} des composites nous donne 22 (pour le PU/PZT ($\approx 10\mu m$)) et PU/PZT ($\leq 80\mu m$)). D'après le tableau 2-14 seul le modèle de Yamada permet d'obtenir une valeur proche de celle obtenue expérimentalement. On retrouve ici les conclusions de Sakamoto [Sakamoto 02] qui pour des composites PU/PZT avait lui aussi une bonne corrélation entre ses résultats expérimentaux et la modélisation de Yamada.

Le modèle de Yamada est ainsi utilisé pour déterminer la matrice complète des propriétés diélectriques de composites PU/PZT. Le PU étant supposé isotrope, les composants de la diagonale sont donc les mêmes ; contrairement au PZT qui n'est pas isotrope.

Nous obtenons alors :

$$\varepsilon_{ij}^{r_PU/PZT(10\mu m)} = \varepsilon_{ij}^{r_PU/PZT(\le 80\mu m)} = \begin{bmatrix} 24,20 & 0 & 0\\ 0 & 24,20 & 0\\ 0 & 0 & 24,27 \end{bmatrix}$$
 Eq 2. 54

Constantes piézoélectriques

Nous utilisons aussi le modèle de Yamada.

Pour la composition PU/PZT ($\approx 10\mu$ m), le d₃₃ mesuré est $\approx 7pC/N$. Cependant, avec le modèle de Yamada, lorsque les charges sont polarisées à 100% (d₃₃ théorique du PZT : 600pC/N, avec en n=8,5), le d₃₃ du composite serait de 15,2 pC/N. La phase céramique n'est donc probablement pas polarisée à 100%. En considérant la valeur expérimentale (d₃₃ du composite égal à 7pC/N) et en reprenant le calcul à l'envers, nous obtenons un taux de polarisation α de 45%. Ainsi pour PU/PZT (10 μ m) et pour une polarisation à 44% nous obtenons la matrice suivante :

$$d_{ij}^{PU/PZT(10\mu m)} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 5,9 & 0\\ 0 & 0 & 0 & 5,9 & 0 & 0\\ -2,9 & -2,9 & 7 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} pC/N$$
 Eq 2.55

Pour la composition PU+ PZT ($\leq 80\mu$ m), le d₃₃ mesuré (34pC/N) est beaucoup plus élevé que la valeur théorique calculée (100% de polarisation, 45vol% de PZT, d₃₃=15,2 PC/N).

Il faut donc revenir sur les hypothèses de Yamada. Il a fait l'hypothèse d'une dispersion de grains ellipsoïdaux de PZT dans une matrice de PU. Pour expliquer ses fortes valeurs de constantes diélectriques et piézoélectriques, il a dû attribuer aux ellipsoïdes un très grand facteur de forme (2,8) et non réaliste avec ces poudres réelles qui étaient presque sphériques. Il a dû faire une hypothèse supplémentaire en imaginant que les grains étaient spécifiquement très bien compactés (création de pseudo piliers piézoélectriques) perpendiculairement à la surface des bandes. On crée ainsi avec des grains sphériques et une directivité de compaction des pseudo-ellipsoïdes piézoélectriques de facteur de forme 2,8.

Pour expliquer nos résultats, il faudrait imaginer des grains encore plus allongés : facteur de l'ellipsoïde : 4,45 ce qui n'est pas réaliste par rapport à nos grains. Cependant si nous considérons que les grains sont sphériques, ils seraient alors très bien compactés dans la direction perpendiculaire à la surface et moins bien compactés dans les autres directions. Pour obtenir nos valeurs, il faudrait donc imaginer une fraction volumique en PZT de l'ordre de 80vol% dans cette direction.

La fraction volumique x dans les deux autres directions est alors obtenue selon ;

$$0,44 = \sqrt[3]{0,8} * \sqrt[3]{x^2}$$
 Eq 2. 56

Ce qui donne une fraction volumique de 33vol% dans les deux autres directions.

Pour obtenir la matrice complète, en appliquant la démarche de Yamada basé sur l'empilement de pseudoellipsoïdes avec un facteur correctif de forme de 13,6 (en supposant le facteur de l'ellipsoïde égal à 4,45). Nous obtenons :

$$d_{ijk}^{PU/PZT(\le 80\mu m)} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 29 & 0\\ 0 & 0 & 0 & 29 & 0 & 0\\ -14 & -14 & 34 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} pC/N$$
 Eq 2.57

Constantes élastiques

Le P191 (ρ =7,41g/cm³ ; v=0,34 ; C44=33,6 GPa) n'est pas un matériau isotrope ; cependant nous pouvons faire une estimation de son module d'Young. En utilisant les relations (modules d'Young-constantes élastiques [Royer 99]), nous obtenons E_{P191}≈90,05 GPa.

L'application du modèle de Yamada avec ces valeurs de module d'Young ($E_{PU}\approx 2,58$ MPa, $E_{P191}\approx 90,05$ GPa) donne pour le composite un module d'Young : $E_{PU/PZT Yamada} = 4,3$ MPa.

Le module d'Young relevé est de 3,6 MPa pour la composition PU+ PZT ($\approx 10\mu$ m). Cette valeur est inférieure mais proche de la valeur théorique donnée par le modèle de Yamada. Nous pouvons alors introduire un facteur correctif donné comme :

Chapitre 2 : Réalisation et caractérisation piézoélectrique et mécanique des lames piézoélectriques composites

$$\beta = \frac{E^{Yamada}}{E^{Exp}} = \frac{4.3}{3.6} \approx 1.2$$
 Eq 2. 58

L'équation de Yamada devient alors :

$$E_{eff} = \frac{1}{\beta} * E_1 [1 + \{f(E_2 - E_1)\}/\{E_1 + n'(E_2 - E_1)(1 - f)\}]$$
 Eq 2. 59

Nous obtenons alors la matrice suivante :

$$C_{ijkl}^{PU/44\% PZT(10\mu m)} = \begin{bmatrix} 3,20 & 1,14 & 1,14 & 0 & 0 & 0 \\ 1,14 & 3,20 & 1,14 & 0 & 0 & 0 \\ 1,14 & 1,14 & 3,20 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1,02 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1,02 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1,02 \end{bmatrix} M Pa \qquad \text{Eq 2. 60}$$

Le module d'Young augmente expérimentalement avec la taille des grains puisqu'il devient égal à 10,01MPa pour la composition PU+ PZT ($\leq 80 \mu m$).

Le terme correcteur pour le calcul de la matrice devient :

$$\beta = \frac{E^{Yamada}}{E^{Exp}} = \frac{4.3}{10.01} \approx 0.44$$
 Eq 2. 61

D'où

$$C_{ijkl}^{PU/44\%PZT(\leq 80\mu m)} = \begin{bmatrix} 8,75 & 3,13 & 3,13 & 0 & 0 & 0 \\ 3,13 & 8,75 & 3,13 & 0 & 0 & 0 \\ 3,131 & 3,13 & 8,75 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2,79 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2,79 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2,79 \end{bmatrix} MPa \qquad \text{Eq 2. 62}$$

Ces valeurs seront donc utilisées pour la modélisation par élément finis sur Comsol Multiphisics®, partie qui sera développée dans le chapitre 3.

2.4.3 Elaboration des composites piézoélectriques PI/PZT

Avec une matrice en PU, il nous a été possible d'obtenir des matériaux piézoélectriques composites très flexibles, avec des propriétés piézoélectriques plus ou moins importantes. Cependant, nous nous sommes rendu compte que la réalisation des électrodes était difficile sur ces composites (problème de mouillabilité et d'élasticité excessive pour l'impression jet d'encre).

D'autre part l'état de polarisation des grains de PZT est limité par les valeurs du champ électrique et de la température que l'on peut appliquer sur le composite. Avec une matrice en PU ces valeurs sont relativement faibles.

Nous proposons de présenter les résultats concernant des composite PI/PZT. L'utilisation d'une matrice en PI (Polyimide) nous permettra de polariser à plus fort champ et à plus haute température. C'est aussi un polymère relativement plus rigide qui devrait mieux supporter le dépôt d'électrode par impression jet d'encre.

2.4.3.1 le Polyimide

Les polyimides (en abrégé PI) sont des polymères colorés (souvent ambrés) qui comportent des groupes imides dans leur chaîne principale. Les polyimides sont surtout connus pour leur thermostabilité. Le Polyimide utilisé dans le cadre de cette thèse est le Poly(pyromellitic dianhydride-co-4,4'-oxydianiline), amic ; thermodurcissable, commercialisé sous forme non réticulée en solution par la compagnie *SIGMA-ALDRICH*®.

Les polyimides présentent de nombreuses qualités comme :

- une excellente résistance aux températures élevées (un des avantages dont le PU est dépourvu) et aux radiations,
- une forte résistance à l'usure,
- très bonnes caractéristiques mécaniques,
- d'un point de vue acoustique, ils sont peu absorbants, ce qui est un avantage en ce qui concerne le futur fonctionnement du capteur

2.4.3.2 Protocole expérimental et réalisation

Dans un premier temps, les grains de PZT sont dispersés dans le N-méthyl-2-pyrrolidone (NMP). Le pourcentage volumique des PZT est toujours 44%. Le solvant étant toxic, les manipulations sont faites obligatoirement sous hotte aspirante. Ensuite, après une agitation manuelle du mélange (PZT solvant), la solution de PI est ajoutée. Une autre agitation est faite manuellement afin d'avoir une solution homogène. Le protocole est plus simple puisque nous avons accès directement à un Polyimide en solution. (Figure 2-36).



Figure 2-36 : Protocole du mélange PI/PZT

Le PI à un comportement très différent du PU. Par exemple le PI polymérise à une température très élevée contrairement au PU qui polymérise à l'ambiante. Une autre difficulté que nous avons rencontrée avec le PI est qu'il est non mouillant sur notre support téflonisé de coulage en bande. Le mélange ne s'étale pas sur le support (Figure 2-37). Ces composites sont donc impossibles à réaliser par coulage en bande.



Figure 2- 37 : Comportement du mélange PI/PZT sur le film de coulage en bande

Dans un deuxième temps, nous avons tenté de couler ces composites sur du verre. L'étalement du mélange se passe bien. Les bandes sont ensuite séchées à l'étuve selon le cycle suivant (Figure 2-38).



Figure 2- 38 : Cycle de séchage du mélange PI/PZT

Le premier plateau à 80°C dure 30min et permet l'évaporation du solvant. Il faut ensuite monter progressivement la température jusqu'à 250° pour permettre la polymérisation. Avec cette procédure, nous arrivons à avoir un film composite mais il nous était difficile de les décoller du support de verre (Figure 2-39).



Figure 2- 39 : PI/PZT obtenu après utilisation du cycle de séchage du PI

Pour éviter le collage, nous avons alors décollé le film entre les deux phases de séchage (80°C et 250°C) de son support verre, juste après l'évaporation du solvant (Figure 2-40 (a)). Cependant, après polymérisation, le film, non maintenu se déforme excessivement et irréversiblement (Figure 2-40 (b)). Le maintien entre deux plaques de verre pendant cette phase de polymérisation provoque quant à lui la fissuration (Figure 2-40 (c)).



Figure 2- 40 : Film de PI/PZT (a) juste après la première phase de séchage à 80°C, (b) après polymérisation à 200°C sans exercer de pression, (c) après polymérisation tout en exerçant à 200°C une pression

En conclusion, le verre présente une capacité à l'étalement du composite. Cependant cette technique, très simple conduit à l'obtention de bandes trop épaisses, probablement non homogènes, lesquelles ensuite ne peuvent sécher correctement.

Finalement nous avons utilisé un dispositif de coulage spécifique pour ce type de polymère et qui permet de réaliser des bandes calibrées et très fines: le K Hand Coater de la société *ERICHSEN* ® (Figure 2-41).

Le K Hand Coater est essentiellement constitué d'un support et des barres d'enduction.

 Les barres d'enduction sont réalisées par le bobinage d'un fil calibré d'acier inoxydable autour d'une barre d'acier inoxydable générant un filetage toujours identique. Ce filetage permet de contrôler parfaitement l'épaisseur humide de film déposé. Les barres ainsi réalisées permettent suivant les modèles un dépôt de 4 à 120 μm. Des épaisseurs de films supérieures jusqu'à 500μm peuvent être obtenues par des barres spiralées. • Le support de couchage est constitué de trois matières (Melinex/mousse/caoutchouc) .



• Figure 2- 41 : Dispositif K Hand Coater de la société ERICHSEN (a) avant le coulage, (b) début du coulage, (c) pendant le coulage

Jusqu'ici le support qui permet le mieux de faire un coulage de mélange à base de PI étant le verre, il est donc placé sur le support de coulage du dispositif K Hand coater (Figure 2-41 (a)). Le mélange préparé en suivant le protocole présenté à la figure 2-36 est ensuite déposé sur la partie supérieure du support (Figure 2-41 (b)). Le mélange est étalé le long du support à l'aide de la barre d'enduction comme l'indique la figure 2-41 (c). Pour finir le séchage est fait à l'étuve pendant 30min à 80°C. Le film est déjà formé. Il peut être enlevé facilement du support (Figure 2-42).



Figure 2- 42 : Film de composite PI/PZT obtenu après évaporation du solvant à 80°C au four pendant <u>30 min</u> Un autre chauffage à 200-250°C entre deux plaques de verre permet de rendre le film encore plus souple. Nous constatons aussi un changement de couleur qui tend vers la couleur du PI seul, indice d'un bon état de polymérisation (Figure 2-43).



Figure 2-43 : Film de composite PI/PZT obtenu après polymérisation du PI

Nous avons ainsi réalisé différents composites PI/PZT chargés à 44vol% et avec deux granuloméries de poudre PZT : $\approx 10 \mu m$ et $\leq 80 \mu m$.

2.4.3.3 Observation de la dispersion des particules de PZT au microscope électronique à balayage (MEB)

Les observations MEB ont été réalisées sur la surface des composites PI/PZT.

Pour les PI/PZT (10µm), le film est peu homogène, mais surtout assez poreux (Figure 2-44).



Figure 2- 44 : Image MEB de la vue de surface des films composites PI /PZT (10μm) avec un grossissement de (1) 45, (2)50 et (c) 250

Cependant pour les PI/PZT (≤80µm) le film est dense et la dispersion de PZT homogène (Figure 2-45).



<u>Figure 2- 45 : Image MEB de la vue de surface des films composites PI /PZT (≤80µm) avec un</u> grossissement de (1) 250, (2)1000 et (c) 2000

Les observations en épaisseur de ces films ont confirmé les précédentes observations. En conclusion, pour utiliser le PI comme matrice polymère, il vaut mieux travailler avec des gros grains de PZT.

2.4.3.4 Caractérisation diélectrique et estimation de la matrice des constantes diélectriques

La mesure à 1KHz nous permet d'obtenir la valeur de la permittivité diélectrique, des composites réalisés à base de PI, ainsi que celui du PI utilisé pour la réalisation des composites (tableau 2-15).

Matériau	ε _r
PI	4,8
PI/44% PZT (≈10μm)	22
PI/44% PZT (≤80μm)	36

Tableau 2-15 : Propriétés du PI ainsi que des composites réalisés

Nous constatons encore une fois que la permittivité diélectrique relative des composites est plus importante que celle de la matrice polymère. Nous constatons également que pour les composites PI/PZT ($\leq 80 \mu$ m), la permittivité diélectrique est plus élevée que pour les composites PI /PZT (10μ m). Ceci peut s'expliquer par la présence de pores dans les films composites PI /PZT (10μ m).

Le modèle de Yamada est valide pour le composite sans porosité ($\leq 80 \mu m$) : la valeur (36) est comparable à celle relevée expérimentalement (36). Il nous est alors possible de calculer la matrice complète en prenant n=8,5:

$$\varepsilon_{ij}^{r_PI/PZT(\le 80\mu m)} = \begin{bmatrix} 36 & 0 & 0\\ 0 & 36 & 0\\ 0 & 0 & 36,2 \end{bmatrix}$$
 Eq 2. 63

2.4.3.5 Caractérisation piézoélectrique et estimation des constantes de la matrice des constantes piézoélectriques

a. Polarisation

Le PI a une température de transition vitreuse (Tg) très élevé (310-360°C). C'est un autre avantage comparativement au PU car il est à priori possible de polariser ces composites à plus haute températures. Ce qui favorise l'état de polarisation de grains de PZT comme déjà observé par Capsal [Capsal 08], Li [Li 13], Du [Du 06, Du 07], ou encore Feng [Feng 06] lesquels ont systématiquement observés une augmentation des propriétés piézoélectriques de différents composites 3-0 avec l'augmentation de la température de polarisation.

L'influence de la température de polarisation n'a été étudiée que sur les composites PI /PZT ($\leq 80\mu$ m), puisque les autres, étant poreux, claquaient à trop bas champ électrique. Même pour ces composites PI/ 44% PZT (80μ m), les tensions supportables par le composite restent très faibles ($1,5\cdot10^4$ V/m). Au-delà de ce champ il y a claquage. Une augmentation de la température de 50 à 150°C conduit toujours au claquage à la même tension. L'état de polarisation est donc très faible et il est probable que l'augmentation de la température ne modifie que très peu cet état. Ces faits expérimentaux peuvent probablement s'expliquer par une porosité résiduelle que nous n'avons pas pu mettre en évidence.

Pour contourner ce problème, nous avons tenté de créer une structure sandwich avec en son cœur une fine couche de PI exempte de porosité qui évitera les court-circuits électriques pendant la polarisation (Figure 2-46). Malheureusement, il semble que là aussi l'échantillon sandwich soit encore poreux et n'empêche pas les court-circuits. Il est aussi possible que lors de la réalisation de cette structure l'adhérence entre les différentes couches ne soit pas parfaite, laissant alors des espaces vides.



Figure 2-46 : Schéma de deux échantillons de PI/PZT prenant en sandwich une fine couche de PI

En conclusion, dans le cadre de cette thèse, nous n'avons pas pu optimiser rapidement la réalisation de ces composites. Pour la suite de ce travail, nous nous contenterons d'utiliser les composites ainsi préparés en acceptant de les polariser à basse tension.

b. Mesures de d₃₃ et estimation de la matrice piézoélectrique

Evidemment, compte tenu de l'état de polarisation partiel des composites, les valeurs d_{33} mesurées sont faibles (15pC/N) et inférieures à celles observées sur PU/PZT (34pC/N). Nous n'avons donc pas pu améliorer les propriétés piézoélectriques de nos composites en remplaçant le PU par le PI.

Les échantillons en sandwich ont plutôt des d_{33} un peu plus élevés (~21pC/N). Le modèle de Yamada a été utilisé en prenant comme pour les composites un facteur de forme de 4,45. Pour obtenir les mêmes valeurs de coefficient piézoélectrique, le taux de polarisation devient 45%.

Nous pouvons compléter la matrice :

$$d_{ij}^{PI/PZT(\le 80\mu m)} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 18,24 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 18,24 & 0 & 0 \\ -8,85 & -8,85 & 21,5 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} pC/N$$
 Eq 2. 64

2.4.3.6 Caractérisation mécanique et estimation de la matrice des constantes élastiques

Des essais de traction ont été réalisés sur le PI seul, ainsi que sur les composites PI/PZT. Les valeurs obtenues sont inscrites dans le tableau 2-16.

Matériau	Module d'Young (MPa)
Film de PI seul	2762
Composite : PI/ 44% PZT (≈10µm)	-
Composite : PI/ 44% PZT (≤80µm) juste après élimination du solvant	791
Composite : PI/ 44% PZT (≤80μm) après traitement thermique à 250°C	99

Tableau 2-16 : Module d'Young des composites PI/PZT et celui de leur matrice PI

Le module d'Young des composites est inférieur à celui de la matrice polymère. Cela ne peut s'expliquer par la présence des pores dans les films composites PI/PZT. Nous avons aussi remarqué que le module d'Young diminue pendant la dernière phase de l'élaboration c'est-à-dire le chauffage à 250°C, ceci ne peut s'expliquer que par la création d'une structure polymérique plus lâche.

Normalement le module d'Young ne devrait pas changer (ou même devrait augmenter puisque la polymérisation augmente). Cette diminution ne peut provenir que de la cassure des chaînes de polymère lors du traitement thermique, qui se fait à une température très élevée et qui tend vers le Tg du PI (350°C).

Le module d'Young est ainsi très faible par rapport à la valeur théorique (modèle de Yamada) qui est de 4450 MPa. Ainsi, de la même manière que précédemment, si nous cherchons le rapport entre les constantes théoriques et expérimentales nous obtenons γ tel que :

$$\beta = \frac{E^{Yamada}}{E^{Exp}} = 45$$
 Eq 2. 65

Ainsi la relation pour déterminer les constantes élastiques devient :

$$E_{eff} = \frac{1}{\beta} * E_1 [1 + \{f(E_2 - C_1)\} / \{E_1 + n'(E_2 - E_1)(1 - f)\}]$$

Puis nous obtenons :

$$C_{ijkl}^{PI/PZT(\leq 80\mu m)} = \begin{bmatrix} 293,75 & 118,54 & 117,90 & 0 & 0 & 0\\ 118,54 & 293,75 & 117,90 & 0 & 0 & 0\\ 117,90 & 117,90 & 292,48 & 0 & 0 & 0\\ 0 & 0 & 0 & 36,90 & 0 & 0\\ 0 & 0 & 0 & 0 & 36,90 & 0\\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 36,34 \end{bmatrix} MPa \quad \text{Eq 2. 66}$$

2.4.4 Comparaison des différentes compositions (PU/PZT-PI/PZT)

Nous avons réalisé deux types de matériau composites à base de polymère. Un ayant comme matrice polymère le PU que nous avons nommé PU/PZT et l'autre à base de PI nommé PI/PZT, tous les deux chargés à 44% de PZT.

Dans un premier temps nous avons constaté que les PI/PZT présentent des propriétés diélectriques beaucoup plus intéressantes que les PU/PZT. Ce constat s'explique par la permittivité diélectrique du PI qui est plus élevée que celle du PU.

Ensuite concernant les constantes élastiques, nous constatons que le module d'Young des PU/PZT est moins élevé que celui du PI/PZT. En d'autres thermes les composites PU/PZT sont beaucoup plus souples que les PI/PZT. Ceci peut être un avantage et en même temps un inconvénient. En effet un module d'Young très faible implique que le matériau est très élastique, et est capable d'épouser parfaitement une surface, même si celle-ci à une forme très complexe. Cependant cela rend difficile le dépôt des électrodes interdigitées par la méthode d'impression par jet d'encre.

Enfin par rapport aux propriétés piézoélectriques, les composites PI/PZT présente des coefficients piézoélectriques moins élevés que les PU/PZT et cela est probablement dû à un mauvais état de préparation de ces composites.

2.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons effectué un rappel sur la piézoélectricité, les équations piézoélectriques et les différents matériaux piézoélectriques. Deux types de composites piézoélectriques élaborés dans le cadre de cette thèse ont été présentés.

Le premier est un matériau composite piézoélectrique de connectivité 3-3. La continuité du squelette en BaTiO₃ permet d'avoir un d₃₃ assez élevé pour les mousses. Cependant les propriétés piézoélectriques de ces mousses diminuent lorsqu'elles sont imprégnés mais restent importantes pour un matériau flexible (bien supérieur au PVDF). Cela peut être dû à la méthode d'imprégnation ou à la méthode de rectification permettant d'obtenir une épaisseur donnée après l'imprégnation. D'autre part, la flexibilité de ces composites est assez faibles.

Le deuxième type de matériaux concerne les composites de connectivité 3-0. Pour ce composite les particules piézoélectriques ne sont pas connectées entre elles, ce qui explique de faibles coefficients d_{33} . Cependant ces composites répondent à nos critères de flexibilité.

Concernant les caractéristiques diélectriques, piézoélectriques et mécaniques, il nous a été possible de proposer des matrices qui pourront alimenter la modélisation des capteurs, en utilisant le modèle de Bowen affecté d'un coefficient correcteur pour les 3-3, et le modèle de Yamada affecté d'un coefficient correcteur des différents composites PU/ZT et PI/PZT.

Nous disposons aujourd'hui de matériaux piézoélectriques flexibles bon marché et ayant des d_{33} assez élevés. Ce résultat est encourageant car nous obtenons des constantes d_{33} supérieures à celles du PVDF, qui est le polymère piézoélectrique le plus connus ($d_{33}\approx22$ C/N). De plus, les composites ont une bonne tenue en température (+20°C pour le PU, +200°C pour le PI et +100°C pour la résine). Les réponses acoustiques des capteurs à base de BaTiO₃, PU/PZT, PI/PZT et PVDF seront présentées et comparées dans le chapitre 4.

Chapitre 3

Optimisation des capteurs IDT- Modélisation

Sommaire

Introductio	on	. 95
3.1 Aptitu	de des différents matériaux piézoélectriques pour la génération des SAW	. 95
3.1.1	Modélisation	. 95
3.1.2	Les différents matériaux piézoélectriques étudiés	. 98
3.1.3	Estimation de la vitesse	100
3.1.4	Estimation des déplacements	104
3.1.5	Etude de l'énergie rayonnée dans la lame piézoélectrique	106
3.1.6 de l'onde	Etude de l'influence de chaque propriété sur l'amplitude des déplacements et la vites e générée	se 109
3.2 Etude substrat	des conditions optimales à remplir pour les capteurs IDT afin de générer des SAW sur	un 113
3.2.1	Modèle pour la simulation	113
3.2.2	Simulations pour le couple de matériau Pz29/Aluminium	116
3.2.2.2	1 Influence de l'épaisseur de la lame piézoélectrique	117
3.2.2.2	2 Influence de la longueur de la lame piézoélectrique	126
3.2.2.3	3 Influence d'une contre électrode	129
3.2.3	Simulation pour le couple de matériaux LiNbO ₃ /Aluminium	131
3.2.4 collées s	Simulation d'un capteur IDT composé de différentes natures de lames piézoélectrique aur différents substrats	es 132
3.2.5 surface s	Etude de l'énergie rayonnée par les capteurs IDT conçu pour générer les ondes de sur un substrat	134
3.3 Conclu	usion	137

Introduction

Ce chapitre est consacré à l'optimisation des principaux paramètres des capteurs IDT. Nous étudierons en premier lieu les matériaux piézoélectriques et leurs potentialités à générer les SAW. Afin de réaliser cette optimisation, nous ferons des modélisations par éléments finis, à l'aide du logiciel commercial COMSOL Multiphysics ®. Ensuite, le design du capteur IDT à adopter sera étudié afin d'atteindre nos objectifs c'est-à-dire générer les ondes de surface avec des amplitudes importantes sur un substrat en vue du CND. Nous nous intéresserons aux paramètres comme l'épaisseur de la lame piézoélectrique, la périodicité des électrodes, le contact entre la lame piézoélectrique et le substrat etc.

3.1 Aptitude des différents matériaux piézoélectriques pour la génération des SAW

3.1.1 Modélisation

Afin d'optimiser le choix des différents paramètres pour assurer la génération d'onde de surface avec des niveaux de déplacements significatifs, c'est-à-dire permettant d'envisager du contrôle non destructif, nous avons réalisé une modélisation par éléments finis à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics[®]. Dans un premier temps, à partir des différentes propriétés mécaniques et piézoélectriques dont nous disposons, nous avons étudié la capacité des différents matériaux piézoélectriques à générer les ondes de surface.

Nous avons utilisé le module "Mécanique de Structure" dans le module "MEMS" de COMSOL 3.5a pour simuler la propagation des ondes dans les matériaux. Avec ce module de COMSOL Multiphysics nous avons besoin des propriétés suivantes : la permittivité relative ε_{ij}^{S} , les constantes élastiques c_{ijkl}^{E} , les constantes piézoélectriques e_{ij} et la masse volumique ρ .

Pour la résolution d'un problème à l'aide de COMSOL nous aurons les étapes suivantes :

- ✓ Création de la géométrie 2D;
- ✓ Définition des propriétés physiques intervenant dans les équations aux dérivées partielles ou tout simplement le choix du matériau (s'il existe déjà dans la bibliothèque);
- ✓ Définition des conditions aux limites ;
- ✓ Choix du Maillage ;
- ✓ Résolution numérique ;
- ✓ Visualisation des résultats.
- ✓ Analyse et interprétation

~ 95 ~

Nous avons travaillé en 2D en considérant le milieu infini dans la troisième direction "Z". Ainsi, les ondes de surface ont un plan sagittal correspondant au plan XY. Cette possibilité de travailler en deux dimensions a permis de limiter le nombre de nœuds et ainsi de réduire considérablement les temps de calculs.

Avec la méthode des éléments finis, le domaine de résolution est discrétisé en sous domaines appelés éléments. Ces éléments sont les briques élémentaires dont le maillage va représenter le système géométrique à simuler. Les éléments sont composés de plusieurs nœuds comme l'indique la Figure 3-1.



Figure 3-1 : Exemple d'éléments de maillage éléments finis [Lipinski 2012].

Etant donné que nous travaillons en 2D, nous avons utilisé les éléments quadrangulaires linéaires car ces éléments permettent d'avoir un maillage assez uniforme. Concernant la taille de ces éléments, différents essais ont montré qu'il fallait prendre une taille inférieur ou égale à $\lambda/10$ pour obtenir de bons résultats.

Concernant le pas temporel et le temps complet du calcul, nous avons toujours utilisé un pas temporel très petit égal à T/20, où T est la période du signal d'excitation. Le temps minimum complet de calcul ou encore T_c est donné par :

$$T_c = nombre \, d'impulsion * période + \frac{longueur \, de \, la \, lame}{Vitesse \, de \, l'onde}$$
 Eq 3. 1

Avec cette valeur de T_c , il est possible d'observer l'intégralité des ondes se propageant sur la lame piézoélectrique. Ceci sera illustré par la suite comme par exemple sur la figure 3-6.

Pour l'ensemble des tests réalisés dans ce chapitre par modélisation, nous n'avons pas considéré l'atténuation dans les lames piézoélectriques ainsi que dans les substrats. En effet, afin de limiter les temps de calcul et le nombre de nœuds des maillages, les éléments modélisés sont très réduits et ne correspondent pas aux dimensions réelles. Dans ces conditions, la problématique de l'atténuation n'est pas prise en compte.

Modèle de simulation

Le modèle utilisé pour cette partie de notre étude est constitué de trois blocs : la lame piézoélectrique sur laquelle les ondes de surface seront générées et les deux amortisseurs se trouvant de part et d'autre de cette lame piézoélectrique (Figure 3-2).



Figure 3- 2 : Modèle de simulation pour la génération d'onde de surface sur une lame piézoélectrique (modèle 1)

Sur ce modèle nous désignons par :

- a : largeur des électrodes
- b : espacement entre les électrodes
- e : épaisseur de la lame piézoélectrique
- P₁ et P₂ : points où sont relevés les déplacements respectivement pour 2 paires d'électrodes et 5 paires d'électrodes

Nous avons choisi pour la lame piézoélectrique une épaisseur « e » suffisamment importante (e \approx 10. λ_R) vis-à-vis de la longueur d'onde des ondes de Rayleigh λ_R pour éviter toute génération d'onde de Lamb.

Les amortisseurs ont pour rôle d'éviter le retour intempestif des ondes après réflexion sur les extrémités de la lame. Pour ajouter les amortissements, nous avons créé deux surfaces aux deux extrémités de la lame piézoélectrique, avec les mêmes propriétés que cette dernière. Ceci permet d'éviter toute réflexion liée à une rupture d'impédance acoustique. Ensuite, nous imposons une atténuation en modifiant les propriétés de ces éléments de surface.

Pour obtenir cette propriété d'atténuation sur Comsol, nous auront les étapes suivantes :

~ 97 ~

Après avoir ouvert la fenêtre « *Subdomain Settings* » (en faisant *Menu -> Physics -> Subdomain Settings*), nous sélectionnons la géométrie correspondant à l'amortisseur puis dans l'onglet « *Damping* » nous pouvons choisir le model : « *Rayleigh* » pour le « *structure Damping* ». Il faut ensuite définir les valeurs des coefficients d'amortissements α (paramètre lié à la masse) et β (paramètre lié à la raideur). Nous fixons $\alpha = 0$ et $\beta = k . ((x - x1)/(x2 - x1))^2$ où x1 correspond à la position de l'amortisseur, (x2 - x1) correspond à la largeur de l'amortisseur, et k correspond à un coefficients et pour k=10⁻⁶, nous arrivons à avoir un amortisseur quasi-parfait. La recherche de la bonne valeur de k est importante car elle influence directement la qualité de l'amortisseur, l'amortisseur, par contre si il est trop faible l'onde « rebondit » à l'autre extrémité de l'amortisseur, l'atténuation n'est alors plus suffisante compte tenu de la largeur de ce dernier. Expérimentalement, la "pâte à fixe" peut « jouer » le rôle d'un amortisseur.

Etant donné que l'épaisseur de la lame est choisie suffisamment grande vis-à-vis de la longueur d'onde ($e \approx 10.\lambda_R$) pour être dans les conditions d'une propagation des ondes de Rayleigh, nous avons la possibilité lors d'un même calcul de générer des ondes de Rayleigh sur la face supérieure et sur la face inferieure de la lame piézoélectrique. Ceci nous a permis de tester simultanément deux configurations. A partir d'un seul modèle et un seul calcul nous avons imposé un premier schéma avec 4 électrodes (au-dessous) et un deuxième schéma avec 10 électrodes (au-dessus) (Figure 3-5).

Sur les électrodes, nous pouvons imposer différentes excitations électriques et en particulier nous avons testé des excitations de type « burst » car ce type d'excitation correspond à celui que l'on emploie en général expérimentalement. En effet, en imposant un nombre suffisant de sinusoïdes avec des amplitudes de quelques dizaines de volts, les amplitudes des ondes de surface générées permettent de réaliser des mesures sur la plupart des matériaux.

3.1.2 Les différents matériaux piézoélectriques étudiés

Nous avons testé différents matériaux piézoélectriques et nous les avons ajoutés à la bibliothèque des matériaux de COMSOL Multiphysics. Nous avons d'une part les matériaux rigides et d'autre part des matériaux souples. En ce qui concerne les matériaux rigides, il s'agit des PZT (Pz21¹, Pz23¹, Pz24¹, Pz26¹, Pz27¹, Pz28¹, Pz29¹, Pz34¹, Pz46¹, P191², BM500³, BM527³, BM532³) et du Niobate de Lithium (LiNbO₃ XY 128⁴). Les matériaux souples étudiés sont le PVDF⁵, les composites PU/P191⁶ et

¹ Céramiques piézoélectriques élaborés par la société FERROPERM

² Céramiques piézoélectriques élaborés par la société Saint Gobain

³ Céramiques piézoélectriques élaborés par la société Sensor Technology Ltd

⁴ [Royer 99]
	Symbole	Unité	Pz29	Pz27	Pz21	Pz23	P191	Pz28	Pz26	Pz24	Pz34
Constantes	ε _{1,r}	1	2438	1796	3245	1375	2808	1220	1193	739	237
diélectriques	8 _{3,r}	1	2874	1803	3985	1503	3400	1990	1326	425	208
	e ₃₁	C/m ²	-5	-3,09	-2,92	-1,93	-4,9	-3,6	-2,8	-1,45	-0,35
	e ₃₃	C/m ²	21,2	16	23,42	15,49	21,9	12,43	14,69	9,93	6,52
Constantes Piézo- électriques	e ₁₅	C/m ²	13,4	11,6	16,19	10,81	17,1	10,67	9,86	7,62	2,52
	d ₃₁	pC/N	-243	-170	-259	-128	-247	-114	-128	-58	-5
	d ₃₃	pC/N	574	425	640	328	600	275	328	149	46
	d ₁₅	pC/N	724	506	616	421	509	403	327	247	43
	ρ	Kg/m ³	7460	7700	7780	7700	7410	7700	7700	7700	5700
	C ₁₁	GPa	134	147	114	157	121	152	168	162	150,4
Constantes	C ₁₂	GPa	89	105	76	109	76	91	110	88	65,63
élastiques	C ₁₃	GPa	85,7	93,7	72	98	73	87	99,9	87	65,94
	C ₃₃	GPa	109	113	111	123	113	118	123	134	145,5
	C ₄₄	GPa	18,5	23	26	26	34	27	30,1	31	43,86
Compliance	S ₁₁	10 ⁻¹² m ² /N	17	17	18,2	14,8	16,71	13	13	10	7
	S ₃₃	10 ⁻¹² m ² /N	22,9	23,2	18	19,4	21,41	23	20	23	7

BaTiO₃/résine⁶. Les détails sur les matériaux souples composites réalisés au cours de cette thèse sont donnés dans le chapitre 2. Les tableaux 3-1 et 3-2 contiennent les propriétés mécaniques, électriques et piézoélectriques des matériaux que nous avons testés par modélisation.

Tableau 3-1 : Propriétés des PZT étudiés

 ⁵ Film piézoélectriques réalisés par la société *Measurement Specialties* ⁶ Matériaux élaborés à l'UMONS et au LMCPA dans le cadre du projet *PRISTIFLEX*

	Symbol	Unit	LiNbO ₃	PVDF	PI/PZT(≤80μm)	PU/PZT(≈10µm)	PU/PZT(≤80µm)	Mousse BaTiO ₃ [Anil 09]	Mousse BaTiO ₃	BaTiO3/r ésine
Constantes	ε _{1,r}	1	44	6	3,604	2,420	2,420	429.18	9,36	9,36
diélectriques	ε _{3,r}	1	38	7	3,618	2,427	2,427	1592.47	11,29	11,29
	e ₃₁	C/m ²	-1,85		-1.10-3	$-4,7.10^{-10^{-1}}$	·6,07·10-	-4.32	-0,42	-0,202
Gandardar	e ₃₃	C/m ²	4,43		4,1:10	1,6.10-5	2,13·10- ⁴	22.4	1,79	1,41
Constantes piézoélectriques	e ₁₅	C/m ²	0,31		7.10^{4}	5,9.10-6	8,17·10- ⁴	7.4	1,03	0,75
	d ₃₁	pC/N		-23	-8,85	-2,9	-14,2		-23	-9
	d ₃₃	pC/N		33	21,5	7	34,5		95	51
	d ₁₅	pC/N			18,24	5,9	29,3			
	ρ	Kg/m ³	4700	1800	4044	3893	3893	5700	2280	3000
Constantes élastiques	C ₁₁	GPa	203	1,63	0,29	3,2.10-3	8,75·10 ⁻³	150.4	21,54	31,2
	C ₁₂	GPa	57	1,42	0,12	1,1.10-3	$3,13\cdot10^{-3}$	65.63	4,87	7,09
	C ₁₃	GPa	70	1,31	0,12	1,1.10-3	$3,13\cdot10^{-3}$	80.94	1,94	2,81
	C ₃₃	GPa	194	3,13	0,29	3,2.10-3	8,75·10 ⁻³	105.9	19,74	28,58
	C ₄₄	GPa	75,8	0,69	0,037	1.10-3	$2,79\cdot10^{-3}$	43.86	8,62	12,5
Compliances	S ₁₁	10 ⁻¹² m ² /N							49,2	33,9
	S ₃₃	10 ⁻¹² m ² /N							51,4	35,5

Tableau 3-2: Propriétés des matériaux piézoélectriques étudiés

lpC/N=lpm/V

3.1.3 Estimation de la vitesse

La connaissance de la vitesse de propagation de l'onde de surface V_R pour les différents matériaux étudiés est nécessaire lorsque l'on veut réaliser le schéma des électrodes d'un capteur IDT. En effet, cette vitesse conditionne la longueur d'onde et par conséquent la taille des électrodes (λ_R /4) et leur périodicité (λ_R /2). Dans un premier temps pour choisir la périodicité des électrodes, nous nous sommes basés sur le calcul des vitesses exactes avec les caractéristiques données dans les tableaux 3-1 et 3-2 à partir des équations donnant la vitesse des ondes de Rayleigh [Royer 99].

Sachant que l'amplitude maximale des déplacements engendrés par les ondes de surface est obtenue pour un nombre de sinusoïde supérieur ou égal au nombre de paires d'électrodes [Deboucq 12], nous

avons imposé sur les électrodes, un "burst" constitué d'un nombre de sinusoïdes égal au nombre d'électrodes.

Ensuite, un maillage spécifique pour chaque matériau avec des tailles d'électrodes différentes ($a = \lambda_R/4$ = $V_R/4*f_0$) adaptées à chaque vitesse (ou matériau) a été fait afin garder la même fréquence d'excitation (20MHz) pour tous les matériaux (tableau 3-1 et 3-2).

$$\lambda = a * 4$$
, $f_0 = V_R / \lambda$ Eq 3. 2

MATERIAUX	V _{R-th} (m/s)	K ² (%)	a (µm)	Fréquence (MHz)
Pz23	2008	4,86	25	20
Pz24	2158	1,24	27	20
Pz26	2080	3,5	26	20
Pz27	1900	4	24	20
Pz28	2110	3,28	26	20
Pz29	1904	7	24	20
Pz34	2572	1.10-3	32	20
P191	2171	2,6	27	20
Mousse BaTiO ₃ [Anil 09]	2632	0,6	33	20
Niobate XY+128	4000	5,6	50	20
Mousses BaTiO ₃	1762	10-6	22	20
BaTiO ₃ /résine	1887	0,1	24	20

Tableau 3-3 : Différents paramètres utilisé pour la modélisation pour chaque matériau

Dans cette étude, étant donné qu'il est nécessaire d'avoir une épaisseur de lame suffisante pour générer les ondes de surface (e >10. λ_R), nous n'avons pas étudié les composites PU/PZT et PI/PZT ainsi que le PVDF, dont les épaisseurs ne dépassent pas les 300 μ m.

On peut constater aussi que pour les matériaux comme les mousses ou les mousses imprégnées (BaTiO₃/résine) le coefficient de couplage est très faible. Ainsi ces matériaux sont moins aptes à convertir l'énergie électrique en énergie mécanique que les matériaux denses ou rigides.

La figure 3-3 montre un exemple de résultat de modélisation sur lequel il est possible d'observer la génération des ondes de surface. Il est à noter que nous ne voyons pas les électrodes puisqu'elles sont modélisées par des lignes sur les surfaces inférieures et supérieures de la lame piézoélectrique, l'influence de leur masse étant négligeable compte tenu de l'épaisseur de la lame. Les champs de déplacements (dans le sens Y) sont ici visualisés par des niveaux de couleur. Nous pouvons observer que les amplitudes de l'onde de surface générée sur la surface supérieure sont bien plus importantes

(32nm pour l'exemple de la figure 3-3) que celles de l'onde de surface générée sur la surface inférieure (12nm pour l'exemple de la figure 3-3). Ceci est tout simplement lié au fait que chaque paire de doigts contribue à la génération de l'onde (5 paires au-dessus et 2 paires en dessous de la lame). Nous pouvons aussi voir l'efficacité des amortisseurs (à t=20T) dans lesquelles les ondes sont dans un premier temps parfaitement absorbées puis complètement atténuées.



Figure 3-3 : Génération des ondes de surface sur une lame piézoélectrique (Pz29) en fonction du temps pour une excitation de type burst de 10 sinusoïdes

Une autre manière de vérifier que les ondes générées sont bien des ondes de surface, est de calculer la vitesse de propagation de ces ondes à partir des résultats de modélisation. Cette estimation peut être réalisée de deux manières : soit par le passage à zéro ou par intercorrélation. Etant donné la bonne qualité des signaux et le caractère non dispersif des matériaux étudiés, nous avons utilisé le passage à zéro (Figure 3-4) pour déterminer les vitesses [Duquennoy 97].



Figure 3- 4 : Schéma illustrant la méthode de calcul de vitesse avec le passage à zéro(x est la distanceentre un point n et un point n+1)

L'observation est faite en 4 points et les valeurs de vitesses moyennes obtenues à partir des modélisations pour chaque matériau sont inscrites dans le tableau 3-4.

MATERIAUX	V _{TH} (m/s)	V _{MO} (m/s)	Ecart absolu (V _{TH} -V _{MO}) (m/s)	Ecart relatif (V _{TH} -V _{MO}) / V _{TH} (%)
Pz23	2008	1905	103	5,1
Pz24	2158	2100	58	2,7
Pz26	2080	1988	92	4,4
Pz27	1900	1790	110	5,1
Pz28	2110	2018	92	4,4
Pz29	1904	1809	95	5
Pz34	2572	2548	24	1
P191	2171	2030	141	6,5
Mousses BaTiO ₃ [Anil 09]	2632	2600	32	1,2
Niobate XY+128	4000	4000	0	0
Mousses BaTiO ₃	1762	2200	-438	-24,8
BaTiO ₃ /résine	1887	2090	-203	-10,7

Tableau 3-4 : Vitesses des ondes de surface calculées théoriquement et obtenues par modélisation

où V_{MO} et V_{th} sont respectivement la vitesse estimée par la modélisation par élément finis, et la vitesse calculée théoriquement.

 V_{MO} représente ainsi la moyenne des vitesses calculées entre ces 4 points pour chaque matériau. Les écarts-types sont assez faibles pour tous les matériaux (inférieur ou égal à 5m/s) par rapport à la vitesse elle-même.

Les précisions des vitesses obtenues par la modélisation sont de 62m/s dans le cas les plus favorables et 130m/s dans les cas les moins favorables. Ces valeurs sont à peu près du même ordre de grandeurs que la différence entre V_{MO} et V_{TH} (Ecart V_{TH} - V_{MO}), à l'exception des composites BaTiO₃ et les mousses de BaTiO₃. L'écart entre V_{MO} et V_{TH} pour ces deux matériaux est plus important. Cela peut être lié aux caractéristiques utilisées pour ce matériau puisqu'il s'agit des valeurs approchées (Voire utilisation des différents modèles au chapitre 2).

3.1.4 Estimation des déplacements

Comme signalé précédemment, l'amplitude des déplacements est maximale lorsque le nombre de sinusoïdes du burst appliqué est égal au nombre d'électrodes. Une fois cette valeur dépassée, le nombre de sinusoïdes ne permet plus d'augmenter les amplitudes des déplacements générés et il est alors possible d'observer un plateau. Dans notre cas, ce plateau peut être observé pour les 2 cas de capteurs modélisés (constitués de 2 et 5 paires respectivement) car nous avons choisi d'imposer un « burst » de 10 sinusoïdes.

Sur la figure 3-5 sont représentés les déplacements aux points P_1 et P_2 (Figure 3-5) de la lame (Pz29). Nous pouvons constater que dans le cas où nous avons 2 paires d'électrodes, l'amplitude maximale est atteinte à partir de la 2^{ème} impulsion (12 nm) tandis que pour 5 paires, il faut au minimum 5 impulsions pour atteindre l'amplitude maximale (32 nm).

Par la suite, nous privilégierons les résultats obtenus avec le capteur IDT à 5 paires d'électrodes. Car ce nombre d'électrodes est raisonnable aussi bien pour la modélisation que pour l'expérimentation. Aussi ce nombre permet d'obtenir des amplitudes élevées, un facteur important en CND.



Figure 3- 5 : Déplacements générés pour une excitation de 10 sinusoïdes pour des capteurs IDT constitués de 2 paires d'électrodes (à gauche) et de 5 paires d'électrodes (à droite) respectivement

Sur la figure 3-6, nous reprenons cet exemple de déplacements relatifs à l'onde de surface obtenus pour un matériau piézoélectrique donné (Pz27) à partir de 5 paires d'électrodes et pour 10 sinusoïdes appliquées afin de définir la façon d'estimer l'amplitude de déplacement maximale. Nous constatons des amplitudes maximales comparables de la 6^{ème} à la 10^{ème} impulsion, mais il existe de petites

fluctuations en amplitude d'une impulsion à une autre. Afin de comparer les amplitudes pour chaque matériau de manière judicieuse, nous avons fait à chaque fois la moyenne de ces valeurs.

Cette méthode sera également utilisée pour estimer les amplitudes maximales de déplacement dans le cadre de l'étude de la génération des ondes de surface sur un substrat non piézoélectrique à partir d'un capteur IDT.



Figure 3-6: Méthode d'estimation des déplacements générés

Ce signal (Figure 3-9) présente un exemple type des signaux que nous pouvons avoir quel que soit les matériaux. Nous pouvons ainsi conclure que les déplacements ainsi relevés, sur la lame piézoélectrique sont donnés avec une précision estimé à +/-0,7nm.

Le tableau 3-5 résume les paramètres utilisés pour le calcul ainsi que les résultats obtenus en termes d'amplitudes maximales des déplacements générés. Les matériaux sont classés du plus performant (c'est-à-dire celui qui engendre les déplacements les plus élevés) au moins performant.

N°	Matériaux	déplacement en P ₂ (nm)	déplacement en P ₁ (nm)	Largueur des électrodes (µm)	Fréquence (MHz)
1	Pz29	32	12	22	20
2	Pz27	21,1	8,6	22	20
3	Pz23	17,5	6,6	24	20
4	P191	15,9	7,4	25	20
5	Pz28	14,1	5,8	25	20
6	Pz26	13	6,5	25	20
7	Mousses BaTiO ₃ [Anil09]	7	-	32	20
8	Pz24	5,9	2,5	25	20
9	Mousses BaTiO ₃	5	-		
10	BaTiO ₃ /résine	3	-		20
11	LiNbO ₃	2,2	1	50	20
12	Pz34	2,2	0,8	32	20

Chapitre 3 : Optimisation des capteurs IDT - Modélisation

 Tableau 3- 5 : Amplitudes des déplacements normaux (direction Y) classés par ordre décroissant pour une excitation burst de 10 sinusoïdes à la fréquence de 20MHz et pour un capteur IDT constitué de 5 paires d'électrodes

Nous constatons que les PZT permettent de générer les ondes de surface avec des amplitudes très élevées. Ceci s'explique par leurs d_{33} très élevés par rapport aux autres matériaux.

Nous constatons également qu'avec les mousses ou les composites BaTiO₃/résine, les amplitudes des déplacements sont faibles par rapport au PZT, mais au moins ils sont plus flexibles que les PZT.

Enfin le LiNbO₃ se retrouve en bas de la liste, dû au d_{33} faible par rapport aux PZT. Cependant l'atténuation étant très réduite dans ce matériau, son utilisation est très avantageuse surtout pour des fréquences très élevées.

3.1.5 Etude de l'énergie rayonnée dans la lame piézoélectrique

Le but de cette partie est d'étudier la répartition de l'onde de volume et de surface. L'étude de l'énergie rayonnée par les capteurs IDT s'appuie sur l'utilisation du vecteur de Poynting. Celui-ci représente en direction et en grandeur, la densité par unité de surface, de la puissance instantanée transportée par une onde acoustique [Royer 99].

$$P_j(x_i, t) = -T_{ij} \frac{\partial u_i}{\partial t} + \emptyset \frac{\partial D_j}{\partial t}$$
Eq 3.

Ø : le potentiel électrique D_i : l'induction électrique

~ 106 ~

T_{ij} : le tenseur des contraintes

Pour pouvoir calculer le vecteur de Poynting, une nouvelle variable a été définie et un nouveau modèle a été pris en compte. Sur ce modèle, 3 éléments de longueurs (nommés 1 à 3) ont été placés (Figure 3-7).

L'élément "1" a pour longueur une longueur d'onde et est placé verticalement depuis la surface. Il est ainsi possible de considérer que l'énergie qui passe à travers cet élément correspond à l'énergie véhiculée par l'onde de surface dans la lame. Les éléments de longueur "2" et "3" permettent d'estimer l'énergie qui n'est pas portée par l'onde de surface et elle correspond à la génération d'ondes de volume. En comparant donc l'énergie qui "passe" à travers l'élément "1" à celle obtenue via les éléments "2" et "3", nous pouvons estimer la proportion de de l'énergie liée à l'onde de surface dans la lame.



Figure 3-7 : Modèle utilisé pour l'étude de l'énergie rayonnée sur la lame piézoélectrique (modèle 2)

Pour estimer l'évolution du vecteur de Poynting, nous pouvons procéder de deux manières sur Comsol. D'une part à partir de la fonction "*cross section plot parameters*" l'évolution, à un instant t donné, du vecteur de Poynting le long d'un élément de longueur ("1", "2" ou "3") peut être obtenu. Ensuite, il est possible soit d'intégrer en fonction du temps pour obtenir la répartition de l'énergie le long de élément de longueur, soit d'intégrer le long de l'élément de longueur pour obtenir la densité de la puissance sur cet élément. Reste ensuite à intégrer soit en fonction de l'élément de longueur, soit en fonction du temps, pour estimer l'énergie traversant cet élément pour la durée Tc. D'autre part on peut réaliser ce calcul à partir de la fonction *boundary integration*. Dans ce cas, nous pouvons calculer directement l'évolution de l'intégrale (sur l'élément de longueur prédéfinit avant le maillage) du vecteur de Poynting à chaque instant. Reste ensuite à intégrer en fonction du temps pour estimer l'énergie traversant cet élément pour la durée Tc. Pour notre part, nous avons utilisé la fonction *boundary integration* et le modèle de simulation présenté à la figure 3-10. A titre d'exemple, sur la figure 3-11 et figure 3-12 sont présentées différentes courbes obtenues pour le LiNbO₃ XY+128 et le Pz29 respectivement, pour les éléments "1", "2" et "3".



Figure 3- 8 : Flux du vecteur de Poynting respectivement à travers les éléments de longueur (1), (2), (3) pour le P229



Figure 3-9 : Flux du vecteur de Poynting respectivement à travers les éléments de longueur (1), (2). (3) pour le LiNbO₃



Figure 3- 10 : Flux du vecteur de Poynting respectivement à travers les éléments de longueur (1), (2), (3) pour le BaTiO₃/résine

Оù

P1 est le flux du vecteur de Poynting à travers l'élément de longueur 1P2 est le flux du vecteur de Poynting à travers l'élément de longueur 2

P3 est le flux du vecteur de Poynting à travers élément de longueur 3

Cette étude sur l'énergie a été faite sur le PZT (Pz29), le LiNbO₃, les composites BaTiO₃/résines (Figure 3-13).



Figure 3-11 : Proportion de la quantité d'énergie répartie entre l'onde de surface et les ondes de volume pour différents matériaux piézoélectriques

Nous pouvons donc constater que le LiNbO₃ coupe XY+128 est le plus efficace pour générer l'onde de surface puisque 97% de l'énergie acoustique participe à cette onde. Le Pz29 a également un très bon rendement (96%). Toutefois, il est également important de considérer l'amplitude de l'onde de surface (voir paragraphe 3.2.4). Enfin les composites BaTiO₃/résine sontt moins bon que les deux premiers matériaux puisque 95,3% de l'énergie créée rayonne à la surface du capteur. Il faut toutefois souligner que cette portion d'énergie n'est pas négligeable. Notre objectif avec ce matériau n'est pas de générer les ondes à la surface du capteur mais sur le substrat. Même si nous générons des ondes de volume au niveau de la lame piézoélectrique, cette onde peut être transformée en onde de surface sur le substrat. Nous nous intéresseront plus particulièrement à la qualité de transfert de l'onde, de la lame piézoélectrique vers le substrat au paragraphe 3.2 de ce chapitre.

3.1.6 Etude de l'influence de chaque propriété sur l'amplitude des déplacements et la vitesse de l'onde générée

Afin d'étudier les paramètres qui influencent le plus les amplitudes de déplacement des ondes de surface, nous avons réalisé une étude à partir de PZ29.

La classe de symétrie pour un ferroélectrique est ∞ m le groupe de symétrie utilisé pour nos matériaux est 6mm. Les éléments des tenseurs utilisés par Comsol pour les calculs se présentent comme suit :

$$C_{ijkl} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{bmatrix} avec \ C_{66} = \frac{C_{11} - C_{12}}{2}$$

$$e_{ijk} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 & 0 \\ e_{31} & e_{31} & e_{33} & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$
$$\mathcal{E}_{ij} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} \end{bmatrix}$$

Pour observer l'impact de chaque constante indépendamment des autres, nous avons modifié artificiellement les différentes constantes du matériau. Nous avons fait varier chacune des constantes de +/-10% et +/-20% par rapport à sa valeur initiale. Par exemple, pour visualiser l'influence de la constante élastique C_{11} , nous avons fait varier sa valeur C_{11} ' de la façon suivante : C_{11} '= C_{11} -20% C_{11} , C_{11} '= C_{11} -10% C_{11} , C_{11} '= C_{11} +10% C_{11} et C_{11} '= C_{11} +20% C_{11} . Ainsi, nous avons 5 points à comparer pour chacune des constantes et nous avons tracé les 5 amplitudes maximales des déplacements générés et la vitesse de propagation de l'onde de surface en fonction de la constante C_{11} '.

Les résultats correspondant à la modification des différentes caractéristiques sont présentés sur les figures 3-13 à 3-23.





<u>Figure 3- 13 : Influence de la constante ɛ11 sur la</u> vitesse et l'amplitude de l'onde de surface







<u>Figure 3- 16 : Influence de la constante e33 sur</u> <u>la vitesse et l'amplitude de l'onde de surface</u>



<u>Figure 3- 18 : Influence de la constante C11sur</u> <u>la vitesse et l'amplitude de l'onde de surface</u>





Figure 3- 17 : Influence de la constante e15 sur la vitesse et l'amplitude de l'onde de surface







Figure 3- 20 : Influence de la constante C12 sur la vitesse et l'amplitude de l'onde de surface



Figure 3- 22 : Influence de la constante C44 sur la vitesse et l'amplitude de l'onde de surface

Nous pouvons faire les constats suivants :

L'amplitude des déplacements et la vitesse diminue avec la densité. La densité des matériaux composites est faible par rapport à celle des matériaux céramiques denses, ce qui est aussi favorable pour augmenter les amplitudes des déplacements.

Les constantes diélectriques n'influencent pas la vitesse de propagation. Cependant l'amplitude des déplacements générés diminue avec la valeur de la composantes ε_{11} et augmente avec la valeur de la composantes ε_{33} .

Plus la valeur des constantes piézoélectriques augmente plus les amplitudes des déplacements générés augmentent. Par contre la vitesse varie très peu (Figure 3-16) voir pas du tout (Figure 3-17 et Figure 3-19).

Concernant les constantes élastiques, nous avons différentes comportements. La vitesse augmente avec C_{11} tandis que l'amplitude est maximale pour la valeur initiale de C_{11} (Figure 3-19). Le même constat est fait pour C_{44} sauf que pour cette constante, le maximum de l'amplitude des déplacements est observé à C_{44} -10% (Figure 3-23).



L'amplitude des déplacements générés diminue avec les valeurs de C_{12} et C_{33} tandis que la vitesse varie très peu. La constante qui influence le plus l'amplitude des déplacements générés reste C_{13} .

Ces essais nous permettent donc de dire que pour améliorer la capacité d'un matériau à générer les ondes de surface avec des amplitudes beaucoup plus élevées, il faut : améliorer ses constantes piézoélectriques (e_{ij}), maintenir les constantes élastiques C_{11} et C_{44} , faire croitre le constante C_{13} et dégrader les constantes C_{12} et C_{33} . Cependant pour un matériau donné ces constantes ne sont pas indépendantes. L'optimisation du capteur ne pourra se faire qu'au cas par cas.

3.2 Etude des conditions optimales à remplir pour les capteurs IDT afin de générer des SAW sur un substrat

La modélisation précédente nous a permis d'étudier la génération de l'onde de surface par un capteur IDT, où l'onde de surface se propage directement à la surface de la lame piézoélectrique qui constitue le capteur. Dans notre cas, cette étude n'est pas suffisante car contrairement au filtre à onde de surface, nous souhaitons faire propager l'onde de surface sur la structure dont nous voulons contrôler les caractéristiques de surface, à l'aide d'un émetteur (capteur IDT). Il est donc nécessaire de compléter notre étude en tenant compte de l'influence de la structure, que nous qualifierons de substrat, dans la suite de notre manuscrit.

Dans cette partie nous allons nous intéresser aux conditions à réunir pour générer efficacement les ondes de surface sur un substrat à partir d'un capteur IDT. Le capteur IDT peut être à la fois collé sur le substrat ou mis en contact avec le substrat via un couplant.

3.2.1 Modèle pour la simulation

Le modèle 2D que nous avons utilisé pour cette partie est constitué d'une lame piézoélectrique mise en contact avec le substrat sur lequel l'onde de surface doit se propager. De plus, de part et d'autre du substrat, nous plaçons 2 amortisseurs pour éviter le retour intempestif des ondes se propageant soit à l'extrémité gauche de la lame piézoélectrique, soit aux extrémités droite et gauche du substrat (Figure 3-25). Enfin, un amortisseur situé en dessous du substrat permet d'éliminer les réflexions des ondes de volume.



Figure 3-23 : Modèle de simulation utilisé pour générer l'onde de surface sur le substrat (modèle 2)

Avec :

- e : épaisseur de la lame piézoélectrique
- e': épaisseur du substrat
- a : largeur des électrodes
- *b : espacement entre les électrodes*
- *P*₃ et *P*₄ : points du substrat où sont relevés les déplacements
- $\lambda_R = 2*(a+b)$

La structure qui sera ensuite utilisée pour tester les capteurs sera en aluminium. Toutefois afin de ne pas conclure sur des caractéristiques pour un cas particulier, nous avons aussi étudié le comportement théorique de ce type de capteurs avec d'autres matériaux (substrats). Nous avons choisi de tester "théoriquement" deux autres matériaux très différents de l'aluminium : une céramique (Al₂O₃) dans laquelle les vitesses de propagation des ondes sont beaucoup plus rapides et l'or dans lequel les vitesses de propagation des ondes sont beaucoup plus lentes que dans l'aluminium.

Les propriétés des différents substrats utilisés dans cette partie sont résumées dans le tableau 3-6. Nous avons utilisé les valeurs données dans la bibliothèque de COMSOL dans laquelle ces matériaux sont supposés isotropes.

Chapitre 3 : Optimisation des capteurs IDT - Modélisation

Symbole	Unités	Aluminium	Alumine	Or
ρ	Kg/m ³	2698,8	3900	19276
Y	GPa	70,4	300	75,7
v	1	0,33	0,22	0,44
λ	GPa	51,37	96,6	192,76
μ	GPa	26,3	122,7	26,28
C11	GPa	103,97	342	245,16
V _T	m/s	3121,8	5610	1166
VL	m/s	6224	9385	3227
V _R	m/s	2910,2	5135	1104

Tableau 3-6: Propriétés des substrats, utilisés pour la modélisation

Pour un matériau isotrope les constantes élastiques et le coefficient de poisson sont reliés par les relations suivantes [Royer 99] :

$$C_{11} = C_{22} = C_{33} = \lambda + 2\mu$$
 Eq 3. 4

$$C_{12} = C_{23} = C_{13} = \lambda$$
 Eq 3.5

$$C_{44} = C_{55} = C_{66} = \mu = \frac{C_{11} - C_{12}}{2}$$
 Eq 3. 6

$$\mu = \frac{E}{2(1+\nu)}$$
 Eq 3. 7

$$\lambda = \frac{E \nu}{(1+\nu)(1-2\nu)}$$
 Eq 3.8

Et les vitesses de propagation des ondes peuvent être obtenues à l'aide des relations suivantes [Royer] :

$$V_T = \sqrt{\frac{C_{66}}{\rho}}$$
 , $V_L = \sqrt{\frac{C_{11}}{\rho}}$ Eq 3.9

$$V_R \approx V_T \cdot \frac{0.87 + 1.12 * \nu}{1 + \nu}$$
 Eq 3. 10

~ 115 ~

Ainsi les vitesses V_R , V_T et V_L sont calculées à l'aide des relations 3.9 et 3.10.

La qualité de génération des ondes de surface sur un substrat à partir des capteurs IDT est gouvernée par de nombreux paramètres comme ceux liés à la géométrie de la lame piézoélectrique (longueur et épaisseur), à la géométrie des électrodes, aux caractéristiques piézoélectriques de la lame piézoélectrique et enfin aux caractéristiques mécaniques de la lame piézoélectriques et du substrat. Le premier paramètre que nous avons étudié est l'épaisseur de la lame piézoélectrique à utiliser.

3.2.2 Simulations pour le couple de matériau Pz29/Aluminium

Compte tenu des résultats obtenus précédemment sur les lames piézoélectriques, nous avons privilégié le Pz29 pour la lame piézoélectrique. Nous avons choisi l'aluminium comme substrat afin de pouvoir confronter les résultats de modélisation aux résultats expérimentaux.

Caractéristiques du contact entre le capteur IDT et le substrat

Deux configurations peuvent être modélisées entre la lame piézoélectriques et le substrat : en simulant la continuité de contrainte et de déplacement ou soit en considérant des conditions de glissement (pas de continuité de déplacement et de contraintes suivant l'axe x) au niveau de l'interface libre dans le plan XZ entre les deux matériaux.

Expérimentalement, soit le capteur est collé définitivement sur la structure, soit il est posé via un couplant sur le substrat. Pour toutes les simulations effectuées jusqu'ici, nous avons supposé la lame piézoélectrique collée au substrat. Expérimentalement, pour éviter de perdre un capteur après utilisation, nous pouvons éviter de le coller. Il est donc possible de faire des essais en utilisant du couplant entre la lame piézoélectrique et le substrat.

Pour modéliser un glissement sur Comsol Multiphisics, il faut créer une paire d'identité pour chaque contact. Il faut donc choisir "Draw" dans le Menu puis "Create pairs". Ensuite toujours dans le Menu, choisir Physics ->Equation System ->Boundary Settings. Ici nous avons plusieurs Onglets dont "constr" et "constrf". Il faut donc sélectionner les côtés où nous souhaitons avoir le glissement (dans notre cas il s'agit de la face inférieure de la lame piézoélectrique et de la face supérieure du substrat qui est en contact avec la lame piézoélectrique) et annuler le transfert d'onde dans la direction du glissement (pour nous il s'agit de la direction X).

Nous avons ainsi fait la simulation dans le cas du Pz29 sur Aluminium, pour une épaisseur comparable à la longueur d'onde de l'onde de Rayleigh dans la lame piézoélectrique. Sur la figure 3-24 est présenté le résultat de la simulation pour ces 2 types de liaisons dans le cas d'une lame piézoélectrique en Pz29 posée sur un substrat en aluminium. Les déplacements relevés dans les 2 cas sont comparables en forme et en amplitude puisqu'il y a respectivement une amplitude de 14nm et 15nm pour le cas glissant et le cas collé (Figure 3-24). Compte tenu de cette faible différence, pour la suite

~ 116 ~

des simulations, seule la liaison rigide (capteur collé sur le substrat) entre la lame piézoélectrique et le substrat sera considéré.



Figure 3- 24 : Comparaison des déplacements relevés en P3 sur le substrat d'Aluminium pour le cas d'une lame PZT collée et posée sur le substrat

3.2.2.1 Influence de l'épaisseur de la lame piézoélectrique

Nous avons vu précédemment que pour un capteur classique la largeur des électrodes "a" et l'espacement entre les électrodes "b" respectaient la condition suivante (Figure 3-25) :

$$\lambda_R = \frac{V_R}{f_0} = 2 * (a + b),$$
 avec $a = b$ Eq 3. 11



Figure 3-25 : Schéma des électrodes d'un capteur IDT

De plus nous avons montré dans l'étude précédente sur les lames piézoélectriques qu'il était important d'accorder la périodicité des électrodes à la longueur d'onde du matériau piézoélectrique. Cette condition permet d'obtenir une génération d'onde de surface avec des amplitudes importantes. Cette problématique est à présent contrariée par le fait que nous souhaitons générer une onde de surface sur le substrat dont les caractéristiques élastiques sont différentes de celles de la lame. Autrement dit, nous avons des vitesses de propagation différentes dans le substrat V_{R-sub} et dans la lame piézoélectrique V_R.

lame. Il s'agit donc d'étudier s'il est préférable d'accorder la périodicité des électrodes à la longueur d'onde de l'onde de surface dans la lame piézoélectrique λ_{R-LAME} ou plutôt à celle du substrat λ_{R-SUB} . Nous avons ainsi 2 possibilités pour les largeurs "a" des électrodes :

1^{er} cas :
$$a_{SUB} = \lambda_{R-SUB}/4 = \frac{V_{R-SUB}}{4.f}$$
;
2^{ème} cas : $a_{LAME} = \lambda_{R-LAME}/4 = \frac{V_{R-LAME}}{4.f}$;

Nous avons étudié ces deux cas par simulation en considérant différentes épaisseurs de la lame piézoélectrique, paramètre qui conditionne la répartition de l'énergie acoustique dans la lame.

Sur la figure 3-26, sont reportées les amplitudes maximales des déplacements générés sur le substrat à partir de l'excitation d'un capteur IDT (Pz29, 5 paires d'électrodes). Pour l'excitation, nous imposons un "burst" constitué de 10 sinusoïdes à 10MHz et d'amplitude Vcc=40V. La courbe en bleu est obtenue pour a_{SUB} et celle en rouge pour a_{LAME} . Dans les 2 cas envisagés, les résultats sont reportés en utilisant pour abscisse le rapport de l'épaisseur de la lame piézoélectrique sur la longueur d'onde de l'onde de Rayleigh dans la lame.



Figure 3- 26 : Amplitude des déplacements normaux générés sur le substrat d'aluminium avec le capteur IDT en fonction de l'épaisseur de la lame piézoélectrique (Pz29)

Ces résultats montrent clairement que lorsque la largeur des électrodes est adaptée à la longueur d'onde de l'onde de surface du substrat ($a=\lambda_{R-SUB}/4$), les déplacements engendrés par l'onde de surface ont une amplitude beaucoup plus élevée que dans le cas où $a=\lambda_{R-LAME}/4$ et cela quelle que soit l'épaisseur.

La valeur optimale pour l'épaisseur de la lame piézoélectrique correspond à une longueur d'onde de l'onde de surface dans la lame. Si on considère une atténuation de -3dB autour de cette valeur

maximale nous pouvons considérer qu'il est préférable de choisir un rapport e/λ_{R-LAME} compris entre 0,8 et 1,2.

Il faut également souligner que pour définir les amplitudes de l'onde de surface générée sur le substrat, nous procédons de la même manière que pour l'étude des lames piézoélectriques (paragraphe 3.2.4). La qualité des signaux générés sur le substrat, nous permet cette fois d'estimer les amplitudes de déplacements normaux à la surface à +/- 1 nm (voir les détails sur le calcul de l'amplitude maximale au point 3.2.4).

Nous allons à présent, étudier plus en détail les 3 zones correspondant à :

- 0,8< e/λ_{R-LAME} < 1,2
- $e/\lambda_{R-LAME} < 0.8$
- $e/\lambda_{R-LAME} > 1,2$

a) Ratio épaisseur/longueur d'onde correspondant à : $0.8 \le e/\lambda_{R-LAME} \le 1.2$

Dans ce 1^{er} cas, l'épaisseur est comparable à la longueur d'onde de surface dans la lame piézoélectrique. Ainsi, lorsqu'une tension est appliquée sur les électrodes, le champ de déplacements est immédiatement présent dans toute l'épaisseur de la lame (Figure 3-27 (a)). Dès lors, les déplacements sont transmis au substrat et il est possible d'observer l'onde qui se forme à l'interface au fur et à mesure des sinusoïdes (Figure 3-27 (b)). Enfin, l'onde de surface progresse au-delà de la lame piézoélectrique sur le substrat (Figure 3-27 (c)). Les déplacements liés à la génération des ondes de volume correspondent à une perte et il est possible d'observer que ces deux contributions (ondes de surface et de volume) se séparent rapidement. Dans ces conditions, l'onde de surface parcourt la surface du substrat sans être perturbée par d'autres contributions et la forme des déplacements est identique quel que soit le point d'observation considéré sur le substrat. Il est alors possible de visualiser les déplacements engendrés par cette onde en un point quelconque du substrat.



<u>Figure 3- 27 : Image d'une simulation en 2D des déplacements générés sur un substrat d'aluminium</u> par un capteur IDT en Pz29 d'épaisseur égal à 180 ($e/\lambda_{R-LAME}=1$) µm et pour une fréquence <u>d'excitation de 10MHz</u>

Dans cet intervalle, quelle que soit l'épaisseur envisagée dans les limites définies, le signal correspondant aux déplacements engendrés par l'onde de surface presente une forme analogue à celui observé précédemment dans l'étude concernant la génération des SAW dans les lames piézoélectriques (Figure 3-28).



Figure 3- 28 : Déplacements relevés en P3 puis P4 pour les épaisseurs 150μm, 180μm et 200μm à <u>10MHz</u>

En accord avec la courbe présentée sur la figure 3-28 , nous constatons que dans cet intervalle, les amplitudes des déplacements sont élevées pour une épaisseur correspondant à e $\approx \lambda_{R-LAME}$ puis décroissent de part et d'autre de cette valeur.

Nous avons sur cet intervalle $(0,8 \le e/\lambda_{R-LAME} \le 1,2)$ calculé la vitesse de propagation de l'onde de surface dans le substrat (aluminium). On constate que cette vitesse est tout à fait comparable à celle que nous avions calculée à partir des caractéristiques du substrat ($V_{R-th} = 2910,2$ (tableau 4-6)) et qu'elle est quasiment constante sur l'intervalle (Tableau 3-7).

Epaisseur (µm)	rapport e/λ _{R-Pz29}	Moyennes de la vitesse (m/s)	Ecart-type
160	0,88	2862,7	11,3
180	1	2862,7	11,3
200	1,11	2864,0	10,7

Tableau 3- 7: Vitesse de propagation de l'onde générée sur le substrat d'Aluminium pour différentesépaisseurs de la lame piézoélectrique (Pz29)

Cependant les écarts-types sont un peu plus grands que dans le cas où nous avons étudié les lames piézoélectrique seules. Cela pourrait être dû à la faible distance entre les points d'observation et le bord de la lame piézoélectrique. Une autre hypothèse à ne pas négliger est la perturbation due aux ondes de plaque générées dans la lame piézoélectrique.

b) Ratio épaisseur/longueur d'onde correspondant à : $e/\lambda_{R-LAME} \le 0.8$

Dans ce 2^{ème} cas, l'épaisseur de la lame piézoélectrique est inférieure à la longueur d'onde de l'onde de surface. Ainsi, lorsqu'une tension est appliquée sur les électrodes, le champ de déplacements est immédiatement transmis au substrat avec une répartition qui est directement liée à la position et à la polarité des électrodes (Figure 3-29 (a)). Ensuite, cette contribution se poursuit au fur et à mesure des sinusoïdes (Figure 3-29 (b) & (c)). Une partie non négligeable de l'énergie contribue à la génération d'ondes de volume et une partie de cette énergie est localisé en surface. Toutefois, contrairement au cas précèdent ($0,8 \le e/\lambda_{R-LAME} \le 1,2$) où nous pouvions clairement observer la naissance d'une onde de surface, cette fois le champ de déplacements laisse apparaître une répartition des déplacements, à proximité de la surface, qui n'est pas typique de la décroissance liée aux ondes de surface. (Figure 3-29 (d)).

Ceci peut également s'observer lorsque l'on compare les signaux correspondant au champ de déplacements à la surface du substrat en différents points. Il est à noter toutefois, que ce phénomène varie fortement d'un cas à l'autre (différentes épaisseurs).



Figure 3- 29 : Image d'une simulation en 2D des déplacements générée sur un substrat d'Al par un capteur IDT en PZ29 d'épaisseur égal à 28µm et pour une fréquence d'excitation de 10MHz



Figure 3- 30 : Déplacements relevés en P3 puis P4 pour les épaisseurs 28 et 110µm à 10MHz

Les 2 exemples de la Figure 3-30 illustrent la complexité que nous rencontrons dans la génération de l'onde de surface pour ces petites épaisseurs. Avec les épaisseurs 28 et 110µm nous constatons que l'onde garde ses caractéristiques du point P3 au point P4 même si la forme n'est pas identique à ce que l'on peut observer pour le 1^{er} cas ($0,8 \le e/\lambda_{R-LAME} \le 1,2$). Pour une épaisseur de 28µm, la forme du signal change d'un point à un autre d'observation.

Il faut toutefois signaler qu'il existe des cas particulier où le signal est propre et reste inchangé d'un point d'observation à un autre comme l'indique la figure 3-31.



Figure 3- 31 : Déplacements relevés en P_3 *puis* P_4 *pour une épaisseur de* $1\mu m$ ($e/\lambda_{R-LAME}=0,01$)

Dans cet intervalle, on remarque que plus l'épaisseur devient grande (e tend vers $0,8:\lambda_{R-LAME}$) et plus le signal devient propre et reste inchangé du point P3 au point P4.

c) Ratio épaisseur/longueur d'onde correspondant à : $e/\lambda_{R-LAME} \ge 1,2$

Dans ce $3^{\text{ème}}$ cas, l'épaisseur de la lame piézoélectrique est grande par rapport à la longueur d'onde de l'onde de surface. Deux cas de figure sont ici à distinguer car deux comportements différents peuvent être observés en fonction de la valeur de "a" ($a = \lambda_{R-SUB}/4$ et $a = \lambda_{R-LAME}/4$).

$1^{er} cas : a = \lambda_{R-LAME}/4$

L'épaisseur étant suffisamment grande, lorsque $a = \lambda_{R-LAME}/4$, l'onde de surface est d'abord générée sur la lame piézoélectrique (comme dans l'étude présentée au point 3.2), puis elle contourne l'arête de cette lame, pour enfin se propager sur le substrat (Figure 3-32).



<u>Figure 3- 32</u> : Image d'une simulation en 2D des déplacements générés sur un substrat d'Aluminium par un capteur IDT en PZ29 d'épaisseur égal à 1500µm et pour une fréquence d'excitation de 10MHz, lorsque $a=\lambda_{R-LAME}/4$

Pour mettre en évidence cette forte influence de l'arête de la lame piézoélectrique, nous avons utilisé un autre modèle, qui diffère du précédant par l'ajout d'un amortisseur au bord de la lame piézoélectrique (Figure 3-33).



Figure 3- 33 : Modèle de simulation utilisé pour les grandes épaisseurs pour éviter la contribution venant par le bord de la lame piézoélectrique (modèle 3)

Il a fallu optimiser cet amortisseur car il fallait à la fois être très proche du substrat pour pouvoir absorber toute la contribution qui passe par l'arête de la lame piézoélectrique, sans toutefois être en contact avec ce substrat pour éviter d'absorber l'onde à la surface qui se propage sur celui-ci (Figure 3-34).



Figure 3- 34 : Image d'une simulation en 2D des déplacements générés sur un substrat d'Aluminium avec le modèle 3 à 10MHz lorsque a=\lambda_{R-LAME}/4 pour un capteur IDT en PZ29 d'épaisseur e=5 \lambda_{R-LAME}, (a) début de la simulation et (b) fin de la simulation*

Les déplacements relevés pour les deux modèles avec la même épaisseur (1500µm), nous permettent de confirmer le fait que toute l'énergie passe par le bord de la lame piézoélectrique (Figure 3-35). Un capteur IDT avec de tels paramètres est efficace numériquement car le bord peut être parfaitement schématisé. Expérimentalement, nous n'obtiendrons pas de telles perfections de découpe, il faudra travailler avec le cas où l'effet de bord est très peu impactant. D'autre part, puisque les amplitudes sont moins importantes, il est préférable, si la réalisation des lames le permet, de privilégier le cas e $\approx \lambda_{R-LAME}$.



Figure 3- 35 : Comparaison des déplacements générés en P₃ après utilisation des modèles 2 (sans amortisseur) et 3 (avec amortisseur) pour les grandes épaisseurs

$2^{\check{e}me}$ cas : $a = \lambda_{R-SUB}/4$

Lorsque $a = \lambda_{R-SUB}/4$ et que l'on conserve la même fréquence pour le signal d'excitation, la périodicité des électrodes n'est plus en accord avec les conditions de génération des ondes de surface. Pourtant les résultats donnés sur la figure 3-26, montrent que ce cas est préférable. A partir de la modélisation, il est possible de constater que l'essentiel des déplacements est lié à des ondes de volume qui se déplacent dans un premier temps dans la lame piézoélectrique. Une toute petite partie de l'énergie participe à la génération d'une onde de surface ("a" étant diffèrent de $\lambda_{R-LAME}/4$, les conditions ne sont pas réunies pour générer les ondes de surface sur la lame piézoélectrique elle-même). Ces ondes se

propagent dans le volume de la lame piézoélectrique puis sont transmises dans le substrat. En fonction de la longueur et de l'épaisseur de la lame, ces ondes atteignent ou pas l'extrémité de la lame piézoélectrique.



<u>Figure 3- 36 : Image d'une simulation en 2D des déplacements générés sur un substrat d'Al par un</u> <u>capteur IDT en PZ29 d'épaisseur 1500 μ m à 10MHz en respectant la condition $\lambda_{R-SUB}/4$ </u>

3.2.2.2 Influence de la longueur de la lame piézoélectrique

Nous avions immédiatement vu à travers les résultats (du paragraphe précédent) que l'arrête de la lame piézoélectrique influençait les résultats.

 Pour en savoir plus sur les épaisseurs comparables par rapport à la longueur d'onde dans la lame piézoélectrique (qui jusqu'ici restent favorables), nous avons fait varier la valeur de la longueur X pour une épaisseur égal à la longueur d'onde (180µm).



Figure 3- 37 : Amplitude des déplacements générés pour e comparable à la longueur d'onde dans lalame piézoélectrique ($e=\lambda_{R-LAME}$) en fonction de la longueur de cette lame

Le maximum est atteint pour X \approx 1,2· λ_{R-LAME} (Figure 3-37). Cependant la valeur de X semble ne pas trop influencer la forme ou l'amplitude des déplacements générés, lorsque l'épaisseur est comparable à la longueur d'onde de l'onde de Rayleigh dans la lame piézoélectrique (Figure 3-38).



Figure 3- 38 : Déplacements générés à partir d'une lame piézoélectrique d'épaisseur égal à λ_{R-LAME} (180µm) ; pour X=900µm (5* λ), X=720µm (4* λ), X=540µm (3* λ), X=360µm (2* λ), X=300µm(1,2* λ), X=180 (λ), X=150µm (0,8* λ), X=90µm (0,5* λ) et X=0

Par contre pour les épaisseurs supérieurs à $1,2\cdot\lambda_{R-LAME}$, pour a= a_{SUB} , lorsque nous changeons la valeur de X, pour la même épaisseur, le signal obtenu change comme nous pouvons le voir à la figure 3-39.



Figure 3- 39 : Influence de la valeur de X sur les déplacements générés pour une épaisseur de 350µm

Cependant connaissant la valeur de θ_c nous pouvons calculer la valeur minimale de la longueur de la lame piézoélectrique à utiliser afin d'éviter toute influence de l'arrête de la lame piézoélectrique.

Sur la figure 3-40 nous pouvons voir les déplacements relevés au point P3, pour différentes épaisseurs lorsque cette longueur minimale de la lame piézoélectrique est respectée.



<u>Figure 3- 40 : Déplacements relevés au P3 pour les épaisseurs 350µm (1,94· λ_{R-LAME}) 700µm (3,82· λ_{R-LAME}) ; pour le couple de matériaux Pz29/Al</u>

Nous constatons que nous obtenons la forme des signaux espérée. Cependant le fait que l'onde passe d'abord dans le volume de la lame piézoélectrique (qui a une grande épaisseur), avant d'atteindre le substrat peut entrainer des pertes d'énergie, surtout pour les matériaux massifs.

En conclusion pour utiliser un capteur IDT en Pz29 pour générer efficacement les ondes de surface sur un substrat d'aluminium, il faut remplir deux conditions :

- Il faut que la largeur des électrodes respecte la relation $\lambda_R = \lambda_{R-sub}$
- Il faut que l'épaisseur de la lame piézoélectrique appartienne à l'intervalle $[0,8 * \lambda_{R-LAME}; 1,2 * \lambda_{R-LAME}]$

A présent nous allons voir si d'autres facteurs ne perturbent pas ces deux conditions et si nous pouvons améliorer ces résultats propres à un couple de matériau donné.

Ratio épaisseur/longueur d'onde dans le cas des matériaux piézoélectriques souples

Dans le cadre de ce travail nous aurons à utiliser principalement trois types de matériaux comme lame piézoélectrique : les composites en BaTiO₃/résine, les composites PU/PZT et les composites PI/PZT.

Les composites $BaTiO_3/résine$ sont obtenus à partir des mousses en $BaTiO_3$ (chapitre 2). Les pores des mousses ainsi réalisés ont leurs diamètres compris entre 40µm et 100µm. L'épaisseur de la lame piézoélectrique doit être supérieure à la taille des pores (soit supérieure à 100µm) afin d'éviter de travailler sur une partie non piézoélectrique. Travailler avec ces épaisseurs revient donc à travailler à des fréquences inférieures à 25MHz.

Concernant les composites en PU/P191, PI/PZT et PVDF, nous n'avons pas pu estimer la vitesse de l'onde de surface dans la lame piézoélectrique puisque nous avons des épaisseurs relativement fines (50 μ m-300 μ m). Il est donc difficile de connaitre le ratio e/ λ_{R-LAME} idéale à utiliser. L'influence des épaisseurs sera réalisée expérimentalement par essais erreur.

3.2.2.3 Influence d'une contre électrode

Classiquement, les électrodes des capteurs IDT sont placées uniquement sur la surface supérieure de la lame piézoélectrique. Dans ce cas, la tension électrique appliquée entre ces deux électrodes crée un champ électrique et donc un déplacement dans une zone limitée sous la surface (fig 3-43). Toutefois, certains auteurs ont proposé de rajouter une électrode sur la surface inférieure [Bellan 05, JIN 04, Na08] et nous allons vérifier si cela peut améliorer les performances des capteurs IDT.



<u>Figure 3- 41 : Lignes du champ près de la surface du matériau piézoélectrique après excitation</u> <u>électrique ($e/\lambda_{R-LAME}=10$)</u>

Cette contre électrode permet de bénéficier, en plus du champ inter-électrodes, d'un autre champ électrique vertical (Ey), qui se crée entre ces électrodes de la face supérieure et la contre électrode (Figure 3-44).



Figure 3- 42 : (a) Transducteur interdigitées muni d'une contre électrode. (b) La composante suivantl'axe y des lignes du champ créées au niveau de la lame piézoélectrique, avec et sans contre électrode $(e/\lambda_{R-LAME}=0,28)$

Ce champ électrique supplémentaire contribue donc à l'augmentation des amplitudes des déplacements générés (Figure 3-43).



Figure 3- 43 : Déplacements normaux à la surface de la lame piézoélectrique, générés par un IDT (a)muni d'un contre électrode et (b) sans contre électrode ($e/\lambda_{R-LAME}=0,28$)

Sur la figure 3-44, sont reportées les amplitudes maximales des déplacements générés sur le substrat à partir de l'excitation du capteur IDT. Pour l'excitation, nous imposons comme précédemment un "burst" constitué de 10 sinusoïdes à 10MHz et d'amplitude Vcc=40V. La courbe en bleu est obtenue pour un capteur muni d'une contre électrode inférieure et celle en verte pour un capteur sans contre électrode inférieure. Dans les 2 cas envisagés, les résultats sont reportés en utilisant pour abscisse le rapport de l'épaisseur de la lame piézoélectrique sur la longueur d'onde de l'onde de Rayleigh dans la lame.



Figure 3- 44 : Amplitude des déplacements en P3 pour Pz29/Al, avec et sans contre électrode

Nous observons de nouveau que les amplitudes restent plus élevées pour une épaisseur de lame comprise entre 0,8 λ_{R-LAME} et 1,2 λ_{R-LAME} .

D'autre part, la contre électrode ne permet d'augmenter l'amplitude des déplacements générés que pour des faibles épaisseurs ($<100\mu$ m). Ceci est tout à fait logique puisque le champ électrique est inversement proportionnel à la distance entre les électrodes (Eq 4.14).

Dans le cas d'un capteur IDT posé sur un substrat en aluminium ces faibles épaisseurs correspondent à des ratios e/ λ_{R-LAME} inférieurs à 0,5 ce qui ne correspond pas à la meilleure des configurations $(0,8 \le e/\lambda_{R-LAME} \le 1,2)$. Ainsi il est préférable si les caractéristiques du matériau piézoélectrique le permettent, de choisir une épaisseur comparable à la longueur d'onde. Il est ainsi inutile de mettre une contre électrode.

Nous allons à présent, vérifier si ces constats faits pour le "couple" PZT/aluminium restent valable dans le cas d'un capteur IDT réalisé avec une lame en niobate de lithium.

3.2.3 Simulation pour le couple de matériaux LiNbO₃/Aluminium

Le Niobate de Lithium (LiNbO₃) est un matériau piézoélectrique de structure cristalline trigonale de classe 3m. La coupe XY+128 de LiNbO₃ possède un très bon coefficient de couplage ($K^2 = 5.4\%$), et il est aussi très efficace pour la génération des ondes de surface [Royer 99, Deboucq 12].

Tout comme pour le Pz29, nous avons cherché les conditions optimales à remplir pour générer efficacement les ondes de surface sur le substrat. Puisque la contre électrode permet d'augmenter les amplitudes pour certaines épaisseurs, nous avons utilisé une contre électrode pour tous les essais dans cette partie.

Ici aussi nous avons deux possibilités pour "a" : a_{SUB} et a_{LAME} . Dans les deux cas nous avons étudié différentes épaisseurs de la lame piézoélectrique.



Figure 3- 45 : Amplitudes maximales des déplacements générés pour le couple LiNbO₃/Aluminium pour différentes valeurs de "a"

La figure 3-45 présente l'évolution des amplitudes maximales des déplacements générés en fonction du rapport entre l'épaisseur de la lame piézoélectrique et la longueur d'onde de l'onde de surface dans la lame piézoélectrique. La courbe en bleu est obtenue pour a_{SUB} et celle en rouge pour a_{LAME} .

Nous constatons premièrement que, les amplitudes des déplacements générés sur le substrat d'aluminium à partir des capteurs IDT en LiNbO₃ sont plus faibles par rapport à celles obtenues à partir des capteurs IDT en Pz29. On retrouve les mêmes tendances que celles observées lors de l'étude de la génération des ondes sur les lames piézoélectriques épaisses (paragraphe 3.1.4).

Ces résultats montrent deuxièmement que lorsque la largeur des électrodes est adaptée à la longueur d'onde de l'onde de surface de la lame ($a=\lambda_{R-LAME}/4$), les déplacements engendrés par l'onde de surface ont une amplitude beaucoup plus élevée que dans le cas où $a=\lambda_{R-LAME}/4$ dès l'instant où e/ λ_{R-LAME} est supérieur à 0,6. Ceci est donc spécifique au niobate de lithium et s'explique par le fait que la coupe du niobate (XY+128°) est définie pour générer les ondes de surface. Il est donc logique d'obtenir de meilleures amplitudes pour $a=\lambda_{R-LAME}/4$.

En conclusion avec LiNbO₃, l'amplitude maximale est atteint pour $e/\lambda_{R-LAME}=1$ et la coupe du matériau (coupe XY+128) nous amène à privilégier les largeurs d'électrodes a = a_{LAME} c'est-à-dire choisir "a" de manière à privilégier la génération d'onde de surface dans la lame piézoélectrique.

3.2.4 Simulation d'un capteur IDT composé de différentes natures de lames piézoélectriques collées sur différents substrats

La structure qui sera ensuite utilisée expérimentalement pour tester les capteurs sera en aluminium. Toutefois afin de ne pas conclure sur des caractéristiques pour un cas particulier, nous avons aussi étudié le comportement théorique des capteurs IDT sur d'autres matériaux (substrats). Ces tests en modélisation ont été réalisés également sur 2 autres matériaux très différents de l'aluminium : une céramique (Al₂O₃) dans laquelle les vitesses de propagation des ondes sont beaucoup plus rapides que dans l'aluminium et l'or dans lequel les vitesses de propagation des ondes sont beaucoup plus lentes que dans l'aluminium.

Ainsi, l'objectif de cette partie est de vérifier que le critère sur l'épaisseur idéale établi pour les capteurs IDT en Pz29 sur aluminium se vérifie pour d'autres matériaux, à la fois pour les lames piézoélectriques mais aussi pour les substrats. Différents couples de matériaux (lame/substrat) ont été envisagés, comme le Pz27, Pz26, les mousses BaTiO₃ et les composites BaTiO₃/résine pour la lame piézoélectrique et l'Alumine (Al₂O3) et de l'Or pour le substrat. Les nouveaux couples de matériaux ainsi formés sont : Pz26/Al, Pz27/Al, mousse BaTiO₃ [Anil 09]/Al, BaTiO₃/résine/Al, Pz29/Al₂O₃, et Pz29/Or. Pour ces différents couples de matériaux, plusieurs essais ont été faits en faisant varier l'épaisseur de la lame piézoélectrique. Les déplacements générés en fonction des rapports entre

l'épaisseur de la lame piézoélectrique et les différentes longueurs d'onde ont été tracés sur la figure 3-46.



<u>Figure 3- 46 : Amplitudes maximales des déplacements générés par l'onde de surface sur le substrat,</u> pour différents couples de matériaux en fonction du rapport épaisseur/longueur d'onde λ_{R-LAME}

En analysant l'ensemble de ces résultats, il est possible d'observer que quel que soit le couple de matériaux, les amplitudes maximales sont atteintes lorsque l'épaisseur est comparable à la longueur d'onde de l'onde de Rayleigh dans la lame piézoélectrique. Les conclusions reste donc les mêmes que pour l'étude précédente.

Il est à noter qu'il existe un cas où cette évolution est vérifiée (amplitude la plus importante pour e $\approx \lambda$) même si a=a_{SUB} est choisi. Ce cas correspond au cas où la vitesse de propagation dans la lame piézoélectrique est plus rapide que dans le substrat. Ce cas est assez rare avec les céramiques piézoélectriques du type PZT car leurs vitesses sont assez lentes (V_R aux alentours de 1800m/s). Toutefois, ceci correspond au cas où un substrat est en or (V_R = 1127m/s).

D'autre part, nous avons tracé les courbes précédentes en modifiant le ratio e/ λ . En effet, nous pouvons considérer d'autres longueurs d'onde que λ_{R-LAME} en prenant en considération la vitesse de l'onde de Rayleigh dans le substrat ou les vitesses des ondes longitudinales ou les vitesses des ondes transversales. L'ensemble de ces présentations est donné en annexe A et au final le critère e/ λ_{R-LAME} est bel et bien le plus pertinent.

Globalement on peut retenir que : pour générer des déplacements avec des amplitudes les plus élevées possibles sur un substrat à partir d'un capteur IDT, il faut remplir deux conditions :

- i) La lame piézoélectrique utilisée pour la réalisation du capteur IDT doit avoir une épaisseur comparable à la longueur d'onde dans la lame piézoélectrique (e doit appartenir à l'intervalle tel que [0,8 * λ_{R-LAME}; 1,2 * λ_{R-LAME}]).
- ii) Pour les dimensions des électrodes, il faut respecter :
 - > a = $\lambda_{R-SUB}/4$ si la lame piézoélectrique est une céramique (PZT, BaTiO₃) et si la vitesse de propagation dans le substrat est supérieure à celle dans la lame piézoélectrique.
 - > a = $\lambda_{R-LAME}/4$ si la lame piézoélectrique est une céramique et si la vitesse de propagation dans le substrat est inférieure à celle dans la lame piézoélectrique. Ce cas est assez rare avec les céramiques piézoélectriques du type PZT car leurs vitesses sont assez lentes (V_R aux alentours de 1800m/s). Toutefois, ceci correspond au cas étudié où le substrat est en or (V_R = 1127m/s).
 - ➤ a = λ_{R-LAME} si la lame piézoélectrique est un monocristal avec une coupe spécialement étudiée pour générer que les ondes de surface comme le LiNbO₃ XY+128.

3.2.5 Etude de l'énergie rayonnée par les capteurs IDT conçu pour générer les ondes de surface sur un substrat

En observant les résultats de simulation pour différentes épaisseurs de la lame piézoélectrique, nous constatons certes que les capteurs IDT génèrent les ondes de surface sur le substrat, mais ils génèrent également les ondes de volume dans le substrat. Afin de vérifier ceci, nous avons de nouveau étudié et comparé l'énergie véhiculée par les SAW. Cette étude nous permettra de voir ce que devient l'énergie transmise par le capteur IDT au substrat. Ici nous sommes plus intéressés par l'énergie rayonnée sur le substrat (donc les éléments 4, 5 et 6 sur la figure 3-47).


Figure 3- 47 : Modèle utilisé pour l'étude de l'énergie rayonnée sur la lame piézoélectrique et sur le substrat à caractériser (modèle 5)

Tout comme dans le cas de la recherche de l'épaisseur idéale, nous avons étudié différentes épaisseurs (pour Pz29/Al).



Figure 3- 48 : (a) Energie totale transmise en volume et en surface du substrat, (b) Taux de contribution en volume et en surface du substrat, de l'énergie transmise par le capteur IDT

Nous constatons que l'énergie transmise au substrat augmente avec l'épaisseur, atteint son maximum (pour l'épaisseur comparable à la longueur d'onde de l'onde de surface dans la lame piézoélectrique) puis décroit (Figure 3-48 (a)). Par contre la proportion entre onde de surface et onde de volume n'est pas forcément la meilleure pour cette configuration. Néanmoins, puisque pour les épaisseurs comparables à λ_{R-LAME} , l'énergie générée est assez importante, même si le taux de l'énergie transmise en surface n'est pas la plus élevée possible, ces épaisseurs permettent de générer les ondes de surface avec des amplitudes plus élevées (Figure 3-48 (b)). Cette étude vient donc confirmer le fait que l'épaisseur comparable à la longueur d'onde est la condition la plus avantageuse.

De manière générale, nous générons plus l'énergie de volume que l'énergie de surface au niveau du substrat. Ainsi pour pouvoir générer assez d'énergie en surface, une des solutions serait d'avoir un nombre élevé d'électrodes (plus le nombre d'électrodes est élevé, plus l'énergie générée est importante).

3.3 Conclusion

Dans ce chapitre, un rappel sur l'historique des capteurs IDT et le principe de fonctionnement des capteurs IDT ont été présentés. Apres une brève présentation du logiciel de modélisation que nous avons utilisé pour les simulations numérique par élément finis (COMSOL Multiphysics), nous avons étudié pour la génération des SAW, les performances des différents matériaux disponibles sur le marché, ainsi que les nouveaux matériaux réalisés dans le cadre du projet PRISTIFLEX et de cette thèse.

Une étude des paramètres dimensionnels des capteurs IDT en vue de la génération des ondes de surface sur un substrat non piézoélectrique a ensuite été faite. Des calculs de la vitesse de propagation des SAW sur le substrat nous ont permis de confirmer qu'il s'agissait des ondes de surface. Ensuite une étude basée sur l'énergie rayonnant dans les lames piézoélectriques a permis de comprendre pourquoi dans le cas où l'épaisseur est comparable à la longueur d'onde de l'onde de Rayleigh dans la lame piézoélectrique les déplacements générés sont beaucoup plus importants. Cette étude a permis également de déterminer, en fonction de la nature du matériau (céramique ou monocristal), les dimensions des électrodes interdigitées à déposer afin d'optimiser l'amplitude des déplacements.

Les résultats ainsi obtenus seront utilisés pour la réalisation des capteurs IDT. Dans le prochain chapitre, la caractérisation électrique et acoustique de ces capteurs IDT sera réalisée et une comparaison des résultats de simulation et expérimentaux sera présentée.

Chapitre 4

Réalisation et caractérisation des capteurs

Sommaire

Introductio	n	. 140
4.1 Gén	éralité et procédés de fabrication des capteurs IDT	. 140
4.1.1	La lithographie	. 140
4.1.2	L'ablation par laser	. 142
4.1.3	L'impression par jet d'encre aérosolisé	. 143
4.2 Cara piézoélectr	actérisation des capteurs IDT avec des électrodes déposées directement sur la lame ique	. 144
4.2.1	Caractérisation électrique	. 146
4.2.1.1	L Mesures à l'analyseur de réseau	. 146
4.2.1.2	2 Influence de la fréquence et de la périodicité (Adéquation périodicité/fréquence).	. 147
4.2.2	Caractérisation acoustique	. 149
4.3 Cara	actérisation des capteurs IDT avec des électrodes déposées sur une lame époxy	. 155
4.3.1	Caractérisation électrique	. 156
4.3.2	Caractérisation acoustique	. 157
4.3.3	Comparaison des résultats obtenus pour des électrodes déposées directement sur un	ne
lame pié	zoélectrique ou indirectement sur une lame époxy	. 158
4.3.3.1	l Mesures électriques	. 159
4.3.3.2	2 Mesures acoustiques	. 159
4.4 Cara	actérisation des capteurs IDT rigides en contact avec un substrat d'aluminium	. 160
4.4.1	Caractérisation électrique	. 161
4.4.2	Caractérisation acoustique	. 162
4.5 Cap	teurs IDT flexibles	. 172
4.5.1	Réalisation des électrodes sur les lames piézoélectriques flexibles	. 172
a. C	apteurs IDT en BaTiO ₃ /résine	. 172

b. Le	es capteurs IDT en PU/PZT et PI/PZT 174
c. C	apteurs IDT en PVDF 175
4.5.2	Caractérisation électrique 176
4.5.3	Caractérisation acoustique
4.5.2.1	Mesures transmission avec un capteur à coin 176
4.5.2.2	2 Mesures entre deux capteurs IDT
4.5.4	Mesures acoustiques après repolarisation entre électrodes185
4.5.5 énoxy	Caractérisation des capteurs IDT flexibles avec des électrodes déposées sur une lame
сролу	
4.6 Mes	sure sur un substrat non plat 188
Conclusion	

Introduction

Dans ce dernier chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux obtenus sur les divers capteurs interdigités réalisés à partir des lames piézoélectriques rigides et flexibles, en se basant sur les résultats de la modélisation. Les capteurs IDT rigides (céramiques PZT denses et niobate de lithium monocristallin) et des capteurs flexibles (PVDF) ont été réalisés pour comparaison. De la même manière que dans le chapitre 3, l'étude de l'observation des ondes de surface sera faite non seulement sur la lame piézoélectrique elle-même, mais aussi sur le substrat. Différents paramètres seront étudiés, en particulier l'influence du contact entre la lame piézoélectrique et le substrat ainsi que l'épaisseur de la lame piézoélectrique. Nous comparerons les résultats expérimentaux aux résultats de la modélisation et étudierons les performances des capteurs IDT flexibles vis-à-vis des rigides. Enfin des mesures effectuées sur une surface non plane (un cylindre) seront présentées en utilisant les capteurs en PU/PZT.

4.1 Généralité et procédés de fabrication des capteurs IDT

Les capteurs IDT sont composés d'une lame piézoélectrique sur laquelle sont déposées des électrodes interdigitées métalliques. Le principe de fonctionnement de ces capteurs IDT impose de réaliser des électrodes dont les longueurs sont de plusieurs millimètres mais dont les largeurs sont extrêmement faibles puisqu'elles doivent correspondre à un quart de la longueur d'onde de l'onde de surface. Il est tout à fait possible de faire appel aux techniques de la microélectronique (technique Lift-off par exemple) pour réaliser de telles électrodes avec de très grandes résolutions mais en fonction de la nature des matériaux piézoélectriques et des quantités de capteurs à réaliser d'autres techniques sont également envisageables comme les techniques basées sur l'ablation et la gravure laser ou des techniques basées sur l'impression d'encre.

4.1.1 La lithographie

Etymologiquement, la micro lithographie est un moyen de reproduction de dessins à l'échelle microscopique avec des motifs de l'ordre du micron. La réalisation de tels motifs est faite en utilisant des résines sensibles aux rayonnements. La résine au départ déposée sur la lame piézoélectrique est ensuite éliminée ou polymérisé (selon le type de rayonnement et de résine utilisée) après interaction entre cette résine et le rayonnement. Cette interaction est faite à travers le masque, qui définit les motifs à reproduire (Figure 4-1).



Figure 4-1 : Schéma des différentes étapes de la photolithographie [Deboucq 12]

Selon la position du masque par rapport au système optique et la lame piézoélectrique, trois types de photolithographie peuvent se distinguer : par projection, par proximité, ou par contact (Figure 4-2).



Figure 4-2 : Le transfert de l'image du masque par contact, proximité et projection [Assouar 01]

La configuration par contact permet d'avoir une très bonne résolution cependant il y a risque d'usure de l'échantillon. L'inverse est remarqué avec la configuration à proximité c'est-à-dire que la résolution est moyenne mais le risque d'usure est écarté. Enfin la configuration par projection permet non seulement une bonne résolution mais aussi une possibilité de répétition d'un motif élémentaire.

4.1.2 L'ablation par laser

La technique d'ablation par laser est l'une des techniques qui a été utilisée pour la réalisation des capteurs développés au cours de cette thèse. Cette technique a été mise en œuvre par le CRIBC, un de nos partenaires dans le cadre du projet PRISTIFLEX.

L'ablation par laser est une technique qui utilise un faisceau laser impulsionnel. Le CRIBC dispose d'un équipement laser excimere dont le faisceau laser, de longueur d'onde UV de 248 nm, est généré par un pompage photonique à travers un mélange gazeux Krypton/Fluor. Avec cette longueur d'onde, le laser peut ablater quasiment tous les matériaux et notamment les métaux qui sont les matériaux conducteurs constitutifs des électrodes à réaliser. La technique présente aussi l'avantage d'afficher un profil d'ablation net au niveau des bords du motif. Cette technique permet d'atteindre des résolutions approchant les 2 µm (Figure 4-3).



Figure 4-3 : Principe de fonctionnent de l'ablation par laser

Les techniques basées sur l'ablation laser ont l'avantage d'être des techniques rapides, sans contact et qui offrent la possibilité de réaliser facilement des schémas complexes d'électrodes et de pouvoir les modifier à loisir puisque le spot laser vaporise le métal au fur et à mesure de son passage sur les zones où il faut supprimer le métal, sans avoir à recourir à l'utilisation de masques comme en lithographie [Basting 01].

Par contre, il est nécessaire de réaliser une première étape de métallisation de la surface de la lame piézoélectrique. D'autre part, il peut y avoir un léger échauffement local de la structure usinée qui peut être préjudiciable en particulier pour certains polymères (exemple: PVDF) et pour les propriétés piézoélectriques (température de Curie).

4.1.3 L'impression par jet d'encre aérosolisé

Le jet d'encre aérosolisé est un procédé d'impression sans contact dans lequel de très petites gouttes (dont le diamètre est de l'ordre du micromètre) d'encre sont transportées et concentrée par des buses. Il permet d'imprimer sur des supports très variés. Cette technique a été mise en œuvre, dans le cadre du projet PRISTIFLEX, par le SIRRIS.

L'Aerosol Jet printing (AJP) est une technologie d'impression haute résolution à partir d'encre chargée ou non en nanoparticules. Cette technologie permet de réaliser les électrodes des capteurs IDT sans avoir à recourir à l'utilisation de masques [Jabari 15]. Elle se fait en plusieurs étapes dont la formation de l'aérosol sous forme de bouillard de gouttelettes, qui sont ensuite dirigées jusqu'à la surface de dépôt (Figure 4-4).



- 0- Entrée du gaz inerte (N₂)
- 1- Création de l'aérosol sous forme de bouillard de gouttelette. Dans cette image la formation des goulettes est provoquée par une excitation Ultrasonique placée au fond du réservoir
- 2- Transport des gouttelettes depuis le réservoir vers la tête de dépôt
- 3- Tête de dépôts et concentrateur de jet
- 4- Dépôts sur la lame piézoélectrique

Figure 4- 4 : Les différentes étapes de la technique d'impression par jet d'encre

Les autres avantages liés à cette technique sont d'avoir la possibilité de réaliser des schémas en 3D, de traiter thermiquement les encres in-situ et d'utiliser une très large gamme d'encre (Ag, Or, semi-conducteur, diélectrique, etc.). D'autre part, il est possible d'augmenter l'épaisseur des électrodes en effectuant plusieurs passes au même endroit. Par contre, la sensibilité et la stabilité du système dépendent de l'environnement d'impression et la qualité du dépôt est affectée par l'état de surface et la porosité du substrat. Enfin, les électrodes sont réalisées au fur et à mesure et les risques d'éclaboussures ne sont pas négligeables ce qui est particulièrement le cas pour la réalisation des IDT (grand nombre d'électrodes) sachant que le moindre court-circuit annihile le capteur. Les capteurs IDT obtenus dans ce projet ont été réalisés sur la base d'un équipement commercial OPTOMEC® AJP300CE. Ce système est capable d'imprimer des lignes aussi fines que 10µm de large et 150nm d'épaisseur en un seul passage (pour des conditions parfaitement contrôlées).

L'impression d'encres diverses (céramique, métallique, polymère, conductrice, isolante, ...) est en pleine expansion actuellement.

4.2 Caractérisation des capteurs IDT avec des électrodes déposées directement sur la lame piézoélectrique

Cette partie est consacrée spécialement à l'étude des lames piézoélectriques. En particulier les lames PZT et Niobate de Lithium ont été caractérisés (figure 4-5).





Figure 4-5 : Capteurs réalisés (à gauche) en PZT et (à droite) en LiNb03

Une observation au microscope était nécessaire avant la caractérisation des capteurs, pour s'assurer de la continuité de toutes les électrodes. Cette observation permet aussi de vérifier les dimensions des électrodes (Figure 4-6). Il est à noter que tous les capteurs réalisés ont une largeur de recouvrement w=8mm.



Figure 4-6: Vu au microscope des électrodes interdigitées

Ainsi un calcul de la valeur moyenne mesurée de la largeur et de l'espacement des électrodes (a=b) a été réalisé. Soit p la périodicité des électrodes interdigitées telle que :

$$p = a + b = 2 \cdot a \qquad \qquad \text{Eq 4. 1}$$

Les valeurs obtenues sont comparables à celles prévues théoriquement (Tableau 4-1).

Nom du capteur	Matériaux	p _{th.} (µm)	p _{exp.} Moyen (µm)	Ecart-type	p _{th} p _{exp.} (μm)	Electrodes réalisées par
C1	LiNbO ₃	200	200,3	5,4	0,3	Ablation
C2	LiNbO ₃	200	198,6	3,2	1,4	Ablation
C4	LiNbO ₃	100	101,5	4,5	1,5	Ablation
C5	Pz27	90	89,6	2	0,4	Ablation
C6	Pz27	90	91	2,2	1	Ablation
C10	Pz26	100	102,3	2,5	2,3	Ablation
C7	Pz27	46	49,8	1,1	3,8	Ablation
C8	Pz27	46	49,7	3,3	3,7	Ablation
С9	Pz26	50	49,9	2,5	0,1	Ablation
C33	LiNbO ₃	400	405,3	9,4	5,3	Jet d'encre

 Tableau 4- 1 : Comparaisons des valeurs de la périodicité des électrodes entre la valeur prévue

 théoriquement et celle mesurée au microscope

Parfois, il peut se produire une mauvaise adhésion ou accrochage de la couche métallique sur la lame piézoélectrique. Ceci peut entraîner l'inefficacité ou le non fonctionnement d'un capteur. C'est le cas du capteur présenté à la figure 4-7.



Figure 4-7 : Image au microscope du capteur IDT illustrant les électrodes abimées

Si la discontinuité a lieu au niveau des deux points de contact électriques ou encore au niveau d'un plot reliant les doigts imbriqués, la laque d'argent peut être utilisée pour assurer la continuité. Par contre si cette discontinuité se situe au niveau du peigne (Figure 4-7), il est difficile de récupérer le capteur car la taille des électrodes est souvent très faible (inférieure à 100µm).

Une fois cette première phase d'observation réalisée, deux autres types de caractérisations ont été faites : il s'agit de la caractérisation électrique et de la caractérisation acoustique.

4.2.1 Caractérisation électrique

4.2.1.1 Mesures à l'analyseur de réseau



Figure 4-8 : Dispositif pour les mesures à l'analyseur de réseau

Cette mesure n'a pas été faite par modélisation. La mesure à l'analyseur (Figures 4-8) nous renseigne non seulement sur l'impédance électrique (partie réelle et partie imaginaire) du capteur mais aussi sur sa fréquence de résonance. Connaître la fréquence de résonance des capteurs est important puisqu'ils sont à bandes étroites. Ces valeurs (fréquences et impédances) ont donc été utilisées pour définir les paramètres d'excitation des capteurs. Ci-après sont présentés trois exemples de résultats obtenus sur des capteurs IDT en niobate et en PZT (Figure 4-9 à 4-11). Les mesures obtenues sur les autres capteurs sont présentées en annexe B.1.



Figure 4-10 : Impédance du capteur C5 (Pz27 à 10,95MHz)



Figure 4-11 : Impédance du capteur C10 (Pz26 à 10,66MHz)

Disposant de la résistance (R) et de la réactance (X) correspondant à la fréquence centrale, nous pouvons calculer l'impédance du capteur qui n'est rien d'autre que la norme de ces deux parties (Eq 4.2) :

Ci-dessous le tableau 4-2 récapitule les différentes valeurs (théoriques et expérimentales) d'impédances électriques et les fréquences de résonance des trois capteurs IDT C2, C5 et C10. L'ensemble des valeurs pour les autres capteurs sont données en annexe B.1.

N°	Matériaux	(a+b) _{th.} (µm)	(a+b) _{exp.} (µm)	e (mm)	R (Ω)	Χ (Ω)	Impédance (Ω)	f _{exp.} (MHz)	f _{th.} (MHz)
C2	LiNbO ₃	200	198,6	3	385	-637	744	10,07	10
C5	Pz27	90	89,6	1	39	-21	44	10,95	10
C10	Pz26	100	102,3	1	40	-31	50	10,66	10

 Tableau 4- 2: Tableau récapitulatif des différentes valeurs (théoriques et expérimentales)

 d'impédances électriques et les fréquences de résonance de chaque capteur IDT réalisé

Les fréquences de résonances relevées sont comparables aux valeurs théoriques obtenues à partir des vitesses de propagation des ondes de surface et des périodicités des électrodes pour les deux types de matériaux (LiNbO₃ et PZT). D'autre part, concernant les capteurs réalisés avec des PZT, nous relevons des valeurs d'impédance aux alentours de 50 Ohms. Par contre pour les capteurs réalisés en niobate, les impédances sont plus élevées et font plusieurs centaines d'Ohms.

4.2.1.2 Influence de la fréquence et de la périodicité (Adéquation périodicité/fréquence)

Lorsque l'on souhaite réaliser un capteur IDT adapté à une fréquence donnée, cela suppose de réaliser des électrodes ayant une largeur et une périodicité parfaitement adaptées au matériau piézoélectrique en tenant compte de la relation $f_0=V_R/4$ ·a. Autrement dit, il faut être capable de réaliser ces électrodes en tenant compte de la vitesse de propagation des ondes de surface.

Cette condition n'est pourtant par toujours facile à respecter, car les caractéristiques des matériaux ne sont pas toujours parfaitement connues (ou avec un certain degré de précision). De plus il n'est pas forcement aisé

d'adapter au cas par cas chaque réalisation d'électrodes sachant que la largeur de celles-ci sera maitrisée à quelques micromètres près. Compte tenu de cela, nous avons réalisé une étude préalable par modélisation de façon à quantifier l'impact d'une inadéquation de la fréquence d'excitation f_{exp} sur les déplacements générés.

Prenons par exemple le cas d'un capteur à base de Pz27. Sachant que la vitesse V_R du Pz27 est de 1800m/s et que la largeur des électrodes est de 22 μ m, la fréquence de résonance du capteur correspondante est de 20MHz. Sur la figure 4-12 sont représentés les déplacements générés par l'onde de surface avec les fréquences d'excitation de 20 MHz (a) et 22 MHz (b).



Figure 4- 12 : Déplacements générés sur le capteur IDT à deux fréquences différentes et pour la même largeur des électrodes

Nous constatons que le signal est un peu déformé et les amplitudes deviennent moins importantes pour l'excitation à 22MHz.

D'une façon complémentaire, un IDT a été modélisé pour une fréquence de résonance de 22MHz. Dans ce cas, la largeur des électrodes permettant de remplir la condition $f_0 = V_R/4 \cdot a$ est a=20µm (Figure 4-13).



Figure 4-13 : Déplacements générés par un capteur IDT pour des valeurs différentes de fréquence et de largeur d'électrodes

Nous constatons que nous retrouvons un signal correct avec une amplitude de 21nm.

En conclusion, étant données les imprécisions sur les caractéristiques des matériaux et sur la périodicité des électrodes inhérentes aux méthodes d'élaboration, nous auront toujours la possibilité d'obtenir les amplitudes

maximales pour les ondes de surface en adaptant la fréquence d'excitation du capteur IDT. Ceci explique pourquoi les fréquences expérimentales sont différentes des valeurs théoriques.

4.2.2 Caractérisation acoustique

Nous avons caractérisé acoustiquement les capteurs IDT en mesurant les déplacements normaux engendrés par les ondes de surface. Ces mesures ont été réalisées en utilisant des sondes interférométriques. Ces mesures de déplacements ont pu être directement comparées aux résultats obtenus par modélisation puisque nous extrayons les déplacements normaux (voir chapitre 3), des fichiers de post traitement des modélisations.

L'interféromètre laser

La mesure des déplacements par interférométrie consiste à mesurer la différence de trajet entre un faisceau lumineux de référence et un faisceau lumineux perturbé par une surface vibrante puis réfléchi.



Figure 4- 14 : Configuration optique compacte de la sonde interférométrique hétérodyne [Clorennec 08]

La figure 4-14 présente le schéma de la sonde interférométrique (sonde hétérodyne compacte). Le faisceau lumineux de fréquence f_L émis par le laser est séparé par un cube séparateur en deux faisceaux d'énergies équivalentes : la référence et la sonde. Le faisceau référence R est dirigé vers la photodiode. Le faisceau sonde traverse un modulateur acousto-optique qui décale la fréquence du faisceau de quelques mégahertz. Ce faisceau est réfléchi par l'échantillon qui vibre à une fréquence f. Ayant traversé deux fois la lame ¹/₄ d'onde, le faisceau revient polarisé verticalement, ce qui permet d'être réfléchi par le cube séparateur vers la photodiode. Le faisceau un analyseur et arrivent sur le photodetecteur. L'analyseur étant orienté à 45° il y a donc mélange des deux faisceaux. Le photodétecteur délivre ainsi un courant à la fréquence f_B (la fréquence de la cellule Bragg) dont la phase est modulée par la vibration f de la surface de l'échantillon.

Pour la détection des déplacements nous avons utilisé deux équipements : l'interféromètre hétérodyne SH-140[©] et le Vibromètre laser polytec OFV-552[©]. L'interféromètre hétérodyne SH-140 est équipé d'un laser Nd :YAG continu, doublé en fréquence (longueur d'onde de 532 nm) et d'une puissance 100 mW. Cette sonde qui n'est sensible qu'au déplacement normal à la surface de l'échantillon, présente une bande passante de 200 kHz à 45

MHz et a une sensibilité de 10 mV/Å. Le vibromètre laser polytec© fonctionne avec le même principe que l'interféromètre hétérodyne. Il est équipé d'un laser de type hélium-néon de longueur d'onde 633 nm et d'une puissance inférieure au mW. Cette sonde présente une bande passante de 30 kHz à 24 MHz et a une sensibilité de 20 mV/nm.

Nous avons excité les capteurs IDT à partir d'un générateur de fonction *LeCroy*© associé à un amplificateur et privilégié des burst de 40Vcc d'amplitude. La fréquence du signal varie d'un capteur à l'autre car elle est égale à celle relevée à l'analyseur. Puisque le générateur et le capteur sont montés en série (Figure 4-15), les tensions électriques exactes imposées aux capteurs varient en fonction de leur impédance propre.



Figure 4-15 : Circuit d'alimentation du capteur

U est la tension électrique fournie par le générateur. Cette tension est partagée entre la résistance interne du générateur "r" et le capteur. A partir de l'impédance du capteur, nous avons déterminé la tension U_R imposée au capteur, afin de mieux comparer les résultats expérimentaux à ceux obtenus par simulation.

$$U_R = E - \frac{r.E}{R+r} = \frac{E.R}{R+r}$$
Eq 4.3

Ayant fixé U à 40Vcc, nous avons calculé la tension électrique imposée à chaque capteur et imposé celle-ci pour la modélisation. L'impédance électrique ainsi que la tension imposée à chaque capteur, sont reportés dans le tableau 4-3.

Chapitre 4 : réalisation et caractérisation des capteurs IDT

N°	Impédance (Ohm)	tension crête imposée (V)	Electrodes réalisés par
C1	705	18,7	Ablation
C2	744	18,7	Ablation
C4	420	17,9	Ablation
C5	45	9,4	Ablation
C6	50	10,0	Ablation
C7	64	11,2	Ablation
C8	76	12,1	Ablation
С9	42	9,1	Ablation
C10	51	10,1	Ablation

	Tableau 4- 3: Impédance et tension à imposer aux capter
--	---------------------------------------------------------

Nous avons confirmé l'influence du nombre de sinusoïdes sur la réponse du capteur. En effet lors de la modélisation nous avons toujours adapté le nombre de sinusoïdes du burst au nombre de paires d'électrodes. Pour valider expérimentalement ce choix nous avons imposé sur différents capteurs composés de 10 paires d'électrodes, 5, 10, et 20 sinusoïdes. Les résultats sont présentés sur la figure 4-16.



Figure 4- 16 : Déplacements relevés à l'interféromètre sur le capteur C2(LiNbO₃) pour une excitation burst composée de 5, 10 et 20 sinusoïdes

Lorsque le nombre de sinusoïdes est inférieur au nombre de paires d'électrodes (5 sinusoïdes), les déplacements générés ont une amplitude plus faible que lorsque le nombre de sinusoïdes est égal (ou supérieur) au nombre de paires d'électrodes (10 sinusoïdes). Ensuite au-delà de 10 sinusoïdes, le nombre de sinusoïdes ne fait plus augmenter l'amplitude des déplacements générés et nous observons un plateau sur le signal (20 sinusoïdes). Ceci confirme la pertinence de notre choix.

Sur les figures 4-17 a 4-22, nous comparons les déplacements normaux à la surface de la lame piézoélectrique obtenus par simulation et ceux relevés par mesures à l'aide de l'interféromètre laser pour trois types de lames piézoélectriques (LiNbO₃, Pz26 et Pz27). Les signaux relevés pour les autres capteurs sont donnés en annexe B.2.



Figure 4-17 : Déplacements normaux à la surface du capteur C1(LiNbO₃) à 10MHz



Figure 4-18 : Déplacements normaux à la surface du capteur C4(LiNbO₃) à 20MHz



Figure 4-19 : Déplacements normaux à la surface du capteur C5(Pz27) à 10MHz



Figure 4- 20 : Déplacements normaux à la surface du capteur C7(Pz27) à 20MHz



Figure 4-21 : Déplacements normaux à la surface du capteur C10(Pz26) à 10MHz



Figure 4-22 : Déplacements normaux à la surface du capteur C9(Pz26) à 20MHz

Comme le prédit la modélisation, que ce soit sur le monocristal (LiNbO₃ XY+128) ou sur les matériaux céramiques (Pz26 et Pz27), nous arrivons à générer les ondes de surface sur la lame piézoélectrique. La forme des signaux relevés à l'interféromètre est comparable à celle obtenue par modélisation. Etant donnée l'état de surface des composites BaTiO₃/résine, il a été impossible de faire des mesures à l'interféromètre sur ces derniers. L'amplitude maximale des déplacements générés est comparée aux résultats de simulation numérique (tableau 4-4). Le tableau complet des mesures est en annexe B.2.

N°	Matériaux	e (mm)	f _{exp.} (MHz)	f ^{th.} (MHz)	Nombre de paires d'électrodes	Amplitude _{th.} (nm) +/- 0.7m/s	Amplitude _{exp.} (nm)	interféromètre
C2	LiNbO ₃	3	10,07	10	10	3	3,4	SH140
C4	LiNbO ₃	3	20,11	20	10	3	2,2	SH140
C5	Pz27	1	10,95	10	10	15	4,1	SH140
C7	Pz27	1	19,48	20	10	16	1,6	SH140
C10	Pz26	1	10,66	10	10	13	10,1	SH140
С9	Pz26	1	21,32	20	10	13	1,7	SH140

Tableau 4- 4 : Amplitudes maximales (théoriques et expérimentales) des déplacements pour différents capteurs

Pour les capteurs à base de LiNbO₃, les valeurs relevées à l'interféromètre sont comparables à celles obtenues par modélisation à 10 et 20MHz même si on commence à percevoir l'effet de l'atténuation sur les mesures à 20MHz. Pour les capteurs à base de PZT par contre, les valeurs expérimentales sont systématiquement plus faibles par rapport à la modélisation. On constante également que l'amplitude décroit plus significativement avec l'augmentation de la fréquence. Ceci est bien évidemment dû aux phénomènes d'atténuation liés à la microstructure des PZT (non prise en compte dans la modélisation). Celles-ci sont constituées de grains qui vont atténuer les ondes de surface et ceci sera d'autant plus marqué que la fréquence des ondes augmente (Figures 4-23).



Figure 4-23 : Microstructure du Pz27 à un grossissement de 5000

Expérimentalement, du fait de cette atténuation, pour avoir des amplitudes acceptables, il est bien sûr possible d'augmenter le nombre de paires d'électrodes. Pour illustrer ceci, nous avons à titre d'exemple, réalisé un capteur en niobate de lithium (C33) avec 20 paires d'électrodes et une fréquence de résonance de 5MHz. Dans ces conditions, nous avons pu mesurer des déplacements plus importants de l'ordre de 6nm. Cependant cette solution conduit à des tailles de capteurs plus importantes.

Le comportement diffèrent du Pz27 par rapport au Pz26 peut être dû au dopants utilisés pour la réalisation de ces matériaux puisque le Pz26 est un PZT dur contrairement au Pz27 qui est un PZT doux.

Par ailleurs, afin de mettre en évidence cette atténuation liée à la microstructure, des mesures ont été faites en plusieurs points de la lame piézoélectrique. En prenant comme référence la dernière électrode interdigitée, l'évolution des amplitudes maximales en fonction de la position où sont relevés les déplacements est illustrée sur la figure 4-24.



Figure 4- 24: Evolution de l'amplitude maximale des déplacements en fonction de la distance par rapport aux électrodes avec les points expérimentaux et une droite de régression linéaire

Pour le capteur à base de LiNbO₃, on constate une atténuation progressive avec la distance de propagation. L'amplitude maximale passe ainsi de 3,4nm à 2,1nm entre 1 et 6mm. Pour les capteurs à base de Pz27 et Pz26, les valeurs de déplacement relevées à l'interféromètre sont plus dispersées (influence de la microstructure et de la rugosité) mais globalement on peut remarquer que l'atténuation est plus marquée pour les PZT.

4.3 Caractérisation des capteurs IDT avec des électrodes déposées sur une lame époxy

Peut-on générer des ondes de surface sur une lame piézoélectrique sans forcément déposer les électrodes directement sur celle-ci? Nous avons tenté de répondre à cette question en utilisant des peignes déposés sur des plaques fine d'époxy (non conductrice et non piézoélectrique), puis mis en contact avec des lames piézoélectriques vierges.

L'avantage est que par la suite, différents matériaux peuvent être testés avec un même modèle de peigne, sans repasser par l'étape de réalisation des électrodes sur les différentes lames piézoélectriques. Il y a donc un gain en temps et aussi en dépenses (frais de réalisation des électrodes). D'autre part, avec la même lame piézoélectrique et différents modèles de peigne sur époxy, il est possible de tester différentes fréquences. Les électrodes ont été réalisées par les deux techniques de réalisation des électrodes utilisées dans le cadre de cette thèse (Figure 4-25).



Figure 4-25 : Electrodes déposés sur époxy : (a) par ablation par laser, (b) par impression d'encre

Pour les électrodes réalisées sur époxy par la méthode d'ablation par laser, nous avons une autre couche métallique sur l'époxy qui entoure le peigne (Figure 4-25(a)). Même s'il n'y a pas de contact entre les électrodes interdigitées et cette couche, il a fallu enlever toute cette couche pour éviter tout court-circuit.

Afin d'avoir un lien avec les électrodes interdigitées plaquées sur la lame piézoélectrique, nous avons ramené les points de contact à la face arrière de l'époxy à l'aide d'un ruban conducteur en cuivre. Ainsi nous avons pu faire la caractérisation électrique et acoustique tout en maintenant les électrodes en contact avec la lame piézoélectrique (Figure 4-26).



Figure 4- 26 : Montage pour l'excitation de l'onde sur une lame de LiNbO₃

4.3.1 Caractérisation électrique

Les mesures dans ce cas de figure n'ont pas été faciles puisqu'il a fallu avoir un contact constant entre la lame et les électrodes, car la qualité de ce contact influence fortement la valeur de l'impédance mesurée. Ci-dessous sont donnés deux exemples de résistances obtenues pour une lame en niobate. On peut remarquer que l'on détecte nettement la fréquence de résonance, mais que le signal est assez bruité et peu stable (Figure 4-27). L'ensemble des signaux obtenus à l'analyseur sont donnés en annexe B.3.



*Figure 4- 27 : Résistance des capteurs IDT en LiNbO*₃ avec les électrodes déposées sur la lame époxy (a) fréquence de résonance 4,96 MHz (b) fréquence de résonance 10,78 MHz

4.3.2 Caractérisation acoustique

Nous avons montré qu'il était tout à fait possible de générer des ondes de surface sur le niobate de lithium avec cette solution. Cependant avec le PZT nous n'avons aucun signal. En effet, l'état de surface du PZT, avec une rugosité bien plus importante que pour un monocristal ne nous a pas permis d'obtenir un contact intime suffisant (présence d'air). Ci-après sont présentés deux exemples de déplacements générés avec des électrodes déposées sur la lame époxy (Figure 4-28). Le reste des signaux obtenus avec d'autres configurations d'électrodes sont donnés en annexe B.4.



Figure 4- 28 : Déplacements générés sur des capteurs IDT en LiNbO₃ avec des électrodes déposées sur la lame époxy (a) fréquence de résonance 4,9 MHz (b) fréquence de résonance 10,9 MHz

Le tableau 4-5 résume les principaux résultats en termes d'impédances et d'amplitudes maximales de déplacements pour les différents motifs d'électrodes déposées sur des lames d'époxy. L'ensemble complet des résultats est donnés en annexe B.4.

No	Electrodes réalisées par	w (mm)	a (µm)	f _{th.} (MHz)	f _{exp.} (MHz)	Z (Ω)	Nombre d'électrode	Nbre de sinusoïdes	Amplitude _{exp.} (nm)	Mesure réalisé à partir de
e4	Jet d'encre	8	200	5	4,92	150	20	20	1,6	SH140
e13	Circuit imp.	10	200	5	4,99	220	10	10	2,4	SH140
e11	Ablation	8	200	5	5,1	100	10	10	0,35	SH140
e22	Ablation	8	200	5	-	-	10	10	0,12	POLYTEC
e5	Jet d'encre	8	100	10	11,03	320	20	20	0,22	SH140
e10	Ablation	8	100	10	10,5	200	10	10	0,3	SH140
e12	Circuit imp.	10	100	10	9,96	105	25	20	1,6	SH140

 Tableau 4- 5 : Paramètres des électrodes déposées sur époxy et résultats relevés sur LiNbO3

 <u>d'épaisseur 3mm</u>

Nous constatons de manière générale que les déplacements obtenus sont plutôt plus faible que dans le cas où les électrodes sont directement déposées sur la lame de niobate. Néanmoins, cette possibilité est tout à fait envisageable pour des besoins spécifiques comme par exemple pour contrôler la qualité des lames piézoélectriques. Il est à noter que tous nos essais réalisés à plus haute fréquence (20 et 40MHz) n'ont pas donné de résultat, probablement dû à l'état de surface. Une mesure avec de surfaces rectifiées peut être envisagée.

4.3.3 Comparaison des résultats obtenus pour des électrodes déposées directement sur une lame piézoélectrique ou indirectement sur une lame époxy

Certaines électrodes réalisées sur les lames époxy (eXX) avaient les mêmes paramètres (nombre d'électrodes interdigitées, périodicité de ces électrodes, largeur de recouvrement des électrodes) que ceux réalisés sur les lames piézoélectriques (CXX). Ainsi nous avons e10 et e21 qui ont d'une part les mêmes paramètres que C1e t C2 puis e3 et e4 qui ont les même paramètres que C33 d'autre part. De la même manière nous pouvons comparer e3 et e4 au capteur IDT C33 (tableau 4-6).

	f _{th.} (MHz)	w (mm)	a (µm)
C1, C2, e10 et e21	10	8	100
C33, e3 et e4	5	8	200

Tableau 4- 6 : Paramètres des électrodes interdigitées réalisées sur les lames piézoélectriques et sur époxy

4.3.3.1 Mesures électriques

Les figures 4-39 et 4-30 montrent les résultats des mesures réalisées à l'analyseur réseau, pour différents capteurs. Les impédances relevées dans la configuration où les électrodes sont déposées sur une lame époxy sont non seulement très variables mais aussi différente de celles relevées dans le cas où les électrodes sont directement déposées sur la lame piézoélectrique.



4.3.3.2 Mesures acoustiques

Nous constatons qu'avec les électrodes sur époxy l'amplitude des déplacements générés représente 10% à 10MHz (figure 4-31) et 20% à 5MHz (figure 4-32) des amplitudes obtenues lorsque les électrodes sont directement déposées sur le niobate.



Figure 4- 31 : Déplacements générés sur le capteur IDT avec des électrodes déposées (a) sur la lame piézoélectrique (b) sur la lame époxy



Figure 4- 32 : Déplacements générés sur le capteur IDT avec des électrodes déposées (a) sur la lame piézoélectrique (b) sur la lame époxy

4.4 Caractérisation des capteurs IDT rigides en contact avec un substrat d'aluminium

Dans le chapitre 3, nous avons étudié et optimisé par modélisation les différents paramètres des capteurs IDT à privilégier pour générer efficacement les ondes de surface sur un substrat (aluminium). Cette optimisation est à présent vérifiée expérimentalement.

Différents matériaux ont été utilisés pour la réalisation des capteurs IDT : les PZT de Feroperm (Pz26 et Pz27), les PZT de la société PI (PIC225), les PZT de la société CONRAD (PZT-CONRAD), et le Niobate de lithium coupe XY +120° (Figure 4-33).



Figure 4- 33 : Exemple de capteurs IDT réalisés pour la génération d'onde sur un substrat d'aluminium (a) en Pz26, (b) en Pz27, (c) en LiNbO₃ XY+128, (d) en PZT-CONRAD et (e) en PIC225

Nous avons utilisé comme substrat, l'aluminium d'épaisseur 3mm (pour les fréquences de 3MHz et plus) et 6mm (pour des fréquences plus faibles).

De nouveau, les deux types de caractérisation (électrique et acoustique) ont été réalisés. Concernant la caractérisation acoustique, en plus des mesures interférométriques déjà utilisées, nous avons effectué des mesures en émission-réception entre deux capteurs. La mesure peut se faire entre deux capteurs IDT ou entre un capteur IDT et un capteur à coin.

4.4.1 Caractérisation électrique

Puisque l'objectif est de générer les ondes de surface sur le substrat, nous avons au préalable mis les capteurs IDT en contact avec ce substrat. Nous avons réalisé des mesures d'impédance à l'analyseur des réseaux. Cidessous sont donnés quelques résultats et le reste de mesures réalisées à l'analyseur des réseaux se trouvent à l'annexe B.5.



Figure 4-34 : Résistances relevées avec des capteurs (en Pz26) en contact avec le substrat

Les signaux relevés ici sont très différents de ceux relevés sur les capteurs IDT seuls, présentés dans la première partie. Les signaux présentés à la figure 4-33 correspondent, pour le Pz26, aux cas ou l'épaisseur de la lame piézoélectrique est : faible par rapport à λ_{R-LAME} (Figure 4-34(a)), égale à λ_{R-LAME} (Figure 4-34 (b)) et un peu plus

grande par rapport à λ_{R-LAME} (Figure 4-34(c)). Les paramètres comme l'épaisseur des capteurs ou encore la taille des électrodes sont donnés au paragraphe 4.4.1.2.

Nous constatons que lorsque l'épaisseur est faible par rapport à λ_{R-LAME} nous n'avons aucune information. Cependant lorsque la lame est comparable à λ_{R_LAME} le signal présente plusieurs pics. Cela peut être dû à des réflexions parasités sur les surfaces de la lame piézoélectrique.

Lorsque l'épaisseur devient grande (à partir de 3 λ_{R-LAME}), nous retrouvons un signal presque identique à ceux relevés sur les capteurs IDT seuls, présentés dans la première partie. Il faut toutefois signaler que pour ces grandes épaisseurs, le capteur peut présenter une fréquence de résonance différente de celle prévue à la base pour son utilisation sur l'aluminium, puisque la largeur des électrodes est fixée en tenant compte de V_{R-SUB} (à l'exception de LiNbO₃ ou V_{R-SUB} et V_{R-LAME} ont été considérées). Les mesures électriques sont donc insuffisantes pour conclure quant à l'efficacité de ces capteurs.

4.4.2 Caractérisation acoustique

a. Mesures en transmission avec un capteur à coin

Pour tester le fonctionnement des capteurs, nous les excitons (Burst de 10 sinusoïdes de 40V) à partir d'un signal électrique, puis nous détectons l'onde de surface à l'aide d'un capteur à coin. L'inverse est aussi fait, c'est-à-dire que le capteur à coin est excité et un capteur IDT est utilisé en réception. Pour que la mesure soit possible ou que les résultats soient fiables, il faut que le capteur émetteur et le capteur récepteur fonctionnent à la même fréquence. Les capteurs à coin ont des fréquences de résonance de : 1MHz, 2,25 MHz, 5MHz et 10MHz. Dans les tableaux et figures qui suivront nous nommerons par coin1 le capteur à coin de 1MHz, coin2 le capteur à coin de 2,25MHz, coin5 le capteur à coin de 5MHz et coin10 le capteur à coin de 10MHz. *F* _{th} signifiera : fréquence théorique calculée à partir de la vitesse et de la longueur d'onde, et *F* _{exp}: la fréquence utilisé pour exciter le capteur. Ci-dessous sont présentés deux exemples des réponses relevées à l'aide d'un capteur à coin suite à l'excitation des capteurs IDT rigides (Figure 4-35). L'intégralité des mesures est donnée en annexe B.6.



Figure 4- 35 : Réponses relevées à l'aide des capteurs à coin, suite à l'excitation d'un capteur IDT rigide

Dans le tableau 4-7 sont donnés quelques résultats et l'intégralité des mesures est donnée en annexe B.6.

Emetteur	Récepteur	Matériau (IDT)	e (µm)	Contact avec le substrat	f _{exp.} (MHz)	e/λ_{R_LAME}	Tension (mV)	Electrodes réalisés par
C32	Coin5	LiNbO ₃	500	Non collé	3,1	0,39	200	Jet d'encre
C44	Coin5	PZ27	500	Non collé	3	0,86	640	Jet d'encre
C44	Coin5	PZ27	500	collé	3	0,86	940	Jet d'encre
C90	Coin5	PZ26	1000	Non collé	4,3	2,15	55	Ablation
C43	Coin5	PZ26	500	Non collé	5	1,25	470	Jet d'encre

Tableau 4-7: Paramètres des différents capteurs IDT et résultats obtenus à l'aide d'un capteur à coin.

Comme pour la modélisation, nous voyons l'influence du type de contact entre la lame et le substrat. Pour le capteur C44 nous avons effectué les mesures dans le cas où le capteur est collé et non collé. Les déplacements sont présentés à la figure 4-36. Contrairement à la simulation, l'amplitude est plus faible lorsque le capteur n'a pas été collé. Cette différence est probablement due au fait que, dans la simulation, le couplant n'a pas été considéré. Toutefois puisque dans les deux cas, l'amplitude des déplacements est assez importante, nous éviterons de coller les capteurs afin de pouvoir les utiliser sur d'autres surfaces.



Figure 4- 36 : Comparaison des amplitudes des SAW générées par un capteur IDT (en Pz27-C44) collé et non-collé sur le substrat d'aluminium

b. Mesures interférométriques

Le vibromètre laser polytec a été utilisé pour cette partie. Contrairement aux mesures acoustiques avec le capteur à coin, nous n'avons plus de problème d'adaptation de la fréquence (entre l'émetteur et le récepteur) ainsi les amplitudes relevées peuvent être comparées entre elles (puisque ici le déplacement absolu est obtenu). Afin de valider les résultats obtenus par modélisation, pour un matériau donné, plusieurs capteurs d'épaisseur différentes mais fonctionnant à la même fréquence ont été réalisés.

Capteurs IDT en Pz26

Compte tenu des épaisseurs de pastilles de Pz26 dont nous disposions, et du critère $e/\lambda_{RLAME} = 1$, nous avons sélectionné une fréquence de 4,3 MHz. Les différents paramètres des capteurs IDT en Pz26 réalisés sont résumés dans le tableau 4-8.

N°	e (µm)	Contact avec le substrat	f _{exp.} (MHz)	e/λ_{R_LAME} th	a (µm)	Nbre d'électrodes	w (mm)	Electrodes réalisées par	Amplitude (nm)
C93	200	Non collé	4,3	0,43	169	20	8	Ablation	1,1
C99	500	Non collé	4,3	1,08	169	20	8	Jet d'encre	2,5
C43	500	Non collé	4,6	1,15	169	20	8	Jet d'encre	2,25
C90	1000	Non collé	4,3	2,15	169	20	8	Ablation	1

Tableau 4-8 : Paramètres des Capteurs IDT en Pz26

Les déplacements générés par chaque capteur IDT, et relevés à l'aide de l'interféromètre laser sont représentés sur la figure 4-37. Puisque nous faisons une modélisation sans prendre en compte l'atténuation, nous n'avons pas fait de comparaison des amplitudes (modélisation et expérimentation). Cependant nous faisons nos mesures dans les mêmes conditions pour chaque épaisseur et nous pouvons comparer les déplacements générés pour différentes épaisseurs d'un même matériau.



Figure 4- 37 : Déplacements relevés à l'aide de l'interféromètre laser sur un substrat d'aluminium, pour différentes épaisseurs de capteurs IDT à base de Pz26

A partir de ces déplacements, nous pouvons avoir l'évolution de l'amplitude des déplacements générés en fonction du rapport entre l'épaisseur et la longueur d'onde de l'onde de Rayleigh dans la lame piézoélectrique (λ_{R-LAME}) .



<u>Figure 4- 38 : Amplitude maximale des déplacements générés sur un substrat d'aluminium en fonction</u> <u>du ratio e/A_{R-LAME} pour le couple de matériaux Pz26/Al</u>

La figure 4-38 permet de confirmer expérimentalement que l'amplitude est maximale lorsque l'épaisseur est comparable à la longueur d'onde de l'onde de Rayleigh dans la lame piézoélectrique comme prévu lors de la modélisation.

Capteurs IDT en Pz27

N°	e (µm)	Contact avec le substrat	f _{exp.} (MHz)	e/ λ _{R-} lame	a (µm)	Nombre d'électrodes	w (mm)	Electrodes réalisées par	Amplitude (nm)
C94	200	Non collé	2,95	0,33	246	20	8	Ablation	3,4
C44	500	Non collé	3,1	0,86	246	20	8	Jet d'encre	4,5
C45	500	Non collé	3,2	0,89	246	20	8	Jet d'encre	5
C91	1000	Non collé	3	1,67	246	20	8	Ablation	2

En ce qui concerne le Pz27, toujours limité par les épaisseurs disponibles, nous avons travaillé à une fréquence f_0 = 2,95 MHz. Les paramètres utilisés pour la réalisation de ces capteurs IDT sont reportés dans le tableau 4-9.

Tableau 4-9 : Paramètres des Capteurs IDT en F

Les déplacements relevés pour chaque épaisseur sur la plaque d'aluminium à l'aide de l'interféromètre laser à une distance de 1cm sont présentés à la figure 4-39.



Figure 4- 39 : Déplacements relevés à l'aide de l'interféromètre laser sur un substrat d'aluminium, pour différentes épaisseurs de capteurs IDT à base de Pz27

L'amplitude maximale des déplacements correspondant à chaque capteur est représentée à la figure 4-39, en fonction du rapport entre l'épaisseur et la longueur d'onde de l'onde. Tout comme remarqué avec des essais effectués par modélisation par éléments finis, les amplitudes maximales sont obtenues pour une épaisseur comparable à la longueur d'onde dans la lame piézoélectrique (Figure 4-40).



<u>Figure 4- 40 : Amplitude maximale des déplacements générés sur un substrat d'aluminium en fonction</u> <u>du ratio e/λ_{R-LAME} pour le couple de matériaux Pz27/Al</u>

D'autre capteurs IDT en PZT ont été aussi réalisés à des fréquences beaucoup plus élevées comme par exemple à 9,9 MHz pour le Pz26. Avec ces fréquences beaucoup plus élevées nous avons des amplitudes beaucoup plus faibles. Cela est dû à l'effet d'atténuation (Figure 4-41). Cependant, ces résultats restent satisfaisants car dans la littérature, les PZT sont très peu utilisés pour ce genre d'application.



Figure 4- 41 : Déplacements relevés à l'interféromètre laser sur un substrat d'aluminium avec un
capteur IDT en Pz26 pour $e/\lambda_{R-LAME}=0,99$ à 9,9MHz

Capteurs IDT en LiNbO3

Avec les épaisseurs disponibles nous n'avons pas pu effectuer les mesures pour tous les cas de figures concernant le rapport entre l'épaisseur et la longueur d'onde. Nous avons toutefois effectué pour ce matériau, les essais en considérant les deux valeurs de $a : a_{SUB}$ et a_{LAME} .

N°	е (µm)	Contact avec le substrat	f _{exp.} (MHz)	e/ λ _{R-} lame	a (µm)	Nbre d'électrodes	W (mm)	Electrodes réalisées par	Amplitude (nm)
C97	500	Non collé	3	0,38	333	20	8	Jet d'encre	0,4
C95	500	Non collé	8,2	1,03	125	20	8	Jet d'encre	0,21
C96	3000	Non collé	7,98	5,99	125	20	8	Ablation	0,13

> Avec le LiNbO₃, pour a=a_{LAME} les paramètres des capteurs réalisés sont présentés dans le tableau 4-10.

Tableau 4- 10 : Paramètres des Capteurs IDT en LiNbO₃ pour a_{LAME}

En traçant l'amplitude maximale des déplacements relevés en fonction du rapport e/ λ_{R-LAME} même si nous n'avons que deux points (pour la même fréquence de 8MHz), nous obtenons quand même la même tendance que pour la modélisation (figure 4-42).



Figure 4- 42 : Amplitude maximale des déplacements générés sur un substrat d'aluminium en fonctiondu ratio e/λ_{R-LAME} pour le couple de matériaux LiNbO₃/Aluminium en considérant a_{LAME}

Les déplacements générer sur le substrat d'aluminium en utilisant le capteur IDT C97 et C95 sont représentés à la figure 4-43.



Figure 4- 43 : Déplacements relevés à l'aide de l'interféromètre laser sur un substrat d'aluminiumavec un capteur IDT à base de LiNbO3 pour $e=0,37 * \lambda_{R-LAME}$

Le ratio $e/\lambda_{R-LAME} = 0.37$ n'est pas le meilleur ratio pour générer efficacement les ondes de surface sur le substrat d'aluminium avec a_{LAME} . Cependant ce capteur a été réalisé pour effectuer une comparaison avec d'autres capteurs, réalisé avec la même épaisseur, fonctionnant à la même fréquence mais avec une valeur de a différente (a_{SUB} au lieu de a_{LAME}). Cette comparaison sera réalisée par la suite.

Avec le LiNbO₃, pour a=a_{SUB} (chapitre 3), les capteurs IDT ayant des paramètres listés dans le tableau
 4-11 ont été réalisés et testés.

N°	e (µm)	Contact avec le substrat	f _{exp.} (MHz)	e/λ _{R-} lame	a (µm)	Nbre d'électrodes	W (mm)	Electrodes réalisées par	Amplitude (nm)
C32	500	Non collé	3	0,37	246	20	8	Jet d'encre	2
C31	500	collé	2,95	0,37	246	20	8	Jet d'encre	1,3
C98	3000	Non collé	2,95	2,21	246	20	8	Ablation	0
C11	500	Non collé	8	1	90	20	8	Ablation	0

Tableau 4-11 : Paramètres des Capteurs IDT en LiNbO₃ pour a_{SUB}



Figure 4- 44 : Déplacements relevés à l'interféromètre laser sur un substrat d'aluminium, à partir des capteurs IDT en LiNbO₃

Ici aussi nous avons des résultats en accord avec la modélisation. Lorsque l'épaisseur est comparable à λ_{R-LAME} les placements sont presque inexistant (Figure 4-44 (a)) alors que pour e= $0,37*\lambda_{R-LAME}$ nous générons efficacement les ondes de surface (Figure 4-44 (b)). Avec le capteur C31 le signal relevé à l'interféromètre est très perturbé, surement en raison d'un mauvais collage (Figure 4-44 (c)).

En traçant l'amplitude maximale des déplacements relevés en fonction du rapport e/ λ_{R-LAME} et pour des fréquences aux alentours de 3MHz, nous remarquons la même tendance que la modélisation (Figure 4-45).



<u>Figure 4- 45 : Amplitude maximale des déplacements générés sur un substrat d'aluminium en fonction</u> <u>du ratio e/λ_{R-LAME} pour le couple de matériaux LiNbO₃/Aluminium en considérant a_{SUB}</u>

Compte tenu des épaisseurs dont nous disposions, nous n'avons pas pu mener des expériences à la même fréquence pour $a=a_{SUB}$ et $a=a_{LAME}$. Dans ces conditions nous ne pouvons pas comparer les courbes (amplitude/ratio e/λ_{R-LAME}) obtenues pour a_{SUB} et a_{LAME} , comme nous l'avons fait par modélisation.

Par contre la comparaison sur les choix relatifs à a_{SUB} et à a_{LAME} peut être réalisée sur les déplacements observés avec C32 et C97 puisque ces deux capteurs fonctionnent à une fréquence de 3 MHz. Nous constatons que pour le même rapport e/λ_{R-LAME} et pour une même fréquence, l'amplitude est bien plus importante pour a_{SUB} que pour a_{LAME} . Le même constat est fait entre C11 et C95. En effet pour des rapports e/λ_{R-LAME} et des fréquences d'excitation comparables, le capteur C11 (avec des électrodes de largeur a_{SUB}) ne permet pas de générer les déplacements sur le substrat d'aluminium alors que le capteur C95 (avec des électrodes de largeur a_{LAME}) permet de générer des déplacements d'amplitudes maximales 0,2 nm. Ceci est en parfait accord avec les résultats de la modélisation.


c. Mesures entre deux capteurs IDT

Figure 4- 46 : Cliché de l'ensemble du dispositif utilisé pour des mesures acoustiques en émission réception

Cette mesure est faite entre deux capteurs IDT en émission-réception (Figure 4-46). Pour de bonnes conditions de mesures, il faut que les deux capteurs IDT fonctionnent aux mêmes fréquences. Ci-après sont présentés quelques exemples de mesures (Figure 4-47).



Figure 4- 47 : Réponses relevées à l'aide d'un capteur IDT (rigide) suite à l'excitation d'un capteur IDT de même nature

Concernant ces mesures, nous remarquons que nous obtenons des signaux avec de très bons rapports signal sur bruit. Ce qui confirme la possibilité d'utiliser les capteurs IDT pour du contrôle sur des structures. Toutefois, ces résultats concernent des capteurs rigides, ce qui limite le contrôle à des surfaces planes. Dans le tableau 4-12 sont donnés quelques résultats et l'intégralité des mesures est donnée en annexe B.6.

Emetteur	Récepteur	Matériau	e (µm)	f _{exp.} (MHz)	e/λ_{R_LAME}	Tension à la sortie (mV)
C31	C32	LiNbO ₃	500	2,95	0,37	65
C44	C45	Pz27	500	3,1	0,86	440
C42	C43	Pz26	500	4,6	1,15	500

 Tableau 4- 12 : Paramètre des capteurs IDT et résultats obtenus pour les mesures réalisés entre deux capteurs IDT rigides de même nature

D'après ces résultats, les capteurs à base de Pz26 semblent générer les amplitudes les plus élevées. Il faut noter que c'est la seule paire de capteurs IDT pour laquelle l'émetteur et le récepteur ont la même fréquence de résonance (4,6 MHz). Pour le Pz27, l'émetteur et le récepteur ont des fréquences de résonance de 3 MHz et 3,2 MHz. En ce qui concerne le LiNbO₃, l'émetteur et le récepteur ont les fréquences de résonance de 2,95 MHz et 3 MHz. Cette différence entre les fréquences de résonance des capteurs émetteur et récepteur pourrait expliquer pourquoi les amplitudes sont moins élevées pour les capteurs à base de Pz27 par rapport aux capteurs à base de Pz26. Enfin, pour les capteurs à base de LiNbO₃ en plus de la différence des fréquences de résonance, il faut rappeler que ce matériau est moins performant que les PZT, surtout à des faibles fréquences.

4.5 Capteurs IDT flexibles

Dans le cadre de cette thèse, des capteurs IDT flexibles à base de différents matériaux piézoélectriques ont été étudiés. Les matériaux utilisés sont d'une part des matériaux élaborés spécifiquement dans le cadre du projet PRISTIFLEX (BaTiO₃/résine, PU/PZT, PI/PZT) et d'autre part le PVDF.

4.5.1 Réalisation des électrodes sur les lames piézoélectriques flexibles

a. Capteurs IDT en BaTiO₃/résine

Il a fallu dans un premier temps s'adapter aux propriétés (rugosité, élasticité, tenue en température) des nouveaux matériaux flexibles et en particulier pour les deux techniques d'élaboration des électrodes (ablation laser, impression jet d'encre). Concernant la réalisation des électrodes sur BaTiO₃, nous avons obtenu des résultats satisfaisant aussi bien par la méthode d'ablation par laser (Figure 4-48 (1)) que par la méthode de dépôt par jet d'encre (Figure 4-48 (1)), des capteurs IDT ont été réalisés et testés.



Figure 4- 48 : Capteurs IDT réalisés à partir des lames en BaTiO₃/résine



Figure 4- 49 : Vue au MEB du capteur en BaTiO₃/résine montrant la continuité des électrodes interdigitées

La figure 4-49 présente une vue au MEB des électrodes réalisées par ablation par laser. Sur la partie de droite, une image MEB agrandie, illustrant la qualité de l'ablation effectuée par le laser et les proportions, avec les différentes couleurs, des trois matériaux en présence : le noir correspond à la résine, le gris foncé à la matière BaTiO₃ piézoélectrique et le gris clair à la couche de platine conductrice. Les électrodes métalliques (en platine) sont donc parfaitement découpés (bord net) et continues.

b. Les capteurs IDT en PU/PZT et PI/PZT

Pour la réalisation des électrodes interdigitées sur les composites PU/PZT et PI/PZT, le SIRRIS a rencontré des difficultés liées à : l'élasticité du matériau, la non planéité de la surface des films et la température de fusion du PU qui est très basse (~80°C).

Ainsi les électrodes des capteurs interdigités (en PU/PZT et PI/PZT) testés ont été essentiellement réalisées par ablation par laser (Figure 4-50).



(a) PU/PZT

(b) PI/PZT

Figure 4- 50 : Capteurs réalisé à partir des films en PU/PZT et PI/PZT par ablation



Figure 4- 51 : Vue au MEB du capteur en PU/PZT et PI/PZT montrant la continuité des électrodes interdigitées

Encore une fois les électrodes sont continues et de bonnes qualités comme le montre la figure 4-51. Sur cette figure, nous pouvons voir que les grains de PZT sont dispersés de manière très homogène dans le PU ou dans le PI.

c. Capteurs IDT en PVDF

Au cours du dépôt d'électrodes en utilisant la méthode d'impression par jet d'encre, nous avons rencontré des difficultés liées notamment à la tenue en température du PVDF. En effet, avec la technique d'impression par jet d'encre, afin que les électrodes adhèrent bien au matériau, il est nécessaire d'effectuer un traitement thermique. Ainsi au cours du traitement thermique, les films de PVDF se déforment comme indiqué sur la photo de la figure 4-52. La déformation est beaucoup plus marquée pour les épaisseurs les plus faibles.



(a) 28μm(b) 52μm(c) 110μnFigure 4- 52 : Capteurs IDT réalisé à partir des films de PVDF par jet d'encre

Malgré cette déformation nous avons obtenu une très bonne qualité d'impression avec des lignes continues. De la même manière, avec la méthode par ablation laser, les films de PVDF, très fins se déforment. Cependant nous notons que les déformations sont moins importants (figure 4-53).



Figure 4-53 : Capteurs IDT réalisé à partir des films de PVDF par ablation

Les capteurs IDT réalisés à base de lames rigides ou en PVDF ont servi de référence vis-à-vis des capteurs IDT flexibles réalisés avec de nouveaux matériaux.

4.5.2 Caractérisation électrique

Nous avons rencontré beaucoup de difficultés pour cette caractérisation électrique. En effet, les mesures à l'analyseur des réseaux ne nous ont pas permis de mettre en évidence la fréquence de résonance de ces capteurs flexibles quelle que soit leur configuration d'utilisation (capteurs IDT flexibles seuls ou capteurs IDT collés sur le substrat d'aluminium).

4.5.3 Caractérisation acoustique

4.5.2.1 Mesures transmission avec un capteur à coin

a. Capteurs IDT en BaTiO₃/résine

Les capteurs réalisés en BaTiO₃/résine ont des épaisseurs variant entre 250µm et 2000µm et des fréquences de résonance situées entre 1 et 10MHz. Les mesures réalisées dans cette partie ont permis de montrer l'efficacité de ces capteurs à générer les ondes de surface. Les capteurs à coin dont nous disposions avaient des fréquences de résonance de: 1MHz (coin1), 2,25MHz (coin2) et 5MHz (coin5).

Les différents paramètres des capteurs IDT flexible en BaTiO₃/résine et les amplitudes maximales du signal relevé pour chaque capteur sont résumés dans le tableau 4-13. L'intégralité des résultats est donnée en annexe B.7.

Emetteur	Récepteur	Matériau	e (µm)	f _{exp.} (MHz)	e/λ_{R_LAME}	Tension à la sortie (mV)	Electrodes réalisé par
C53	Coin1	BaTiO ₃ /résine	2000	1,19	1,14	4,4	Ablation
C58	Coin1	BaTiO ₃ /résine	2000	1,2	1,15	25	Jet d'encre
C54	Coin2	BaTiO ₃ /résine	1000	2,45	1,17	0,23	Ablation
C57	Coin5	BaTiO ₃ /résine	500	4,98	1,19	1	Jet d'encre
C79	Coin5	BaTiO ₃ /résine	300	8	1,15	0,19	Ablation
C79	Coin10	BaTiO ₃ /résine	300	8	1,15	0,05	Ablation

 Tableau 4- 13 : Paramètres des capteurs IDT flexibles BaTiO₃/résine et résultats obtenus pour les mesures à l'aide d'un capteur à coin

Ci-dessous sont présentées les réponses relevées à l'aide d'un capteur à coin de 1MHz, suite à l'excitation des capteurs IDT flexibles en BaTiO₃/résine C53 et C58.



Figure 4- 54 : Réponses relevées à l'aide d'un capteur à coin, suite à l'excitation des capteurs IDT flexibles en BaTiO₃/résine

Concernant les essais réalisés avec les deux capteurs IDT fonctionnant aux alentours de 1MHz, nous obtenons des amplitudes assez importantes avec un rapport signal sur bruit tout à fait acceptable. Nous remarquons toutefois des amplitudes différentes (4,4mV pour le C53 et 25mV pour le C58) (Figure 4-54). Nous avons cherché à comprendre l'origine de cette différence.

Les mesures de d_{33} effectuées sur ces deux échantillons donnent des valeurs très voisines (37pC/N pour C58 et 49 pC/N pour C53). La différence entre les mesures peut être due à deux raisons : soit à la microstructure des deux échantillons soit à la méthode d'élaboration des électrodes (puisque les électrodes sur C53 ont été réalisées par ablation par laser tandis que celles sur le capteur C58 ont été réalisées par impression par jet d'encre).

Ci-dessous sont reportées quelques réponses relevées pour d'autres capteurs IDT flexibles fonctionnant à plus hautes fréquences (Figure 4-55). L'ensemble des résultats est reporté en annexe B.7.



Figure 4- 55 : Réponses relevées à l'aide des capteurs à coin, suite à l'excitation d'un capteur IDT flexibles en BaTiO₃/résine

Nous remarquons que les performances des capteurs IDT flexibles réalisés en composites BaTiO₃/résine se dégradent lorsque la fréquence de résonance augmente. Deux raisons peuvent expliquer ce constat. Premièrement la présence de la résine, qui est indispensable pour assurer une certaine flexibilité aux capteurs, joue un rôle important dans l'atténuation. Nous avons d'ailleurs réalisé un certain nombre de tests en épaisseurs, avec des ondes de volumes longitudinales et transversales qui ont largement démontré ceci. La deuxième raison qui peut expliquer cette réduction de performance est liée à l'usinage qui doit être réalisé pour amincir les lames. Il est possible que cet usinage provoque des cassures au niveau du squelette des mousses et ceci peut être d'autant plus important lorsque l'usinage est important pour obtenir des épaisseurs fines. D'autres essais ont été réalisés au-delà de 8MHz. Même si les lames piézoélectriques utilisées présentaient encore un effet piézoélectrique (d₃₃ vérifié), cependant aucun signal exploitable n'a pu être mis en évidence. D'autre part, les amplitudes fournies par ces capteurs sont plus faibles que celles relevées à partir des capteurs IDT rigides. Ce qui est tout à fait logique étant donné que les d₃₃ sont bien plus faibles et que les phénomènes de diffraction et de diffusion sont plus importants dans les lames piézoélectriques composites.

b. Capteurs IDT en PU/PZT

Les capteurs réalisés en PU/PZT avaient des épaisseurs variant entre 50µm et 300µm et des fréquences de résonnances situées entre 1 et 10MHz. Les mesures réalisées dans cette partie ont permis de montrer l'efficacité de ces capteurs à générer les ondes de surface.

Une première série de capteurs IDT ont été réalisés à partir de lames PU/PZT dont la taille des grains de PZT était aux alentours de $10\mu m$ (voir chapitre 2, PU/PZT($\approx 10\mu m$)) et dont les épaisseurs étaient de $50\mu m$. Les d₃₃ relevés sur ces lames étaient aux alentours de 6-7pC/N.

Les différents paramètres des capteurs IDT flexible en PU/PZT et les amplitudes maximales du signal relevé pour chaque capteur sont résumés dans le tableau 4-14. L'intégralité des résultats est donnée en annexe B.7.

Emetteur	Récepteur	Matériau	e (µm)	f _{exp.} (MHz)	e/λ _{R_LAME}	Tension à la sortie (mV)	Electrodes réalisé par
M2	Coin1	PU/PZT(≤80µm)	190	1,5	-	0,18	
C83	Coin2	PU/PZT(≤80µm)	140	2,4	-	0,1	Ablation
C130	Coin2	PU/PZT(≈10µm)	50	2,85	-	0,13	Ablation
C105	Coin5	PU/PZT(≤80µm)	200	4,88	-	0,85	Ablation
C52	Coin5	PU/PZT(≈10µm)	50	5,4	-	2,5	Ablation

 Tableau 4- 14 : Paramètres des capteurs IDT et résultats obtenus pour les mesures entre deux

 capteurs IDT flexibles de même nature

Ci-dessous sont présentés deux résultats de capteurs fonctionnant à des fréquences de 2,85 et 5,4 MHz (Figure 4-56). L'intégralité des résultats est donnée en annexe B.7.



<u>Figure 4- 56 : Réponses relevées à l'aide des capteurs à coin, suite à l'excitation d'un capteur IDT</u> <u>flexibles en PU/PZT(≈10µm)</u>

Concernant les essais réalisés avec ces capteurs IDT, nous obtenons des amplitudes assez importantes avec un rapport signal sur bruit tout à fait acceptable. Afin d'améliorer ces résultats d'autres lames PU/PZT ont été réalisées avec des grains de PZT différents (voir chapitre 2, PU/PZT($\leq 80\mu$ m)). Ceci a permis d'obtenir des lames avec de meilleurs coefficients d₃₃ puisque nous avons plus que doublé ceux-ci (15-34pC/N). Ci-dessous sont présentés deux résultats des capteurs fonctionnant à des fréquences de 2,85 et 5,4 MHz (Figure 4-57). L'intégralité des résultats est donnée en annexe B.7.



<u>Figure 4- 57 : Réponses relevées à l'aide des capteurs à coin, suite à l'excitation des capteurs IDT</u> <u>flexibles en PU/PZT(≤80µm)</u>

Nous constatons que l'amélioration du d_{33} n'a pas permis d'augmenter (voir à diminué) l'amplitude des déplacements engendrés par les ondes de surface. Nous avons eu un problème d'accrochage des électrodes (voir chapitre 2), ceci a probablement altéré les résultats. Afin de réussir à avoir des amplitudes beaucoup plus importantes, il faut donc résoudre le problème de d'adhérence des électrodes.

D'autres essais ont été réalisés au-delà de 5MHz. Même si les lames étaient piézoélectriques (d_{33} vérifié) aucun signal exploitable n'a pu être mis en évidence. D'autre part, les amplitudes sont plus faibles que celles relevées à partir des capteurs IDT rigides. Ce qui est tout à fait logique étant donné que les d_{33} sont bien plus faibles.

En conclusion, les amplitudes obtenues à 5MHz sur les composites PU/PZT sont comparables (voir meilleurs). Les lames PU/PZT ont cependant une plus grande souplesse et un process d'élaboration plus simple, plus rapide et moins coûteux.

c. Capteur IDT en PI/PZT

Les capteurs réalisés en PI/PZT avaient des épaisseurs variant entre 110µm et 300µm et des fréquences de résonnances de 5MHz. Les mesures réalisées dans cette partie ont permis de montrer l'efficacité de ces capteurs à générer les ondes de surface. Pour la réalisation de ces capteurs IDT, seules les lames PI/PZT dont la taille des grains de PZT était inférieure à 80µm (voir chapitre 2, PU/PZT(\leq 80µm)) ont été utilisées. Les d₃₃ relevés sur ces lames étaient aux alentours de 15 pC/N. Ci-dessous est présenté un exemple de résultat de capteurs fonctionnant à la fréquence de 5 MHz (Figure 4-58). L'intégralité des résultats est donnée en annexe B.7.



<u>Figure 4- 58 : Réponses relevées à l'aide d'un capteur à coin, suite à l'excitation d'un capteur IDT</u> <u>flexible en PI/PZT (≤80µm)</u>

Concernant les essais réalisés avec ces capteurs IDT flexibles PI/PZT, nous obtenons des amplitudes un peu plus faibles que pour les capteurs IDT flexibles PU/PZT. Toutefois le rapport signal sur bruit reste tout à fait acceptable. Il faut de nouveau signaler que les résultats ont probablement été dégradés compte tenu du problème d'accrochage des électrodes (voir chapitre 2). Les différents paramètres du capteur IDT flexible en PI/PZT et les amplitudes maximales du signal relevé par ce capteur sont résumés dans le tableau 4-15. L'intégralité des résultats est donnée en annexe B.7.

Emetteur	Récepteur	Matériau	e (µm)	f _{exp.} (MHz)	e/λ _{R_LAME}	Tension à la sortie (mV)	Electrodes réalisé par
C151	Coin5	PI/PZT(≤80µm)	110	5	-	0,6	Ablation

 Tableau 4- 15 : Paramètres du capteur IDT et résultats obtenus à l'aide d'un capteur à coin suite à

 l'excitation d'un IDT en PI/PZT

En conclusion, les amplitudes obtenues à 5MHz pour les composites PI/PZT sont plus faibles que celles observées pour le BaTiO₃ et le PU/PZT. Toutefois ce matériau composite piézoélectrique a pour avantage une grande souplesse tout en étant moins élastique que le PU/PZT. Ceci facilite en particulier la réalisation des électrodes par jet d'encre. Le process d'élaboration est un peu plus long que pour le PU/PZT mais il est plus rapide que pour le BaTiO₃.

d. Capteur IDT en PVDF

Les capteurs réalisés avec des films PVDF avaient des épaisseurs de $28\mu m$, $52\mu m$ et $110\mu m$ et des fréquences de résonance de 5MHz. Les films en PVDF ont été fournis par de la société *measurement specialties* ©. Les mesures réalisées dans cette partie ont permis de montrer l'efficacité de ces capteurs à générer les ondes de surface.

Compte tenu des déformations subies par ces films lors de la réalisation des électrodes, nous avons dû systématiquement coller les capteurs sur le substrat pour réaliser les mesures. Les d₃₃ relevés sur ces lames

étaient aux alentours de 22 pC/N et sont donc comparables aux résultats obtenus sur les lames PU/PZT et PI/PZT.

Les différents paramètres des capteurs IDT flexible en PVDF et les amplitudes maximales du signal relevé pour chaque capteur sont présentés dans le tableau 4-16. L'intégralité des résultats est donnée en annexe B.7.

Emetteur	Récepteur	Matériau	e (µm)	f _{exp.} (MHz)	Tension à la sortie (mV)	Electrodes réalisé par
C36	Coin5	PVDF	28	4,72	0,9	Ablation
C37	Coin5	PVDF	52	5,6	2	Ablation
C39	Coin5	PVDF	110	4,5	1,4	Ablation

<u>Tableau 4- 16 : Paramètres des capteurs IDT en PVDF et résultats obtenus à l'aide d'un capteur à</u> <u>coin suite à l'excitation de ces capteurs</u>

Ci-dessous sont présentés trois résultats de capteurs fonctionnant aux alentours de 5 MHz pour les trois épaisseurs : $28 \mu m$, $52 \mu m$ et $110 \mu m$ (Figure 4-59). L'intégralité des résultats est donnée en annexe B.7.



Figure 4- 59 : Réponses relevées à l'aide des capteurs à coin, suite à l'excitation des capteurs IDT <u>flexibles en PVDF</u>

Concernant les essais réalisés avec ces capteurs IDT flexibles PVDF, nous obtenons des amplitudes un peu faibles par rapport à celles obtenues pour les capteurs IDT flexibles en PU/PZT, et comparables à celles obtenues pour les capteurs en BaTiO₃/résine. Il faut toutefois signaler que le rapport signal sur bruit reste tout à fait acceptable.

En conclusion, les amplitudes obtenues à 5MHz pour le PVDF sont plus faibles que celles observées pour le $BaTiO_3$ et le PU/PZT mais plus importantes que pour le PI/PZT. Toutefois ce matériau a pour avantages d'être souple et déjà commercialisé. Par contre sa tenue en température est plus faible que les PU/PZT et PI/PZT, ce qui rend difficile l'élaboration des électrodes.

4.5.2.2 Mesures entre deux capteurs IDT

Cette mesure est faite entre deux capteurs IDT en émission-réception. Ci-après sont présentés quelques exemples pour des capteurs IDT flexibles de natures différentes (Figure 4-60). Compte tenus des faibles amplitudes obtenues avec les capteurs PI/PZT, nous n'avons pas obtenu de résultat.

Les différents paramètres des capteurs IDT flexible en PVDF et l'amplitude maximale du signal relevé pour chaque capteur sont résumés dans le tableau 4-17. L'intégralité des résultats est donnée en annexe B.7.

Emetteur	Récepteur	Matériau	e (µm)	f _{exp.} (MHz)	e/λ_{R_LAME}	Tension à la sortie (mV)
C58	C53	BaTiO ₃ /résine	2000	1,19	1,13	2
C125	C57	BaTiO ₃ /résine	500	5	1,2	0,05
C79	C122	BaTiO ₃ /résine	300	8,3	1,19	0,03
C130	C131	PU/PZT	50	2,85	-	0,12
C51	C52	PU/PZT	50	5,4	-	0,12
C37	C38	PVDF	52	5,6	-	0,13

 Tableau 4- 17 : Paramètre des capteurs IDT flexibles et résultats des mesures réalisés entre IDT deux

 capteurs IDT de même nature

Ci-dessous sont présentés trois résultats de capteurs à base des trois matériaux différents.



Figure 4- 60 : Réponses relevées à l'aide d'un capteur IDT flexible suite à l'excitation d'un capteur IDT de même nature

Nous observons que nous pouvons effectivement réaliser une mesure en émission réception à partir d'une paire de capteurs IDT flexibles. Bien sûr les amplitudes sont un peu dégradées par rapport au cas où nous utilisons un coin en réception. Encore une fois, les amplitudes des ondes générées diminuent avec la fréquence (Figure 4-60(a), Figure 4-60(b)).

Pour des fréquences comparables, l'amplitude des ondes générées en utilisant des capteurs à base de PU/PZT et PVDF sont comparables. Cependant celles générées par les capteurs à base de BaTiO₃/résine sont très faibles par rapport aux deux premiers matériaux.

Cette mesure est intéressante car elle ne concerne que les capteurs IDT et donc montre la possibilité de les utiliser pour le monitoring. En effet, pour une caractérisation d'un matériau, il ne serait pas possible de faire des mesures optiques en utilisant l'interféromètre laser.

Même si les signaux sont plus faibles que lorsqu'un capteur à coin est utilisé, le signal reste tout à fait exploitable. Il est donc montré qu'il est possible de réaliser un capteur simple pour la caractérisation des surfaces.

4.5.4 Mesures acoustiques après repolarisation entre électrodes

Tous les capteurs précédents ont été préalablement polarisés en épaisseur avant que les électrodes interdigitées soient réalisées. Nous avons voulu voir si on ne pourrait utiliser ces peignes comme électrodes de polarisation. Il y avait deux objectifs :

- Polariser la surface des lames avec une géométrie spécifique imposée par les peignes afin d'augmenter les performances du capteur préalablement polarisé en épaisseur. La polarisation en épaisseur (réalisée initialement) n'est pas affectée. Seule la polarisation en mode d31 est affectée.
- A terme voir si cette polarisation peut être suffisante pour remplacer efficacement la polarisation en épaisseur initiale.

Plusieurs capteurs ont été testés. Le capteur en $BaTiO_3$ a pu être polarisé en surface et les résultats des mesures réalisées à l'aide de l'interféromètre d'une part et à partir d'un capteur à coin d'autre part sont présentés à la figure 4-61.



Capteur C58 : Mesures interferometriques



Capteur C58 : Mesure avec un capteur à coin en reception

(a) avant polarisation entre les électrodes



<u>Figure 4- 61 : Comparaison des réponses relevées sur le substrat d'aluminium, pour le capteur C58</u> <u>(BaTiO₃/résine), avant et après la repolarisation entre électrodes</u>

Dans le tableau 4-18 nous avons reporté les amplitudes obtenues. Nous constatons un petit effet bénéfique après repolarisation entre électrodes. En effet la différence est faible certes mais l'amplitude augmente lorsque la polarisation est bien faite entre électrodes.

N° Capteur	Mesure	Avant repolarisation	Après repolarisation
	A l'interféromètre (nm)	0,4	0,45
C58	Avec un coin à la réception (mV)	25	28,5

Tableau 4- 18 : Amplitude maximale des réponses relevées pour le capteur C58 avant et après la repolarisation entre électrodes

Concernant les capteurs en PU/PZT, nous avons rencontré des problèmes liés à l'accrochage des électrodes. Le nouveau passage dans l'huile silicone aggrave l'état des électrodes. Il va falloir résoudre le problème d'accrochage des électrodes afin de mener à bien cette étude sur les composites PU/PZT ou PI/PZT.

Les tensions utilisées pour la polarisation entre électrodes des différents capteurs sont données au tableau 4-19.

N° du capteur	Matériaux	a (µm)	Tension de polarisation en épaisseur (V)	Tension de polarisation entre électrodes (V)	d ₃₃ avant polarisation en épaisseur	d ₃₃ après polarisation entre électrodes
C58	BaTiO ₃ /résine	600	3600	900	37	37
C83	PU/PZT(≤80µm)	300	2100	300	20	20
C104	PU/PZT(≤80µm)	150	3000	400	18	18
C105	PU/PZT(≤80µm)	150	3000	400	18	18

Tableau 4-19 : Tensions de polarisation des lames piézoélectriques et d₃₃ associées

4.5.5 Caractérisation des capteurs IDT flexibles avec des électrodes déposées sur une lame époxy

Comme nous l'avions fait pour l'étude sur les lames rigides, les électrodes déposées sur époxy ont été mises en contact avec la lame piézoélectrique, elle-même en contact avec le substrat d'aluminium. Les échantillons ainsi que leurs épaisseurs et d₃₃ sont données dans le tableau 4-20.

Chapitre 4 : réalisation et caractérisation des capteurs IDT

	Composition	e (µm)	d ₃₃
M3	PU/PZT	185	20
P10	PI/PZT	110	14
P13	PI/PZT	120	14
P16	PI/PZT	170	15
P17	PI/PZT	140	15
PVDF52	PVDF	52	17
PVDF110	PVDF	110	22

Tableau 4- 20 : Lame piézoélectriques utilisé pour la génération de l'onde sur le substrat, avec les électrodes déposées sur époxy,

Les différents paramètres des capteurs IDT flexible en PVDF et les amplitudes maximales du signal relevé pour chaque capteur sont résumés dans le tableau 4-21. L'intégralité des résultats est donnée en annexe B.7. La largeur de recouvrement des électrodes est de 8mm et le nombre de sinusoïdes est toujours égale au nombre de paires d'électrodes.

N°	Lame flexible	Electrodes réalisées par	a (µm)	f _{exp.} (MHz)	Nombre de paires d'électrodes	Tension (mV)
e3	PI/PZT (P13)	Jet d'encre	200	4	20	0,7
e22	PI/PZT (P13)	ablation	200	3,4	10	0,28
e4	PU/PZT (M3)	Jet d'encre	200	3,5	20	1,1
e22	PU/PZT (M3)	ablation	200	3,3	10	1,1
e4	PVDF (52 μm)	Jet d'encre	200	3,4	20	3,2
e4	PVDF (110 μm)	Jet d'encre	200	3,4	20	3,1
e22	PVDF (52 μm)	ablation	200	3,8	10	1,8
e22	PVDF (110 μm)	ablation	200	3,8	10	2,5
e5	PI/PZT (P17)	Jet d'encre	100	5,5	20	0,03
e5	PVDF (52 μm)	Jet d'encre	100	5,5	20	2
e24	PVDF (52 μm)	ablation	90	8,3	10	0,12
e24	PVDF (110 μm)	ablation	90	8,3	10	0,1

 Tableau 4- 21 : Paramètres des électrodes interdigitées déposés sur les lames époxy et résultats des mesures réalisées sur le substrat d'aluminium

Ci-dessous sont présentés quelques résultats (figure 4-62). L'intégralité des résultats est donnée en annexe B.8.



<u>Figure 4- 62 : Réponses relevées à l'aide d'un capteur à coin suite à l'excitation des capteurs IDT</u> <u>flexible avec les électrodes déposées sur les lames époxy</u>

Nous constatons encore une fois, qu'un IDT peut fonctionner même si les électrodes ne sont pas déposées directement sur la lame piézoélectrique. Les mesures sont faites sur le substrat d'aluminium.

Ces mesures nous montrent encore une fois l'influence de l'épaisseur de la lame piézoélectrique. En effet, le même modèle d'électrodes sur lame époxy est utilisé à la fois sur PVDF d'épaisseur 52 µm et le PVDF d'épaisseur 110 µm. Les amplitudes relevées en utilisant les lames piézoélectriques de PVDF sont très importantes, comparées à celles relevées pour les autres composites. Ceci s'explique tout simplement par l'état de surface parfaite du PVDF. Les composites présentent un état de surface rugueux, empêchant un parfait contact entre la surface de la lame piézoélectrique et les électrodes.

4.6 Mesure sur un substrat non plat

Afin de prouver la particularité de nos capteurs qui est leur aptitude à être utilisé sur des surfaces non planes ; des essais ont été réalisés sur un cylindre. Il s'agit d'un cylindre de diamètre 6,5mm comme indiqué sur la figure 4-63.



Figure 4- 63 : Protocole de mesure sur une surface non plane

Nous avons utilisé les capteurs C51 et C52 en émission réception sur le cylindre. Les déplacements générés sur le cylindre sont représentés à la figure 4-64.



Figure 4- 64 : Réponse relevée à l'aide d'un capteur IDT flexible suite à l'excitation d'un capteur IDT de même nature, sur le cylindre

L'onde est bel et bien générée sur le substrat même si celui-ci n'est pas plat. Cette mesure montre la possibilité d'utiliser ces capteurs sur des surfaces cylindriques. Cependant nous remarquons une diminution des amplitudes par rapport aux mesures effectuées sur la surface plane. . Ce qui s'explique en partie par un mauvais contact électrique entre les capteurs et le système d'excitation basé sur des pointes.

Conclusion

Suite à la modélisation réalisée et présentée dans le chapitre 3, des capteurs IDT ont été mis au point et caractérisés. Nous avons considéré des capteurs aussi bien rigides que flexibles.

Dans un premier temps les capteurs IDT ont été réalisés avec une génération des ondes de surface sur la lame piézoélectrique elle-même. Cette étude nous a permis de comparer les matériaux envisagés, et aussi de valider notre premier modèle. Nous avons donc pu vérifier la forte atténuation des matériaux PZT vis-à-vis de la fréquence contrairement aux monocristaux.

Ensuite des capteurs IDT ont été réalisés pour la génération des ondes de surface sur un substrat. L'influence du contact entre la lame piézoélectrique et le substrat a été étudiée. Ensuite plusieurs capteurs rigides ont été réalisés, pour une même fréquence, en faisant varier l'épaisseur de la lame piézoélectrique. Ce qui nous a permis de valider notre modèle sur l'étude de l'influence de l'épaisseur de la lame piézoélectrique à utiliser pour la génération d'ondes de surface sur un substrat.

Les capteurs flexibles ont été testés à différentes fréquences en faisant varier l'épaisseur de la lame piézoélectrique. Nous avons prouvé, par des essais expérimentaux la capacité des matériaux flexibles à générer les ondes de surface. Ces matériaux sont : le BaTiO₃/résine, le PU/PZT et le PI/PZT réalisés. Afin de comparer nos matériaux aux matériaux déjà existants, des capteurs en PVDF ont été également réalisés.

Il est important de remarquer que malgré les constantes piézoélectriques très faibles des composites ou encore malgré la mauvaise qualité des électrodes réalisées sur ces derniers, les amplitudes des signaux relevés sur les capteurs IDT en composites sont supérieures à celles obtenues sur les capteurs en PVDF.

Des mesures sur une surface non plane (un cylindre) ont été réalisées en utilisant les capteurs en PU/PZT. Ces mesures ont montrés la possibilité d'utiliser ces capteurs sur des surfaces cylindriques.

Concernant les capteurs en PU/PZT les capteurs réalisés à partir de PU/44%PZT ($10\mu m$) ont été très efficaces et présentent des résultats très satisfaisants. Cependant avec des PU/44%PZT ($\leq 80\mu m$) une amélioration de l'accrochage des électrodes est nécessaire afin d'obtenir de meilleurs résultats. Cela est aussi valable pour les capteurs à base de PI/44%PZT ($\leq 80\mu m$).

Concernant les capteurs en BaTiO₃/résine les résultats sont aussi encourageants. La rigidité de ces matériaux était plus faible que celle des céramiques denses. Il est alors possible de les utiliser sur des rayons de courbures plus petites. Cependant leur flexibilité est réduite et ces capteurs ne peuvent pas se conformer aux rayons de courbures faibles comme le PVDF et les composites PU/PZT et PI/PZT. Une forte atténuation a été observée avec ces composites en raison de la présence de la résine. On peut envisager en perspective l'utilisation d'un autre matériau souple mais beaucoup moins atténuant que la résine.

Chapitre 4 : réalisation et caractérisation des capteurs IDT

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans ce travail, l'objectif était de développer des capteurs ultrasonores pour la caractérisation des surfaces de structures. Pour cela, nous avons choisi d'utiliser des ondes de surface (onde de Rayleigh) sensibles aux caractéristiques élastiques de ces surfaces. Le choix retenu pour générer ces ondes de surface a été le développement de capteurs interdigités. Enfin, ces capteurs devaient présenter une flexibilité leur permettant de s'adapter aux structures non planes et de supporter la déformation des structures lorsque celles-ci sont en service.

Pour arriver à cet objectif, il a fallu optimiser le design des capteurs sur le plan théorique, analyser l'influence de la géométrie des lames piézoélectriques et du réseau d'électrodes. Expérimentalement, il a fallu choisir des matériaux piézoélectriques afin de les rendre flexibles tout en prenant en compte la réalisation des électrodes sur celles-ci (parfois très sensibles aux techniques d'élaboration des électrodes). Ces travaux s'inscrivaient dans le cadre d'un projet collaboratif transfrontalier multidisciplinaire dans lequel plusieurs laboratoires spécialisés dans les ultrasons et l'élaboration des matériaux piézoélectriques avec des laboratoires spécialisés dans les techniques de dépôt d'électrodes.

Dans ces travaux, plusieurs types de matériaux piézoélectriques ont été étudiés. Il s'agissait de matériaux piézoélectriques composites, présentant une certaine flexibilité. Cette flexibilité a été obtenue par deux approches : l'utilisation de mousses céramiques piézoélectriques imprégnées par de la résine et l'utilisation des composites polymères/céramiques. Pour ces capteurs à onde de surface, la flexibilité et la piézoélectricité sont des propriétés antagonistes. L'objectif était alors de trouver le bon compromis pour cette application. De plus, des difficultés technologiques ont pu interférer dans le choix de ce compromis. Nous avons constaté qu'il n'était pas toujours facile de déposer les électrodes sur tel ou tel matériau piézoélectrique, que les propriétés élastiques du matériau piézoélectrique avaient aussi des influences multiples sur la génération des ondes de Rayleigh. A partir de ces composites, différents capteurs IDT ont été réalisés et à titre de comparaison différents matériaux piézoélectriques PZT, monocristaux de LiNbO₃, films polymère piézoélectrique PVDF) ont également été testés.

Même si dans la littérature scientifique, il existe peu de travaux concernant l'utilisation de capteurs interdigités souples pour le CND, dans ce travail de thèse dédié à cette finalité, nous nous distinguons de ces travaux antérieurs car :

• nous nous sommes intéressés à l'élaboration et à l'utilisation de nouveaux matériaux élaborés spécifiquement dans le cadre de cette thèse.

Conclusion générale

 Nous avons utilisé des capteurs IDT flexibles afin de générer des ondes de surface et non des ondes de Lamb.

Le premier chapitre a été consacré au rappel des définitions de différentes ondes élastiques, et aux équations qui régissent leur propagation. Après une brève présentation de quelques techniques de CND et surtout de celles dont il est question dans le cadre de cette thèse (caractérisation à partir des capteurs), nous avons également passé en revue les différents capteurs IDT déjà existants. Nous nous sommes intéressés en particulier aux capteurs flexibles.

Dans le deuxième chapitre, nous avons dans un premier temps effectué un état de l'art sur les matériaux composites piézoélectriques. Ensuite nous avons fait une brève présentation des diverses configurations (connectivités) de composites piézoélectriques en portant plus particulièrement notre attention sur les deux types de connectivités qui ont été utilisées dans le cadre de cette thèse (3-3 et 3-0). Les méthodes d'élaboration des composites, ainsi que la caractérisation de ceux-ci ont été présentées dans ce chapitre. Pour alimenter la modélisation acoustique des capteurs, il était nécessaire de fournir un certain nombre de propriétés mécaniques, diélectriques et piézoélectriques. Nous avons dû aussi les déterminer a priori en adaptant différents modèles.

Le troisième chapitre a été consacré à la modélisation par éléments finis des capteurs interdigités, à l'aide du logiciel commercial COMSOL Multiphysics ®. Initialement, nous avons investigué la génération d'onde de surface dans le piézoélectrique lui-même. Ensuite, nous nous sommes intéressés à la génération des ondes acoustiques de surface dans le substrat. Différentes lames piézoélectriques et substrats ont été testés. Cette étude nous a permis de définir la meilleure épaisseur du capteur pour la génération d'onde de surface dans le substrat. Nous avons eu alors la possibilité de proposer un design spécifique (électrodes, épaisseur) pour chaque matériau piézoélectrique afin de générer au mieux des ondes de surface dans un substrat.

Le quatrième chapitre a été consacré aux mesures expérimentales obtenues à partir des divers capteurs interdigités réalisés en se basant sur les résultats de la modélisation. Les capteurs flexibles et rigides ont été présentés. Les ondes de Rayleigh générées par ces capteurs IDT ont pu être détectées sur les lames piézoélectriques elles-mêmes et sur le substrat. Des mesures ont été effectuées aussi sur une surface cylindrique. Les différents matériaux ont été comparés et les meilleurs résultats ont été obtenus à partir des lames piézoélectriques de type PU/PZT. A la fois flexibles, résistantes aux techniques de dépôt d'électrodes, relativement peu chères, ces lames PU/PZT permettent d'obtenir le meilleur compromis entre flexibilité et capacité à générer les ondes de Rayleigh dans un substrat d'aluminium.

Ce travail prospectif a mis en évidence que l'optimisation de ces capteurs à ondes de surface doit se développer sur une approche multidisciplinaire. Notre approche par modélisation, nous a permis de bien identifier le design le plus à même de générer ces ondes dans un substrat d'aluminium.

L'expérimentation technologique nous a permis de vérifier et d'identifier les meilleurs matériaux même si les capteurs IDT peuvent encore être améliorés (qualité des électrodes, performances des matériaux piézoélectriques, ...).

Les composites PI/PZT réalisés ont également été efficaces mais avaient des performances piézoélectriques moindres à cause de la présence de porosités. Le protocole de réalisation peut certainement être optimisé afin d'éliminer ces défauts et il sera certainement possible d'obtenir des propriétés piézoélectriques beaucoup plus élevées. Concernant les PU/44%PZT ($\leq 80\mu$ m), une amélioration de l'accrochage des électrodes est nécessaire afin d'obtenir de meilleurs résultats acoustiques. Cela est aussi valable pour les capteurs à base de PI/44%PZT ($\leq 80\mu$ m). Les résultats obtenus pour les capteurs en BaTiO₃/résine sont encourageants. Cependant, une forte atténuation a été observée avec ces composites en raison de la présence de la résine. On peut envisager en perspective l'utilisation d'un autre matériau souple mais beaucoup moins atténuant que la résine. Un matériau polymère, très souple et piézoélectrique, doté d'un point de fusion assez élevé comme le PA11 (T_f=180°C) pourrait être envisagé.

En conclusion, ces capteurs flexibles sont relativement efficaces pour générer les ondes de surface, et il est alors, dans un avenir proche, envisageable de les tester sur différentes structures de façon à réaliser un contrôle santé.

Conclusion générale

Reference

[Acuautla 14] M. Acuautla, S. Bernardini, L. Gallais, M. Bendahan, Direct laser patterning of a gas sensor on flexible substrate, Procedia Engineering 87 p899 – 902 (2014).

[Ahmad 09] Zeeshan Ahmad, Ashutosh Prasad, K.Prasad, A comparative approach to predicting effective dielectric, piezoelectric and elastic properties of PZT/PVDF composites, Physica B 404 p3637–3644(2009).

[Anil 09] Anil K. Vashishth, Vishakha Gupta, Wave propagation in transversely isotropic porous piezoelectric materials, International Journal of Solids and Structures 46 p3620–3632 (2009).

[Assouar 01] Mohamed Badreddine Assouar, Etude de dispositifs a ondes acoustiques de surface (SAW) a structure multicouche nitrure d'aluminium / diamant : croissance de matériaux en couches minces et technologie de réalisation, Thèse de doctorat à l'Université Henri Poincaré, Nancy I, Faculté des sciences et technique, (2001).

[Attal]Jacques Attal, Cours de microscopie acoustique, l'université des Sciences et Techniques du Languedoc (Montpellier II).

[Bailon 00] Baillon J. P., Dorlot J.M., Des matériaux, 3e Ed. Presses Internationales polytechnique : Ecole polytechnique Montréal, 2000.

[Banno 89] Banno, H., 1989; Theoretical equations for dielectric, piezoelectric and elastic properties of flexible composite consisting of polymer and ceramic powder of two different materials; Ferroelectric 95, p111–115 (1989).

[Banno 93] Hisao Banno, Effects of porosity on dielectric, elastic and electromechanical properties of Pb(Zr, Ti)O₃ ceramics with open pores : A Theoretical Approach, Jpn J. Appl. Phys. Vol 32 (1993) pp 4214-4217, (1993)

[Basting 01] D. Basting, Excimer Laser Technology: Laser Sources, Optics, Systems and Applications, Lambda Physik, Bristol, (2001).

[Bellan 05] Filippo Bellan, Andrea Bulletti, Lorenzo Capineri, Leonardo Masotti, Goksen G. Yaralioglu, F. Levent Degertekin, B.T. Khuri Yakub, Francesco Guasti et Edgardo Rosi, A new design and manufacturing process for embedded Lamb waves interdigital transducers based on piezopolymer film, Sensors and Actuators A 123–124 p379–387, (2005).

[Bowen 01] C. R. Bowen, A. Perry, H. Kara, S.W. Mahon, Analytical modeling of 3-3 piezoelectric composites, Journal of the European ceramic society 21, p. 1463-1467, (2001).

[Bowen 04] C.R. Bowen, A. Perry, A.C.F. Lewis, H. Kara, Processing and properties of porous piezoelectric materials with high hydrostatic figures of merit, Journal of the European Ceramic Society 24 p.541–545(2004).

[Bowen 08] C.R. Bowen ,L.R. Bradley, D.P. Almond, P.D. Wilcox, Flexible piezoelectric transducer for ultrasonic inspection of non-planar components, Ultrasonics 48 p367–375 (2008). [Burgin 2007] Julien Burgin, Etude Femtoseconde de la dynamique électronique et vibrationnelle de nano objets métalliques et de l'ordre local dans les verres, Thèse de doctorat à l'université de Bordeaux I, (2007).

[Campbell 98] Colin K. Campbell, Surface acoustic wave devices for mobiles and wireless communications, Ed. Academic Press, (1998).

[Capsal 08] Jean-Fabien CAPSAL, élaboration et analyse des propriétés physiques de nanocomposites hybrides ferroélectriques, Thèse de doctorat de l'université de Toulouse, (2008).

[Castaings 99] M. Castaings R. S. C. Monkhouse, M. J. S. Lowe, P. Cawley, The Performance of Flexible Interdigital PVDF Lamb Wave Transducers, ACUSTICA. acta acustica, Vol. 85, p842-849, (1999).

[Chen 13] Xi Chen, Stephen Guo, Jinwei Li, Guitao Zhang, Ming Lu, Yong Shi, Flexible piezoelectric nanofiber composite membranes as high performance acoustic emission sensors, Sensors and Actuators A 199 p372– 378 (2013).

[Chen 98] Xiang-Dong Chen, Da-Ben Yang, Ya-Dong Jiang, Zhi-Ming Wu, Dan Li, Fu-Jun Gou, Jia-De Yang, 0-3 Piezoelectric composite film with high d₃₃ coefficient, Sensors and Actuators A 65 p194-196 (1998).

[Clair 99] Bruno Clair, Gilles Despaux, Bernard Chanson et Bernard Thibaut, Utilisation de la microscopie acoustique pour l'étude des propriétés locales du bois : étude préliminaire de paramètres expérimentaux, Annals of Forest Science, Vol. 57, p335–343, (2000).

[Clorennec 08] Dominique Clorennec, Génération et détection optiques d'ondes guidées sur une pièce cylindrique. Application au contrôle non destructif sans contact, Thèse de doctorat à l'université paris 7 - denis diderot UFR de physique, (2008).

[Courtois 00] C. Courtois, M. Traianidis, N. Texier, V. Lefort and A. Tardot, Analyse de PZT morphotropique par diffraction X haute température : influence du procédé d'élaboration sur la dispersion chimique, J. Phys. IV France 10 p81-88 (2000).

[Cuscito 08] Olivia Cuscito, Elaboration de membranes PVDF- β par attaque de traces et fonctionnalisation spécifique des nanopores, thèse de doctorat à Ecole Polytechnique, CEA-Saclay, (2008)

[De Cicco 08] Giorgio De Cicco, Bruno Morten New approach to the excitation of plate waves for piezoelectric thick-film devices Ultrasonics, Vol. 48, p697.706, (2008).

[Deboucq 12] Julien Deboucq, Caractérisation ultrasonore de structures à couche et à gradient de contrainte par ondes de surface haute fréquence générées par capteurs MEMS de type IDT-SAW, Thèse de doctorat à L'université de valenciennes (2012).

[Deboucq 2011] J. Deboucq, M. Duquennoy, M. Ouaftouh, F. Jenot, J. Carlier, and M. Ourak, Development of interdigital transducer sensors for non-destructive characterization of thin films using high frequency Rayleigh waves, Rev. Sci. Instrum. 82, 064905 (2011).

[Dolay 13] Aurélien DOLAY, Développement et caractérisations de fibres piézoélectriques à âme métallique pour applications aéronautiques, Thèse de doctorat à l'Université de VALENCIENNES ET DU HAINAUT-CAMBRESIS (2013).

[Dong 07] K. Dong, X. Wang, Wave propagation characteristics in piezoelectric cylindrical laminated shells under large deformation, Composite Structures 77 p171–181(2007).

[Du 06] Hong-liang Du, Fu-sheng Tang, Zhi-min Li, Effect of poling condition on piezoelectric properties of (K_{0.5}Na_{0.5})NbO₃ ceramics, Trans. Nonferrous Met. SOC China 16 p462-465 (2006).

[Du 07] Hongliang Du, Fusheng Tang, Fa Luo, Wancheng Zhou, Shaobo Qu, Zhibin Pei, Effect of poling condition on piezoelectric properties of $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3$ –LiNbO₃ lead-free piezoelectric ceramics, Materials Science and Engineering B 137 p175–179 (2007).

[Duquennoy 12] Duquennoy M., Ouaftouh M., Deboucq J., Lefebvre J.E., Jenot F., Ourak M., Influence of a superficial field of residual stress on the propagation of surface waves- Applied to the estimation of the depth of the superficial stressed zone, Applied Physics Letters, 101, 23 p234104-1-3 (2012).

[Duquennoy 13] Duquennoy M., Ouaftouh M., Deboucq J., Lefebvre J.E., Jenot F., Ourak M., Characterization of micrometric and superficial residual stresses using HF SAW generated by interdigital transducers, J. Acoust. Soc. Am., 134, 6 p4360-4371 (2013).

[Duquennoy 97] M. Duquennoy, Analyse ultrasonore des contraintes résiduelles dans les alliages d'aluminium par ondes de Rayleigh, Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes, (1997).

[Esterly 02] Daniel M. Esterly, Manufacturing of Poly(vinylidene fluoride) and Evaluation of its Mechanical Properties, These de doctorat à Virginia Polytechnic Institute and State University, (2002).

[Feng 06] Zuyong Feng, Xiangyong Zhao, Haosu Luo, Effect of poling field and temperature on dielectric and piezoelectric property of $\langle 0 \ 0 \ 1 \rangle$ -oriented 0.70Pb (Mg_{1/3}Nb_{2/3})O₃-0.30PbTiO₃ crystals, Materials Research Bulletin 41 p1133-1137 (2006).

[Feng 14] G.-H. Feng, G.-Y. Chu, An Arc-Shaped Polyvinylidene Fluoride/Ionic Polymer Metal Composite Dynamic Curvature Sensor with Contact Detection and Scanning Ability, Sensors and Actuators: A Physical (2014).

[Ferroperm] Ferroperm, high quality components and materials for the electronic industry, Ferroperm Piezoceramics A/S.

[Feuillard 94] G. Feuillard, L. P. Tran-Huu-Hue, L. Tessier, C. E. Millar, and M. Lethiecq Study of mechanical and dielectric losses contribution to the surface-acoustic-wave attenuation in piezoelectric ceramics J. Appt. Phys. Vol. 77 (7), (1995).

[Fries 94] R. Fries, A. J. Moulson, Fabrication and properties of an anisotropic PZT/polymer 0-3 composite, journal of materials science: materials in electronics 5 p238-243 (1994).

[Gonzenbach 07] U. Gonzenbach, A. Studart, E. Tervoort, and J. Gauckler, Macroporous Ceramics from Particle-Stabilized Wet Foams, *Journal of the American Ceramic Society* vol.90, issue 1, pp.16-22 (2007).

[Haussonne 02] Haussonne J.-M. Céramiques pour l'électronique et l'électrotechnique. Presses polytechniques et universitaires romandes (2002).

[Hizebry 07] Azzedine Hizebry, Propagation de fissures dans les céramiques piézo-électriques de type PZT : effets de dopage au potassium et au niobium, Thèse de doctorat à l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, (2007).

[Holland 74] M.G. Holland, L.T. Claiborne, Practical surface acoustic wave devices, Proc. IEEE, p582.611, (1974).

[HOUF 11] Latifa HOUF, Développement de Nanocomposites à Propriétés Piézoélectriques et Optiques non-linéaires, Thèse de doctorat à l'université de Grenoble (2011).

[Huh 11] Y-H Huh, J.I. Kim, J.H. Lee, S.G. Hong and J. H. Park, Application of PVDF Film Sensor to Detect Early Damage in Wind Turbine Blade Components, Procedia Engineering 10 p3304–3309 (2011).

[Hurley 99] D.C. Hurley, Nonlinear propagation of narrow-band Rayleigh waves excited by a comb transducer, J. Acoust. Soc. Am., Vol 106, p1782.1788, (1999).

[INRAD] INRAD, Lithium Niobate (LiNbO₃)

[Jabari 15] Elahe Jabari, Ehsan Toyserkani, Micro-scale aerosol-jet printing of grapheme interconnects, Carbon 9 1 p321 –329 (2015).

[Jaffe 71] B. Jaffe, W. Cook and H. Jaffe, Piezoelectric Ceramics, London, Academic Press Inc., (1971) (ISBN 0-12-379550-8)

[Janas 95] Janas V.F., Safari A., Overview of fine-scale piezoelectric ceramic/polymer composite processing. J. Am. Ceram. Soc., vol. 78, n°11, pp. 2945-2955(1995).

[Jin 02] J. Jin, Q. Wang, S.T. Quek, Lamb wave propagation in a metallic semi-infinite medium covered with piezoelectric layer, International Journal of Solids and Structures 39 p2547–2556 (2002).

[Jin 04]J. Jin, S.T. Quek, Q. Wang, Design of interdigital transducers for cracks detection in plates, Ultrasonics 43 p481–493, (2005).

[Kanai 51] M. Kanai. On the M2 waves (Sezawa waves). Bull. Earthquake Res. Inst. Tokyo,v29 :39-48, (1951).

[Kanai 55] M. Kanai. On the M2 waves (Sezawa waves) 2. Bull. Earthquake Res. Inst. Tokyo, 33 : 275-281, (1955).

[Kino 85] G. S. Kino, NDT with Rayleigh and optical waves, Rayleigh-Wave theory and Application, Springer series on wave Phenomena, Ed. E.A. Ash and E.G.S. Paige (Springer-Verlag, New York), p303, (1985).

[Kobayashi 06] Makiko Kobayashi and Cheng-Kuei Jen, Integrated and Flexible High Temperature Ultrasonic Transducers, Proceedings: The 4th International Workshop on Ultrasonic and Advanced Methods for Nondestructive Testing and Material Characterization (2006).

[Kuchibiki 85] Kuchibiki J., Chubachi N., Material characterization by line-focus-beam acoustic microscope, IEEE Transversale. Sonics Ultras., SU 32 (2), pp.189-212, (1985).

[Lam 08] Mountaga Lam, Formalisme d'octet appliqué à la propagation d'ondes dans des milieux piézoélectriques inhomogènes, Thèse de doctorat à L'Université François Rabelais – Tours, (2008).

[Lefevre 10] F. Lefevre, Caractérisation de structures du type plaque par ondes guidées générées et détectées par laser, Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes, (2010).

[Lepoittevin 02] Bénédicte Lepoittevin, Myriam Devalckenaere, Nadège Pantoustiera, Michaël Alexandrea, Dana Kubies, Cédric Calberg, Robert Jérôme, and Philippe Dubois, Poly(ϵ - caprolactone)/clay nanocomposites prepared by melt intercalation: mechanical, thermal and rheological properties, Polymer vol. 43, iss. 14, pp. 4017-4023(2002).

[Li 13] Cai-Xia Li, BinYang, Shan-TaoZhang, RuiZhang, Wen-WuCao, Effects of sintering temperature and poling conditions on the electrical properties of Ba_{0.70}Ca_{0.30}TiO₃ diphasic piezoelectric ceramics, Ceramics International 39 p.2967–2973 (2013).

[Lipinski] P. Lipinski, Cours de traitement numériques des équations aux dérivées partielles, Ecole Nationale d'Ingénieur de Metz, (2012).

[Luo 15] Ji Kui Luo, Xingli He, Jian Zhou, Wenbo Wang, Weipeng Xuan, Jinkai Chen, Hao Jin, Yang Xu and Shurong Dong, Flexible and transparent surface acoustic wave microsensors and microfluidics, Procedia Engineering 120 p717 – 720 (2015).

[Maiolo 12] L. Maiolo, F. Maita, A. Pecora, M. Rapisarda, L. Mariucci, M. Benwadih, S. Jacob, I. Chartier and R. Coppard, Flexible PVDF-TrFE pyroelectric sensor integrated on a fully printed p-channel organic transistor, Procedia Engineering 47 p526 – 529 (2012).

[Mamoun 13] Souheyla MAMOUN, Etude Ab initio des propriétés électroniques et optiques du niobate de lithium (LiNbO₃) stœchiométriques, thèse de doctorat à L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE, (2013).

[Marchi 14] Sophie Marchi, Preparation and characterization of silicone nanocomposites by UVinduced hydrosilation for outdoor polymeric insulators, thèse de doctorat à POLITECNICO DI TORINO (2014).

[Martins 12] M. Martins, V. Correia, J.M. Cabral, S. Lanceros-Mendezb, J.G. Rocha, Optimization of piezoelectric ultrasound emitter transducers for underwater communications, Sensors and Actuators A 184 p141–148 (2012).

[Monkhouse 97] RSC Monkhouse, P.D. Wilcox, P.Cawley, Flexible interdigital PVDF transducers for the generation of lamb waves in structures, Ultrasonics 35 p489-498, (1997).

[Morgan 91] David P. Morgan, Surface-wave devices for signal processing, Studies in electrical and electronic engineering 19, Ed. Elsevier, (1991).

[Na 08] Jeong Na, James L. Blackshire, Samuel Kuhr, Design, fabrication, and characterization of single-element interdigital transducers for NDT applications, Sensors and Actuators A 148 p359–365, (2008).

[Na 10] Jeong Na, James L. Blackshire, Interaction of Rayleigh waves with a tightly closed fatigue crack, NDT&E International 43 p432–439, (2010).

[Newnham 78 a] R.E. Newnham, D. P. Skinner and L.E. Cross, Connectivity and piezoelectricpyroelectric composites, Mat. Res. Bull. Vol 13, pp. 525-536, (1978).

[Newnham 78 b] R.E. Newnham, D. P. Skinner and L.E. Cross, Flexible composites transducer, Mat. Res. Bull. Vol 13, pp. 599-607, (1978).

[Pabst 14] poresW. Pabst, E. Gregorová, Young's modulus of isotropic porous materials with spheroidal pores, Journal of the European Ceramic Society 34 p3195–3207 (2014).

[Parent 08] Arnaud Parent, apport des nouveaux matériaux piézoélectriques dans le domaine des micro-gyrometres vibrants, thèse de doctorat à l'université de paris-sud UFR scientifique d'Orsay, (2008).

[Profunser 04] D. M. Profunser, J. Vollmann, J. Dual, Determination of the material properties of microstructures by laser based ultrasound, Ultrasonics, Vol. 42, p641-646, (2004).

[Ramakrishnana 2012] N. Ramakrishnana, Ashish K. Namdeob, Harshal B. Nemadeb et Roy Paily Palathinkalb, 'Simplified Model for FEM Simulation of SAW Delay Line Sensor', Procedia Engineering 41 p1022 – 1027, (2012).

[Rathod 10] V.T. Rathod, D. Roy Mahapatra, Anjana Jain, A. Gayathri, Characterization of a large-area PVDF thin film for electro-mechanical and ultrasonic sensing applications, Sensors and Actuators A 163 p164–171 (2010).

[Rayleigh 85]Lord Rayleigh, waves propagating along the plane surface of an elastic solid. Proc. London Math. Soc., 17 :4-11 (1885).

[Ro 2012]R. Ro, Ruyue Lee, Zhi-Xun Lin, Chia-Chi Sung, Yuan-Feng Chiang, Sean Wu, 'Surface acoustic wave characteristics of a (100) ZnO/(100) AlN/diamond structure', Thin Solid Films, (2012).

[Roncari 01] E. Roncari, C. Galassi, F. Craciun, C. Capiani, A. Piancastelli, A microstructural study of porous piezoelectric ceramics obtained by di€ erent methods, Journal of the European Ceramic Society 21 p. 409-417 (2001).

[Rose 98] J.L. Rose S.P.Pelts, M.J. Quarry, A comb transducer model for guided wave NDE, Ultrasonics, Vol. 36, p163-169, (1998)

[Royer 96] D. Royer, Dieulesaint E., Onde élastique dans les solides, Tome 1, Propagation libre et guidée, Ed. Masson, (1996).

[Royer 99]Royer D., Dieulesaint E., Onde élastique dans les solides, Tome 2, Génération, interaction acousto-optique, applications, Ed. Masson, (1999).

[Sakamoto 02] W.K. Sakamoto, P. Marin-Franch, D.K. Das-Gupta, Characterization and application of PZT/PU and graphite doped PZT/PU composite, Sensors and Actuators A 100 p165–174(2002).

[Sezawa 17] K. Sezawa. Dispersion of elastic waves propagated on the surface of stratifed bodies and curved surfaces. Bull. Earthquake Res. Inst. Tokyo, 3 :1-18, 1917.

[Studart 06]A. Studart, U. Gonzenbach, E. Tervoort, J. Gauckler, Processing Routes to Macroporous Ceramics: A Review, Journal of the American Ceramic Society, vol.89, issue 6, pp.1771-1789 (2006).

[Tancrell 71] R.H. Tancrell, R.C. Williamson, Wavefront distortion of acoustic surface waves from apodized interdigital transducers, Appl. Phys. Lett., Vol. 19, p456.459, (1971).

[Thomas 02] Thomas R. Hay, Joseph L. Rose, Flexible PVDF comb transducers for excitation of axisymmetric guided waves in pipe, Sensors and Actuators A 100 p18–23 (2002).

[Vashishth 2009] Anil K. Vashishth, Vishakha Gupta, Wave propagation in transversely isotropic porous piezoelectric materials, International Journal of Solids and Structures 46, p 3620–3632 (2009).

[Viktorov 67] I. A. Viktorov, Rayleigh and Lamb wave physical theory and applications, Ultrasonic Technology, (1967).

[Viktorov 67] I.A Viktorov, Rayleigh and Lamb waves: physical theory and applications, Ultrasonic Technology, New York Plenum Press, (1967).

[White 70] R.M. White. Surface elastic waves, Transactions of the IEEE, volume 58, p1238-1276 (1970).

[Wilson 2014] W. C. Wilson, P. D. Juarez, Emerging Needs for Pervasive Passive Wireless Senor Networks on Aerospace Vehicles, Procedia Computer Science 37 p 101-108, (2014).

[Wongtimnoi 11] Komkrisd WONGTIMNOI, Polyuréthanes électrostrictifs et Nanocomposites : Caractérisation et Analyse des mécanismes de couplages électromécaniques, These de doctorat à L'institut national des sciences appliquées de Lyon, 2011.

[Xuan 15] Wei Peng Xuan, JinKai Chen, XingLi He, WenBo Wang, Shurong Dong and Jikui Luo, Flexible surface acoustic wave humidity sensor with on chip temperature compensation, Procedia Engineering 120 p364 – 367 (2015).

[Yamada 82] Takeshi Yamada, Toshinobu Ueda and Toyoki Kitayama, Piezoelectricity of highcontent lead zirconate titanate / polymer composite, J. Appl. Phys. 53 (6) p4328-4332 (1982). [Zampetti 14] Emiliano Zampetti, Andrea Bearzotti, Antonella Macagnano, Flexible piezoelectric transducer based on electrospun PVDF nanofibers for sensing applications, Procedia Engineering 87 p1509 – 1512 (2014).

[Zani 01] Marie-Line Zani, CND par ultrasons : le "sans contact" est techniquement prêt, mais ..., Mesures, N°734, p63-66, (2001).

[Zeng 07] Tao Zeng, XianLin Dong, ShuTao Chen, Hong Yang, Processing and piezoelectric properties of porous PZT ceramics, Ceramics International 33 p. 395–399 (2007).

[Zhao 2009] Yi-Gui Zhao, Ming Liu, Dong-Mei Li, Jing-Jing Li, Jie-Bin, FEM modeling of SAW organic vapor sensors, Sensors and Actuators A 154 p 30–34, (2009).

Annexes

Sommaire

Annexe A
Annexes B
Annexe B.1 : Caractérisation électrique des capteurs IDT 207
Annexe B.2: Caractérisation acoustique des capteurs IDT 209
Annexe B.3 : Caractérisation électrique des capteurs IDT, lorsque les électrodes interdigitées sont déposées sur une lame époxy
Annexe B.4 : Caractérisation acoustique des capteurs IDT, lorsque les électrodes interdigitées sont déposées sur une lame époxy
Annexe B.5 : Caractérisation électriques des capteurs IDT rigides en contact avec le substrat 211
Annexe B.6 : Caractérisation acoustique des capteurs IDT rigides en contact avec le substrat 212
Annexe B.7 : Caractérisation acoustiques des capteurs IDT flexibles en contact avec le substrat. 217
Annexe B.8 : Caractérisation acoustiques des capteurs IDT souples, en contact avec le substrat, lorsque les électrodes déposés sur une lame époxy

Annexe A



Figure A-1 : Amplitudes maximales des déplacements générés pour l'onde de surface, pour différentscouples de matériaux en fonction du rapport épaisseur/longueur d'onde λ_{R-SUB}



Figure A- 2 : Amplitudes maximales des déplacements générés pour l'onde de surface, pour différentscouples de matériaux en fonction du rapport épaisseur/longueur d'onde λ_{L-LAME}

Annexes



Figure A- 3 : Amplitudes maximales des déplacements générés pour l'onde de surface, pour différentscouples de matériaux en fonction du rapport épaisseur/longueur d'onde λ_{L-SUB}



Figure A- 4 : Amplitudes maximales des déplacements générés pour l'onde de surface, pour différentscouples de matériaux en fonction du rapport épaisseur/longueur d'onde λ_{T-LAME}
Annexes



Figure A- 5 : Amplitudes maximales des déplacements générés pour l'onde de surface, pour différentscouples de matériaux en fonction du rapport épaisseur/longueur d'onde λ_{T-SUB}

Annexes **B**



Annexe B.1 : Caractérisation électrique des capteurs IDT





Figure B- 5 : Impédance du capteur C7 (Pz27 à 19,48 MHz)



Figure B-6: Impédance du capteur C9 (Pz26 à 21,32 MHz)

N°	Matériaux	(a+b) th. (μm)	(a+b) exp. (µm)	e (mm)	R (Ω)	Χ (Ω)	Impédance (Ω)	f _{exp.} (MHz)
C33	LiNbO ₃	400	-	3	113	-	-	4,57
C1	LiNbO ₃	200	200,3	3	409	-574	705	9,98
C2	LiNbO ₃	200	198,6	3	385	-637	744	10,07
C10	Pz26	100	102,3	1	40	-31	50	10,66
C5	Pz27	90	89,6	1	39	-21	44	10,95
C6	Pz27	90	91	1	43	-26	50	11,02
C7	Pz27	46	49,8	1	61	18	64	19,48
C8	Pz27	46	49,7	1	72	-24	76	19,5
C4	LiNbO ₃	180	101,5	3	253	-335	420	20,11
С9	Pz26	50	49,9	1	40	-9	41	21,32

Tableau B- 1 : Tableau récapitulatif des paramètres (théoriques et expérimentaux) des capteurs(utilisés pour la génération de l'onde sur la lame piézoélectrique elle-même) et les impédancesassociés

~ 208 ~



Annexe B.2: Caractérisation acoustique des capteurs IDT

Figure B- 7 : Déplacements normaux à la surface du capteur C6 (Pz27, 10MHz), C8 (Pz27, 20MHz), C33 (LiNbO₃, 4,55MHz) et C2 (LiNbO₃, 10,07MHz)

N°	Matériaux	e (mm)	f _{exp.} (MHz)	Nombre de paires d'électrodes	Amplitude th. (nm)	Amplitude exp. (nm)	interféromètre
C33	LiNbO ₃	3	4,55	20	-	6	POLYTEC
C1	LiNbO ₃	3	9,98	10	2,9	2,8	SH140
C2	LiNbO ₃	3	10,07	10	2,9	3,4	SH140
C10	Pz26	1	10,66	10	13	10,08	SH140
C5	Pz27	1	10,95	10	15	4,07	SH140
C6	Pz27	1	11,02	10	15	3,1	SH140
C7	Pz27	1	19,48	10	16	1,6	SH140
C8	Pz27	1	19,5	10	16	1,2	SH140
C4	LiNbO ₃	3	20,11	10	3,1	2,2	SH140
С9	Pz26	1	21,32	10	13	1,7	SH140

 Tableau B- 2 : Tableau récapitulatif des paramètres et des amplitudes maximales (théoriques et expérimentales) des déplacements pour différents capteurs



Annexe B.3 : Caractérisation électrique des capteurs IDT, lorsque les électrodes interdigitées sont déposées sur une lame époxy

Figure B-8: Résistance des capteurs avec les électrodes déposées sur la lame époxy

Annexe B.4 : Caractérisation acoustique des capteurs IDT, lorsque les électrodes interdigitées sont déposées sur une lame époxy



Figure B-9 : Déplacements générés sur le capteur IDT avec des électrodes déposées sur la lame <u>époxy</u>

No	Electrodes réalisées par	(mm) w	a (µm)	f _{exp.} (MHz)	Z (Ω)	Nombre d'électrode	Nbre de sinusoïdes	Amplitude exp.(nm)	Interférom ètre
e4	Jet d'encre	8	200	4,92	150	20	20	1,6	SH140
e14	Circuit imp.	10	200	4,98	380	10	10	0,7	SH140
e3	Jet d'encre	8	200	4,99	160	20	20	1,4	SH140
e13	Circuit imp.	10	200	4,99	220	10	10	2,4	SH140
e1	Jet d'encre	8	200	5,02	200	20	20	0,25	SH140
e11	Ablation	8	200	5,1	100	10	10	0,35	SH140
e21	Ablation	8	100	9,65	1300	10	10	0,21	POLYTEC
e15	Circuit imp.	10	100	9,95	90	25	20	1	SH140
e12	Circuit imp.	10	100	9,96	105	25	20	1,6	SH140
e10	Ablation	8	100	10,5	200	10	10	0,3	SH140
e9	Ablation	8	90	10,95	90	10	10	0,42	SH140
e5	Jet d'encre	8	100	11,03	320	20	20	0,22	SH140
e2	Jet d'encre	8	100	11,1	90	20	20	0,14	SH140

Tableau B- 3 : Tableau récapitulatif des paramètres des électrodes déposées sur lames époxy et les

 résultats obtenues sur le LiNbO3 d'épaisseur 3mm

Annexe B.5 : Caractérisation électriques des capteurs IDT rigides en contact avec le substrat



Figure B-10: Résistance des capteurs IDT en contact avec le substrat





0.2

0.1



-coin5-c42



Figure B-11 : Réponses relevées à l'aide des capteurs à coin, suite à l'excitation d'un capteur IDT rigide

Emetteur	Récepteur	Matériau (IDT)	e (µm)	Contact avec le substrat	f _{exp.} (MHz)	e/λ _{R-LAME}	Tension (mV)	Electrodes réalisés par
C32	Coin5	LiNbO ₃	500	Non collé	2,95	0,9	200	Jet d'encre
C32	Coin2	LiNbO ₃	500	Non collé	2,95	0,9	6	Jet d'encre
C44	Coin5	PZ27	500	Non collé	3	0,8	640	Jet d'encre
Coin5	C44	PZ27	500	Non collé	3	0,8	62	Jet d'encre
C45	Coin5	PZ27	500	collé	3	0,8	600	Jet d'encre
Coin5	C45	PZ27	500	collé	3	0,8	130	Jet d'encre
C90	Coin5	PZ26	1000	Non collé	4,3	2,15	55	Ablation
Coin5	C90	PZ26	1000	Non collé	4,3	2,15	53	Ablation
C144	Coin5	PIC225	180	Non collé	5	0,4	6	Ablation
C145	Coin5	PIC225	180	Non collé	5,5	0,6	3	Ablation
C141	Coin5	PIC225	200	Non collé	5	0,6	1,2	Ablation
C43	Coin5	PZ26	500	Non collé	5	1,25	470	Jet d'encre
C42	Coin5	PZ26	500	collé	5	1,25	240	Jet d'encre
C147	Coin5	PIC225	180	Non collé	10	1	0,6	Ablation
C63	Coin5	PZT- CONRAD	200	Non collé	15	-	0,5	Jet d'encre
C63	Coin10	PZT- CONRAD	200	Non collé	10	-	0.6	Jet d'encre

Tableau B- 4 : Tableau récapitulatif des paramètres des différents capteurs IDT rigides et résultatsobtenues à l'aide d'un capteur à coin



Figure B- 12 : Réponse relevé à l'aide d'un capteur IDT rigide suite à l'excitation d'un capteur IDT de même nature

Annexes

Emetteur	Récepteur	Matériau	e (µm)	f _{exp.} (MHz)	e/λ _{R-LAME}	Tension à la sortie (mV)
C31	C32	LiNbO ₃	500	2,95	0,37	65
C32	C31	LiNbO ₃	500	2,95	0,37	55
C44	C45	Pz27	500	3,1	0,86	440
C45	C44	Pz27	500	3	0,86	360
C42	C43	Pz26	500	4,6	1,15	500
C43	C42	Pz26	500	4,6	1,15	440
C145	C144	PIC225	180	4	0,5	0,7
C144	C145	PIC225	180	4	0,4	0,7
C141	C142	PIC225	200	8,5	0,9	0,07
C142	C141	PIC225	200	8,5	0,9	0,07
C146	C147	PIC225	180	6	0,6	-
C147	C146	PIC225	180	6	0,6	-
C60	C61	PZT- CONRAD	200	10	-	0,9
C61	C60	PZT- CONRAD	200	10	-	0,6





BaTiO₃/résine







<u>Figure B-13 : Réponse relevé à l'aide d'un capteur à coin suite à l'excitation d'un capteur IDT</u> <u>flexible à base de BaTiO3</u>

Emetteur	Récepteur	Matériau	e (µm)	f _{exp.} (MHz)	e/λ_{R-LAME}	Tension à la sortie (mV)	Electrodes réalisé par
C53	Coin1	BaTiO ₃ /résine	2000	1,19	1,13	4,4	Ablation
Coin1	C53	BaTiO ₃ /résine	2000	1,19	1,13	9	Ablation
C58	Coin1	BaTiO ₃ /résine	2000	1,2	1,14	25	Jet d'encre
Coin1	C58	BaTiO ₃ /résine	2000	1,2	1,14	33	Jet d'encre
C59	Coin2	BaTiO ₃ /résine	1000	2,2	1,05	0,12	Jet d'encre
Coin2	C59	BaTiO ₃ /résine	1000	2,2	1,05	0,3	Jet d'encre
C54	Coin2	BaTiO ₃ /résine	1000	2,45	1,17	0,23	Ablation
Coin2	C54	BaTiO ₃ /résine	1000	2,45	1,17	2,2	Ablation
C55	Coin5	BaTiO ₃ /résine	500	3,4	0,8	3,5	Ablation
Coin5	C55	BaTiO ₃ /résine	500	4,98	1,19	2,4	Ablation
C57	Coin5	BaTiO ₃ /résine	500	4,98	1,19	1	Jet d'encre
Coin5	C57	BaTiO ₃ /résine	500	4,98	1,19	1,2	Jet d'encre
C125	Coin5	BaTiO ₃ /résine	500	5	1,2	0,2	Jet d'encre
Coin5	C125	BaTiO ₃ /résine	500	5	1,2	0,4	Jet d'encre
C79	Coin5	BaTiO ₃ /résine	300	8	1,15	0,19	Ablation
C79	Coin10	BaTiO ₃ /résine	300	8	1,15	0,05	Ablation

 Tableau B- 6 : Tableau récapitulatif paramètres des différents capteurs IDT flexible en BaTiO₃/résine

 et résultats obtenues à l'aide d'un capteur à coin

PUPZT







Figure B- 14 : Réponses relevées à l'aide d'un capteur à coin suite à l'excitation d'un capteur IDT flexible à base de PU/PZT

Emetteur	Récepteur	Matériau	e (µm)	f _{exp.} (MHz)	e/λ_{R-LAME}	Tension à la sortie (mV)	Electrodes réalisé par
C83	Coin5	PU/PZT	140	2,4	-	0,1	Ablation
C130	Coin2	PU/PZT	50	2,85	-	0,13	Ablation
Coin2	C130	PU/PZT	50	2,85	-	0,2	Ablation
C131	Coin2	PU/PZT	50	2,85	-	0,12	Ablation
Coin2	C131	PU/PZT	50	2,85	-	0,3	Ablation
C157	Coin5	PU/PZT	200	3	-	0,22	Ablation
Coin2	C157	PU/PZT	200	3	-	0,28	Ablation
C105	Coin5	PU/PZT	200	4,88	-	0,85	Ablation
C149	Coin5	PU/PZT	90	5	-	0,08	Ablation
Coin5	C149	PU/PZT	90	5	-	0,11	Ablation
C150	Coin5	PU/PZT	90	5	-	0,05	Ablation
Coin5	C150	PU/PZT	90	5	-	0,05	Ablation
C104	Coin5	PU/PZT	200	5,1	-	0,8	Ablation
C51	Coin5	PU/PZT	50	5,4	-	1,5	Ablation
Coin5	C51	PU/PZT	50	5,4	-	2,2	Ablation
C52	Coin5	PU/PZT	50	5,4	-	2,5	Ablation
Coin5	C52	PU/PZT	50	5,4	-	1,3	Ablation
C108	Coin5	PU/PZT	140	5	-	0,12	Ablation
C109	Coin5	PU/PZT	140	5	-	0,03	Ablation
C71	Coin10	PU/PZT	100	7,5	-	0,03	Ablation

Tableau B- 7 : Tableau récapitulatif des paramètres des différents capteurs IDT flexibles en PU/PZT

 et résultats obtenues à l'aide d'un capteur à coin

PI/PZT



<u>Figure B-15 : Réponses relevées à l'aide des capteurs à coin, suite à l'excitation d'un capteur IDT</u> <u>flexibles en PI/PZT</u>

Emetteur	Récepteur	Matériau	e (µm)	f _{exp.} (MHz)	f _{th.} (MHz)	e/λ _{R-} lame	Tension à la sortie (mV)	Electrodes réalisé par
C151	Coin5	PI/PZT	110	5	5	-	0,6	Ablation
Coin5	C151	PI/PZT	110	5	5	-	1,2	Ablation
C153	Coin5	PI/PZT	110	5	5	-	0,32	Ablation
Coin5	C153	PI/PZT	110	5	5	-	0,45	Ablation
C154	Coin5	PI/PZT	120	5	5	-	0,24	Ablation
Coin5	C154	PI/PZT	120	5	5	-	0,36	Ablation

 Tableau B- 8 : Tableau récapitulatif des paramètres des différents capteurs IDT flexibles en PI/PZT et

 résultats obtenues à l'aide d'un capteur à coin

PVDF



Figure B- 16 : Réponses relevées à l'aide d'un capteur à coin suite à l'excitation d'un capteur IDT flexible à base de PVDF

Emetteur	Récepteur	Matériau	e (µm)	f _{exp.} (MHz)	Tension à la sortie (mV)	Electrodes réalisé par
C36	Coin5	PVDF	28	4,72	0,9	Ablation
C35	Coin5	PVDF	28	5	0,15	Ablation
C34	Coin5	PVDF	28	5,7	0,75	Ablation
C38	Coin5	PVDF	52	5,3	0,9	Ablation
C37	Coin5	PVDF	52	5,6	2	Ablation
C39	Coin5	PVDF	110	4,5	1,4	Ablation
C40	Coin5	PVDF	110	5,6	0,08	Ablation
C41	Coin5	PVDF	110	5,6	0,26	Ablation

 Tableau B- 9 : paramètres des différents capteurs IDT flexibles en PVDF et résultats obtenues à l'aide

 d'un capteur à coin

Mesure interférométrique des capteurs souples en contact avec le substrat



Figure B- 17 : Déplacements relevés à l'interféromètre laser sur un substrat d'aluminium, pour des capteurs IDT à base de BaTiO₃/résine



2.2 x 10⁻⁵

Mesure IDT-IDT (lames flexibles)



Figure B- 18 : Réponses relevées à l'aide d'un capteur IDT flexible suite à l'excitation d'un capteur IDT de même nature

Emetteur	Récepteur	Matériau	e (µm)	f _{exp.} (MHz)	e/λ_{R-LAME}	Tension à la sortie (mV)
C53	C58	BaTiO ₃ /résine	2000	1,19	1,14	1,4
C58	C53	BaTiO ₃ /résine	2000	1,19	1,14	2
C130	C131	PU/PZT	50	2,95	-	0,12
C131	C130	PU/PZT	50	2,95	-	0,11
C57	C125	BaTiO ₃ /résine	500	5	1,2	0,04
C125	C57	BaTiO ₃ /résine	500	5	1,2	0,05
C51	C52	PU/PZT	50	5,4	-	0,12
C52	C51	PU/PZT	50	5,4	-	0,11
C79	C122	BaTiO ₃ /résine	300	8,3	1,19	0,03
C122	C79	BaTiO ₃ /résine	300	8,3	1,19	0,03

 Tableau B- 10 : Tableau récapitulatif des paramètres des différents capteurs IDT flexibles et résultats

 obtenues à l'aide d'un capteur IDT de même nature





Annexes



Annexes





Figure B- 19 : Réponses relevées à l'aide d'un capteur à coin suite à l'excitation d'un capteur IDT flexible, lorsque les électrodes sont déposées sur lame époxy

N°	Lame flexible	Electrodes réalisées par	w (mm)	a (µm)	f _{exp.} (MHz)	Nombre d'électrodes	Tension (mV)
e3	PI/PZT (P13)	Jet d'encre	8	200	4	20	0,7
e3	PI/PZT (P16)	Jet d'encre	8	200	3,5	20	0,05
e3	PI/PZT (P17)	Jet d'encre	8	200	3,9	20	0,03
e4	PI/PZT (P13)	Jet d'encre	8	200	3,2	20	0,17
e4	PI/PZT (P17)	Jet d'encre	8	200	3,4	20	0,1
e11	PI/PZT (P17)	ablation	8	100	3,5	10	0,05
e22	PI/PZT (P13)	ablation	8	200	3,4	10	0,28
e22	PI/PZT (P17)	ablation	8	200	3,7	10	0,04
e3	PU/PZT (M3)	Jet d'encre	8	200	3,66	20	0,75
e4	PU/PZT (M3)	Jet d'encre	8	200	3,5	20	1,1
e11	PU/PZT (M3)	ablation	8	100	3,3	10	0,8
e22	PU/PZT (M3)	ablation	8	200	3,3	10	1,1
e3	PVDF (52 μm)	Jet d'encre	8	200	3,85	20	0,3
e3	PVDF (110 μm)	Jet d'encre	8	200	4,19	20	0,65
e4	PVDF (52 μm)	Jet d'encre	8	200	3,4	20	3,2
e4	PVDF (110 μm)	Jet d'encre	8	200	3,4	20	3,1
e22	PVDF (52 μm)	ablation	8	200	3,8	10	1,8
e22	PVDF (110 μm)	ablation	8	200	3,8	10	2,5
e5	PI/PZT (P17)	Jet d'encre	8	100	5,5	20	0,03
e10	PI/PZT (P10)	ablation	8	100	3,2	10	0,08
e10	PI/PZT (P17)	ablation	8	100	4	10	0,04
e2	PU/PZT (M3)	Jet d'encre	8	100	3,2	20	0,23
e5	PU/PZT (M3)	Jet d'encre	8	100	3,7	20	0,35
e10	PU/PZT (M3)	ablation	8	100	3,1	10	0,22
e2	PVDF (52µm)	Jet d'encre	8	100	3,2	20	0,3
e5	PVDF (52 μm)	Jet d'encre	8	100	5,5	20	2
e21	PI/PZT (P17)	ablation	8	100	5,6	10	0,03
e21	PVDF (52 μm)	ablation	8	100	5,1	10	0,12
e6	PI/PZT (P17)	Jet d'encre	8	90	3,8	20	0,03
e24	PI/PZT (P17)	ablation	8	90	5	10	0,03
e6	PU/PZT (M3)	Jet d'encre	8	90	3,1	20	0,24
e9	PU/PZT (M3)	ablation	8	90	3,1	10	0,26
e6	PVDF (52 μm)	Jet d'encre	8	90	3,8	20	1,9
e6	PVDF (110 μm)	Jet d'encre	8	90	3,62	20	0,5
e24	PVDF (52 μm)	ablation	8	90	8,3	10	0,12
e24	PVDF (110 μm)	ablation	8	90	8,3	10	0,1

 Tableau B- 11 : Tableau récapitulatif paramètres des différents capteurs IDT flexibles en PVDF et résultats obtenues à l'aide d'un capteur à coin, avec les électrodes déposés sur lame époxy

Rafatou TAKPARA

Développement de capteurs piézoélectriques interdigités flexibles

pour la caractérisation ultrasonore des revêtements

Résumé

Ce travail porte sur la réalisation de capteurs interdigités (IDT pour InterDigital Transducer) sur des supports piézoélectriques. L'enjeu est double puisqu'il s'agit premièrement de disposer de capteurs efficaces pour générer des ondes de surface acoustiques (SAW pour Surface Acoustic Wave) afin de caractériser la qualité des revêtements et des surfaces de structures. Le deuxième objectif de cette étude est de rendre ces capteurs IDT flexibles afin qu'ils puissent s'adapter non seulement aux différentes géométries planes ou non mais aussi pour qu'ils soient capables de supporter les déformations des structures au cours de leur utilisation. En général, les matériaux piézoélectriques sont rigides et le caractère souple des matériaux est souvent en opposition avec les performances piézoélectriques de ces derniers ; nous avons donc développé des matériaux qui répondent à ces deux exigences : la performance piézoélectrique et la souplesse. Enfin, nous avons privilégié des technologies relativement bon marché pour développer ces capteurs afin d'envisager par la suite, un contrôle continu des structures en intégrant ces capteurs à demeure sur ces dernières.

Mots-clés : Capteur IDT, Capteur à onde de surface, Capteur flexible, CND ultrasonore, SHM ultrasonore, Composites piézoélectriques 3-3, Composites piézoélectrique 3-0

Abstract

This work deals with the realization of interdigital sensors (IDT for InterDigital Transducer) on piezoelectric substrates. There is a dual challenge since firstly, the aim is to have efficient sensors to generate surface acoustic waves (SAW) in order to characterize the quality of the coatings and structure surfaces. The second objective of this study is to make these IDT sensors flexible so as to adapt to different geometries of structures and to be able to put up with the deformations of structures in use. Typically, piezoelectric materials are rigid and the flexible nature of the materials is often in opposition to the piezoelectricity and flexibility. Finally, we gave greater importance to relatively cheap technologies to develop these sensors because this allows then to consider continuous monitoring (structural health monitoring) by incorporating these sensors permanently on the structures to be tested.

Keywords: IDT sensor, SAW sensor, Flexible sensor, Ultrasonic NDT, Ultrasonic SHM, 3-3 piezoelectric composite, 3-0 piezoelectric composite